

МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
имени М.В. ЛОМОНОСОВА
ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

На правах рукописи

Перова Наталья Николаевна

**Магнитооптическое зондирование наноструктурированных магнитных
материалов**

Специальность 1.3.12 Физика магнитных явлений

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание ученой степени

кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:

доктор физико-математических наук, профессор

Ганьшина Елена Александровна

Москва – 2026

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение	5
Глава 1. Особенности свойств наноструктурированных магнитных материалов.....	15
1.1. <i>Наноструктурированные магнитные материалы, их классы и типы</i>	<i>16</i>
1.1.1. <i>Формирование магнитных свойств в наноразмерных системах</i>	<i>21</i>
1.2. <i>Наноконтропозитные структуры</i>	<i>22</i>
1.2.1. <i>Методы получения гранулированных наноконтропозитов и влияние технологических параметров на их свойства.....</i>	<i>24</i>
1.3. <i>Аморфные и наноконтропозитные плёнки и ленты</i>	<i>28</i>
1.3.1. <i>Методы получения аморфных и наноконтропозитных материалов</i>	<i>31</i>
1.3.2. <i>Термическая и химическая обработка аморфных и наноконтропозитных структур.....</i>	<i>36</i>
1.4 <i>Заключение.....</i>	<i>39</i>
Глава 2. Методики магнитного и магнитооптического зондирования.	40
2.1 <i>Магнитооптическая спектроскопия (Керр-спектрометр).....</i>	<i>40</i>
2.2 <i>Магнитооптическая микроскопия (Керр-микроскоп).....</i>	<i>46</i>
2.3 <i>Вибрационная магнитометрия</i>	<i>54</i>
2.4 <i>Выводы</i>	<i>60</i>
Глава 3. Магнитооптическое зондирование наноконтропозитных систем.....	63
3.1. <i>Серия наноконтропозитов $(CoFeB)_x(LiNbO_3)_{100-x}$.....</i>	<i>63</i>
3.1.1. <i>Результаты Керр-спектроскопии.....</i>	<i>65</i>
3.1.2. <i>Результаты Керр-микроскопии</i>	<i>68</i>
3.1.3. <i>Результаты исследований объёмных свойств.</i>	<i>72</i>
3.1.4. <i>Анализ и сопоставление с литературными данными</i>	<i>73</i>
3.2. <i>Многослойные наноструктуры $\{[(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_{34}(SiO_2)_{66}]/ZnO\}_n$. ..</i>	<i>76</i>
3.2.1. <i>Результаты Керр-спектроскопии</i>	<i>78</i>
3.2.2. <i>Керр-микроскопия и вибрационная магнитометрия.....</i>	<i>83</i>

3.2.3. Анализ и сопоставление с литературными данными	85
3.3. <i>Нанокompозиты (Co)_x(CoO)_{100-x}</i>	87
3.3.1. Результаты измерений Керр-спектроскопии.....	89
3.3.2. Объёмные магнитные свойства.....	92
3.3.3. Результаты Керр-микроскопии	94
3.3.4. Анализ и сопоставление с литературными данными	95
3.4. <i>Выводы к главе 3.</i>	97
Глава 4. Аморфные ленты и пленки	99
4.1. <i>Аморфные ленты Ni_{41.1}Co_{31.6}Fe_{7.7}Si_{13.1}B_{6.5}: структура, магнитные и магнитооптические свойства</i>	100
4.1.1. Результаты вибрационной магнитометрии и Керр-спектроскопии	101
4.1.2. Керр-микроскопия: доменная структура и приповерхностные петли гистерезиса.....	103
4.1.3. Анализ результатов.....	105
4.2. <i>Влияние отжига на структуру и магнитооптические свойства плёнок Fe_{72.4}Ti_{5.4}B_{19.2}O_{3.0}</i>	107
4.2.1. Спектральные зависимости Керр-отклика	108
4.2.2. Результаты измерений объёмных магнитных свойств.....	110
4.2.3. Приповерхностные петли гистерезиса и ступенчатое перемагничивание	111
4.2.4. Анализ результатов.....	115
4.3. <i>Модификация поверхности аморфных сплавов и её влияние на магнитные свойства аморфных сплавов Co₇₅Si₁₅Fe₅Cr_{4.5}Al_{0.5}</i>	116
4.3.1. Объёмные магнитные свойства: данные вибрационной магнитометрии	118
4.3.2. Результаты Керр-микроскопии	120
4.3.3. Анализ результатов.....	123
4.4. <i>Итоговые выводы к главе 4.</i>	124
Основные результаты и выводы.....	127
Список опубликованных работ автора по теме диссертации:	130
Список литературы:	134

Список сокращений и условных обозначений

B	—	магнитная индукция
FM	—	ферромагнитное состояние
H	—	напряжённость магнитного поля
H_c	—	коэрцитивная сила
M	—	намагниченность
M_r	—	остаточная намагниченность
M_s	—	намагниченность насыщения
SFM	—	суперферромагнитное состояние
SPM	—	суперпарамагнитное состояние
μ	—	магнитная проницаемость
AM	—	аморфные материалы
ЛП	—	линия прокатки
BM	—	вибрационная магнитометрия
МО	—	магнитооптика
МОКЭ	—	магнитооптический эффект Керра
НК	—	нанокompозит
НС	—	наноструктуры
НСМ	—	наноструктурированные материалы
ПЭМ	—	просвечивающая электронная микроскопия
СЭМ	—	сканирующая электронная микроскопия
ТТТ-диаграмма	—	диаграмма изотермических превращений
ФЭУ	—	фотоэлектронный умножитель
ЭДС	—	энергодисперсионная спектроскопия
ЭМ	—	электромагнит
ЭК	—	эффект Керра
ЭЭК	—	экваториальный эффект Керра

Введение

Диссертационная работа посвящена зондированию наноструктурированных магнитных материалов методами магнитооптической магнитометрии, спектроскопии и микроскопии Керра. Особое внимание уделяется выявлению фазовых переходов, анизотропии приповерхностных магнитных свойств и морфологических особенностей, формирующихся в нанокompозитах, аморфных лентах и многослойных структурах.

Под магнитооптическим зондированием в рамках данной работы понимается использование комплекса магнито-полевых, спектроскопических и визуализирующих методик, основанных на магнитооптическом эффекте Керра, и предназначенных для исследования особенностей магнитной микроструктуры, фазово-структурного состояния, магнитных параметров, процессов перемагничивания в приповерхностных слоях тонкопленочных и композитных систем.

Актуальность

Исследование магнитных свойств наноматериалов остаётся одной из ключевых задач современной физики. Именно с развитием магнитных наноматериалов связаны прогресс и ожидания в создании нового поколения магнитномягких сплавов, материалов для сверхплотной магнитной записи, магнитных сенсоров, устройств спинтроники и магноники, а также материалов для биомедицины и др [1–14].

Ключевую роль в формировании магнитных свойств наноматериалов играют размерные эффекты и интерфейсные области, свойства которых существенно отличаются от объёмных и определяют магнитную анизотропию и механизмы перемагничивания. Однако подавляющее большинство методов магнитометрии даёт преимущественно интегральную по объёму информацию или позволяет исследовать только локальные участки на поверхности (как, например, в магнитной силовой микроскопии).

Магнитооптические (МО) методы исследования позволяют получать информацию о магнитных свойствах приповерхностных слоёв. Глубина чувствительности магнитооптической микроскопии определяется глубиной проникновения света, которая связана с коэффициентом экстинкции материала и длиной волны излучения $d = \lambda/4\pi k$. В режиме отраженного света d обычно составляет 20-40 нм для металлов [15].

На фоне существующего разнообразия методов магнитной диагностики (SQUID, вибрационная магнитометрия, магнитно-силовая микроскопия, нейтронография, фотоэлектронная спектроскопия и др.) МО-методы, и особенно эффект Керра, выделяются сочетанием высокой чувствительности, хорошего пространственного разрешения, относительной простотой и совместимостью с экстремальными условиями (вакуум, высокие поля, температура) [16].

Согласно данным обзорной работы [17], где приведены сравнительные возможности различных методов магнитной визуализации, МО выгодно выделяется балансом чувствительности, пространственного разрешения и глубины анализа.

Различные МО-методики дают взаимодополняющую информацию: магнитополевые и спектральные зависимости отражают фазово-структурный состав образца, тогда как Керр-микроскопия позволяет непосредственно наблюдать микромагнитную структуру и характер её перемагничивания [18–21]. Поэтому применение комплекса МО методик для детального и сравнительного анализа различных наноструктур: магнитных нанокompозитов «металл-диэлектрик» и «металл-полупроводник», многослойных нанокompозитов, аморфных и нанокристаллических лент и плёнок, представляется важным и своевременным.

Особенно актуальны исследования, направленные на:

- определение магнитных и структурных фазовых переходов с использованием Керр-спектроскопии;

- выявление морфологических факторов, влияющих на анизотропию приповерхностных магнитных свойств (локальную магнитную анизотропию);
- анализ неоднородных систем на границе между суперпарамагнитным и ферромагнитным состоянием;
- визуализацию доменных структур в наноструктурированных материалах (в частности, аморфно-нанокристаллических плёнках и композитных системах).

Цель работы

Целью диссертационной работы является исследование магнитных свойств различных классов наноструктурированных магнитных материалов методами объемной магнитометрии, магнитооптической спектроскопии и микроскопии и установление взаимосвязи между морфологией, структурой и характером магнитного упорядочения в приповерхностном и объёмном слоях под влиянием различных факторов.

Для достижения поставленной цели были сформулированы следующие задачи:

1. Обосновать выбор экспериментальных методов и разработать комплексный подход, объединяющий магнитооптические методы - Керр-спектроскопию, Керр-микроскопию и вибрационную магнитометрию, для исследования магнитной анизотропии, фазовых переходов и анализа доменной структуры в наноструктурированных материалах.

2. Исследовать влияние концентрации и морфологии ферромагнитной фазы в нанокompозитах $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$ и $(\text{Co})_x(\text{CoO})_{100-x}$ а также в многослойных структурах $\{[(\text{CoFeB})_{34}(\text{SiO}_2)_{66}]/\text{ZnO}\}_n$ на магнитооптические и магнитные характеристики.

3. Оценить влияние термообработки и поверхностной модификации на магнитные свойства аморфных и нанокристаллических лент и плёнок $\text{Co}_{75}\text{Si}_{15}\text{Fe}_5\text{Cr}_{4.5}\text{Al}_{0.5}$, $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{B}_{19.2}\text{O}_{3.0}$ и $\text{Ni}_{41.1}\text{Co}_{31.6}\text{Fe}_{7.7}\text{Si}_{13.1}\text{B}_{6.5}$.

4. Проанализировать характер фазовых переходов, критические пороги перколяции и доменную структуру исследованных наноструктурированных

материалов на основе данных Керр-спектроскопии, Керр-микроскопии и магнитометрии, а также сопоставить полученные результаты с данными других исследований для оценки воспроизводимости эффектов и корректности их физической интерпретации.

Выбор материалов обусловлен необходимостью исследования систем с различным типом магнитного взаимодействия — от гранулярных композитов до аморфных и нанокристаллических сплавов, — что позволяет как оценить возможности магнитооптического зондирования, так и уточнить фундаментальные механизмы формирования магнитного порядка и роль интерфейсных эффектов в наноструктурированных магнитных материалах.

Научная новизна работы состоит в следующем:

1. Впервые проведено комплексное магнитооптическое зондирование широкого класса наноструктурированных магнитных материалов, включающего нанокompозиты $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$ и $(\text{Co})_x(\text{CoO})_{100-x}$, многослойные структуры $\{[(\text{CoFeB})_{34}(\text{SiO}_2)_{66}]/\text{ZnO}\}_n$, аморфные и аморфно-нанокристаллические плёнки и ленты - $\text{Co}_{75}\text{Si}_{15}\text{Fe}_5\text{Cr}_{4.5}\text{Al}_{0.5}$, $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{V}_{19.2}\text{O}_{3.0}$ и $\text{Ni}_{41.1}\text{Co}_{31.6}\text{Fe}_{7.7}\text{Si}_{13.1}\text{B}_{6.5}$, с использованием Керр-спектроскопии, Керр-микроскопии и магнитометрии, что позволило выявить корреляции между магнитооптическим откликом и микромагнитной структурой.

2. Впервые выявлены критические концентрационные пороги переходов между различными состояниями магнитного упорядочения (суперпарамагнитный – суперферромагнитный – ферромагнитный) в тонкоплёночных нанокompозитах $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$ и $(\text{Co})_x(\text{CoO})_{100-x}$ методами магнитооптической спектроскопии и Керр-микроскопии.

3. Показано, что магнитооптические методы чувствительны к зарождению нанокристаллитов и сопутствующим фазовым неоднородностям в приповерхностной области аморфных плёнок $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{V}_{19.2}\text{O}_{3.0}$.

4. Показано влияние морфологии и наноструктурирования поверхности на магнитооптические, магнитные и коррозионные свойства

аморфных сплавов, в том числе при анодной модификации поверхности сплава $\text{Co}_{75}\text{Si}_{15}\text{Fe}_5\text{Cr}_{4.5}\text{Al}_{0.5}$ с формированием двумерных ячеистых структур.

Научная и практическая значимость исследования

Научная значимость работы состоит в расширении представлений об особенностях механизмов формирования магнитного упорядочения и микромагнитной структуры нанокompозитных, аморфных и нанокристаллических магнитных материалов, установленных с использованием методов магнитооптической спектроскопии и визуализации. На примере нанокompозитов $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$, плёнок $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{B}_{19.2}\text{O}_{3.0}$ и других серий показана связь между морфологией, фазовым составом и Керр-откликом, что позволило интерпретировать наблюдаемые эффекты с учётом структурных неоднородностей.

Практическая значимость работы заключается в возможности использования разработанного подхода к магнитооптическому зондированию для неразрушающего анализа магнитных свойств функциональных аморфных и композитных материалов. Помимо методического аспекта, физические результаты исследования представляют самостоятельную ценность, так как установлены параметры концентрационных порогов переходов между суперпарамагнитным, суперферромагнитным и ферромагнитным состояниями; выявлено влияние морфологии, распределения магнитной фазы и межфазных взаимодействий на формирование локальной магнитной анизотропии; показана высокая чувствительность приповерхностного слоя к нанокристаллизации и структурным модификациям.

Достоверность и обоснованность результатов исследования

Достоверность полученных результатов обеспечивается использованием современных и апробированных экспериментальных методов, включающих магнитооптические, Керр-спектроскопию и Керр-микроскопию, а также вибрационную магнитометрию. Измерения проводились с контролем воспроизводимости, включающим несколько циклов съёмки сигнала при

фиксированных условиях, а обработка данных сопровождалась оценкой статистических и инструментальных погрешностей.

Сопоставление результатов, полученных различными методами (оптическими и магнитометрическими), позволило провести перекрёстную верификацию характеристик и подтвердить физическую интерпретацию наблюдаемых эффектов.

Результаты исследования были доложены на профильных научных конференциях, в том числе с международным участием, и опубликованы в рецензируемых научных изданиях, индексируемых в базе ядра Российского индекса научного цитирования «eLibrary Science Index», а также в изданиях, текущие номера которых или их переводные версии вошли в международные реферативные базы данных и систем цитирования WoS и Scopus, что подтверждает их научную значимость и признание в профессиональном сообществе.

Положения, выносимые на защиту

1. Комплексный подход к магнитооптическому зондированию, объединяющий Керр-магнитометрию, Керр-спектроскопию, Керр-микроскопию в сочетании с вибрационной магнитометрией, позволяет выявить и охарактеризовать структурно-магнитные особенности сложных магнитонеоднородных систем, включая распределение фаз, магнитные переходы и приповерхностную магнитную неоднородность.

2. В нанокompозитах $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$ при увеличении содержания металлической фазы до $x \approx 36$ ат.% реализуется переход от суперпарамагнитного к ферромагнитному состоянию через суперферромагнитное состояние, характеризующееся частичной корреляцией магнитных моментов наногранул. Визуализация доменных структур в них становится возможной при концентрациях металлической фазы более $x \sim 40\%$.

3. Многослойные нанокompозиты $\{[(\text{CoFeB})_{34}(\text{SiO}_2)_{66}]/\text{ZnO}\}_n$ сохраняют суперпарамагнитный характер магнитного отклика, однако форма спектра экваториального эффекта Керра существенно зависит от толщин ультратонких

слоёв композита и ZnO. Изменения амплитуд и положения спектральных экстремумов обусловлены интерфейсными и интерференционными эффектами.

4. В нанокompозитах $(\text{Co})_x(\text{CoO})_{100-x}$ интерфейсное взаимодействие на границах Co/CoO формирует локальные ферромагнитные кластеры и вызывает появление гистерезиса с $H_c > 500$ Э уже при $x \approx 3.5$ ат.% металлического Co.

5. Вакуумная термообработка в течение часа аморфно-нанокристаллических плёнок $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{V}_{19.2}\text{O}_{3.0}$ в диапазоне 200–400 °C приводит к существенной модификации приповерхностного магнитного слоя. Термообработка вызывает формирование приповерхностной магнитной анизотропии, появление локальных жёстких фаз и переход от неупорядоченной доменной структуры к полосовой, сопровождающийся двухступенчатым перемагничиванием.

6. Анодирование и коррозионное воздействие существенно изменяют приповерхностные магнитные свойства аморфных сплавов $\text{Co}_{75}\text{Si}_{15}\text{Fe}_5\text{Cr}_{4.5}\text{Al}_{0.5}$. При этом анодное окисление приводит к упорядочению и частичной стабилизации доменной структуры, тогда как коррозионная среда вызывает выраженную поверхностную магнитную неоднородность при неизменности объёмных характеристик.

Соответствие паспорту специальности

Диссертация соответствует паспорту специальности 1.3.12 Физика магнитных явлений (физико-математические науки), п.3 и п.4:

3. Экспериментальные исследования магнитных свойств и состояний веществ различными методами, установление взаимосвязи этих свойств и состояний с химическим составом и структурным состоянием, выявление закономерностей их изменения под влиянием различных внешних воздействий.

4. Исследование изменений различных физических свойств вещества, связанных с изменением их магнитных состояний и магнитных свойств.

Апробация результатов

Основные результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на российских и международных научных конференциях, включая:

- Международную конференцию International Conference on Advanced and Applied Mineralogy and Materials Science (IcAUMS), Япония, 2025;
- Международная молодежная конференция «Ломоносов» (Москва, 2017, 2019, 2023 гг.);
- XXV Международная конференция Новое в Магнетизме и Магнитных Материалах (НМММ) (Москва, 2024 г.);
- 5th International Symposium on Advanced Magnetic Materials and Applications (ISAMMA) (Вьетнам, 2024 г.);
- Международная конференция «Samarkand International Symposium on Magnetism» (SISM) (Самарканд, 2023 г.);
- The 6th International Conference of Asian Union of Magnetism Societies (IcAUMS) (Индонезия, 2023 г.);
- International Baltic Conference on Magnetism (IBCМ) (Калининград, 2017 г.).

Публикации

Основные результаты диссертации изложены в **7 научных статьях**, опубликованных в рецензируемых изданиях, удовлетворяющих требованиям Положения о присуждении ученых степеней в МГУ имени М.В. Ломоносова, в **2 иных публикациях** и в **12 тезисах** международных и российских конференций. Полный список публикаций приведен в конце диссертационной работы (на странице **130**).

Личный вклад автора в диссертационную работу

Личный вклад автора является определяющим. Все результаты, представленные для защиты получены автором либо при его непосредственном участии. Автором лично проведены магнитооптические измерения, включая Керр-спектроскопию, Керр-магнитометрию и

визуализацию доменной структуры, а также вибрационные магнитометрические измерения, на установках кафедры магнетизма физического факультета МГУ.

Изучение морфологии и элементного состава образцов, включая сканирующую электронную микроскопию (СЭМ) и энергодисперсионную спектроскопию (ЭДС-анализ), выполнялись с участием сотрудников профильных лабораторий при консультативном взаимодействии. Исследования аморфных сплавов $\text{Co}_{75}\text{Si}_{15}\text{Fe}_5\text{Cr}_{4.5}\text{Al}_{0.5}$ проводились совместно с коллегами с химического факультета МГУ. Результаты, касающиеся нанокompозитов, в том числе серий $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$, а также многослойных структур, обсуждались и оформлялись в соавторстве с Е.А. Ганьшиной и И.М. Припеченковым.

Автор участвовал в обсуждениях полученных данных, интерпретации результатов и написании статей. Соискатель лично докладывал полученные результаты на российских и международных конференциях.

Структура и объем диссертации

Структурно диссертация состоит из введения, 4-х глав (обзора литературы, описания методик и 2-х оригинальных), заключения, списка литературы.

В первой главе представлен обзор литературы по наноструктурированным магнитным материалам, их классификации, типам нанокompозитов, аморфных и нанокристаллических систем, а также обсуждаются особенности методов их получения и структурные факторы, влияющие на магнитные и магнитооптические свойства.

Во второй главе описаны экспериментальные методики и измерительные комплексы, использованные в работе: вибрационная магнитометрия, магнитооптическая Керр-спектроскопия и Керр-микроскопия. Приведены схемы установок, геометрии экспериментов, условия измерений и подходы к обработке данных.

В **третьей главе** изложены результаты комплексных магнитооптических и магнитометрических исследований нанокompозитных и многослойных систем на основе CoFeB и Co/CoO. Проанализированы концентрационные и структурные зависимости магнитных и магнитооптических характеристик, установлены критические параметры и характер магнитного упорядочения, рассмотрено влияние морфологии и перколяционных эффектов.

В **четвёртой главе** представлены результаты исследований аморфных и аморфно-нанокристаллических плёнок и лент, рассмотрено влияние термообработки и поверхностной модификации на магнитные и магнитооптические свойства, доменную структуру и механизмы перемагничивания, включая процессы нанокристаллизации и коррозионного воздействия.

Объем работы: **157** страниц текста, включая **59** рисунков, **6** таблиц. Список литературы содержит **196** наименования.

Глава 1. Особенности свойств наноструктурированных магнитных материалов.

Развитие современных методов прецизионного синтеза и постобработки существенно расширило возможности создания магнитных материалов с контролируемой морфологией, фазовым состоянием и архитектурой структуры. Управляемое формирование наноразмерных элементов позволяет целенаправленно изменять магнитные характеристики и получать материалы для высокочастотной электроники, сенсоров, спинтронных устройств и элементов магнитной памяти [22,23]. При этом корректная диагностика магнитных свойств является принципиально важной задачей, поскольку даже слабые нано- и микромасштабные неоднородности способны существенно влиять на поведение материала и определять его функциональные параметры.

Наноструктурированные материалы (НСМ), в том числе магнитные, представляют собой широкий класс систем, чьи свойства определяются не только химическим составом, но и особенностями структуры на наноуровне — распределением фаз, размерами и формой структурных элементов, состоянием межфазных границ и особенностями морфологии [24–26]. Понимание механизмов формирования таких структур, их эволюции под воздействием внешних факторов, а также взаимосвязи между морфологическими характеристиками и магнитными эффектами является необходимым условием для разработки новых функциональных материалов и анализа уже полученных систем.

Цель данной главы — рассмотреть основные типы наноструктурированных магнитных материалов, исследуемых в работе, и обобщить их характерные структурные и магнитные особенности. В центре внимания находятся два важных класса наноструктурированных систем:

- гранулированные нанокомпозиты и многослойные гибридные структуры;
- аморфные и нанокристаллические плёнки и ленты.

Анализ литературных данных, представленный в последующих разделах главы, позволяет выделить ключевые параметры, определяющие магнитное поведение таких материалов, и тем самым обосновать выбор объектов исследования. Он также создаёт основу для интерпретации магнитооптических и магнитометрических результатов, представленных в главах 3 и 4.

1.1. Наноструктурированные магнитные материалы, их классы и типы

Наноматериалы разнообразны по своим видам и типам. Условно считается, что такие материалы содержат структурные элементы, имеющие хотя бы в одном измерении характерные размеры $d \leq 100$ нм [27]. Разнообразие свойств наноматериалов связано, во-первых, с важной ролью поверхностных и интерфейсных эффектов, а во-вторых, с тем, что для этого диапазона размеров возможно множество классических и квантовых размерных эффектов [24].

При этом следует отличать наноструктуры (НС) от наноструктурированных материалов (НСМ), поскольку первые характеризуются формой и размерностью, а вторые (НСМ) – ещё и окружением и расположением наноэлементов. Разнообразие форм для объёмных трёхмерных материалов бесконечно, даже на уровне наноструктур. Современные технологии позволяют конструировать отдельные объекты вплоть до атомного уровня [28,29]. Поэтому говоря об элементарных НС, которые могут входить в основу наноматериала, рассматривается очень широкий диапазон форм. На Рис. 1 приведен пример наиболее широко применяемых элементарных нанообъектов.

В первом приближении, при переходе к наноразмерному масштабу сложные геометрические формы можно считать упрощёнными структурными элементами, поскольку влияние их детальной формы нивелируется малой размерностью. В результате элементарные наноструктуры сводятся к трём типам: точечным объектам (0D), линейным (1D) и плоскостным (2D), что

позволяет классифицировать наноструктуры по единому признаку — их размерности, объединяющей и форму, и характер пространственной организации.

Формы, морфология – элементарных нанобъектов:

Вытянутые (1D):

Нано-

- -провода
- -пружинки
- -зигзаги
- -трубки
- -ленты/пленка
- и т.д.



Короткие (0D):

Нано-

- -сферы/точки
- -провода
- -пирамиды
- -кубы
- -многогранники
- -спирали
- и т.д.



Плоскости (2D):

Нано-

- -пленки

- -матрицы

- -решетки

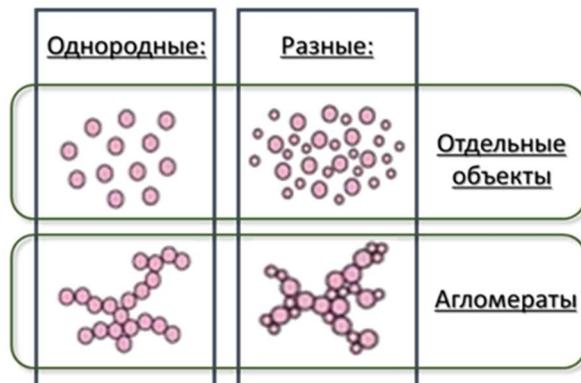


Рис. 1. Разнообразие форм и взаимосвязь элементарных нанобъектов [30].

При этом, рассматривая материалы на практике, говорят не об отдельных наноструктурах, а об их множестве. В связи с этим, материалы также следует рассматривать с точки зрения однородности и агломерационного состояния (Рис. 1), поскольку эти характеристики сильно влияют на физико-химические свойства материала.

В ряде работ было предложено описывать наноструктурированные материалы через комбинации строительных элементов различной размерности. Такой подход формирует конечное число возможных архитектур и позволяет систематизировать классы наноструктурированных материалов [31].

Однако важно понимать, что реальное разнообразие наноструктурированных систем значительно шире. Даже при фиксированном химическом составе возможно множество вариантов наноструктурирования за счёт:

- включения пустот и пор;
- формирования линейных или плоскостных дефектов;
- распределения второй фазы в виде включений или наногранул;

- изменения локального ближнего порядка в кристаллической решетке.

Таким образом, сочетание структурных строительных единиц, морфологии, неоднородностей и фазового состава приводит к фактически неограниченному числу возможных наноструктурированных материалов, даже при одинаковой химической формуле.

Используемая в литературе (см. Рис. 2) схема I–VI связывает размер частицы и ее основные характеристики. Нано-размер влияет не только на наличие квантово-размерных эффектов, но и на увеличение площади поверхности по сравнению с формой микрочастиц или даже объемом [32].

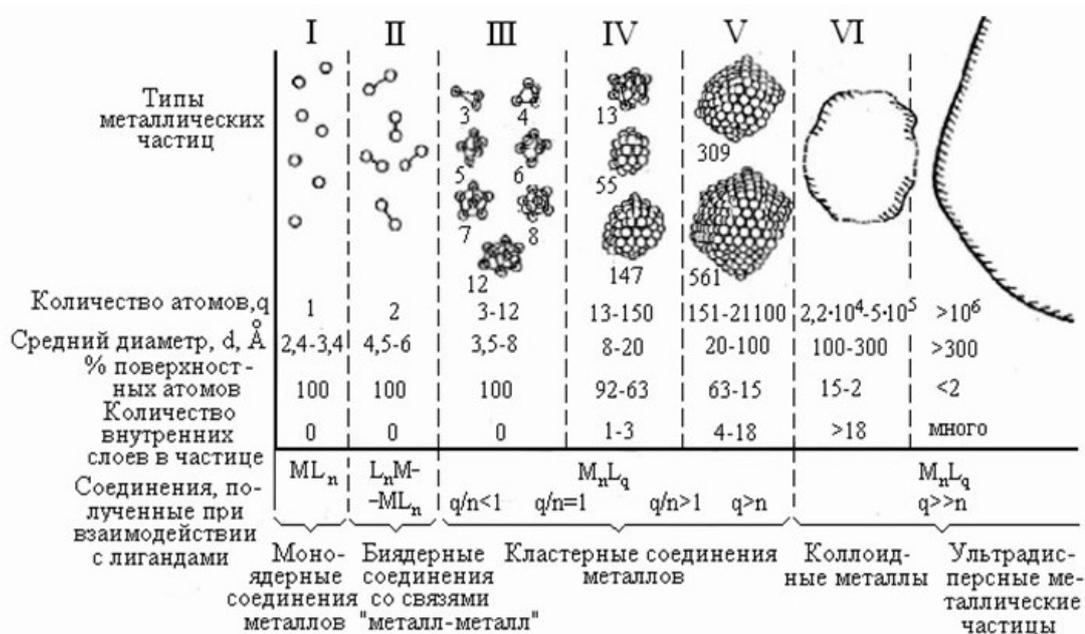


Рис. 2. Влияние размера частиц на основные характеристики [33].

Исследования группы А.С.Шарипова показывают, что малые атомные кластеры, содержащие около сотни атомов, демонстрируют более сильную зависимость своих свойств от размера по сравнению с более крупными частицами [34]. По мере уменьшения размера наночастицы, как поверхностные, так и квантово-ограничительные эффекты становятся преобладающими, определяя их физико-химические свойства.

Однако нет четко выраженного размера наночастиц, при котором их свойства сравнимы со свойствами в объеме. В работе И. Пачеко, при изучении наноматериалов и нанокмпозитов, показана зависимость размера наночастиц

от рассматриваемого свойства и типа материала, при которых будут сильно отличаться свойства [30]. В Таблице 1 приведён пример некоторых свойств, изменяющихся при указанных размерах, по сравнению с объёмными свойствами того же материала [30].

Таблица 1. Изменяющиеся свойства, при определённом пороговом размере наночастиц по сравнению с более крупными аналогами и объёмом того же материала [30].

Изменяемые свойства	Пороговый размер наночастиц
Число атомов в объёме равно числу атомов на поверхности	~3 нм
Появление не скомпенсированного магнитного момента (Для - Au, Pt, Pd)	<3–5 нм
Квантование энергетических зон металлов (расстояние 1 К)	<10 нм
Понижение температуры плавления по сравнению с объёмным состоянием	<10 нм
Переход от ферромагнетизма к суперпарамагнетизму	<100 нм
Изменение твёрдости	<100 нм
Изменение оптических свойств	<100 нм

Как показывают различные исследования изменения могут быть постепенными, как при изменении температуры плавления, или резкими, как при изменении каталитической активности [35–39].

По мере усложнения структуры наноматериалов проявляются всё более выраженные эффекты, связанные не только с размером частиц, но и с характером их организации в объёме вещества. В зависимости от функционального назначения и способа получения наноструктура может варьироваться от полностью аморфной (аморфные материалы - АМ) до системы, содержащей участки ближнего или дальнего порядка. В таких материалах ключевую роль играют межфазные и межзёренные области, поскольку именно они определяют интенсивность обменных взаимодействий, распределение локальной анизотропии и механизмы перемагничивания [26,40–42].

Наноструктурированные магнитные материалы представляют собой совокупность малых областей когерентного кристаллического порядка,

встроенных в аморфную, диэлектрическую, оксидную или др. матрицу [26]. Ориентация локальных осей лёгкого намагничивания в таких зернах обычно случайна, что обуславливает модель случайной анизотропии и приводит к магнитной неоднородности. Известный график (диаграмма Херцера, Рис. 3), объединяющий результаты для нескольких материалов, показывает, что ниже определенного размера зерна (около 20 нм) для нанокристаллических и аморфных магнитных материалов можно получить очень низкую коэрцитивную силу (и очень высокую проницаемость) [43].

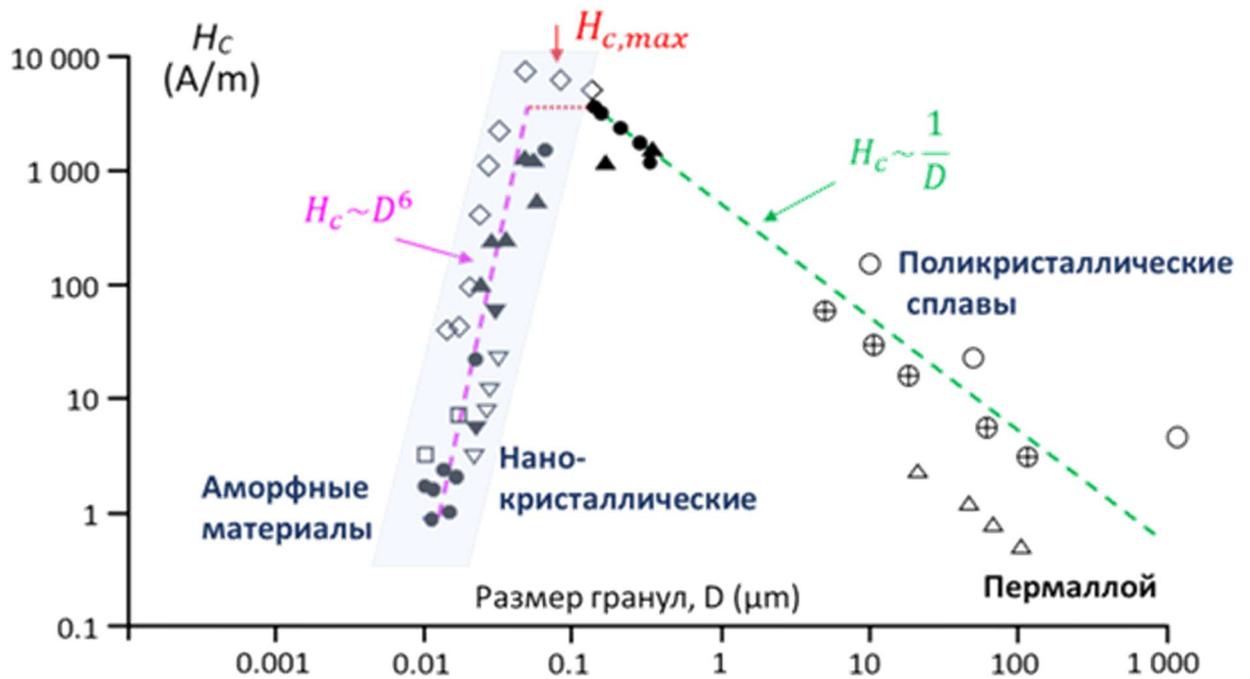


Рис. 3. Коэрцитивная сила H_c в зависимости от размера зерен D для различных мягких магнитных металлических сплавов: (\blacktriangle) $Fe-Nb-Si-B$; (\bullet) $Fe-Cu-Nb-Si-B$; (\blacktriangledown , \triangledown) $Fe-Cu-V-Si-B$; (\square) $Fe-Zr-B$; (\diamond) $Fe-Co-Zr$; (\oplus , Δ) сплавы $NiFe$; (\circ) $Fe-6.5 \text{ мас.}\% Si$. Взято из [44].

Изменение химического состава, степени кристалличности и морфологии межзёренных областей позволяет изменять магнитную анизотропию, характер обменных взаимодействий и процессы перемагничивания. Существенную роль при этом играют межфазные границы, определяющие интенсивность обменного взаимодействия между магнитными наночастицами.

Для структур, в которых магнитная фаза распределена в немагнитной матрице в виде кластеров, принципиальную роль играет порог перколяции — критическая концентрация магнитной фазы, при которой формируется

непрерывная сеть взаимодействующих частиц. Ниже порога материал ведёт себя как ансамбль суперпарамагнитных наночастиц; в районе порога начинает формироваться суперферромагнитный порядок, проявляются эффекты туннельного транспорта и гигантское магнитосопротивление, широко используемые в спинтронных и сенсорных устройствах.

1.1.1. Формирование магнитных свойств в наноразмерных системах

В ходе анализа работ различных групп были выделены основные механизмы, влияющие на магнитные свойства изучаемых систем:

- Поверхностные и интерфейсные эффекты - уменьшение размера частиц увеличивает долю поверхностных атомов, что приводит к модификации магнитной анизотропии, появлению неколлинеарности спинов и усилению вкладов межфазных областей [37].

- Случайная анизотропия (модель Херцера) - для нанокристаллических сплавов с $d < 20$ нм эффективная анизотропия масштабируется как $\langle K \rangle \sim K_1(d/D)^6$, что объясняет их мягкие магнитные свойства [44].

- Туннельные процессы в композитах - в гранулированных плёнках металл–диэлектрик магнитные наногранулы разделены тонкими изолирующими слоями. Магнитные и транспортные свойства определяются туннелированием между гранулами и зависят от высоты и ширины барьера [45,46].

- Перколяция и коллективное упорядочение - при увеличении концентрации гранул наблюдается переход от суперпарамагнитного состояния к суперферромагнитному, а затем — к ферромагнитному упорядочению. Порог перколяции в системах металл–диэлектрик обычно находится в диапазоне 30–40% [47,48]

- Роль напряжений и дефектов - в аморфных и частично кристаллизованных материалах внутренние напряжения существенно

изменяют коэрцитивную силу, доменную структуру и магнитооптический отклик, особенно при отжиге или механической обработке [43,44].

Таким образом, микроструктура — размер и форма гранул, степень кристалличности, характер межзёренных или межфазных границ — напрямую определяет магнитные, транспортные и магнитооптические свойства вещества. Это особенно важно при подготовке и обработке материалов, включая выбор режимов отжига, химической обработки, формирования многослойных структур и защитных покрытий.

В контексте настоящей работы наибольший интерес представляют два класса наноструктурированных магнитных систем:

- гранулированные нанокомпозиты, где магнитные нанозёрна распределены в диэлектрической или иной матрице,
- аморфные и нанокристаллические ленты и плёнки, где магнитные свойства определяются ближним порядком, остаточными напряжениями и локальными структурными неоднородностями.

Обе группы обладают выраженной чувствительностью магнитных свойств к морфологии и фазовому состоянию и, таким образом, являются оптимальными объектами для магнитооптического зондирования, которое позволяет выявлять динамику перемагничивания, локальную анизотропию и особенности доменной структуры [26,49].

1.2. Нанокомпозитные структуры

Нанокомпозитные (НК) магнитные материалы представляют собой многокомпонентные системы, состоящие как минимум из 2х фаз, одна из которых ферромагнитная фаза, вторая - окружающая её матрица (диэлектрическая, полупроводниковая, антиферромагнитная и т.д.) которая не обладает собственным ферромагнитным порядком, но существенно влияет на межфазные взаимодействия и магнитные свойства композита. Характерные размеры структурных элементов таких систем (зёрен, кластеров, слоёв) лежат в нанометровом диапазоне, а их магнитные свойства определяются не только

химическим составом, но и пространственным распределением фаз, состоянием межфазных границ и морфологией на наноуровне [25,26,49].

В дальнейшем в работе будут рассматриваться преимущественно гранулированные наноккомпозиты, в таких структурах в качестве наполнителей матрицы выступают наночастицы или кластеры. Для таких систем ключевыми параметрами являются размер и форма гранул, их концентрация, расстояние между ними и свойства окружающей матрицы [50,51].

При низком содержании металлической фазы наноккомпозит ведёт себя как ансамбль слабо взаимодействующих магнитных наногранул и демонстрирует суперпарамагнитное поведение. По мере увеличения концентрации и усиления межгранульных обменных взаимодействий реализуется переход через магнитнеоднородное суперферромагнитное состояние к ферромагнитному упорядочению, связанному с формированием коллективного магнитного отклика [19,52,53].

При этом следует различать магнитный перколяционный порог, связанный с формированием протяжённой сети обменных взаимодействий между гранулами, и транспортный перколяционный порог, определяемый возникновением непрерывных токопроводящих путей и проявляющийся в переходе металл–диэлектрик в электрических свойствах системы [54]. Эти пороги, как правило, не совпадают по концентрации и отражают различные физические механизмы коллективного поведения в гранулированных металл–диэлектрических наноккомпозитах.

Интерес к наноккомпозитным структурам обусловлен тем, что они позволяют тонко и независимо управлять несколькими группами параметров: магнитной анизотропией, коэрцитивной силой, сопротивлением и характером токопереноса (вплоть до туннельного), а также чувствительностью к внешним полям и температуре [50,55–57]. За счёт подбора составов металлической фазы и матрицы, концентрации гранул, их размера и распределения удастся целенаправленно настраивать магнитные и магнитотранспортные характеристики под конкретные задачи. Это делает НК перспективными для

приложений в области спинтроники, высокочувствительных магнитных датчиков, элементов магнитной памяти, высокочастотных дросселей и функциональных покрытий с управляемыми магнитными и коррозионными свойствами [38,51,58,59].

Одновременно с этим нанокompозитные системы ставят ряд принципиальных научных и технологических задач. С точки зрения технологии синтеза важно обеспечить контроль над воспроизводимостью размера и распределения гранул, за толщиной и составом межфазных областей, а также за стабильностью структуры при термических и химических воздействиях. С фундаментальной точки зрения необходимы методы, позволяющие надёжно связывать морфологические параметры (размер кластеров, степень перколяции, состав межфазных границ) с наблюдаемыми магнитными свойствами — переходами между суперпарамагнитным, суперферромагнитным и ферромагнитным состояниями, особенностями петель гистерезиса и динамикой доменных стенок.

В этом контексте важную роль играют магнитооптические методы зондирования, чувствительные к свойствам поверхности и межфазных границ и обладающие высоким пространственным и временным разрешением. Применение эффектов Керра и связанных с ними спектральных и микроскопических подходов позволяет регистрировать изменения локального магнитного состояния, связанные с перераспределением гранул, изменением их взаимодействия и эволюцией фазового состава нанокompозитов. Именно с точки зрения проверки таких возможностей в последующих подразделах будут рассмотрены структуры, полученные на основе гранулированных нанокompозитов с матрицами различной природы и различной архитектурой — от однослойных плёнок до многослойных систем.

1.2.1. Методы получения гранулированных нанокompозитов и влияние технологических параметров на их свойства

Гранулированные нанокompозиты могут быть получены различными методами физического и химического осаждения; однако для формирования

однослойных и многослойных структур с контролируемым распределением металлической фазы наиболее широко применяется осаждение тонких плёнок из паровой фазы. В настоящем разделе в качестве базовой технологии рассматривается ионно-лучевое напыление. В целом все методы осаждения из паровой фазы реализуются за счет реализации 3х стадий [60,61]:

1. Испарение — твёрдый исходный материал (мишень) превращается в пар.
2. Транспортировка — пар перемещается от мишени к подложке.
3. Осаждение — пар конденсируется на поверхности подложки, образуя тонкую плёнку.

Далее будут представлены общие правила, относящиеся к особенностям производства и связанных с ним факторов, определяющих морфологию и магнитные свойства формируемых материалов.

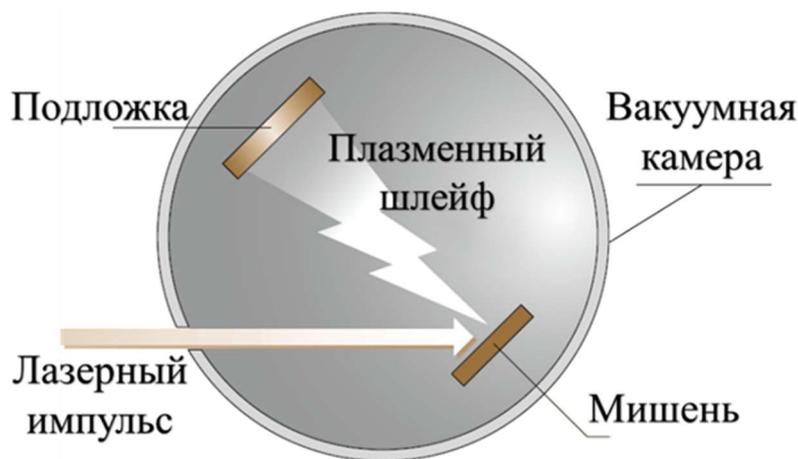


Рис. 4. Базовая схема процесса ионно-лучевого напыления.

Базовая схема процесса напыления показана на Рис. 4. Метод ионно-лучевого напыления обеспечивает высокую степень контроля над энергией осаждаемых частиц, скоростью роста, углом падения и составом формируемой плёнки – за счет разнообразных режимов и условий осаждения [60,62]. Это позволяет управлять процессами нуклеации и роста гранул, химическим взаимодействием между металлосодержащей мишенью и матрицей, а также толщиной межфазных областей.

При производстве плёнок важную роль играет атмосфера и давление в камере. Наличие остаточного кислорода, водорода или примесей может влиять

на степень окисления металлической фазы, образуя модифицированные межфазные слои. Даже небольшое количество кислорода приводит к появлению тонких оксидных прослоек на границах зёрен, что, в свою очередь, влияет на туннельные процессы и межзёренный обмен.

Не менее важную роль играет подложка. Её материал, шероховатость и теплопроводность определяют начальные стадии осаждения: плотность зародышей, скорость их агрегации и формирование первых нескольких нано слоёв, влияющих на морфологию гранул и их распределение в объёме плёнки. Подложки с различной теплопроводностью (стекло, кварц, кристаллические подложки) способны приводить к отличающимся структурным состояниям на ранних стадиях роста.

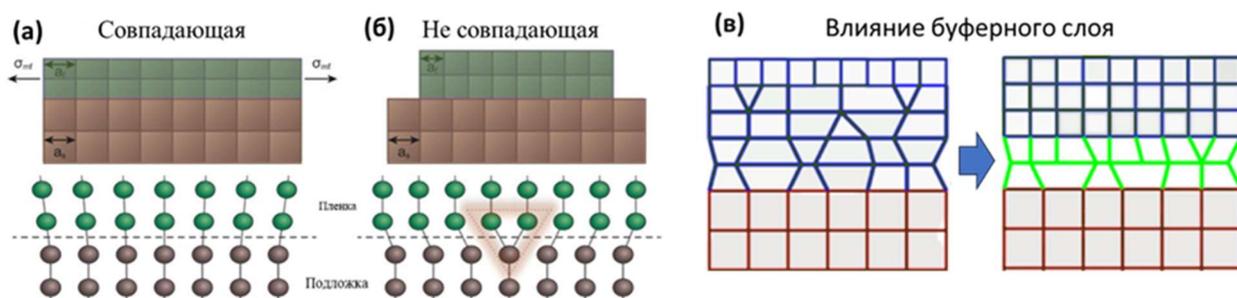


Рис. 5. Схематическое изображение интерфейса для (а) когерентной границы и (б) полукогерентной границы, демонстрирующей дислокации несоответствия [60]. Влияние буферного слоя на равномерность осаждения (в).

Как показано на Рис. 5 рост пленки на подложке так же зависит от совпадения параметров решетки в плоскости с параметром решетки подложки. Иногда при напылении используют буферный слой для создания более контролируемого роста пленки, Рис. 5 (в).

Технологические параметры ионно-лучевого напыления — энергия ионов, плотность потока, углы осаждения, состав газовой смеси — определяют режимы сегрегирования металлической фазы. Добавление экрана или маски меняет геометрию потока ионного луча и степень его рассеивания. Изменение размера и положения экрана может приводить к вариациям в скорости осаждения, ширине распределения размеров гранул и однородности состава по площади плёнки.

Зародышеобразование и рост кристаллических тонких плёнок, зависит и от ряда других факторов, таких как плотность, энергия, степень ионизации,

тип конденсирующего материала, температура и свойства подложки. На процесс зародышеобразования влияют межфазные энергии между подложкой, конденсирующим материалом и паром. Скорость осаждения и температура подложки существенно влияют на критический размер зародыша. Крупные зародыши создают изолированные островки пленки на подложках, которые растут и соединяются вместе (Рис. 6). При осаждении с матрицей, при определённых условиях гранулы растут изолированно, образуя суперпарамагнитные ансамбли; при других — формируют частично перколирующие или полностью связанные ферромагнитные сети.

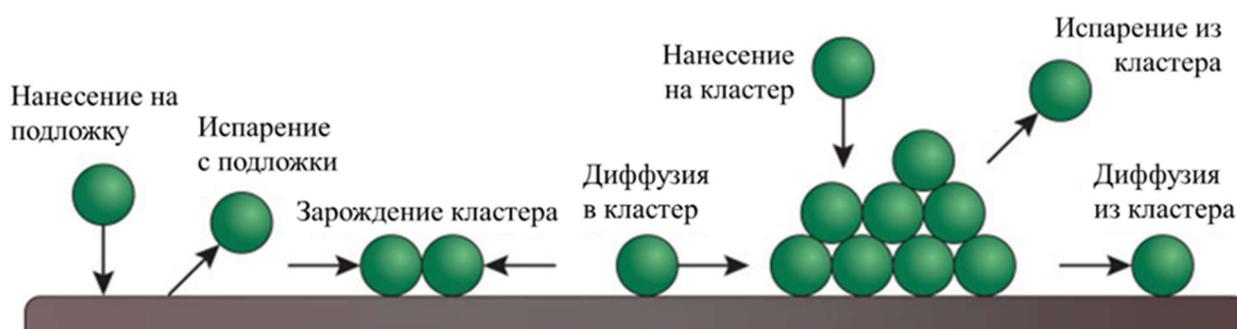


Рис. 6. Схема атомных процессов при зарождении кластеров осаждаемых плёнок на поверхности подложки [60].

Рост кристаллической плёнки определяется поверхностной подвижностью осаждаемых атомов, которые диффундируют по поверхности, прежде чем закрепиться в устойчивом положении, сильно зависящем от температуры подложки. Рост кристаллов без дефектов может происходить при высоких температурах, тогда как осаждение на низкотемпературную подложку может привести к образованию некачественной кристаллической или даже аморфной структуры [60].

Существуют и другие разнообразные параметры, влияющие на формирование пленки – вращение подложки и/или мишеней, их количество. Применение таких систем при напылении обеспечивает возможность формирования более сложных многослойных структур в режиме послойного осаждения.

В тонких слоях матрицы нанокompозита пространство для роста включений (наногранул, фазовых выделений) ограничено толщиной. Поэтому включения чаще остаются мелкими — они не успевают агломерироваться или

перерасти в более крупные частицы. При увеличении толщины слоя матрицы появляется больше возможности для диффузии, агломерации и роста, что ведёт к увеличению среднего размера включений (Рис. 7). При этом на первых этапах возможно формирование агломераций в плоскости слоя, т.е. появляются вытянутые в каком-то направлении гранулы.

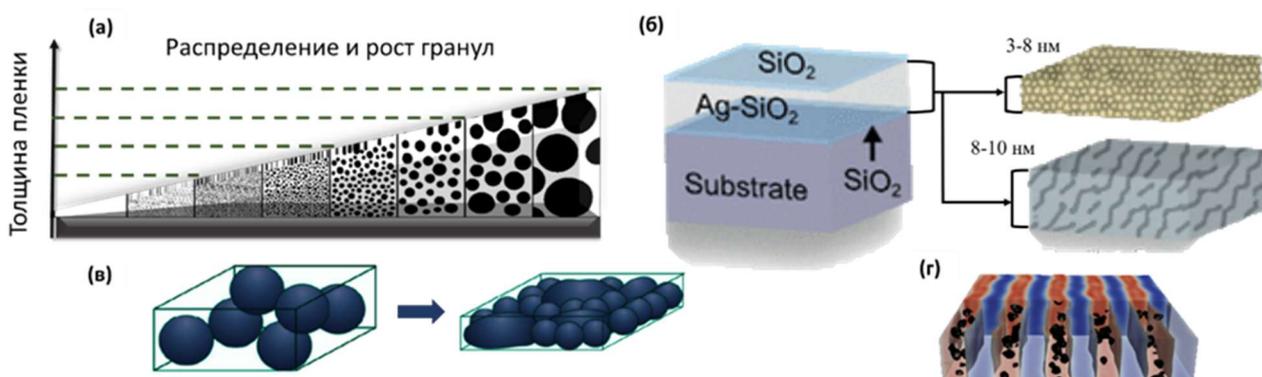


Рис. 7. Схематическое отражение влияния толщины слоя на размер и форму кластеров и гранул (а). Влияние толщины пленки на структурные характеристики нанокomпозитных плёнок Ag-SiO₂ (б) [63]. Модель микроструктуры объемных и «послойных» нанокomпозитов (в) [64]. Пример моделирования многослойного полимерного композита (г) [65].

При формировании нанокomпозитов в многослойной архитектуре за счет задания толщин каждого слоя удаётся контролировать — степень межслойной диффузии, структуру межфазных границ, локальную анизотропию, эффективность туннельного транспорта и др. [23,30,55,66]

В целом методы ионно-лучевого осаждения позволяют формировать нанокomпозитные плёнки в широком диапазоне концентраций магнитной фазы с различной морфологией и фазовым состоянием. Управляемая эволюция структуры, распределения магнитных наногранул и характера межфазных границ непосредственно отражается в магнитных и магнитооптических свойствах таких систем. В этой связи методы магнитооптического зондирования являются эффективным инструментом для выявления особенностей магнитного упорядочения, микромагнитной структуры и межфазных взаимодействий в гранулированных нанокomпозитах.

1.3. Аморфные и нанокристаллические плёнки и ленты

Аморфные магнитные материалы представляют собой частный случай наноструктурированных систем, для которых характерно отсутствие дальнего

кристаллического порядка и наличие неупорядоченной атомной матрицы с участками ближнего порядка, локальными плотностными флуктуациями и зародышами кристаллитов [67,68]. Понятие «идеально аморфного» состояния является теоретическим: даже в металлических стёклах существуют наноразмерные структурные неоднородности, которые существенно влияют на магнитные свойства и характер локальной анизотропии [69,70].

В зависимости от количества химических элементов, формирующих аморфную структуру, можно выделить 3 условных класса, причём практическое значение имеют преимущественно многокомпонентные составы (Рис. 8). Как правило, получить стабильный одноэлементный аморфный металл труднее, поэтому для практических приложений используют сплавы.

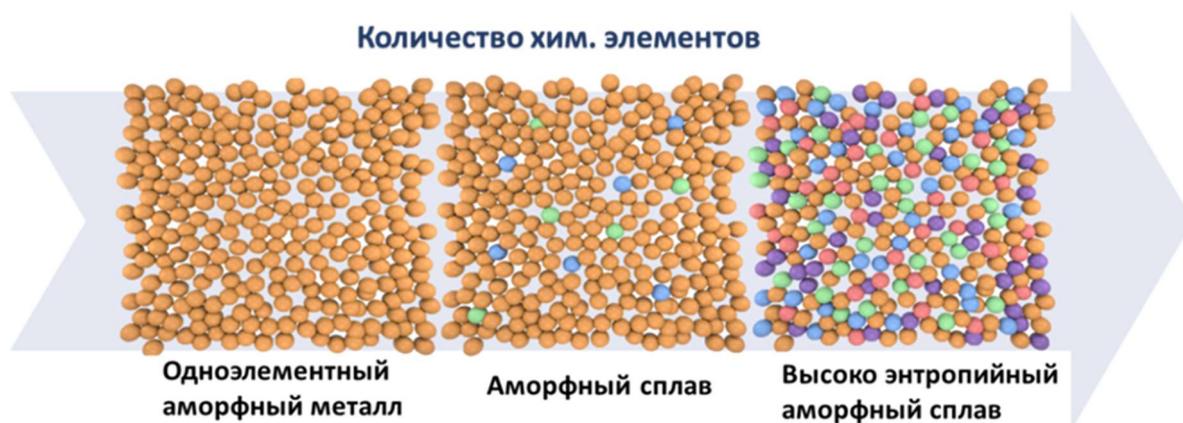


Рис. 8. Схематическое изображение аморфных материалов в зависимости от количества химических элементов в составе [71].

Согласно классификации, принятой в последние годы, каждый элемент выполняет определённую роль в формировании структуры [43,44,72–76]:

- магнитные компоненты (Fe, Co, Ni) определяют значения намагниченности насыщения и температуру Кюри;
- аморфизирующие металлоиды (B, Si, P, C) стабилизируют стеклообразное состояние за счёт формирования сильных ковалентных связей;
- рефрактерные элементы (Cu, Nb, Zr, Mo, Hf, Ta) снижают атомную подвижность и подавляют рост кристаллитов при последующей термической обработке. Они же могут выступать как элементы-

кластерообразователи служащие центрами нуклеации нанозёрен при контролируемой кристаллизации.

Для большинства мягких магнитных аморфных сплавов характерны композиции в диапазоне $(\text{Fe,Co,Ni})_{70-85} (\text{Si,B})_{15-30}$ ат.%, обеспечивающие широкую область стеклообразования и стабильность аморфной структуры [72,75,77]. При получении лент методом быстрой закалки из расплава охлаждение со скоростью порядка 10^5-10^6 К/с ограничивает их толщину значениями около 20–30 мкм, тогда как тонкие плёнки могут формироваться методами физического осаждения тонких плёнок.

Структурные особенности аморфной фазы определяют её характерные магнитные свойства: низкую коэрцитивную силу, высокую начальную проницаемость, высокое удельное сопротивление и малые потери при перемагничивании [44,74,76–78].

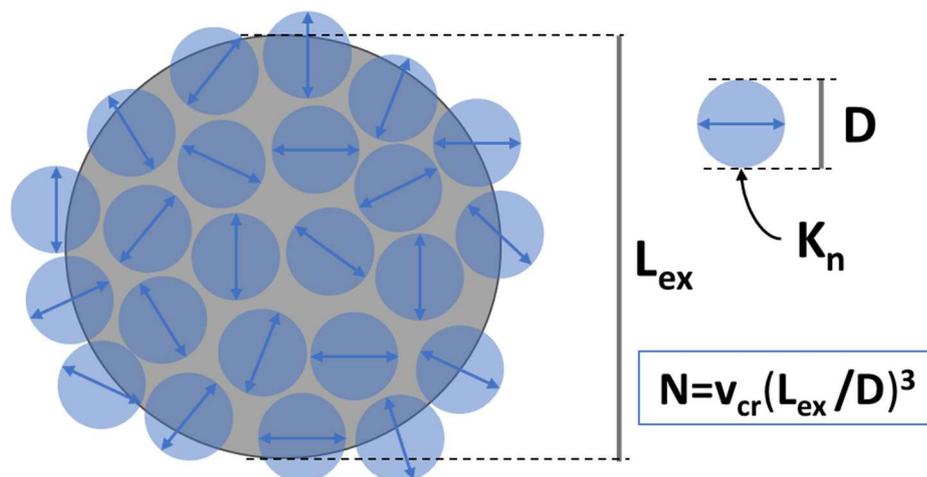


Рис. 9. Схематическое представление усреднения анизотропий в аморфной матрице. N — это эффективное количество зерен (нанокристаллитов), которое участвует в усреднении анизотропии в пределах области размером порядка длины обмена L_{ex} , а v_{cr} — это эффективное число зёрен на единицу объема (нормирующий коэффициент) [44].

В аморфных материалах отсутствует дальний кристаллический порядок, а оси лёгкого намагничивания ориентированы случайным образом (Рис. 9).

Модель случайной магнитной анизотропии описывает магнитное состояние аморфных и нанокристаллических материалов, в которых направления локальных осей лёгкого намагничивания ориентированы хаотически и изменяются на масштабе характерного размера структурных единиц D . При $D < L_{ex}$ обменное взаимодействие усредняет локальные

анизотропии в пределах объёма $V = L_{\text{ex}}^3$, содержащего конечное число зёрен N [78,79]. В результате эффективная константа анизотропии уменьшается как:

$$\approx K_1 N^{-\frac{1}{2}} = K_1 \left(\frac{D}{L_{\text{ex}}}\right)^{3/2} \quad (1)$$

где K - константа одноосной анизотропии, и она практически исчезает при малых размерах зёрен. Поскольку коэрцитивная сила пропорциональна эффективной анизотропии:

$$H_c = p_c \frac{\langle K \rangle}{B_s} \quad (2)$$

где p_c — безразмерный префактор,

то в нанокристаллическом состоянии $D < L_{\text{ex}}$ она следует характерному закону $H_c \propto D^6$, отражая сильное подавление анизотропии обменным усреднением. Это приводит к исключительно мягким магнитным свойствам аморфных и нанокристаллических материалов. При увеличении D выше L_{ex} модель перестаёт работать, и коэрцитивность переходит к обычной зависимости $H_c \propto 1/D$, характерной для крупных зерен [78,80].

Контролируемая кристаллизация, перераспределение легирующих элементов и изменение плотности межфазных границ за счет пост обработки позволяет настраивать желаемое магнитное состояние [68]. При оптимальных режимах достигается сочетание высокой магнитной индукции насыщения, низкой коэрцитивной силы и минимальной магнитострикции, что делает такие материалы одними из наиболее технологически важных мягких магнитных сплавов [76,77].

В последующих разделах рассмотрены методы получения аморфных структур и влияние внешней обработки на их структурные и магнитные свойства, для формирования основы для интерпретации магнитооптических и магнитометрических данных, представленных в главах 3 и 4.

1.3.1. Методы получения аморфных и нанокристаллических материалов

Основными технологическими подходами к получению аморфных и нанокристаллических мягких магнитных материалов являются быстрая

закалка из расплава и физическое осаждение тонких плёнок. В обоих случаях ключевым условием формирования аморфного состояния является подавление роста кристаллитов за счёт высокой скорости охлаждения и/или ограниченной диффузионной подвижности атомов.

Осаждение тонких плёнок.

Тонкие плёнки аморфных и нанокристаллических сплавов, получаемые методами осаждения из паровой фазы, были подробно рассмотрены в предыдущем разделе. Плёнки характеризуются:

- возможностью работать с меньшей толщиной (от 1–500 нм),
- сильным влиянием подложки и условий осаждения на остаточные напряжения;
- возможностью контролировать анизотропию за счёт направленного напыления, магнитного поля или механических напряжений;
- и т.д.

Хотя скорости охлаждения при осаждении ниже, аморфность обеспечивается за счёт кинетических ограничений: низкой подвижности атомов и высокой частоты столкновений с поверхностью подложки.

Аморфные и нанокристаллические магнитные плёнки на основе переходных металлов представляют собой ключевой класс материалов, широко применяемых в высокочастотной электронике, магнитооптических устройствах, элементах памяти, гибкой микроэлектронике и сенсорах [61,81].

Быстрая закалка из расплава

Быстрая закалка из расплава и родственные методы является наиболее распространённым и технологически развитым способом получения аморфных металлических сплавов в виде тонких лент.

Метод закалки расплава основан на экстремально быстром охлаждении тонкой струи расплава на вращающемся охлаждённом барабане, таким образом жидкий сплав под давлением формируется в тонкую ленту (Рис. 10).

Этот подход обеспечивает скорости охлаждения порядка 10^5 – 10^7 К/с, достаточные для подавления нуклеации и роста кристаллитов, вследствие чего

структура сохраняет характеристики переохлажденной жидкости — отсутствие дальнего порядка и неравновесность. К преимуществам метода относятся простота аппаратуры, гибкость по составам и высокая воспроизводимость результатов [43].

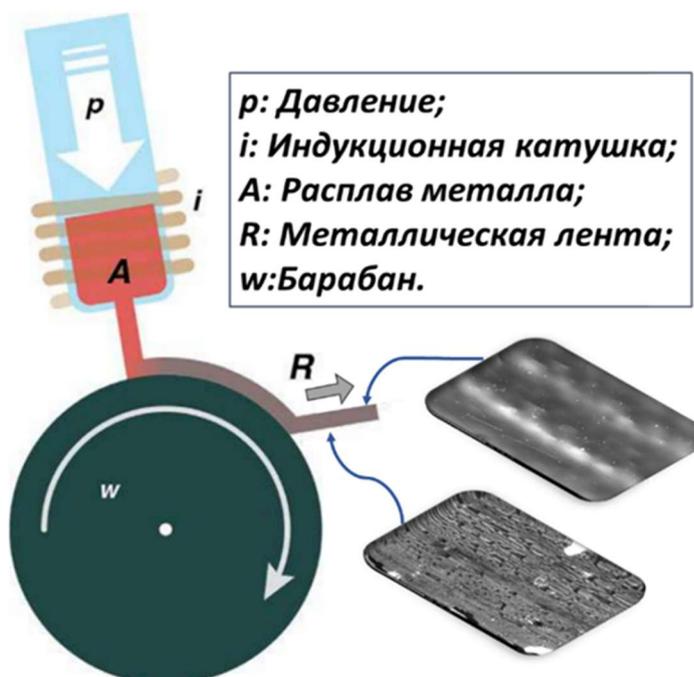


Рис. 10. Схема процесса литья из расплава. Расплавленный металл (A) под действием давления газа (P) через отверстие тигля попадает на охлаждаемый барабан, где быстро затвердевает, образуя аморфную ленту [82].

Толщина и ширина ленты определяются скоростью барабана, давлением, температурой расплава, диаметром сопла и величиной зазора и, как правило, составляют 0,03–0,2 мм при ширине менее 300 мм [43,82,83].

Равномерность толщины является критически важным параметром, поскольку локальные вариации скорости охлаждения приводят к неоднородностям структуры и, как следствие, изменению коэрцитивной силы, магнитной проницаемости и особенностей доменной структуры.

Температура расплава влияет на толщину ленты и, следовательно, на конечное распределение размеров нанокристаллов [83]. Термодинамические и кинетические аспекты синтеза аморфных металлических фаз напрямую связаны со стеклообразующей способностью [43]. Затвердевание расплава включает разделение компонентов для образования стабильной аморфной фазы. Стеклообразующая способность может быть связана с приведенной температурой стеклования T_{rg} , которая определяется как

уменьшению толщины ленты, улучшению аморфизации и снижению вероятности образования кристаллитов [43,44,79]. Снижение скорости барабана, напротив, приводит к увеличению толщины ленты, росту внутренних напряжений и может сопровождаться зарождением нанокристаллитов уже в процессе затвердевания. Схожим образом проявляет себя давление расплава в тигле: высокое давление увеличивает расход и способствует формированию более стабильной струи, тогда как недостаточное давление вызывает пульсации потока, провоцирует неравномерное распределение толщины и может привести к локальной кристаллизации [43,83].

Зазор между соплом и поверхностью барабана является ещё одним параметром, существенно влияющим на равномерность ленты. Слишком малый зазор вызывает турбулентность истекающего расплава и приводит к появлению волн на свободной поверхности, тогда как чрезмерно большой зазор уменьшает скорость охлаждения и увеличивает вероятность частичной кристаллизации. Температура расплава должна быть выше температуры ликвидуса на 100–200 °С, обеспечивая достаточную текучесть без чрезмерного перегрева, ухудшающего стабилизацию струи (Рис. 11) [84,85]. Существенное влияние оказывает и химический состав сплава: добавки бора, кремния и фосфора увеличивают склонность к аморфизации, тогда как сплавы с низкой энтальпией смешения или с близкими атомными радиусами требуют более высоких скоростей охлаждения [73,75,85].

Закалочная сторона, контактирующая с барабаном, испытывает максимальный градиент теплоотвода и характеризуется более плотной структурой и повышенным уровнем внутренних напряжений; доменная структура здесь мелкомасштабная, а коэрцитивность может возрасти за счёт магнестрикционных напряжений [86]. Свободная сторона охлаждается медленнее, формируя более развитый микрорельеф и меньшие внутренние напряжения; именно поэтому она обычно демонстрирует более мягкие магнитные свойства и лучшую магнитооптическую контрастность [76,86].

1.3.2. Термическая и химическая обработка аморфных и нанокристаллических структур

Термическая обработка аморфных и нанокристаллических структур включает нагрев, вызывающий кристаллизацию, фазовое разделение или релаксацию напряжений, что может существенно изменить такие свойства, как твёрдость, коррозионная стойкость и магнитные характеристики [76,87,88]. Химическая обработка может использоваться для стабилизации аморфного состояния или модификации поверхности этих материалов. Например, добавление определённых элементов может повысить стабильность и повлиять на образующиеся кристаллические фазы, а химические процессы могут создавать сложные интерфейсы или покрытия [76,88]. От выбранного режима отжига или химического воздействия зависят коэрцитивная сила, начальная проницаемость, магнитострикционный отклик, конфигурация доменных структур и характер перемагничивания.

Термическая обработка.

Нагрев аморфных сплавов до определённой температуры приводит к диффузии атомов в более стабильное кристаллическое состояние. Это контролируемый метод, требующий определённых температур и продолжительности, Рис. 12.

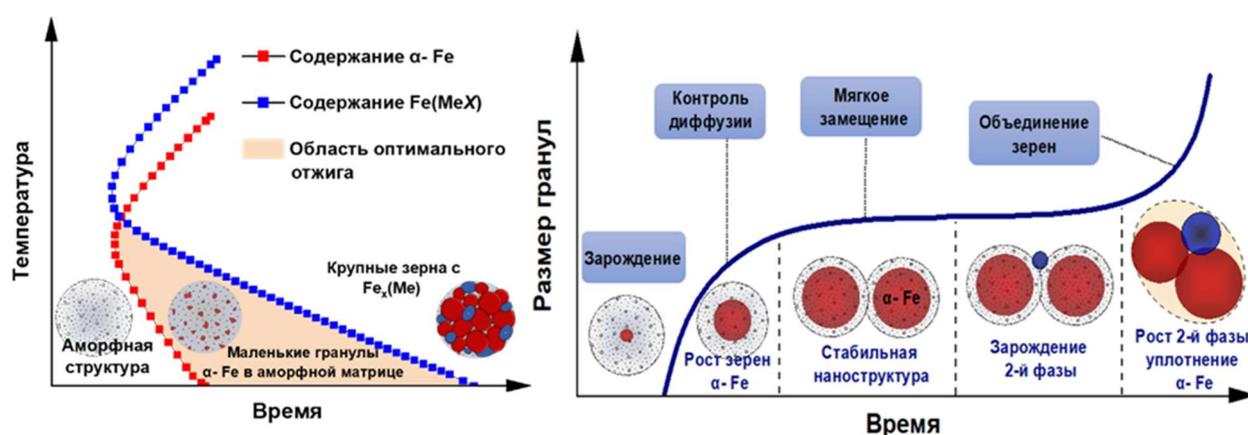


Рис. 12. Диаграмма влияния температуры и времени отжига на рост и формирование нанокристаллических зерен на примере аморфных сплавов на основе железа [89].

Отжиг при более высоких температурах и длительном времени способствует более быстрому росту кристаллов, увеличению их размера и снижению их количества. В то же время, более низкие температуры и короткое

время отжига могут способствовать образованию нанокристаллической структуры с меньшим размером зерен, что часто приводит к улучшению магнитных, механических и других свойств сплава [90–92]. Однако отжиг также активно влияет на физические характеристики и может приводить к повышению твёрдости за счет увеличения хрупкости, к более высокой восприимчивости к коррозии.

Нанокристаллические сплавы формируются при контролируемом отжиге аморфного предшественника выше температуры кристаллизации. В этом случае в аморфной матрице возникают нанокристаллиты (обычно порядка 10–20 нм), и система приобретает композитную структуру “нанозерно в матрице”. Это позволяет совместить высокую индукцию насыщения с почти нулевой магнитострикцией и очень низкой коэрцитивной силой. Кроме того, различные режимы термической обработки, в том числе отжиг в магнитном поле, позволяют индуцировать анизотропию или целенаправленно управлять распределением напряжений, что открывает дополнительные возможности по оптимизации магнитных свойств.

Термообработка является важным внешним воздействием, переводящим материал в смешанное аморфно-нанокристаллическое состояние. Современные исследования лент на основе Со подтвердили, что короткий отжиг улучшает магнитномягкие свойства за счёт релаксации внутренних напряжений и зарождения нанокристаллов [93,94]. После отжига наблюдается рост более однородных, регулярных доменов и увеличение изменений магнитной проницаемости в магнитном поле [95,96]. В частности, у лент Со–Fe–Si–В джоулевский отжиг¹ привёл к уменьшению закалочных напряжений и перераспределению доменов в более регулярную структуру, что

¹ Джоулев отжиг проводился путём пропускания электрического тока непосредственно через аморфную ленту, закреплённую на изолированных электродах. В процессе отжига основное нагревание происходило за счёт эффекта Джоуля — тепловыделения при прохождении тока через проводящий материал. Такой подход обеспечивает локализованное и управляемое нагревание, а также способствует индукции магнитной анизотропии вдоль направления тока.

сопровождалось возрастанием максимального значения и чувствительности гигантского магнитноимпедансного эффекта [97].

Химическая обработка.

В качестве химической обработки может выступать легирование, поверхностная обработка — это позволяет варьировать локальные напряжения, изменить морфологию и, тем самым, повлиять на магнитные свойства, не разрушая при этом основную аморфную матрицу [76].

В аморфных лентах типа Co–Fe–Si–B с разными добавками наблюдается изменение доменной структуры при изменении состава: например, добавление Ni в сплав на основе Co снижает магнитострикцию и приводит к появлению полосовой доменной структуры с существенной поперечной компонентой намагниченности, что соответствует условиям для появления значительного эффекта гигантского магнитного импеданса [97,98].

Поверхностная химическая обработка — кислотное травление или промывка, чаще всего используется для модификации поверхности, удаления оксидных плёнок или загрязнений, а также для создания контролируемых дефектов [99]. Обработка в химической ванне может изменить коррозионную стойкость и износостойкость покрытия из аморфного сплава [100].

Химическая обработка может стабилизировать определенные кластеры — возникают локальные области упорядоченности, особенно если есть примеси или внешние воздействия (кислород, влажность). При химических воздействиях (например, травление или диффузия) структура на поверхности может упорядочиваться или разрушаться в зависимости от условий воздействия [75].

При наложении внешних механических воздействий доменная структура тоже изменяется. В эксперименте с согнутыми (спирально намотанными) лентами показано, что придание продольной анизотропии изгибом изменяет домены на внешней стороне ленты; причём характер этих изменений различается для материалов с положительной и отрицательной магнитострикцией [94].

1.4 Заключение

Наноструктурированные магнитные материалы характеризуются сложной архитектурой, включающей распределение фаз, вариации размеров структурных элементов, состояние межфазных границ и наличие остаточных напряжений. Эти факторы определяют магнитное упорядочение, анизотропию и динамику перемагничивания, однако проявляются на нано- и микромасштабах и часто не фиксируются интегральными магнитометрическими методами. Даже небольшие изменения морфологии — размера гранул, степень их связности, распределение напряжений или особенности поверхностного слоя — могут существенно менять коэрцитивность, форму петель гистерезиса и доменную структуру.

В связи с этим особую значимость приобретают магнитооптические методы, основанные на эффекте Керра. Они позволяют исследовать приповерхностные слои толщиной порядка десятков нанометров, визуализировать доменную структуру, анализировать спектральные особенности магнитного отклика и отслеживать динамику перемагничивания в реальном времени [19,74,101–103]. Их применение обеспечивает выявление таких структурных и магнитных особенностей, которые остаются недоступными для объёмных методов.

Таким образом, рассмотренные в данной главе материалы демонстрируют широкий диапазон морфологических и магнитных состояний, требующих комплексного подхода к количественной и качественной диагностике. Это определяет выбор экспериментальных методик, подробно рассмотренных в следующей главе, посвящённой магнитному и магнитооптическому зондированию наноструктурированных материалов.

Глава 2. Методики магнитного и магнитооптического зондирования.

Магнитные свойства наноструктурированных материалов определяются сочетанием внутренних взаимодействий, морфологии структуры и состояния приповерхностных слоёв и исследуются как объёмными магнитометрическими, так и магнитооптическими методами, чувствительными к локальным процессам перемагничивания.

Вибрационная магнитометрия (ВМ) позволяет определить интегральные параметры — намагниченность и поле насыщения, коэрцитивность и остаточную намагниченность, однако не раскрывает механизмов, формирующих эти характеристики. Магнитооптические методы дополняют магнитометрию: Керр-микроскопия визуализирует доменные структуры и их динамику, а Керр-спектроскопия предоставляет спектральную информацию о приповерхностном состоянии и характере магнитного отклика.

В данной главе представлены экспериментальные методики и установки, использованные в работе, обеспечивающие комплексное исследование магнитных свойств НСМ, рассматриваемых в последующих главах.

2.1 Магнитооптическая спектроскопия (Керр-спектрометр)

Магнитооптическая спектроскопия на основе эффекта Керра представляет собой метод исследования магнитных и электронных свойств материалов, основанный на регистрации спектральной зависимости вращения плоскости поляризации и изменения эллиптичности света, отражённого от поверхности магнетика [104–106]. Данный подход применяется для изучения особенностей электронной структуры, оценки характера магнитного упорядочения, а также для диагностики фазовых переходов и степени аморфности или кристалличности исследуемых образцов, включая тонкие плёнки и наноструктурированные системы [103,107–109].

Физическая природа МО-отклика связана с появлением недиагональных компонент тензора диэлектрической проницаемости ε_{ij} вследствие спин-зависимого расщепления энергетических уровней в магнитном поле под действием обменного и спин-орбитального взаимодействий [106]. Это приводит к различию в коэффициентах отражения для правой и левой круговых компонент света и формированию спектрально и ориентационно зависимого магнитооптического отклика [15].

Керр-спектрометры позволяют проводить спектральные измерения в широком диапазоне длин волн (0.5–4.0 эВ), что особенно важно при исследовании аморфных, композитных и мультифазных систем, где спектральные особенности проявляются не как резонансные пики, а в изменении уровня или знака сигнала [110–112].

К преимуществам МО Керр эффектов (МОКЭ) относятся высокое пространственное разрешение, определяемое оптикой измерительной системы, высокая чувствительность и неразрушающий характер измерений [111]. В отличие от магнитометрических подходов, МО-спектроскопия позволяет получать информацию о приповерхностных областях толщиной порядка десятков нанометров.

Ниже приведено описание экспериментальной установки, реализующей геометрию экваториального эффекта Керра (ЭЭК/ТКЕ), применяемой в настоящей работе для получения спектральных зависимостей.

Схема установки.

В геометрии ЭЭК при перемагничивании образца меняется только интенсивность отражённого света. Поворота плоскости поляризации, как в полярной или продольной геометриях, здесь нет.

Для регистрации интенсивности света в экспериментальной установке используется динамический метод измерения, заключающийся в том, что исследуемый образец находится в переменном магнитном поле, это позволяет использовать методику синхронного детектирования для повышения чувствительности установки.

Общая схема установки представлена на Рис. 13. В качестве источника света используется галогеновая лампа с непрерывным спектром, обеспечивающая рабочий диапазон энергий 0.5–4.0 эВ. Частота переменного тока в электромагните (ЭМ) задаётся генератором звуковой частоты ГЗ-48, и подается в цепь через усилитель мощности. Это позволяет обеспечить амплитуду переменного магнитного поля в зазоре ЭМ около 3 кЭ при частоте 30 Гц. Регулировка длины волны света производится с помощью монохроматора. Выходной пучок выделенной длины волны проходит через поляризатор и направляется на образец под углом падения $\approx 68^\circ$, что обеспечивает оптимальное соотношение чувствительности и уровня отражения. Отражённый пучок собирается системой зеркал и линз и поступает на фотодетектор.

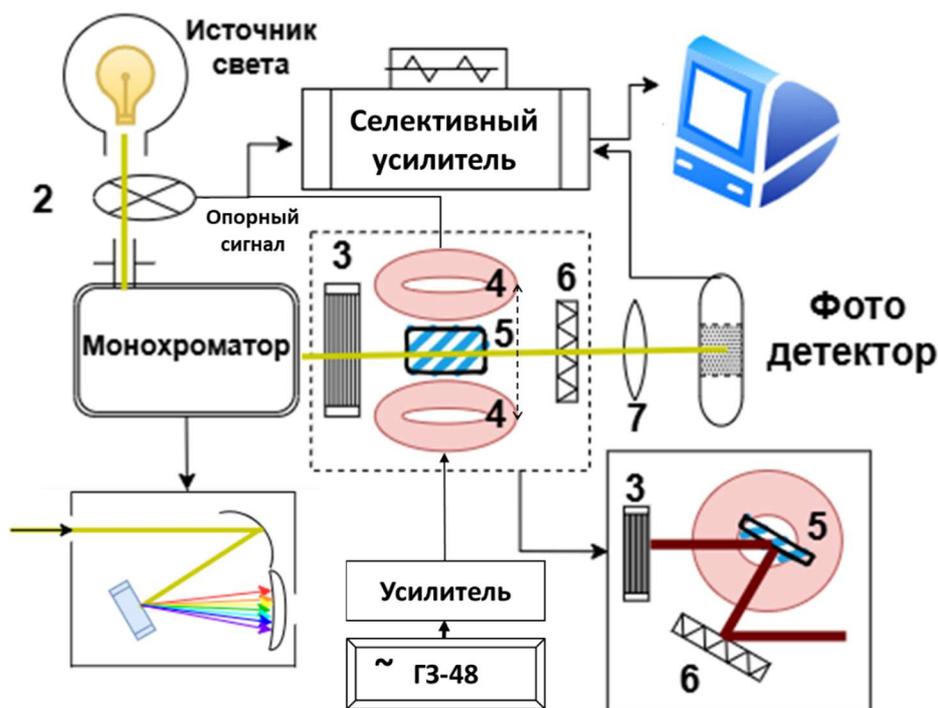


Рис. 13. Схема экспериментальной установки для измерения МОКЭ. Угол падения света составляет 68° ; 2 – прерыватель (чоппер); 3 – поляризатор; 4 – электромагнит; 5 – держатель образца; 6 – зеркало; 7 – линза.

Образец размещён между полюсами электромагнита, направление поля лежит в плоскости образца, перпендикулярно к плоскости падения света.

В качестве детекторов использовались два приёмных устройства: фотоэлектронный умножитель (ФЭУ) для диапазона 1,3-4 эВ и фотосопротивление РbS для области 0,4 - 1,5 эВ. Переход между детекторами

осуществляется в области перекрытия спектров (1,3-1,5 эВ) для последующего совмещения данных.

Управление измерительным процессом и регистрация данных осуществляются при помощи специализированного программного обеспечения, синхронизированного с аналогово-цифровым преобразователем.

Программа обеспечивает контроль длины волны, параметров внешнего магнитного поля и синхронное считывание сигнала с детекторов. Одновременно осуществляется цифровая фильтрация и усреднение по выбранному числу циклов, что позволяет минимизировать шум и повысить стабильность отклика.

Все измеренные значения (длина волны, напряжённость поля, амплитуда сигнала и параметры усилителя) автоматически обрабатываются и формируют итоговый массив данных, сохраняемый в формате *.txt* для последующей обработки. Полученный массив данных сохраняется как в усредненном виде, так и без, что позволяет отслеживать изменения и минимизировать ошибки.

Методика измерений.

Перед началом измерений проводится калибровка оптической схемы, включающая настройку геометрии эксперимента, фокусировки и параметров монохроматора; ширина входной щели подбирается индивидуально для каждого образца, обеспечивая баланс между спектральным разрешением и уровнем сигнала.

Сигнал с фотодатчика, содержащий постоянную ($I_{пост}$) и переменную ($I_{перем}$) составляющие, подаётся на предварительный усилитель с коэффициентом усиления порядка 100, размещённый вблизи фотоприёмника для уменьшения уровня помех. Величина эффекта вычисляется как отношение переменной и постоянной составляющих, деленное на величину усиления синхронным усилителем (Lock-In Amplifier): $\delta = \frac{I_{перем}}{I_{пост}} * 10^{-k}$, где 10^k – коэффициент усиления.

Первично проводится измерение полевых зависимостей для определения оптимальной напряжённости внешнего магнитного поля – поля насыщения или максимально близкого значения. Такие кривые, как правило, снимаются при длине волны $\lambda \approx 600$ нм (2,07 эВ), которая при необходимости может быть смещена в область максимального магнитооптического сигнала.

Излучение от галогенового источника проходит через монохроматор, где длина волны определяется положением вращающегося барабана, связанного с многооборотным потенциометром. Изменение его сопротивления преобразуется аналогово-цифровым преобразователем и синхронно передаётся в управляющую программу – где фиксируется текущая длина волны. После поляризатора световой пучок отражается от поверхности образца, помещённого между полюсами электромагнита, создающими переменное магнитное поле заданного значения.

Отражённый сигнал регистрируется фотоприёмниками и обрабатывается синхронным усилителем, что позволяет выделять полезную переменную компоненту и эффективно подавлять шумы.

Выходным сигналом от усилителя является амплитуда частотной составляющей и фазовый сдвиг относительно опорного сигнала, ЭЭК измеряется в условных единицах и является безразмерной величиной. Регистрируется значение магнитооптического отклика δ , определяемого как относительное изменение интенсивности отражённого света при изменении направления магнитного поля:

$$\delta = \frac{I(H) - I(-H)}{2I(0)} \quad (4)$$

Для каждого образца снимается набор зависимостей:

- полевые кривые при фиксированной длине волны (обычно $\lambda \approx 600$ нм) для определения характера перемагничивания;
- спектральные зависимости δ в диапазонах 420–630 нм и 620–720 нм с перекрытием для последующего совмещения данных.

Для повышения статистической точности измерение проводится несколько раз. Все результаты сохраняются в цифровом виде (формат .txt) и

сопровождаются журналом параметров усилителя, поля и длины волны, что обеспечивает возможность последующей повторной калибровки и верификации данных.

Обработка и интерпретация данных.

Для обработки данных и построения полевых и спектральных зависимостей используется программный пакет для обработки данных OriginLab или другая аналогичная программа.

Первичная обработка данных включает корректировку уровня фона, нормировку сигнала и совмещение спектров, полученных с различных детекторов в перекрывающемся диапазоне (1,3-1,5 эВ). После обработки данных можно переходить к построению графиков и интерпретации результатов.

При построении полевых зависимостей используются данные $\delta(H)$ при фиксированной длине волны, что позволяет анализировать магнитный отклик и определять характер магнитного упорядочения.

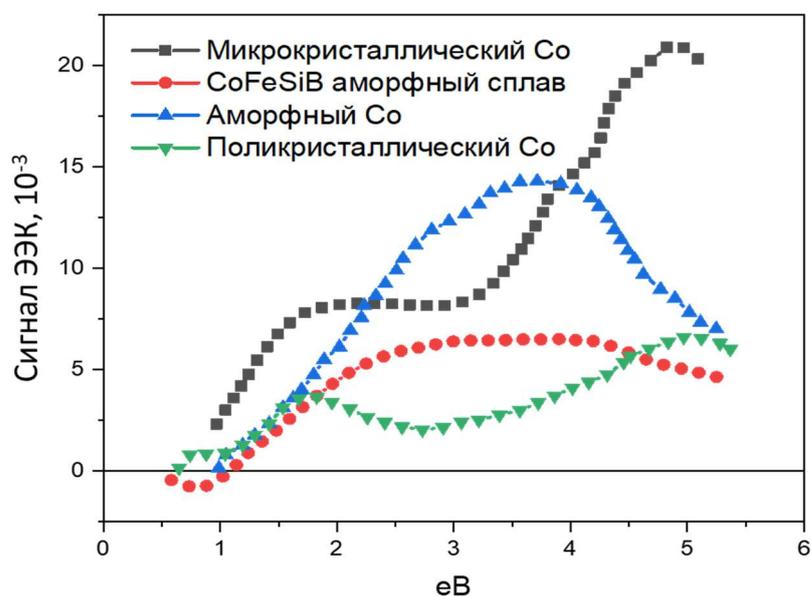


Рис. 14. Пример спектральных кривых для различных образцов на основе кобальта.

Для спектральных зависимостей δ (Рис. 14) особое внимание уделялось форме кривых и возможным изменениям знака сигнала, которые отражают характер магнитного упорядочения, наличие фазовых переходов или перколяционных порогов, степень магнитного упорядочения и неоднородность распределения магнитных фаз [19,104,113,114].

При анализе спектров нужно понимать, что на их форму влияют разные факторы (в том числе и температура, угол падения света, морфология образца и его состояние), поэтому для получения наиболее достоверной характеристики образцов чаще всего проводится серия измерений и/или измерения комбинируются с другими методами исследования образцов.

Основные источники ошибок связаны с нестабильностью оптической системы, шумами детекторов и дрейфом внешнего поля; их влияние минимизировалось регулярной калибровкой и усреднением по циклам перемагничивания. Надёжность результатов обеспечивалась серией повторных измерений и статистической обработкой данных. Среднеквадратическая погрешность не превышала 10^{-4} рад, что соответствует доверительному интервалу 95 %.

Таким образом, магнитооптическая спектроскопия позволяет получить совокупность спектральных и полевых зависимостей, отражающих как электронную структуру, так и особенности магнитного упорядочения в приповерхностных слоях исследуемых материалов. Для анализа пространственного распределения магнитных фаз и динамики доменных процессов используется магнитооптическая микроскопия, описание которой приведено в следующем разделе.

2.2 Магнитооптическая микроскопия (Керр-микроскоп)

Керр-микроскоп-магнитометр представляет собой экспериментальную установку, предназначенную для визуализации магнитных доменов, исследования процессов перемагничивания и регистрации петель гистерезиса в приповерхностных слоях магнитных материалов в реальном времени. В отличие от спектроскопии, где сигнал представляет собой усреднённый отклик засвеченной области, микроскопия обеспечивает локальное зондирование с возможностью корректировки контролируемой области в процессе измерения [115–118].

Симметрия магнитооптического эффекта Керра определяет чувствительность к различным компонентам вектора намагниченности. В

зависимости от ориентации этих компонент относительно плоскости падения света реализуются меридиональная, экваториальная и полярная геометрии измерения, каждая из которых чувствительна к определённой проекции намагниченности (Рис. 15).

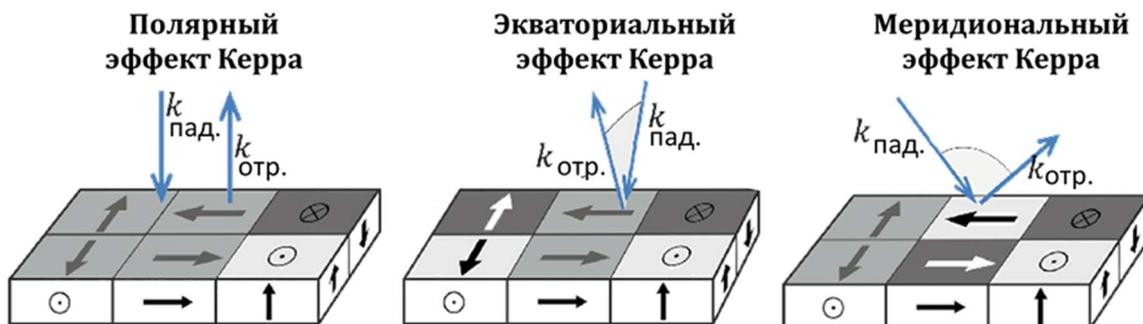


Рис. 15. Схемы контрастного отклика для основных геометрий эффекта Керра. Показаны интенсивности контраста в зависимости от направления намагниченности домена и направления падения света [119].

При перпендикулярном падении света вдоль оси z , для намагниченных в плоскости доменов компоненты намагниченности вдоль отраженного светового луча отсутствуют, поэтому они не проявляют контраста, а домены перпендикулярные к плоскости поверхности образца, имеют максимальные векторные компоненты, что обеспечивает максимальный контраст, что и соответствует полярному эффекту Керра. Для получения контраста между намагниченными доменами в плоскости образца требуется падение света под углом. На Рис. 15 приведены контрасты для различного направления падения света на поверхность образца, в частности показано формирование контраста для меридионального и экваториального эффектов. При этом нормальная компонента в плоскости падения достаточна для добавления в картину еще и вклада полярной компоненты.

На практике домены не настолько явно ориентированы относительно плоскости образца и суммарно дают смещение по всем направлениям осей относительно плоскости. Таким образом задача распознавания вкладов конкретного эффекта затрудняется и следовательно определение направления намагниченности отдельной области усложняется.

Для усиления контрастности может дополнительно применяться метод разделения контраста, основанный на вычитании или сложении двух

изображений Керра, полученных при противоположных направлениях падения света в одном режиме (Рис. 16). В разностном изображении (верхняя панель) полярный контраст исчезает, а внутрислойный контраст увеличивается вдвое. При сложении изображений (нижняя панель) контраст исчезает и остается чистый полярный контраст. Стрелки указывают на вектор намагниченности на поверхности.

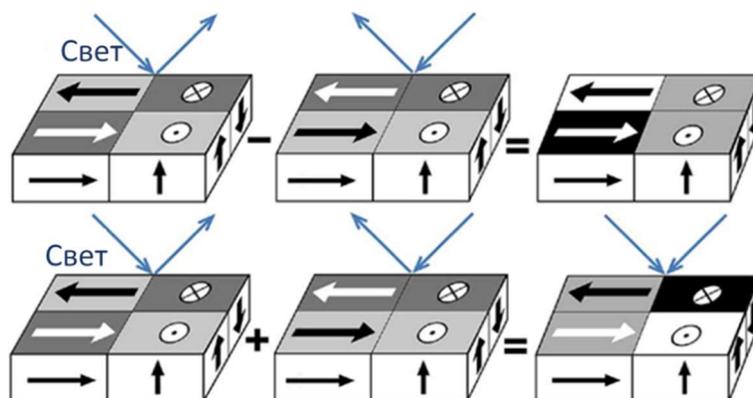


Рис. 16. Подходы к усилению контрастности изображения доменов [119].

Керр-микроскопия даёт возможность не только визуализировать доменную структуру, но и отслеживать её изменение во времени или при варьировании внешних параметров, что особенно важно для анализа процессов перемагничивания, формы и характера динамики доменных границ и оценки магнитной анизотропии.

На практике сигнал Керр-микроскопии часто является суммарным вкладом нескольких эффектов, которые еще могут отличаться и по глубине [120]. Это подчеркивает необходимость учитывать возможные комбинированные эффекты при интерпретации изображений, полученных методом Керр-микроскопии.

Петли гистерезиса, получаемые методом Керр-микроскопии, при изменении внешнего магнитного поля с регистрацией магнитооптического контраста образца, всегда будут нормированы и представлять частную петлю локальной области. Изменения интенсивности регистрируемого сигнала соответствуют изменениям состояния локальной намагниченности.

Эффекты пиннинга, возникающие на структурных дефектах или при взаимодействии доменных стенок, приводят к изменениям - и форма петли

может искажаться. Наблюдаемая петля представляет собой результат совокупного вклада различных компонент эффекта Керра, величины которых определяются магнитной конфигурацией образца и выбранной геометрией измерений.

В дальнейшем описание методики приведено на примере магнитооптического Керр-микроскопа Evico magnetics GmbH (Германия), использованного при проведении экспериментов, результаты которых представлены в главах 3 и 4.

Схема установки.

С экспериментальной точки зрения, Керр-микроскоп представляет собой оптическую установку на базе поляризационного микроскопа Carl Zeiss, дополненного системой формирования магнитного поля и цифровой регистрации изображений. Общая схема установки приведена на Рис. 17.

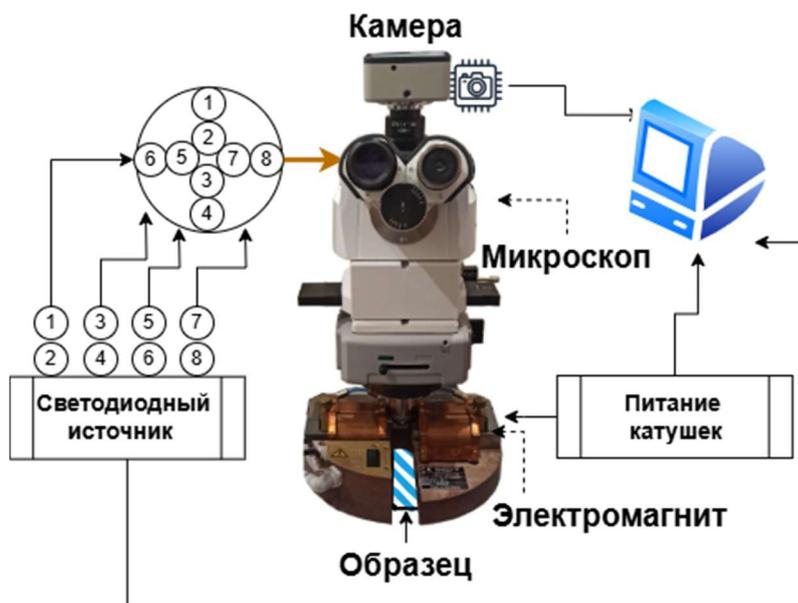


Рис. 17. Общая схема установки магнитооптический Керр-микроскоп.

Осветительная система включает восемь белых светодиодов, соединённых с микроскопом через крестообразную волоконно-оптическую сборку, обеспечивающую выбор направления освещения и реализацию различных геометрий эффекта Керра — полярной, продольной, поперечной и их комбинаций. Выбор режима освещения осуществляется программно, что

позволяет оптимизировать контраст доменной структуры для заданной ориентации намагниченности (Рис. 18).

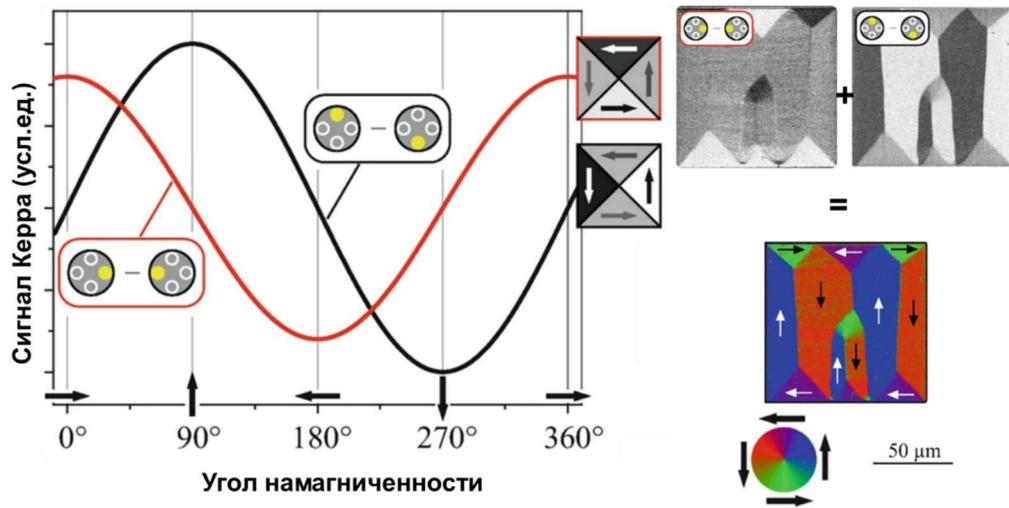


Рис. 18. Зависимость сигнала эффекта Керра от режима диодов [121].

Оптическая часть микроскопа включает стандартную систему линз и объективов с поляризатором, анализатором с компенсатором и регулируемые диафрагмами (Рис. 19); пространственное разрешение определяется числовой апертурой объектива и может достигать ~ 0.3 мкм. В зависимости от используемых линз область обзора может варьироваться от 500–300 мкм до 35–20 мкм.

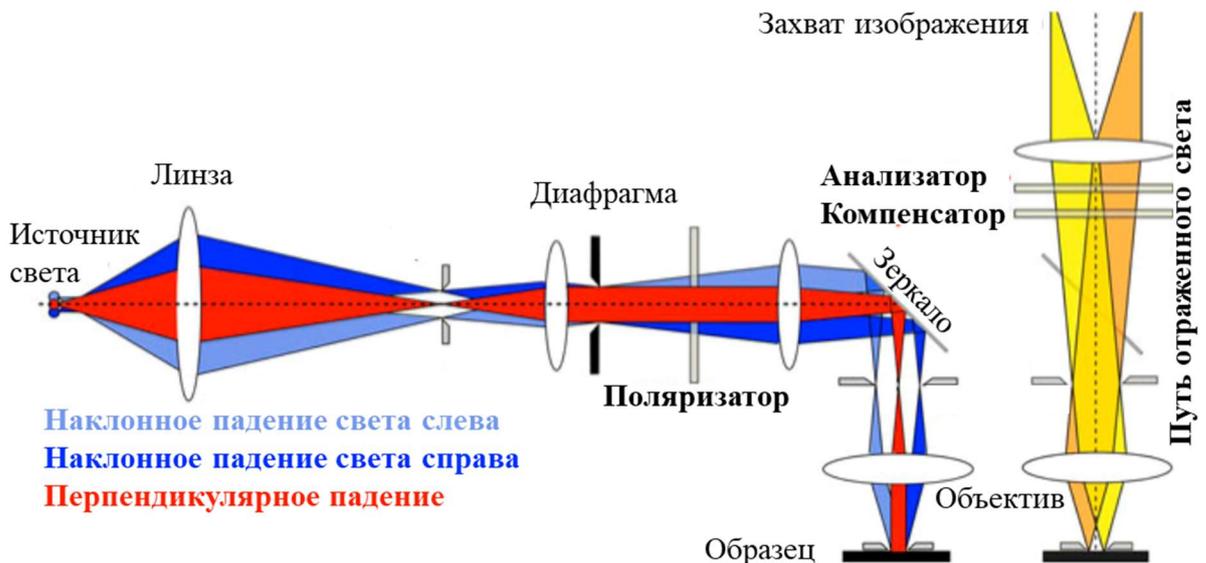


Рис. 19. Оптическая схема Керр-микроскопа [119]

Регистрация изображения осуществляется цифровой камерой высокого разрешения (1344×1024 пикселя), синхронизированной со светодиодным источником. В ряде режимов используется импульсное освещение,

согласованное с частотой съёмки, что повышает контраст и снижает уровень шума.

Магнитная система установки представляет собой поворотный электромагнит с двумя катушками. Каждая катушка содержит пару обмоток: одна рассчитана на создание слабых полей (с малым шагом в доли эрстед), другая — на высокие. Для повышения интенсивности магнитного поля могут устанавливаться сменные полюсные наконечники, что позволяет формировать поле в плоскости образца до 13 кЭ.

Управление установкой, выбор геометрии освещения и регистрация изображений осуществляются при помощи программного обеспечения KerrLab, входящего в комплект поставки прибора. Программа обеспечивает автоматическую синхронизацию освещения, съёмки и регулировки магнитного поля, выбор светодиодов и режимов их работы, а также сохранение результатов эксперимента для последующей обработки. Подробное описание Керр-магнитометра, а именно, вводные данные, подробные технические параметры установки, рекомендации по настройке и подготовке к эксперименту, представлено в руководстве [122].

В дальнейшем при описании методики измерений рассматривается последовательность работы установки, параметры регистрации и способы повышения контрастности изображений.

Методика измерений.

Методика работы на Керр-микроскопе определяется конкретными задачами эксперимента и свойствами исследуемого образца, однако включает ряд общих этапов, обеспечивающих корректность измерений и воспроизводимость результатов.

Образец закрепляется на держателе с пьезоэлементами, обеспечивающими точное позиционирование в плоскости наблюдения. Для получения общего представления о морфологии и характере доменной структуры первоначальные измерения проводят с использованием объектива с

малым увеличением. После этого при необходимости выполняется переход на объектив с более высоким разрешением.

Система освещения конфигурируется в соответствии с выбранной геометрией эффекта Керра. С помощью управляющего программного обеспечения KerrLab задаются активные каналы светодиодного источника, обеспечивающие оптимальный контраст изображения. Фокусировка проводится по отражённому свету с контролем чёткости границ доменов. Для предотвращения повреждения поверхности образца используется поэтапное приближение объектива и контроль положения через оптический окуляр. Для бездефектных образцов может быть полезно закрыть полевую апертурную лепестковую диафрагму – образец в фокусе, когда апертура отображается чётко. В случае использования 100х-масляного объектива на образец предварительно необходимо добавить каплю иммерсионного масла для получения контрастного изображения.

Настройка поляризатора, анализатора и компенсатора осуществляется до получения нейтрально-серого уровня яркости, при котором малые изменения намагниченности дают симметричные отклонения интенсивности. Такая конфигурация обеспечивает высокую чувствительность к перемагничиванию и позволяет регистрировать как увеличение, так и уменьшение магнитного контраста.

После настройки микроскоп переводится в режим визуализации доменной структуры в реальном времени. Управление внешним магнитным полем, фиксация кадров и анализ интенсивности контраста выполняются в программе KerrLab. В зависимости от поставленной задачи производится:

- наблюдение динамики доменов при изменении магнитного поля,
- съёмка локальных петель гистерезиса,
- поиск областей пиннинга и неоднородностей,
- фиксация последовательностей изображений для последующей обработки.

Для каждого режима сохраняются изображения и/или сопровождающие параметры (амплитуда поля, ориентация освещения, увеличение объектива), что позволяет проводить анализ и сопоставление с другими результатами.

Обработка и интерпретация данных.

В результате работы на установке могут быть получены следующие типы данных:

1. Фотографии поверхности образца в оптическом режиме и изображения доменной структуры. Для каждого кадра автоматически сохраняются сведения о масштабе, конфигурации оптики, величине внешнего поля, режиме съёмки, усреднении, геометрии Керр-эффекта и времени записи.
2. Видео, представляющее динамику перемагничивания, формат сопровождения аналогичен фотографиям.
3. Петли гистерезиса, сохраняемые как с визуальным рядом, так и без него. При отсутствии покадрового изображения файл содержит данные поля (Field) и уровня сигнала (GrayLevel); при наличии визуальной последовательности добавляется ссылка на соответствующие кадры.

Для анализа локальных магнитных свойств используется программа «Looper offline», позволяющая перестраивать петли для произвольных областей изображения и компенсировать влияние шумов, вибраций, дрейфа фокуса и других внешних факторов. Эти факторы могут приводить к неопределённости в 5–15 %, особенно вблизи коэрцитивного поля.

Точность повышается за счёт регулярной калибровки системы, усреднения сигналов, стабилизации изображения и оптимизации освещения. При соблюдении этих условий метод обеспечивает высокую чувствительность и достоверность при исследовании магнитных микро- и наноструктур.

Полученные данные Керр-микроскопии позволяют напрямую наблюдать микромагнитные процессы, определяющие макроскопические параметры материалов — коэрцитивную силу, остаточную намагниченность и форму петли гистерезиса. Для количественной верификации результатов

используются интегральные методы, включая вибрационную магнитометрию и магнитооптическую спектроскопию, что обеспечивает комплексное понимание магнитных свойств изучаемых систем.

2.3 Вибрационная магнитометрия

Вибрационная магнитометрия – метод измерения полного магнитного момента образца в широком диапазоне полей, позволяющий регистрировать петли гистерезиса и исследовать интегральные магнитные свойства всего объёма материала.

Принцип работы магнитометра с вибрирующим образцом основан на регистрации изменения магнитного потока, создаваемого образцом, совершающим гармонические колебания во внешнем магнитном поле [123,124]. В результате изменения потока в приёмных катушках индуцируется электродвижущая сила, пропорциональная магнитному моменту образца и позволяет определить его зависимость от внешнего поля H .

$$\varepsilon = -N \frac{d\Phi(t)}{dt} \quad (5)$$

где N - число витков в приёмных катушках, Φ - магнитный поток, создаваемый образцом; при корректной калибровке магнитометра явный учёт N не требуется [125].

Калибровка установки проводится с использованием референсного образца (как правило, никелевой сферы или пластинки), измеряемого в известном магнитном поле; при необходимости выполняется программная корректировка коэффициента пересчёта сигнала в магнитный момент.

В результате, как правило, регистрируется кривая гистерезиса [126], по которой можно судить о магнитных свойствах образца - намагниченности насыщения (M_s), остаточной намагниченности (M_r), коэрцитивной силе (H_c), оценить магнитную восприимчивость и магнитное упорядочение материала по форме петли гистерезиса.

К преимуществам метода относятся высокая чувствительность (до 10^{-6} ед.СГС), широкий диапазон измеряемых полей, возможность неразрушающего

исследования образцов различной формы и размера, а также работа в широком температурном диапазоне.

В настоящей работе измерения проводились с использованием вибрационного магнитометра Lake Shore 7404, обеспечивающего регистрацию петель гистерезиса в диапазоне полей до ± 16 кЭ. Основные элементы и схема установки приведены в следующем подразделе.

Схема установки.

Типовая установка вибрационного магнитометра, приведена на Рис. 20 и включает магнитную систему, вибрационный привод с держателем образца, систему приёмных катушек, работающих в дифференциальной конфигурации, а также фазочувствительный усилитель, синхронизированный с частотой вибрации.

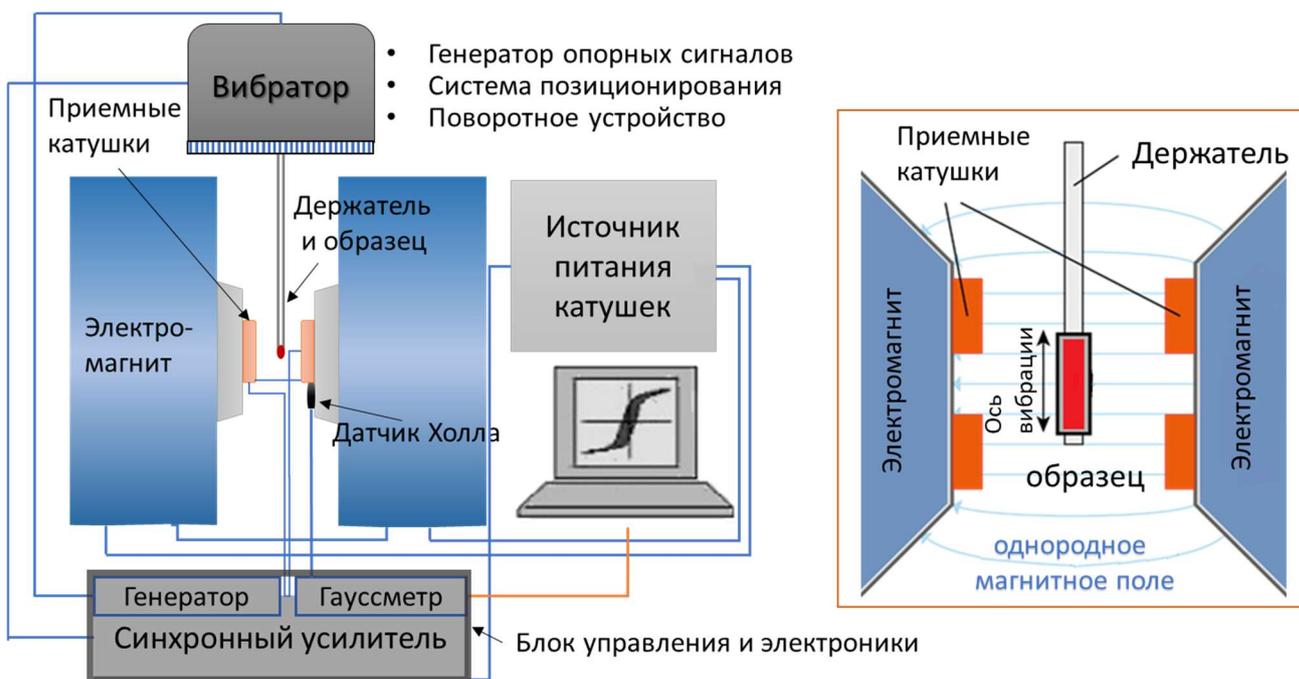


Рис. 20. Общая схема магнитометра с вибрирующим образцом.

Магнитная система состоит из электромагнита с двумя обмотками, создающими регулируемое поле. Катушки охлаждаются проточной водой, что обеспечивает стабильность поля и возможность его быстрого изменения. Для контроля калибровки и мониторинга поля используется датчик Холла, установленный в рабочей зоне между полюсами.

Вибрационный модуль включает электродинамический привод, на штоке которого закрепляется держатель с образцом. Привод формирует гармонические колебания с частотой около 80 Гц и амплитудой 0,5–1 мм; амплитуда стабилизируется системой обратной связи, а колеблющийся магнитный момент образца индуцирует переменное магнитное поле, которое регистрируется системой приёмных катушек.

Четыре приёмные катушки, включённые дифференциально и симметрично относительно оси вибрации, регистрируют изменение магнитного потока, обеспечивая подавление фонового сигнала и высокую чувствительность к магнитному моменту образца.

Фазочувствительный усилитель, синхронизированный с частотой вибраций, выделяет полезную компоненту сигнала, соответствующую магнитному отклику образца, и подавляет шумы, не совпадающие по фазе с возбуждением.

Управление параметрами измерения, регистрация и обработка данных осуществляются с помощью специализированного программного обеспечения, обеспечивающего автоматическую калибровку и сбор данных в цифровом виде.

Такая конфигурация обеспечивает высокое отношение сигнал/шум и воспроизводимость результатов, что делает вибрационную магнитометрию универсальным инструментом для исследования ферро-, антиферро- и суперпарамагнитных материалов, в том числе в виде плёнок и наноструктурированных систем.

Методика измерений на вибрационном магнитометре.

Измерения начинаются с установки образца на немагнитный держатель, закреплённый на штоке вибратора; при включённом генераторе колебаний и в полях, близких к насыщению, проводится калибровка положения образца по координатам x , y , z для обеспечения максимальной чувствительности приёмных катушек.

Если сигнал от образца слабый, допускается предварительная настройка с использованием калибровочного образца аналогичной формы и размеров, обладающего сильным откликом. После этого исходный образец устанавливается без смещения положения штока. Такая калибровка проводится отдельно для каждого нового положения образца.

Цикл и диапазон изменения магнитного поля задаются через программное обеспечение установки. Пользователь может выбрать параметры поля (минимальное, максимальное значение, шаг), а также временные параметры (время стабилизации, задержки и др.), влияющие на точность и скорость измерения. В зависимости от свойств образца применяются два режима измерений:

- Режим непрерывного изменения поля — поле изменяется плавно с постоянной скоростью, а сигнал усредняется за заданный интервал времени. Это наиболее универсальный и быстрый вариант, применяемый для большинства образцов с выраженным магнитным откликом.

- Пошаговый режим — магнитное поле изменяется дискретно, и на каждом шаге фиксируется стабилизированное значение намагниченности. Этот вариант более точный и надёжен при работе с образцами, имеющими слабый сигнал или высокое магнетосопротивление, но требует большего времени на проведение полного цикла измерений.

После запуска цикла установка автоматически регистрирует индуцированный сигнал, синхронизированный с изменением поля и/или температуры (времени), и сохраняет результаты измерений.

Обработка и интерпретация данных.

Экспериментальные данные вибрационной магнитометрии представляют собой зависимость магнитного момента M от внешнего магнитного поля H , получаемую в цифровом виде. Обработка данных выполняется с использованием программ OriginLab и HystLab, обеспечивающих визуализацию, сглаживание и аппроксимацию петель

гистерезиса, а также автоматическое определение основных магнитных параметров.

Перед анализом сигнал нормируется на массу или объём образца, что позволяет переводить результаты в абсолютные единицы — ед.СГС/г или ед.СГС/см³. Для образцов со слабым магнитным моментом из данных дополнительно вычитается сигнал держателя (штока). Данные, представленные в графическом виде, представляют собой петлю гистерезиса.

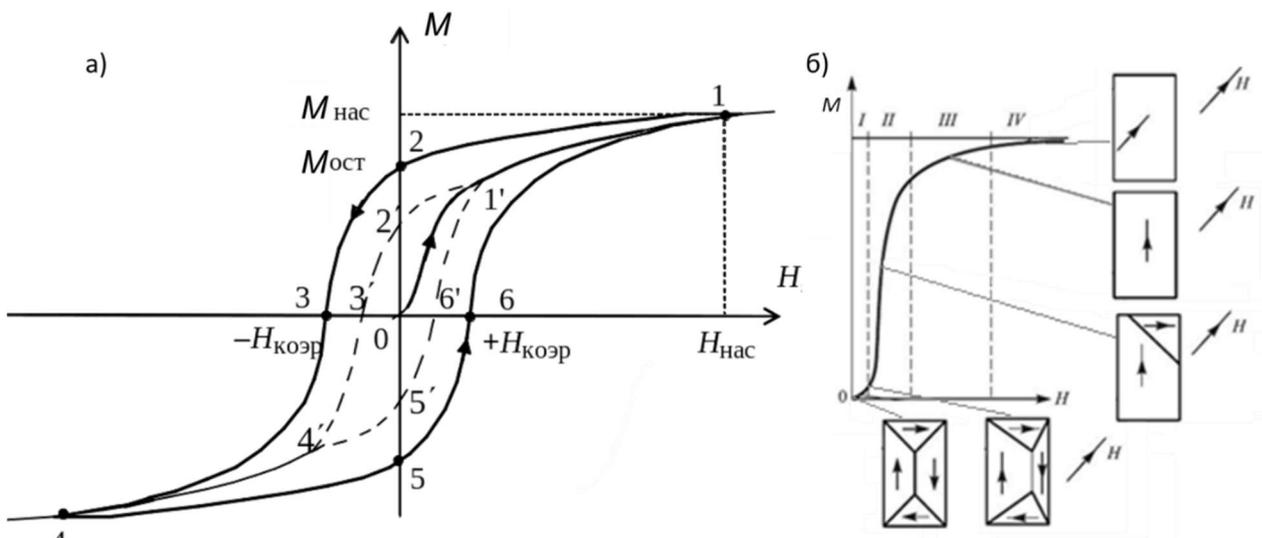


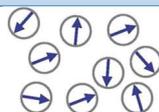
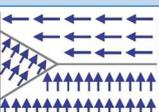
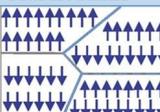
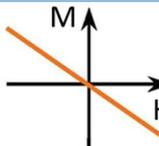
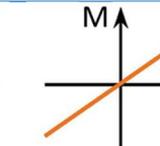
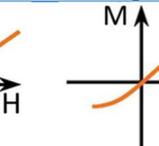
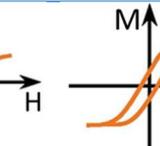
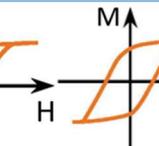
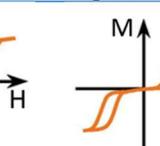
Рис. 21. Классическая петля гистерезиса с ключевыми магнитными параметрами (а), штрихами обозначены дублирующие магнитные характеристики частной петли без насыщения. Основная кривая намагничивания и изменение доменной структуры ферромагнетика в зависимости от величины магнитного поля (б) [127]

По полученным зависимостям $M(H)$ определяются ключевые характеристики материала (Рис. 21):

- намагниченность насыщения M_s (точки 1 и 4),
- коэрцитивная сила H_c (точки 3 и 6),
- остаточная намагниченность M_r (точки 2 и 5),
- начальная магнитная восприимчивость (угол наклона начального участка петли).

Форма петли гистерезиса отражает особенности доменной структуры и магнитного упорядочения: узкие петли соответствуют мягким магнитным материалам, широкие — жёстким, а асимметрия или сдвиг указывают на наличие обменного смещения или суперпарамагнитных компонентов (Таблица 2).

Таблица 2. Схемы магнитного упорядочения и «характерные» полевые зависимости.

Тип материала	Диамагнетик		Аморфные сплавы и нанокристаллические композиты.					
			Парамагнетик	Суперпарамагнетики	Ферро-, антиферромагнетик	ферри-,	Многофазные сложные магнетики	
Структура магнитных								
Тип взаимодействия	Атомы ММ	без	Слабо взаимодействующие атомы	(не) взаимодействующие ММ кластеры	Слабо взаимодействующие ММ кластеры	Взаимодействующие «магнитные» кластеры	Формирование доменов	Области с различными магнитными порядками
Характерная петля								

В ряде случаев, наряду с ручной обработкой в OriginLab, для анализа гистерезисных петель использовалась программа HystLab, специально разработанная для высокоточной автоматизированной обработки данных магнитных гистерезисов [128,129]. Программа HystLab позволяет выполнять коррекцию дрейфа и смещения нулевой линии, устранение шумов и автоматическое определение параметров M_s , M_r , H_c , а также оценку достоверности аппроксимации. Это особенно важно при анализе наноструктурированных и слабомагнитных систем, где сигнал может содержать суперпарамагнитную компоненту.

Основные источники погрешности при измерениях на магнитометре с вибрирующим образцом включают нестабильность внешнего поля, вибрации окружающей среды, погрешности калибровки приёмных катушек и позиционирования образца. Для снижения ошибок проводится регулярная калибровка прибора по стандартному образцу никеля. При правильной юстировке установка обеспечивает точность 1–3 % для магнитного момента и до 5 % для коэрцитивности.

Форма и размеры образца также могут оказывать значительное влияние на результаты измерений. Например, удлиненные цилиндрические образцы создают магнитное поле с более выраженной осевой анизотропией, тогда как пластинчатые образцы обладают большим размагничивающим фактором. Так

же для крупных образцов замыкающее поле значительно влияет на результаты измерений, тогда как для мелких образцов необходимо учитывать точность позиционирования в зоне действия приемных катушек.

Таким образом при корректной юстировке установки и калибровке погрешность измерений остаётся в пределах 1–3% для магнитного момента и 5% для коэрцитивности.

Форма и геометрия образца также влияют на результаты: цилиндрические образцы демонстрируют выраженную осевую анизотропию, а пластинчатые — усиленный размагничивающий эффект. Эти факторы учитывались при обработке данных.

Таким образом, вибрационная магнитометрия служит надёжным инструментом количественного анализа, позволяющим определять интегральные магнитные параметры материала, не зависящие от его оптических свойств. В совокупности с магнитооптическими методами она обеспечивает комплексное исследование магнитных систем различной природы (Таблица 3).

Таблица 3. Сравнение методов магнитного зондирования.

Метод исследования	Охват	Измеряемые параметры	Особенности применения
Керр-спектроскопия	Приповерхностный (20–40 нм). Разрешение ~ 1 мм	спектры ЭЭК, полевые зависимости	Чувствительна к фазовому состоянию
Керр-микроскопия	Приповерхностный (10–20 нм) Разрешение ~ 300 нм	доменная структура, локальные петли перемагничивания	Позволяет видеть динамику доменных границ
Вибрационный магнитометр	Объемный	M(H), H _c , M _r , M _s	Интегральные характеристика

2.4 Выводы

В данной главе рассмотрены методики магнитного и магнитооптического зондирования, применяемые для анализа наноструктурированных магнитных материалов. На основе обзора сформулированы следующие обобщения:

- Магнитооптическая Керр-спектроскопия обеспечивает регистрацию спектральной зависимости ЭЭК и позволяет выявлять особенности магнитного упорядочения, связанные с размерными эффектами, концентрацией металлической фазы, межфазными границами и архитектурой многослойных структур и обладает высокой чувствительностью к приповерхностным слоям, включая ранние стадии формирования коллективного магнитного поведения.

- Керр-микроскопия позволяет визуализировать распределение намагниченности, доменную структуру и динамику перемагничивания в реальном времени. Метод даёт информацию о локальной анизотропии, пиннинге доменных стенок и эффектах, связанных с морфологией и состоянием интерфейсов. В сочетании с локальными петлями перемагничивания он обеспечивает детальное исследование механизмов магнитного отклика на микро- и субмикронных масштабах.

- Вибрационная магнитометрия даёт объёмные $M(H)$ -петли, необходимые для определения основных интегральных магнитных параметров (M_s , M_r , H_c), позволяет сравнивать объёмные свойства с приповерхностными, регистрируемыми магнитооптическими методами.

Совместное использование трёх методик обеспечивает комплексное зондирование магнитных свойств нанокompозитов, многослойных структур и аморфных материалов. Описанные методы образуют взаимодополняющий инструментальный комплекс, который используется далее при исследовании различных серий материалов.

Перечень исследованных образцов и распределение методик по каждому типу приведены в Таблица 4, завершающей данную главу, что формирует основу для анализа магнитных и магнитооптических свойств в главах 3 и 4.

Таблица 4. Сводная характеристика исследованных систем.

№	Объект	Тип материала	Ме-фаза	Матрица	Метод получения	Характер структуры	Примечания
1	$(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$	Композит	CoFeB	LiNbO ₃	Ионно-лучевое напыление	Гранулы в диэлектрической матрице	Переход SPM → SFM → FM*
2	$\{(\text{CoFeB})(\text{SiO}_2)/\text{ZnO}\}_n$	Многослойная структура	CoFeB	SiO ₂ /ZnO	Послойное ионное напыление	Металл–диэлектрик / полупроводник	Эффекты интерфейсов, резонансы
3	$(\text{Co})_x(\text{CoO})_{100-x}$	Композит	Co	CoO	Ионно-лучевое напыление	Гранулы Co на зёрнах CoO	Эффект обменного смещения
4	Ленты NiCoFeSiB	Аморфные ленты	Fe, Co, Ni,	—	Быстрая закалка	Аморфная / частично кристаллизованная	Особенности перемагничивания
5	Ленты CoSiFeCrAl	Аморфные ленты	Fe, Co	—	Быстрая закалка	Аморфная / частично кристаллизованная	Исследование до/после хим.обработки
6	Плёнки FeTiVO	Аморфные / аморфно-кристаллические плёнки	Fe, Ti	—	Магнетронное напыление	Переход к нанокристаллам при отжиге	Структура контролируется термообработкой

*Здесь и далее - суперпарамагнитное состояние (SPM), суперферромагнитное состояние (SFM), ферромагнитное состояние (FM).

Глава 3. Магнитооптическое зондирование нанокompозитных систем.

В главах 1 и 2 были рассмотрены методы магнитного и магнитооптического зондирования, применяемые в этой работе, а также охарактеризованы наноструктурированные системы с учетом литературных данных.

Для гранулированных композитов и многослойных систем одним из ключевых факторов является пространственное распределение металлической фазы, которое задаёт характер коллективных взаимодействий и определяет возможность формирования суперпарамагнитного, суперферромагнитного или ферромагнитного состояния [26,40]. Магнитные свойства в значительной степени определяются морфологией и состоянием межфазных границ, а также степенью взаимодействия между наноразмерными элементами [22,23,130].

В главе рассматриваются экспериментальные результаты и их интерпретация, полученные при исследовании магнитных и магнитооптических свойств:

- гранулированных композитов $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$;
- многослойных структур $\{[(\text{CoFeB})(\text{SiO}_2)]/\text{ZnO}\}_n$;
- оксидных нанокompозитов $(\text{Co})_x(\text{CoO})_{100-x}$.

Особое внимание уделено установлению связей между морфологией, степенью связности частиц металлической фазы, структурой интерфейсов и характером магнитного упорядочения, проявляющимся в петлях гистерезиса, спектрах ЭЭК и доменной структуре.

3.1. Серия нанокompозитов $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$

Нанокompозитные плёнки $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$ представляют собой пример гранулированных систем, в которых магнитные наногранулы сплава CoFeB распределены в аморфной диэлектрической матрице ниобата лития.

Высокая диэлектрическая проницаемость LiNbO_3 усиливает межгранульный обмен и туннельное взаимодействие, что делает такие системы перспективными как для фундаментальных исследований переходов $\text{SPM} \rightarrow \text{SFM} \rightarrow \text{FM}$, так и для приложений — например, мемристоров и нейроморфных вычислительных устройств [131–134].

В этой работе исследованы две серии образцов с концентрацией металлической фазы от 17 до 48 ат.% CoFeB . Первая серия получена при напылении на неподвижную Si -подложку, тогда как во второй серии применялось послойное напыление на вращающуюся SiO_2/Si -подложку, что обеспечивало контролируемое формирование интерфейсов и более однородное распределение металлических гранул. [20,135]. Сопоставление обеих серий позволяет проследить эволюцию магнитного и магнитооптического отклика в зависимости от концентрации CoFeB и особенностей внутренней структуры композита, с особым вниманием к области переходных концентраций, где формируется коллективное магнитное поведение.

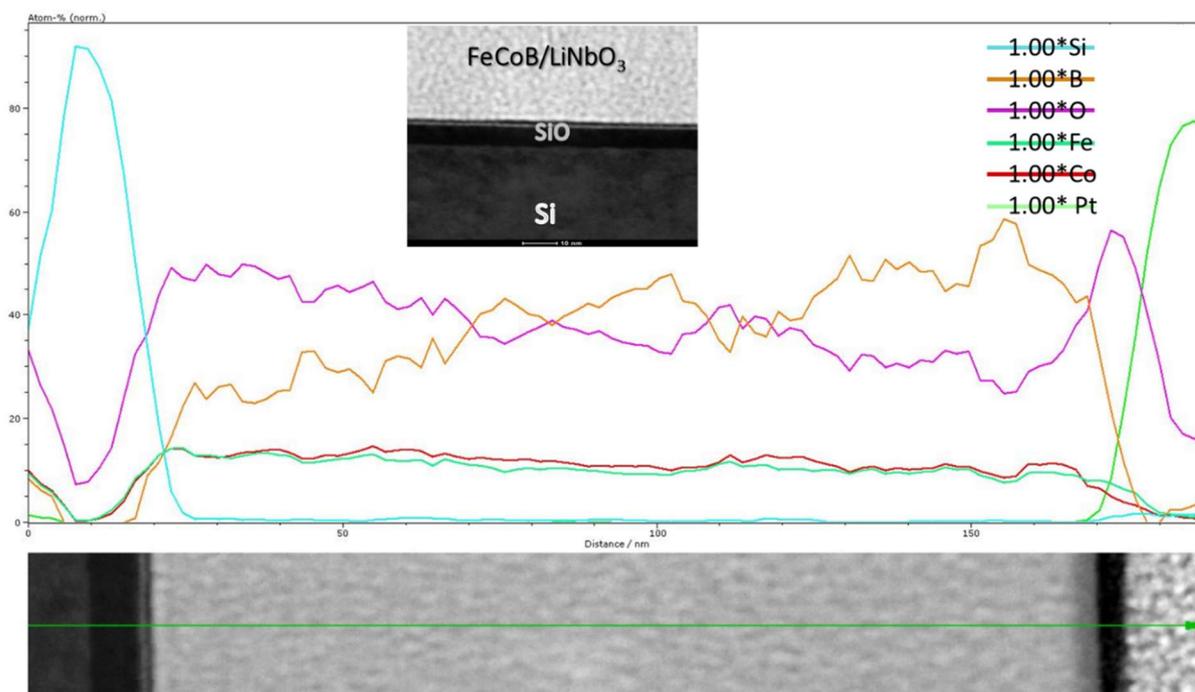


Рис. 22. Морфология и распределение элементов в нанокompозитной пленке $\text{CoFeB}/\text{LiNbO}_3$, осаждённой на подложку SiO/Si .

На Рис. 22 представлен результат ЭДС-анализа профиля поперечного сечения нанокompозита, выполненного с использованием просвечивающей

электронной микроскопии (ПЭМ). Верхняя часть рисунка содержит распределение элементов по толщине, нижняя — соответствующее изображение ПЭМ с обозначенной траекторией анализа. Вставка демонстрирует многослойную структуру, включающую активный слой нанокompозита $\text{CoFeB}/\text{LiNbO}_3$ и подложку SiO_2/Si .

Профиль распределения показывает чёткое разделение слоёв: интенсивный пик кремния соответствует подложке, зона с преобладанием кислорода — диэлектрическому слою SiO_2 , а рабочая область содержит Co, Fe и B в сочетании с кислородом, что подтверждает формирование наногранулированной структуры CoFeB в матрице LiNbO_3 . Пик Pt в верхней части спектра обусловлен нанесением защитного покрытия.

Таким образом, полученные данные подтверждают формирование четко выраженных слоёв и отсутствие межслоевой диффузии, что свидетельствует о высоком качестве осаждения и стабильности морфологии — ключевых параметрах, определяющих воспроизводимость магнитных и магнитооптических свойств.

3.1.1. Результаты Керр-спектроскопии

Магнитооптическая спектроскопия в экваториальной геометрии использовалась для анализа процессов перемагничивания и спектральных характеристик нанокompозитов $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$. Основное внимание уделялось эволюции полевых зависимостей и спектров ЭЭК при увеличении доли металлической фазы, что позволяет проследить концентрационно-индуцированные переходы между суперпарамагнитным, суперферромагнитным и ферромагнитным состояниями [19]. Дополнительно рассматривалось влияние морфологии, связанное с различиями в методах осаждения сплошное напыление (1-я серия) и послойное напыление (2-я серия) на форму спектров как индикатор размера и распределения гранул в объеме матрицы.

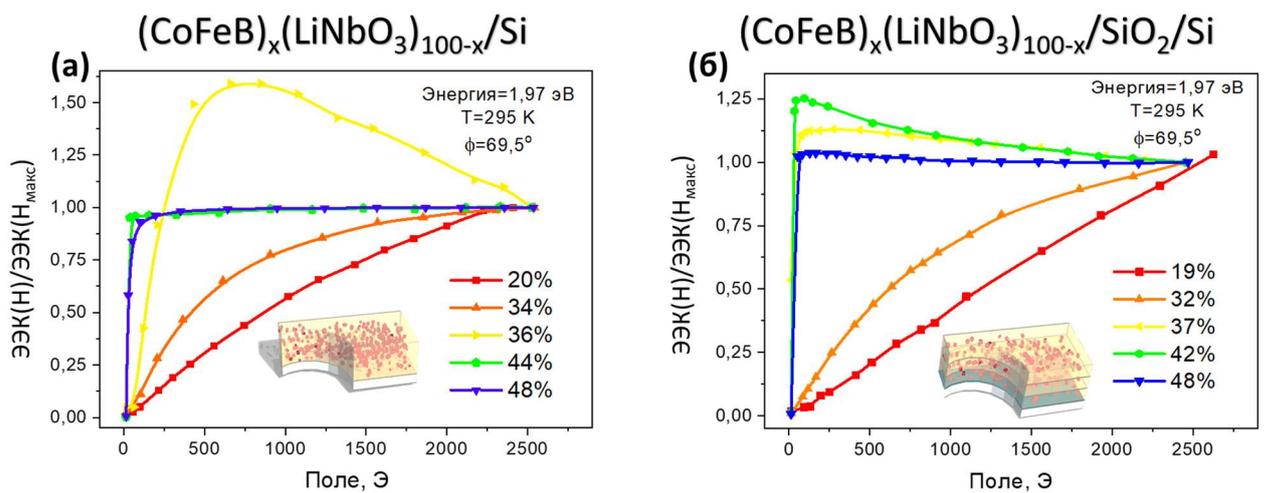


Рис. 23. Полевые зависимости нанокomпозитных плёнок $((CoFeB)_x(LiNbO_3)_{100-x})$, осажждённых одним слоем (слева) и послойно (справа), при энергии фотона $E = 1,97$ эВ, комнатной температуре и угле падения $\phi = 69,5^\circ$. [20] На вставках - модели структуры образцов.

На Рис. 23 представлены нормированные полевые зависимости ЭЖ для образцов обеих серий. Кривые разного цвета соответствуют разным концентрациям CoFeB в диэлектрической матрице. Для обеих серий наблюдается сходная эволюция магнитного отклика: от линейного ($x \lesssim 25\%$) — характерного для суперпарамагнитного состояния при низких концентрациях x — к нелинейному с насыщением, типичному для ферромагнитного состояния при $x \geq 44\%$. В переходной области концентраций при $25\% < x < 42\%$ наблюдается anomальное поведение полевых зависимостей ЭЖ указывающее на переход в магнито-неоднородное состояние с частично коррелированными магнитными моментами.

Наличие выраженного максимума ЭЖ в промежуточных магнитных полях для концентраций в интервале $x \approx 36\text{--}42\%$ соответствует области магнитного перколяционного перехода, в которой система последовательно проходит состояния суперпарамагнитного, суперферромагнитного и ферромагнитного упорядочения [19, 20]. В этом диапазоне в приповерхностном слое одновременно сосуществуют суперпарамагнитные наногранулы и локальные ферромагнитные кластеры, формирующиеся за счёт усиления обменных взаимодействий.

Аномальный характер полевых зависимостей ЭЖ при энергии 1.97 эВ обусловлен конкуренцией вкладов от этих магнитных подсистем. Вклад

ферромагнитных кластеров имеет положительный знак и достигает насыщения уже в сравнительно малых полях, тогда как вклад суперпарамагнитных наночастиц обладает противоположным знаком и возрастает с увеличением внешнего поля. В результате при определённых длинах волн, где амплитуды этих вкладов оказываются сопоставимыми, возникает частичная компенсация сигнала, приводящая к немонотонной полевой зависимости экваториального эффекта Керра.

Выраженность эффекта зависит от энергии фотона, поскольку спектральная форма ЭЭК различна для ферромагнитной и суперпарамагнитной фаз. Наиболее ярко аномалия проявляется в тех спектральных областях, где вклады от обеих фаз близки по величине, что хорошо видно на Рис. 23 (а). Для образцов, полученных при других технологических условиях, данный эффект выражен слабее (Рис. 23 (б)), что связано с отличиями в морфологии и степени кластеризации магнитной фазы.

Эта эволюция магнитного состояния отражается и в изменениях спектров ЭЭК. В отличие от полевых зависимостей, спектры в первую очередь чувствительны к эволюции электронных взаимодействий в нанокompозите: изменению локальной электронной структуры наногранул, появлению зон гибридизации, перераспределению плотности состояний и модификации оптических переходов при росте размера и распределения гранул.

На Рис. 24 приведены спектральные зависимости для образцов обеих серий [20]. При увеличении концентрации металлической фазы отмечаются следующие тенденции:

- смещение в область отклика с положительным сигналом ЭЭК, что указывает на рост металлического вклада и усиление обменных взаимодействий;
- смещение локального минимума в сторону ИК диапазона;
- различие спектров для двух серий вследствие различной морфологии наногранул и характера их распределения в объеме матрицы.

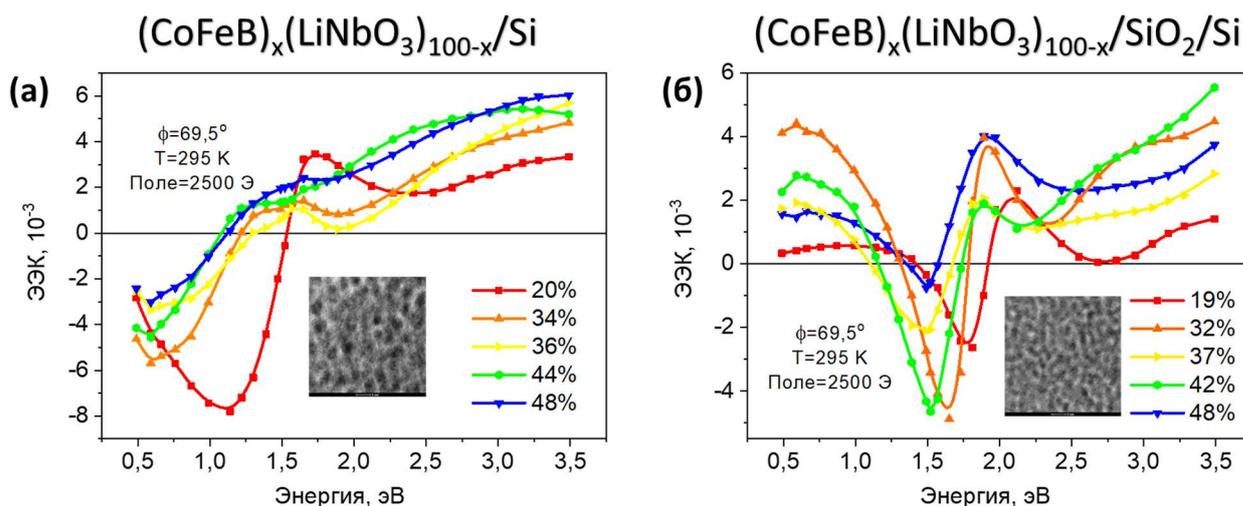


Рис. 24. Спектральные зависимости сигнала ЭЭК от концентрации металлической фазы осаждённых одним слоем (слева) и послойно (справа). На вставке в нижней части графиков - изображения просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) для выборочных плёнок: светлые области соответствуют ферромагнитной фазе FeCoB, наблюдаемые на участке порядка 40 нм² [20]

Такие закономерности согласуются с тем, что спектральный отклик ЭЭК определяется электронной структурой металлических наногранул, их морфологией и коллективными магнитными взаимодействиями [19,20].

Различия спектров для двух серий отражают влияние технологии осаждения на распределение металлической фазы и, соответственно, на магнитооптический отклик. В плёнках, полученных сплошным напылением, более равномерное распределение CoFeB в объёме матрицы обеспечивает свободный рост и укрупнение кластеров с увеличением концентрации, что приводит к более выраженной перестройке спектров. В слоистых структурах рост и распределение гранул пространственно ограничены, вследствие чего спектральные изменения носят менее выраженный характер [19,135].

Эволюция спектров согласуется с ростом коллективных магнитных эффектов и появлением выраженных доменных областей, что подтверждается данными Керр-микроскопии, рассмотренными в следующем разделе.

3.1.2. Результаты Керр-микроскопии

Магнитооптическая Керр-микроскопия была использована для анализа приповерхностных доменных структур и динамики перемагничивания в нанокompозитах $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$.

Измерения проводились при приложении магнитного поля в плоскости образца вдоль предполагаемых лёгкой и трудной осей намагничивания, преимущественно в экваториальной геометрии Керра. Различия в формах петель гистерезиса при изменении ориентации магнитного поля представлены на Рис. 25. В дальнейшем представлены результаты для направления лёгкой оси намагниченности.

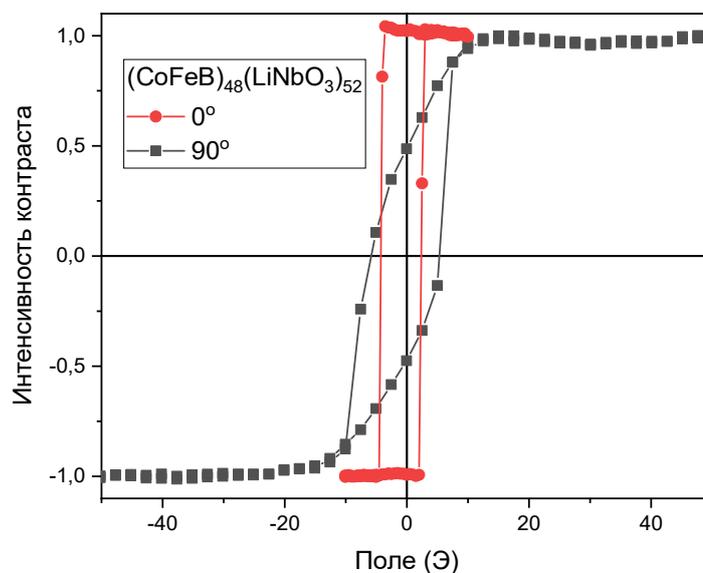


Рис. 25. Петли гистерезиса при ориентации поля вдоль легкого и трудного направления намагниченности [20]

На Рис. 26 петли гистерезиса для обеих серий при различных концентрациях металлической фазы. Характер перемагничивания и общая форма петель во многом совпадают, однако в зависимости от технологии осаждения проявляются различия в их параметрах:

- концентрация $x=32-34\%$ для обеих серий еще характеризуется петлями, характерными для суперпарамагнетиков (рыжие кривые).
- небольшое увеличение x до $36-37\%$ приводит уже к заметной разнице. В случае образцов, напыленных послойно, наблюдается петля, соответствующая ферромагнитному состоянию (Рис. 26 (б) желтая кривая), в то время как для образца, осаждённого одним слоем, – петля все еще ближе к суперпарамагнитному состоянию.
- при концентрациях выше 40% в обоих случаях регистрируются классические прямоугольные петли гистерезиса.

- дальнейшее увеличение содержания металлической фазы приводит к росту коэрцитивной силы. Для образцов, осажденных послойно, коэрцитивность незначительно выше, чем в образцах первой серии – при 48% 3,3 Э против 4,9 Э.

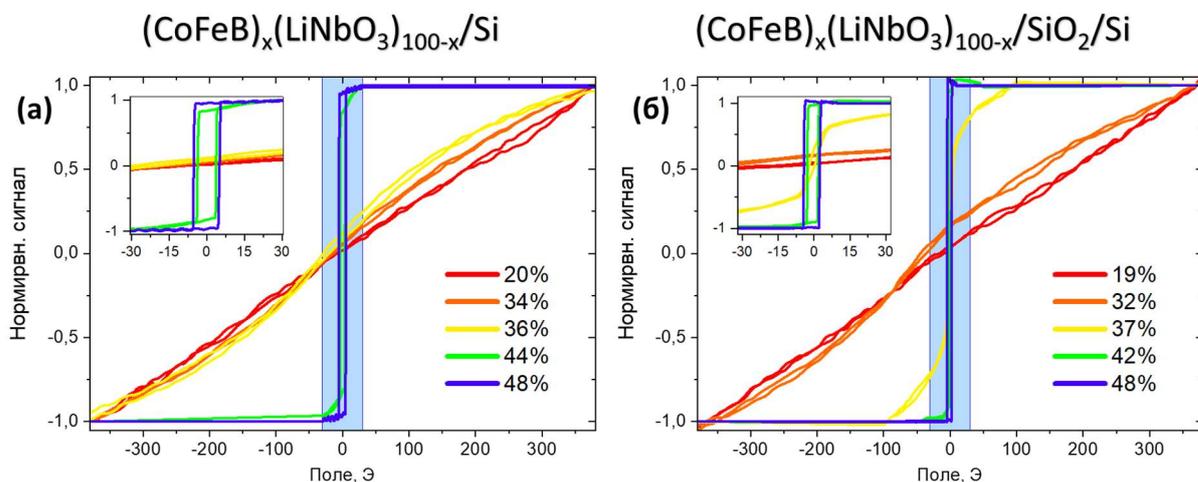


Рис. 26. Петли гистерезиса, полученные на магнитооптическом Керр-микроскопе для различных концентраций металлической фазы CoFeB [20]

Дополнительно была проведена визуализация доменных структур вблизи переходной концентрации для обеих серий - $x=36, 44$ и 48% (1я серия) и $x=37, 42$ и 48% (2я) «Рис. 27». При высокой концентрации металлической фазы ($x \approx 48\%$) наблюдаются вытянутые домены размером порядка 150–200 мкм, преимущественно ориентированные вдоль лёгкой оси намагничивания.

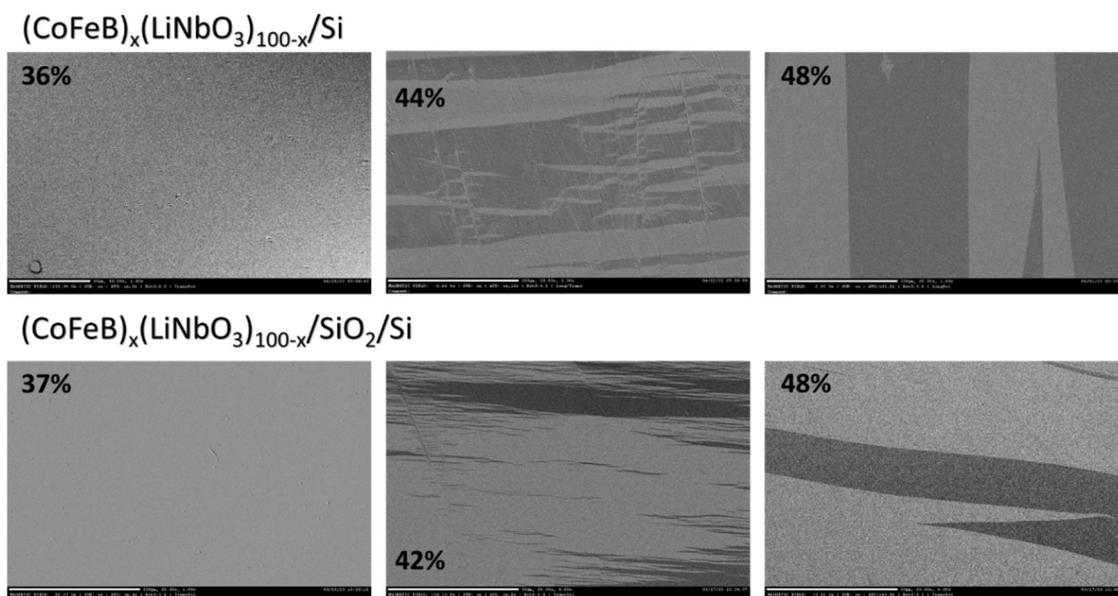


Рис. 27. Доменные структуры для разных концентраций металлической фазы FeCoB. Размер области исследования 300x500 микрон.

Для образцов с концентрациями $x=36\%$ и $x=37\%$ не выявлено формирование чёткой доменной структуры. В этой области магнитные моменты гранул уже частично коррелированы поскольку петли гистерезиса уже не линейны (усиление межгранульных взаимодействий), однако устойчивые доменные области ещё не формируются.

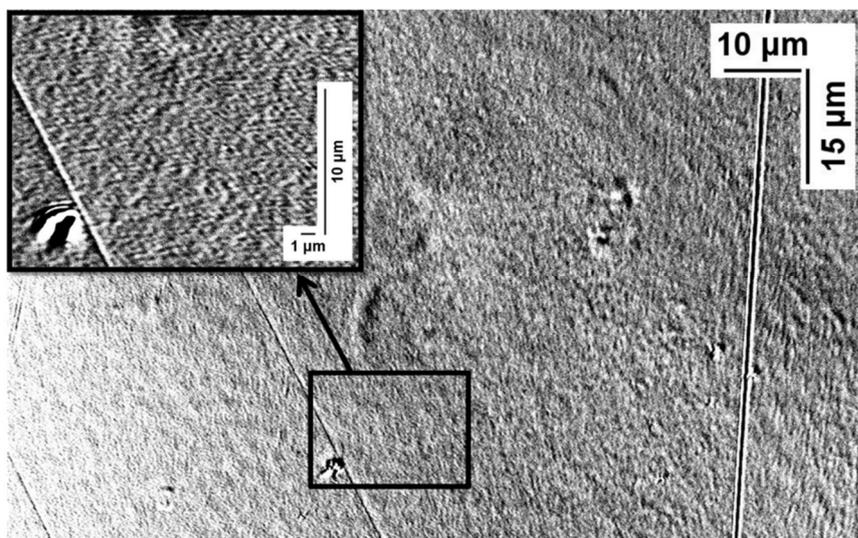


Рис. 28. Магнитная структура образца $(\text{CoFeV})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}/\text{Si}$ при концентрации $x=36\%$.

Для образца с концентрацией $\text{CoFeV} = 36\%$ осаждённого одним слоем отдельно проведена визуализация с большим увеличением при помощи дополнительной оптики. Полученные изображения, Рис. 28, демонстрируют зарождающиеся доменные области в форме фрагментированных кластеров. Это подтверждает, что система находится в стадии начального коллективного упорядочения, не достигая порога стабильного формирования доменов.

В промежуточной концентрационной области ($x \approx 42-44\%$) формирование вытянутых доменов (Рис. 27) связано с морфологией металлической фазы. По данным микроструктурного анализа, наногранулы CoFeV имеют преимущественно вытянутую форму и ориентированы параллельно подложке [20,132,135]. Такая геометрия способствует усилению магнитоэлектронного взаимодействия по направлению «голова — хвост», формируя спонтанную одноосную анизотропию. Это приводит к появлению доменных структур, ориентированных вдоль направления легкого намагничивания, для уменьшения магнитоэлектронной энергии. Подобное

поведение характерно для ансамблей с сильным диполь-дипольным взаимодействием, в которых возникают области согласованной намагниченности без жёсткой обменной связи — так называемые суперферромагнитные или состояния спинового стекла [131,132].

Таким образом, Керр-микроскопия подтвердила формирование устойчивого магнитного порядка при $x \geq 44\%$. Отсутствие визуализируемой доменной структуры при $x < 36\%$ соответствует границе между коллективными и некоррелированными магнитными состояниями. Полученные изображения согласуются с результатами Керр-спектроскопии.

3.1.3. Результаты исследований объемных свойств.

Объемные магнитные свойства нанокompозитов $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$ исследовались методом вибрационной магнитометрии. Измерения выполнены для трёх репрезентативных образцов каждой серии вблизи концентрационной области перколяционного перехода при приложении магнитного поля в плоскости образца.

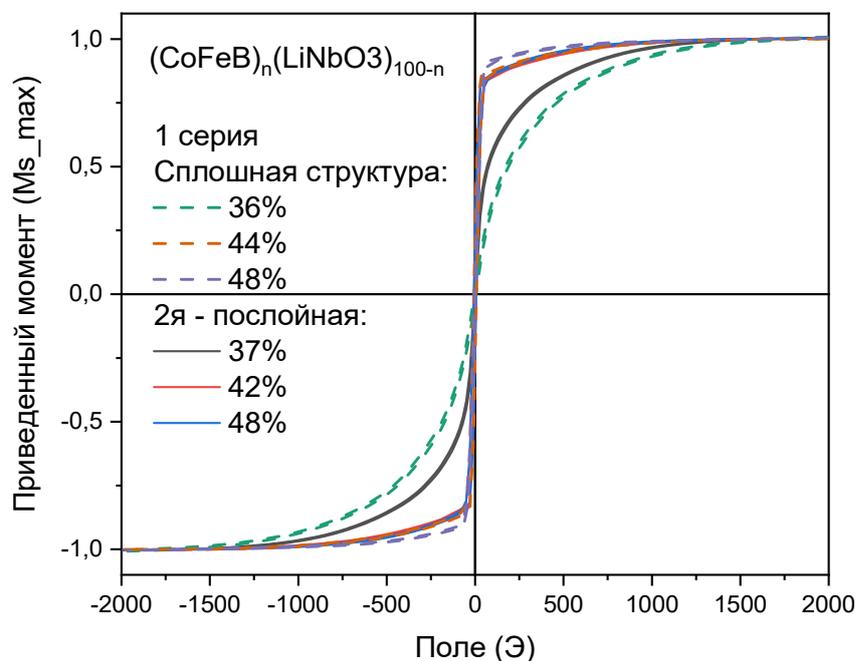


Рис. 29. Нормированные петли гистерезиса $M(H)$, измеренные методом вибрационной магнитометрии для композитов $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$ 2х серий при различных концентрациях металлической фазы [20]

На Рис. 29 представлены нормированные петли гистерезиса $M(H)$, отражающие полевою зависимость магнитного отклика без учёта абсолютных

значений магнитного момента. Нормировка осуществлялась по моменту насыщения, поскольку корректная оценка массы активного слоя затруднена вследствие неоднородной морфологии плёнок и вклада подложки.

С увеличением концентрации CoFeB от 36 до 48 ат.% в обеих сериях наблюдается рост начальной магнитной восприимчивости. При этом в области «малых» концентраций металлической фазы ($x < 40\%$) петли гистерезиса соответствуют функции Ланжевена, что характерно для суперпарамагнитного состояния.

Образцы, полученные методом послойного напыления, демонстрируют более высокую начальную восприимчивость по сравнению с образцами, сформированными сплошным напылением. При этом для первой серии более отчётливо проявляется изменение формы петель при варьировании концентрации металлической фазы, тогда как для послойных структур различия между петлями при $x = 42\%$ и $x = 48\%$ практически отсутствуют.

Наблюдаемые различия указывают на влияние технологии осаждения на процесс формирования активного слоя, включая морфологию наногранул, их плотность и распределение в объёме матрицы. Во всех случаях коэрцитивная сила остаётся сравнительно низкой, что указывает на относительно слабое взаимодействие между ферромагнитными кластерами.

Данные вибрационной магнитометрии позволяют выявить общие тенденции эволюции объёмных магнитных свойств нанокмозитов $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$ при изменении концентрации металлической фазы. В то же время, вследствие малого суммарного магнитного момента активного слоя, метод ограничен в чувствительности к локальным неоднородностям, приповерхностной структуре и фазовым границам, которые более информативно проявляются в магнитооптических исследованиях.

3.1.4. Анализ и сопоставление с литературными данными

Результаты, полученные для нанокмозитов $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$, демонстрируют наличие концентрационно-индуцированных переходов от суперпарамагнитного к ферромагнитному состоянию через промежуточную

фазу суперферромагнетизма для приповерхностных областей. Эти переходы хорошо согласуются с модельными представлениями о поведении ансамблей магнитных наночастиц, диспергированных в диэлектрической матрице [136,137]

При низких концентрациях металлической фазы система ведёт себя как ансамбль некоррелированных наногранул: приповерхностные полевые зависимости и петли гистерезиса, полученные методами Керр-спектроскопии и Керр-микроскопии, остаются линейными, тогда как объёмные петли $M(H)$ соответствуют функции Ланжевена. Однако уже при увеличении содержания $CoFeB$ до значений порядка 30–40 % в приповерхностном слое фиксируется формирование магнитно неоднородного состояния, характеризующегося сосуществованием суперпарамагнитных наночастиц и зарождающихся ферромагнитных кластеров [40,138,139]. В этой области метод Керр-спектроскопии регистрирует аномально немонотонные полевые зависимости ЭЭК, возникающие вследствие частичной компенсации вкладов от двух магнитных подсистем, тогда как Керр-микроскопия фиксирует нелинейность приповерхностных петель гистерезиса без формирования устойчивых доменных структур.

По мере дальнейшего увеличения концентрации металлической фазы межгранульные взаимодействия усиливаются за счёт уменьшения расстояний между гранулами, повышения вероятности туннельного обмена и частичного перколяционного объединения кластеров. В концентрационной области около 42–44 % система демонстрирует переход к коллективному ферромагнитному состоянию: в спектрах ЭЭК исчезают компенсационные аномалии и усиливается металлический вклад, а в изображениях Керр-микроскопии появляются вытянутые доменные области, ориентированные вдоль лёгкой оси намагничивания. При концентрации $CoFeB$ порядка 48 % формируется устойчивый ферромагнитный порядок как в приповерхностном слое, так и в объёме, что проявляется в формировании прямоугольных петель гистерезиса с

выраженным насыщением, визуализируемой доменной структуре и увеличении коэрцитивной силы.

Сопоставление данных, полученных различными экспериментальными методами, подчёркивает их взаимодополняемость и различную чувствительность к фазовым составляющим системы. Керр-спектроскопия оказывается наиболее чувствительной к начальным этапам формирования коллективных магнитных корреляций благодаря спектральной селективности и зависимости знака ЭЭК от локальной электронной структуры разных магнитных фаз и соответствует данным, представленным в работах [140–142]. Керр-микроскопия, напротив, регистрирует момент, когда коллективные взаимодействия достигают уровня, достаточного для формирования устойчивых доменных областей, и поэтому фиксирует переход к ферромагнитному состоянию несколько позже, чем спектроскопия. Метод вибрационной магнитометрии отражает преимущественно объёмный усреднённый отклик и менее чувствителен к приповерхностным и локальным неоднородностям, что приводит к более сглаженной картине переходов и менее отчётливому выделению промежуточной суперферромагнитной области.

Смещение спектральных минимумов ЭЭК в диапазоне 0.5–1.5 эВ и изменение формы сигнала при варьировании методики осаждения плёнок отражают различие в морфологии и размерах металлических наногранул, формирующихся при различных условиях роста [89,143]. Отличия магнитооптического отклика и анизотропии между однослойными и многослойными образцами отражают различие интерфейсных условий и морфологии [20,144]

Таким образом, результаты данного раздела подтверждают:

- наличие фазовых переходов магнитного упорядочения в нанокompозитах с переменной концентрацией металлической фазы;
- морфологически обусловленный вклад в отклик ЭЭК;
- неоднородный характер формирования магнитных корреляций по толщине плёнки.

3.2. Многослойные наноструктуры $\{[(\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20})_{34}(\text{SiO}_2)_{66}]/\text{ZnO}\}_n$

В разделе рассматриваются многослойные наноструктуры, полученные ионно-лучевым послойным напылением; толщины слоёв составляют несколько нанометров, что сопоставимо с размерами магнитных гранул [13]. Магнитный слой представлял собой композит с концентрацией металлической фазы до порога перколяции $(\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20})_{34}\text{SiO}_2$.

Особый интерес представляет влияние морфологии, а также наличия и толщины полупроводникового слоя ZnO на магнитные и магнитооптические свойства; ранее аналогичные подходы рассматривались для прослоек SiO₂, C, W [7,55,145].

Слоистые композиты с немагнитными прослойками позволяют управлять межгранульным обменным взаимодействием, размером и формой ферромагнитных кластеров, а также контролировать порог перколяции, что обеспечивает тонкую настройку магнитных, магнитотранспортных и магнитооптических свойств структуры [19,146,147]. Введение диэлектрических или углеродных прослоек стабилизирует интерфейсы, подавляет нежелательное перемешивание фаз и позволяет формировать заданный магнитный порядок при тех же концентрациях металлической фазы.

Для комплексного подхода к исследованию были рассмотрены две взаимосвязанные серии многослойных образцов:

- на основе нанокompозита $(\text{CoFeB})_x(\text{SiO}_2)_{100-x}$ [146];
- на основе би-слоя $\{[(\text{CoFeB})(\text{SiO}_2)]/\text{ZnO}\}$, в которых композитные слои CoFeB–SiO₂ чередуются с тонкими прослойками ZnO [13].

Первая серия служит базовой для анализа коррелированных состояний при послойном осаждении; вторая — для оценки влияния прослойки ZnO (архитектуры, интерфейсов и размеров гранул) на магнитные свойства. Прослойка ZnO выполняет сразу несколько функций [148–150]:

- оптическую, способствуя формированию интерференционного усиления в многослойной системе;

- магнитно-функциональную, разделяя наногранулированные слои и влияя на степень корреляции между ними;
- структурную, формируя анизотропные интерфейсы между аморфной и кристаллической фазами.

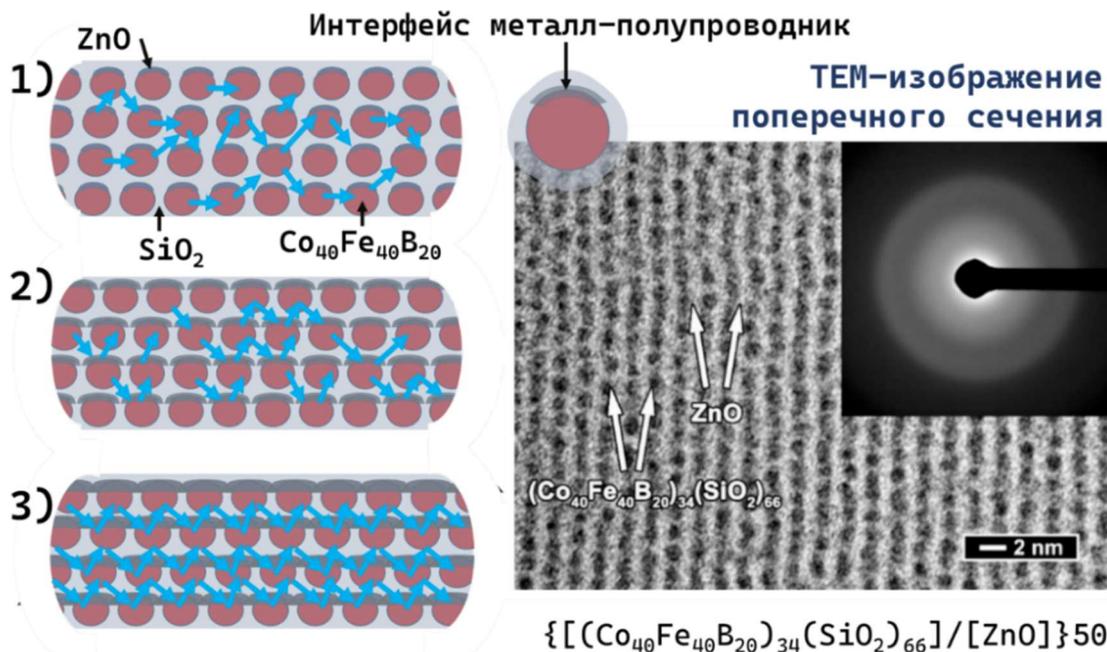


Рис. 30. Схематическое изображение многослойной структуры в зависимости от толщины слоя ZnO и результаты рентгеноструктурного анализа и ПЭМ поперечного сечения плёнки [13]

Согласно данным просвечивающей электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа, CoFeB формирует аморфные наногранулы в матрице SiO₂, тогда как ZnO кристаллизуется в гексагональную фазу, ориентированную вдоль направления роста плёнки (Рис. 30).

Цель настоящего раздела — анализ МО зависимостей Керр-сигнала и объёмных магнитных характеристик, полученных методом ВМ, для многослойных структур $\{[(\text{CoFeB})_{34}(\text{SiO}_2)_{66}]/\text{ZnO}\}_n$. Особое внимание уделено выявлению тенденций, связанных с морфологическими факторами — в частности, с размером и формой ферромагнитных гранул при варьировании толщины слоя для послойного напыления и влиянием промежуточного полупроводникового слоя ZnO на возникновение дополнительных фаз и интерфейсных вкладов. Эти особенности оказывают определяющее влияние на возможность формирования коллективного магнитного поведения и на характер наблюдаемых магнитооптических откликов.

3.2.1. Результаты Керр-спектроскопии

В рамках предыдущих исследований системы $(\text{CoFeB})_x(\text{SiO}_2)_{100-x}$ рассматривались композиты толщиной порядка 100 – 150 нм с различным содержанием металлической фазы (см. Рис. 31) осажденные непрерывным слоем на неподвижную подложку [19,136,146]. В спектральных зависимостях ЭЭК для этих плёнок наблюдалось устойчивое увеличение амплитуды сигнала по абсолютной величине с ростом концентрации CoFeB в области $x \leq x_{\text{пер}}$, а также характерный экстремум в области 1–1.5 эВ для концентраций из перколяционной области.

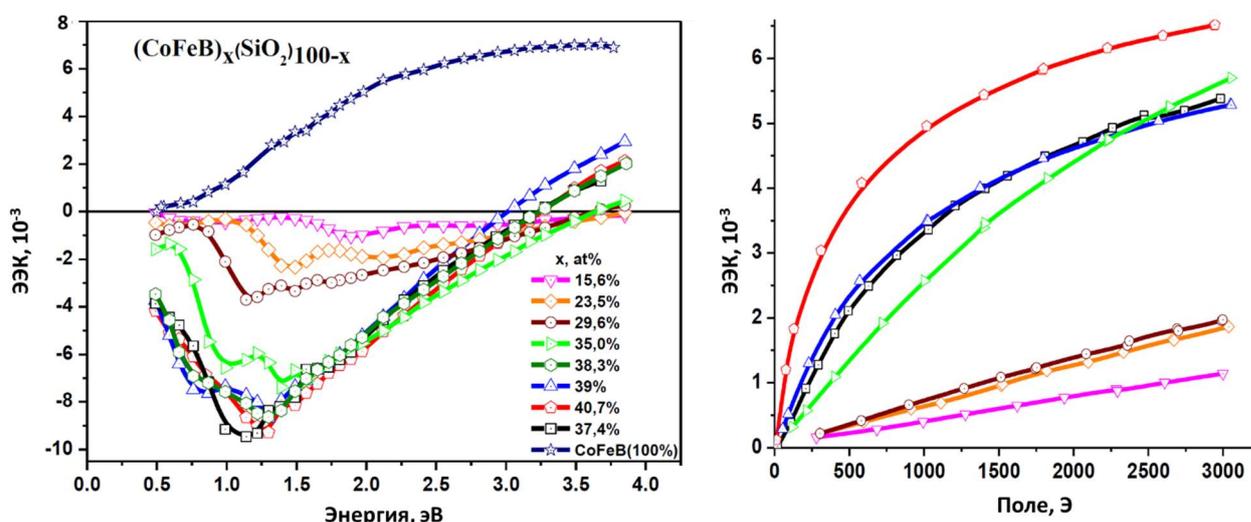


Рис. 31. Спектральные и полевые зависимости Керр-отклика для «моно»-композитов $(\text{CoFeB})_x(\text{SiO}_2)_{100-x}$ с различными значениями x . Данные по публикации [146].

Положение минимума и его форма зависят от размера и распределения CoFeB-гранул [19,106], при укрупнении и агрегации гранул минимум смещается и расширяется, что соответствует усилению вклада коррелированных состояний. Полевые зависимости ЭЭК демонстрировали переход от линейного поведения к нелинейным зависимостям при $x \geq 35\%$, что указывает на начало формирования коллективного магнитного состояния и межгранульных взаимодействий. Особый интерес представляла концентрационная область, близкая к порогу перколяционного перехода — 34% CoFeB. В связи с этим в многослойных структурах в качестве магнитного слоя использовался композит с данной концентрацией металлической фазы.

Для оценки морфологического влияния рассматривались несколько серий, сформированных при варьировании условий напыления — экранированием части потока для получения более тонких слоёв. На Рис. 32 представлены соответствующие спектры ЭК и полевые зависимости сигнала.

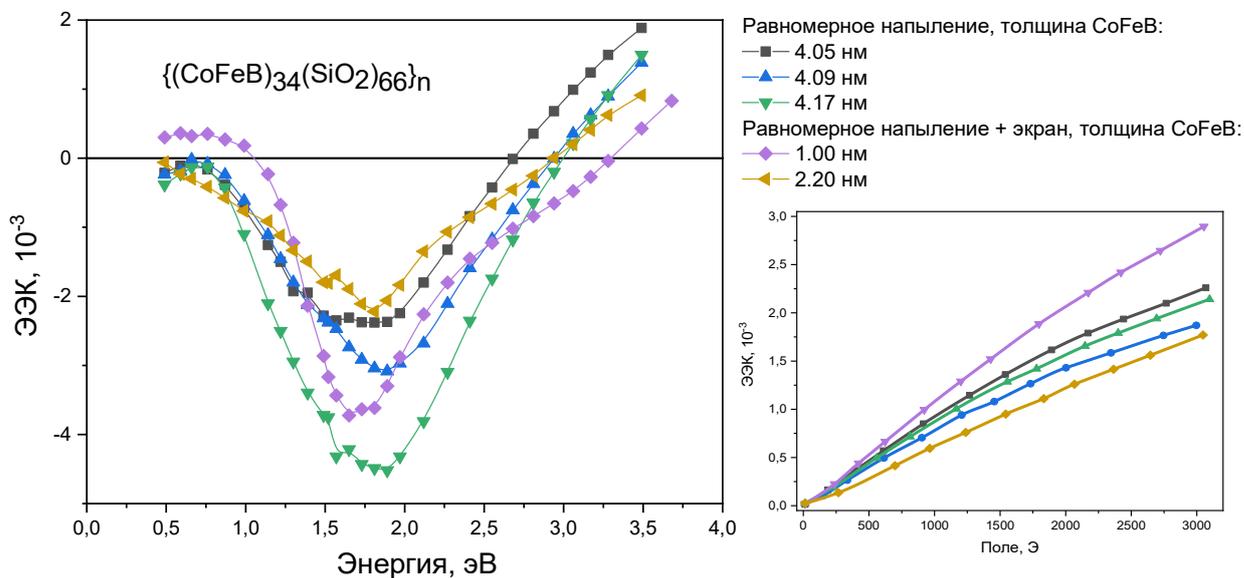


Рис. 32. Спектральные и полевые (справа) зависимости Керр-отклика для тонкоплёночных композитов $(\text{CoFeB})_{34}(\text{SiO}_2)_{66}$, полученных послойным напылением (с толщиной слоёв — от 1 до 4 нм).

Основные тенденции, выявленные при сравнении серий, можно суммировать следующим образом:

- спектральный минимум для композитов осажденных послойно смещается в область 1.5–2.0 эВ по сравнению с более низкоэнергетическим минимумом в толстых плёнках.
- энергия, при которой происходит смена знака также смещается, но уже в область более низких энергий;
- линейный характер полевых зависимостей в полях до ± 3 кЭ без насыщения свидетельствует о суперпарамагнитном поведении, характерном для слабосвязанного ансамбля наночастиц;
- усиление сигнала при толщине слоя в 1 нм.

Введение прослойки ZnO не изменило форму полевых зависимостей ЭК для многослойных образцов (Рис. 33), что указывает на сохранение суперпарамагнитного состояния, аналогичного послойно-напылённым и однослойным композитам.

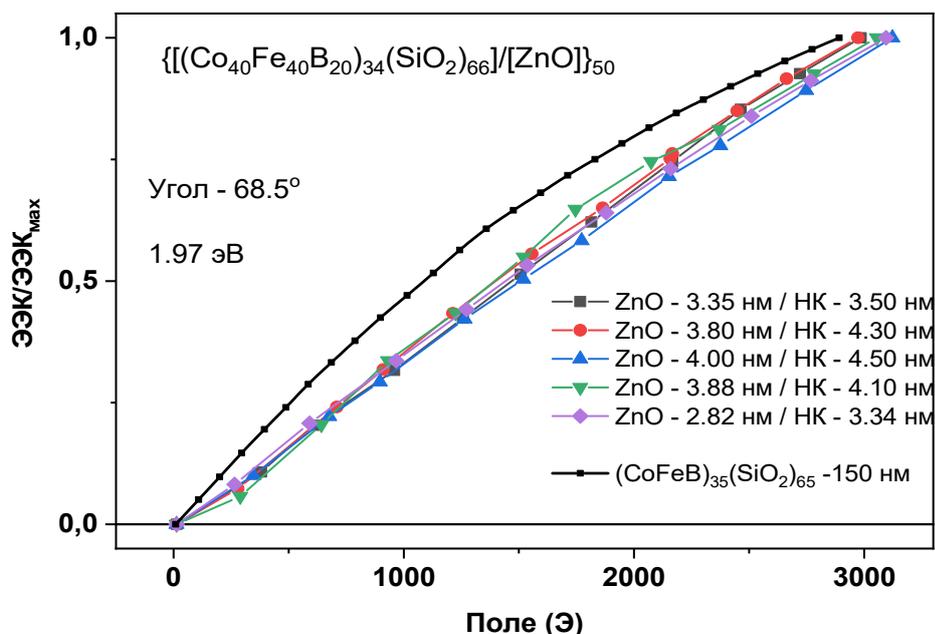


Рис. 33. Полевые зависимости ТКЕ для структур $\{[(\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20})_{34}(\text{SiO}_2)_{66}]/\text{ZnO}\}_{50}$ с различным соотношением толщин нанокompозитного слоя и ZnO. Для сравнения приведена однослойная структура $(\text{CoFeB})_{35}(\text{SiO}_2)_{65}$ толщиной ~ 150 нм (без прослоек ZnO).

Форма спектров варьируется гораздо в большей степени (Рис. 34) и изменяется как в зависимости от количества слоёв, так и от толщины промежуточного слоя ZnO.

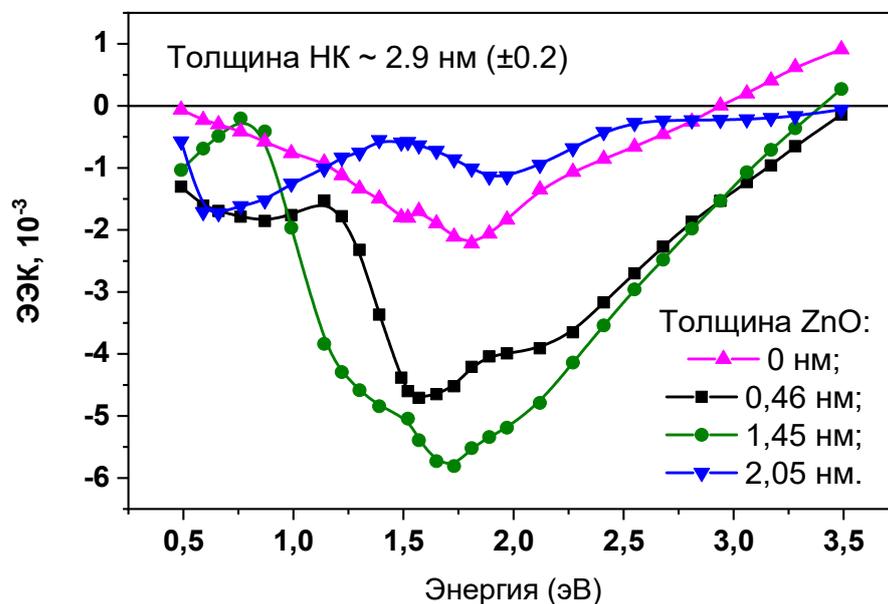


Рис. 34. Влияние толщины прослойки ZnO (от 0 до 2.05 нм) и количества слоёв на спектры ТКЕ при близкой толщине нанокompозитного слоя $(\text{CoFeB}):(\text{SiO}_2)$.

На графике видно насколько меняется форма спектров при изменении толщины прослойки ZnO. Для выявления закономерностей и анализа влияния каждого из параметров ниже представлены сравнения для различных комбинаций соотношения толщин НК (магнитного) и ZnO слоёв.

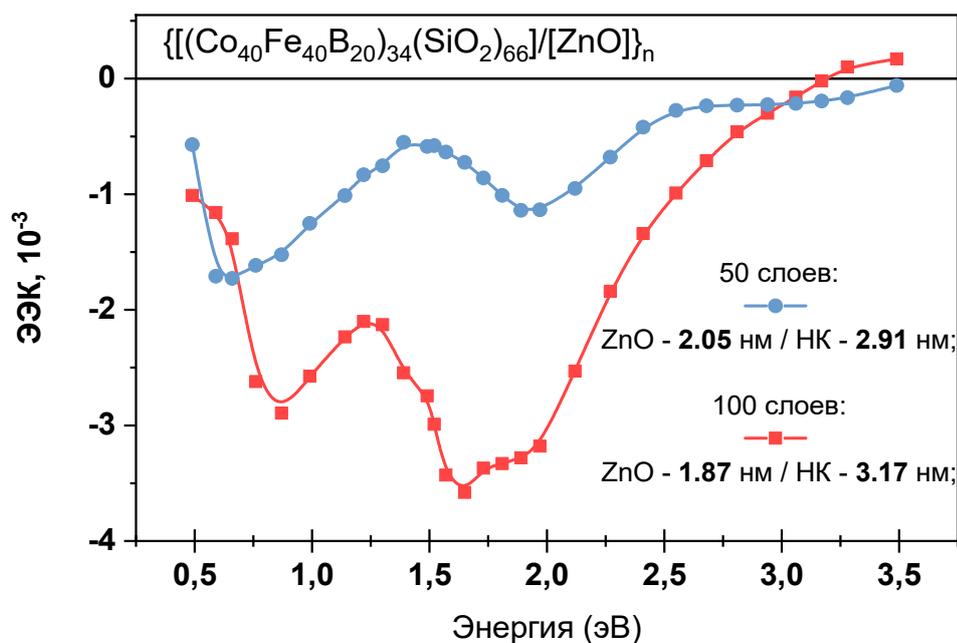


Рис. 35. Спектры структур со схожими геометрическими параметрами (толщины $CoFeB \sim 3$ нм, $ZnO \sim 2$ нм), при числе повторов $n = 50$ и 100 .

С увеличением числа повторов n от 50 до 100 наблюдается рост амплитуды ЭЭК без существенного изменения формы спектра (Рис. 35), что говорит о сохранении морфологической однородности. Небольшие смещения максимумов могут быть вызваны отклонением от заданных толщин, что указывает на возможность использования структур с меньшим числом повторов для параметрических исследований и возможности сопоставлять образцы со слоями 50 и 100 нм в дальнейшем.

При варьировании толщины прослойки ZnO выявлена чёткая тенденция (Рис. 34): сначала при увеличении толщины растёт амплитуда сигнала и наблюдается смещение спектральных экстремумов в область 1.6 эВ, а потом при толщине выше 2 нм сигнал резко уменьшается и максимум сдвигается в область более высоких энергий (2.0 эВ). На всех спектрах при введении ZnO отмечается появление дополнительного минимума в инфракрасной области (0.55–0.6 эВ).

Однако, если рассматривать различные комбинации толщин НК и ZnO слоёв картина перестаёт быть такой однозначной, что показано на Рис. 36.

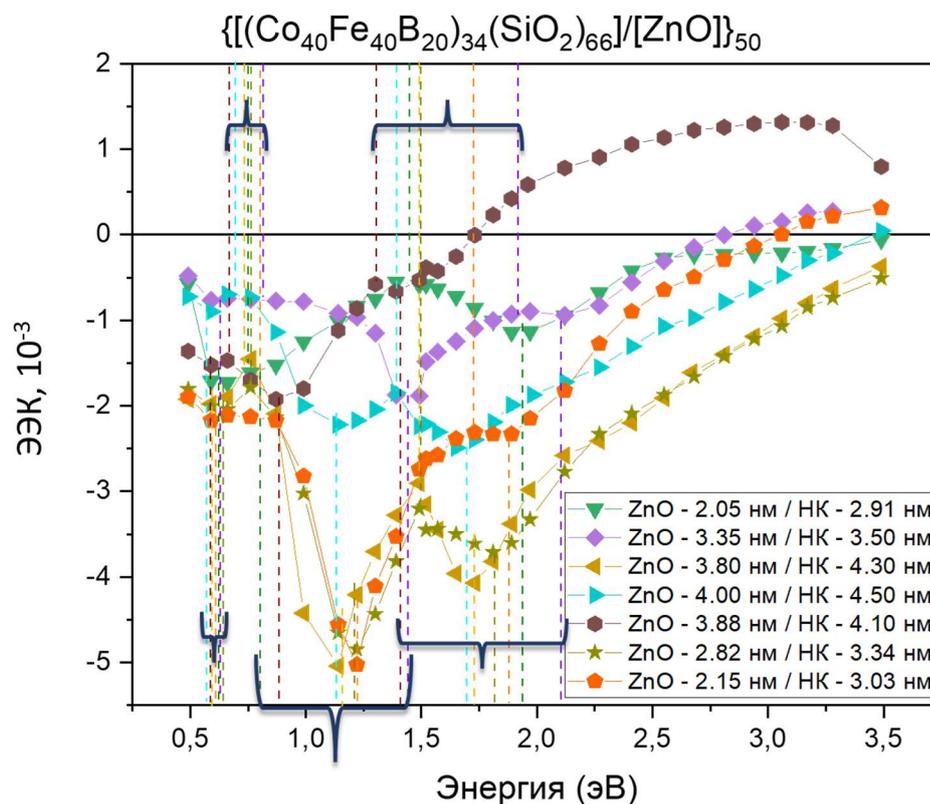


Рис. 36. Спектры многослойных структур с различными комбинациями толщин нанокompозитного слоя и прослойки ZnO ($n = 50$).

Анализ различных сочетаний толщин выявил нестандартное поведение для структур с концентрациями:

1. Zn-3.35нм / CoFeB-3.50нм - лиловая кривая на графике.
2. Zn-3.88нм / CoFeB-4.41нм - коричневая кривая на графике.

В обоих случаях наблюдается значительное смещение энергий изменения знака ЭЖ на более низкие значения вплоть до 1,75 эВ. При этом амплитуды сигналов остаются сопоставимыми ($\sim -2 \cdot 10^{-3}$), что свидетельствует о наличии интерфейсной магнитной анизотропии, обусловленной резкими градиентами в распределении фаз и размеров наногранул [19,64].

Это позволяет предполагать не только формирование мелких суперпарамагнитных наногранул, но и локальных ферромагнитных кластеров на дополнительных интерфейсах с ZnO, что может объяснять вариации формы спектров и появление аномальных участков в полевых зависимостях.

Керр-спектроскопия выявила усиление сигнала в многослойных структурах по сравнению с однослойными композитами, особенно в диапазоне 1.2–1.4 эВ. Наблюдаемые диапазоны экстремумов около 1.25 эВ, могут быть

так же вызваны вследствие образования Со-легированных соединений ZnO на граничных интерфейсах [148,150].

Анализ спектральных и полевых зависимостей ЭЭК показывает, что при исследуемых условиях определяющими факторами магнитного отклика являются формирование дополнительных фаз и интерфейсов на границах разделов магнитных наногранул (CoFeB), матрицы SiO₂ и полупроводникового ZnO, а также их различными комбинациями [13,145,151].

3.2.2. Керр-микроскопия и вибрационная магнитометрия

Дополнительно исследования структур $\{[(\text{CoFeB})_{34}(\text{SiO}_2)_{66}]/\text{ZnO}\}_n$ были выполнены методами вибрационной магнитометрии и магнитооптической микроскопии Керра. Эти методы позволяют выявить связь морфологии с объёмными и приповерхностными магнитными свойствами.

Для петель гистерезиса, зарегистрированных методом ВМ (Рис. 37), во всех образцах наблюдается слабый, но воспроизводимый магнитный отклик. Из-за малой массы активного слоя нормировка по массе металлической фазы оказалась затруднена, поэтому петли были приведены к единому виду: нормированы по моменту насыщения, скорректированы и центрированы относительно нуля с использованием пакета HystLab.

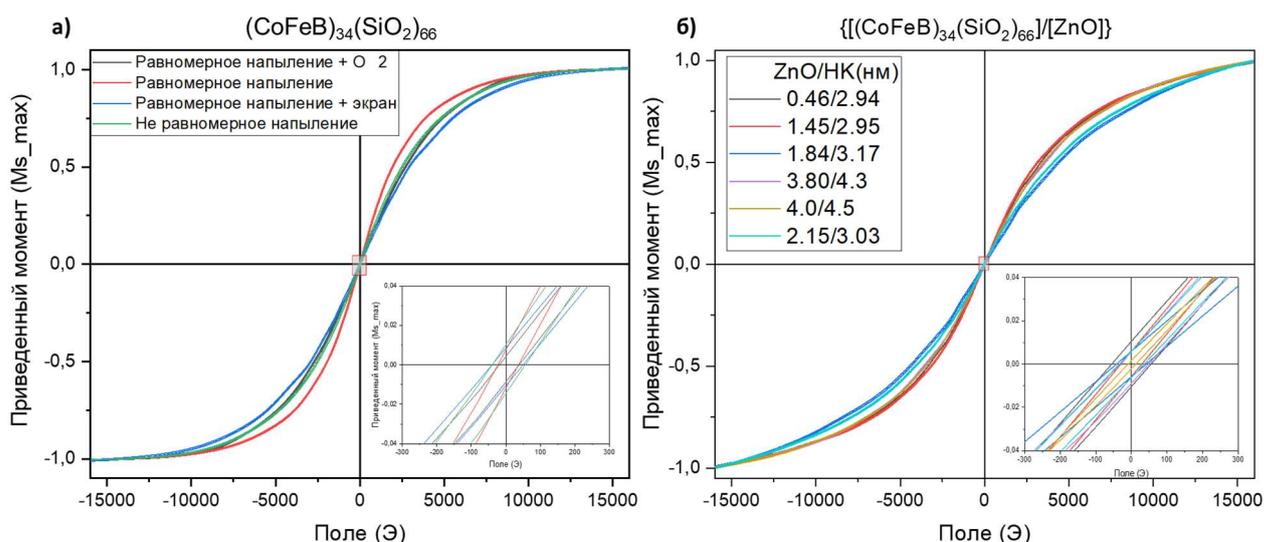


Рис. 37. Петли гистерезиса, полученные методом ВМ. Фрагменты графиков в увеличенном масштабе — справа внизу.

Полевые зависимости для серии без прослоек характеризуются плавным изменением намагниченности в зависимости от поля, что соответствует

поведению функции Ланжевена и указывает на суперпарамагнитное состояние ансамбля наночастиц. Добавление прослоек ZnO приводит к смещению поля насыщения за пределы ± 16 кЭ, что связано с дополнительным парамагнитным вкладом полупроводникового слоя.

Величина восприимчивости, и амплитуда отклика зависели от толщины слоёв. Наибольшую восприимчивость при большей коэрцитивной силе демонстрируют образцы, с небольшими толщинами прослоек ZnO.

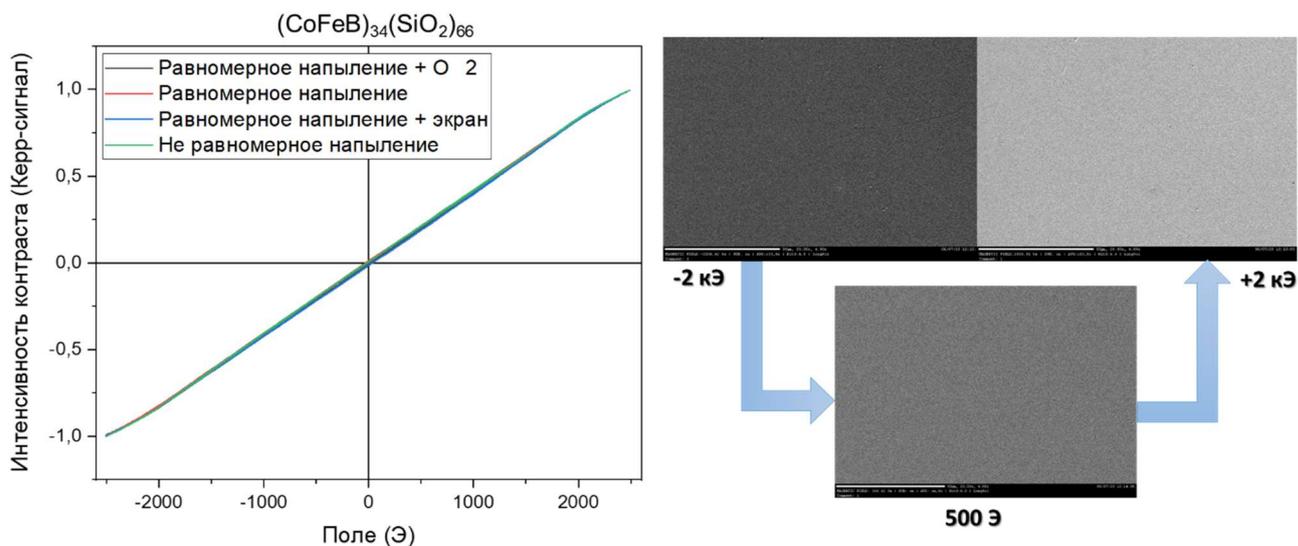


Рис. 38. Петли гистерезиса, полученные с помощью Керр-микроскопии для серии образцов при различных условиях осаждения (слева). Справа — изображения процесса перемагничивания в магнитном поле от -2 кЭ до $+2$ кЭ.

Исследования методом Керр-микроскопии не выявили визуализируемых доменных структур. Изображения, Рис. 38, всех образцов демонстрировали однородный контраст по исследуемой площади с равномерным изменением интенсивности отклика в диапазоне ± 3 кЭ. Полученные петли гистерезиса оставались линейными в указанном диапазоне, что соответствует результатам спектроскопии и ВМ (Рис. 38).

Подобное поведение характерно для систем с малой концентрацией ферромагнитной компоненты и соответствует суперпарамагнитному состоянию, при котором магнитные моменты наногранул ориентированы независимо и не формируют коррелированных областей. Отсутствие насыщения и невозможность визуализировать ДС в наших экспериментах может быть связано не только с низкой концентрацией ферромагнитной

компоненты, но и с морфологическими особенностями гранул, формирующихся в условиях послойного осаждения.

Таким образом, совокупные результаты Керр-микроскопии и вибрационной магнитометрии подтверждают выводы, сделанные на основе спектроскопии: в условиях малой толщины и ограниченного объёма ферромагнитной фазы магнитный отклик определяется слабо взаимодействующими независимыми магнитными моментами гранул [13]. Полученные результаты подчёркивают чувствительность Керр-спектроскопии к интерфейсным эффектам и локальным взаимодействиям различных фаз.

3.2.3. Анализ и сопоставление с литературными данными

Для тонкоплёночных композитов $(\text{CoFeB})_{34}(\text{SiO}_2)_{66}$, полученных послойным осаждением с толщинами слоёв порядка 1–4 нм, спектры ЭЭК демонстрируют смещение основного минимума в область 1.5–2.0 эВ относительно однослойных плёнок аналогичного состава, а также отсутствие второго минимума в видимой области. Полевые зависимости остаются линейными до ± 3 кЭ без признаков насыщения. Совокупность этих признаков указывает на преобладание суперпарамагнитного состояния при малом эффективном объёме гранул и увеличенной диэлектрической прослойке между ними; вклад коррелированного поведения не проявляется на уровне интегрального МО-сигнала. Такие особенности согласуются с ожидаемыми эффектами уменьшения характерного размера наногранул, увеличения доли межфазных областей и ростом распределённой анизотропии при послойном формировании структуры [111,150,152].

Введение периодических прослоек ZnO не меняет линейный характер полевых зависимостей ЭЭК (сохранение суперпарамагнитного отклика), но существенно влияет на вид спектральной зависимости:

- увеличение числа слоёв с $n = 50$ до $n = 100$ приводит к росту амплитуды ЭЭК при близкой форме спектров, что указывает на сохранение морфологической однородности при наращивании периодов;

- при варьировании толщины ZnO наблюдается немонотонная зависимость: рост амплитуды и смещение экстремума к ~ 1.6 эВ при увеличении толщины до ≈ 1.5 –2 нм, а затем — падение амплитуды и сдвиг максимума к ~ 2.0 эВ при дальнейшем утолщении;
- во всех случаях с введением ZnO появляется дополнительный инфракрасный минимум (~ 0.55 – 0.60 эВ);
- усиление сигнала в многослойных структурах при толщине слоя в 1 нм происходит за счет интерференционных вкладов.
- для различных комбинаций толщин НК и ZnO не удается зафиксировать ярко выраженные закономерности в форме спектральных откликов. Широкий разброс диапазона энергии смены знака и экстремумов ЭЭЖ, скорее всего указывает на формирование различных вариантов взаимодействий наногранул и оксидных систем, включая возможные соединения ZnO легированного кобальтом.

Различие в форме спектров при изменении толщины слоёв, а также устойчивость магнитного сигнала в условиях малой толщины — позволяет отнести данные структуры к категории систем с локализованным магнитным упорядочением. Подобные эффекты часто наблюдаются в ансамблях сверхмелких частиц и гетероструктурах с туннельным разделением [153–155]. Вероятное сосуществование более мелких суперпарамагнитных наногранул и локальных эллипсоидальных ферромагнитных кластеров объясняет вариации формы спектров.

Даже в случае отсутствия и малой толщины ZnO (~ 0.5 – 1.5 нм) не наблюдается формирования дальнего ферромагнитного порядка в структуре, что может быть связано с эффективной блокировкой обменных взаимодействий в условиях высокой дисперсности гранул.

Ранее сообщалось, что наноструктурированные прослойки оксида цинка могут способствовать стабилизации локального магнитного порядка и появлению слабого ферромагнетизма за счёт создания буферного слоя и легирования [149,150,156] Однако в исследованных структурах прямых

проявлений такого влияния не обнаружено — по данным ВМ и Керр-микроскопии дальний магнитный порядок в МС не наблюдается.

Объёмные петли $M(H)$ демонстрируют слабый, но воспроизводимый отклик без насыщения в исследованном диапазоне полей; наибольшая восприимчивость и несколько повышенная коэрцитивность наблюдаются для меньших толщин ZnO-прослоек. При Керр-микроскопии доменные структуры не визуализируются (однородный контраст до ± 3 кЭ), что согласуется с суперпарамагнитной динамикой ансамбля и недостаточной связностью гранул для формирования устойчивых доменных областей на используемом разрешении.

При исследуемых толщинах слоёв и низком объёме ферромагнитной фазы магнитное упорядочение носит локализованный характер. Послойные композиты $(\text{CoFeB})_{34}(\text{SiO}_2)_{66}$ и многослойные структуры $\{[(\text{CoFeB})(\text{SiO}_2)]/\text{ZnO}\}_n$ демонстрируют суперпарамагнитный тип полевого отклика, тогда как спектры ЭЭК чувствительны к архитектуре слоистости и интерфейсам: число повторов, толщина ZnO и соотношение толщин НК и ZnO управляют амплитудой и положением спектральных особенностей. Доменные изображения остаются без контрастных ДС, что согласуется с доперколяционной степенью связности.

3.3. Нанокompозиты $(\text{Co})_x(\text{CoO})_{100-x}$

Система $(\text{Co})_x(\text{CoO})_{100-x}$ представляет собой гетерогенный нанокompозит, в котором гранулы металлического кобальта распределены в матрице диэлектрического оксида кобальта. В отличие от более распространенных гранулированных систем на основе (CoFeB), здесь обе фазы — металлическая и диэлектрическая — образованы на основе одного химического элемента (Co). Такое структурное родство создаёт условия для сильного межфазного обменного взаимодействия на границах Co/CoO, что создаёт предпосылки для реализации эффектов обменного смещения, характерных для систем с интерфейсом ферро– и антиферромагнетика и представляет интерес для

изучения фазовых превращений, перколяционных переходов и межфазного взаимодействия.

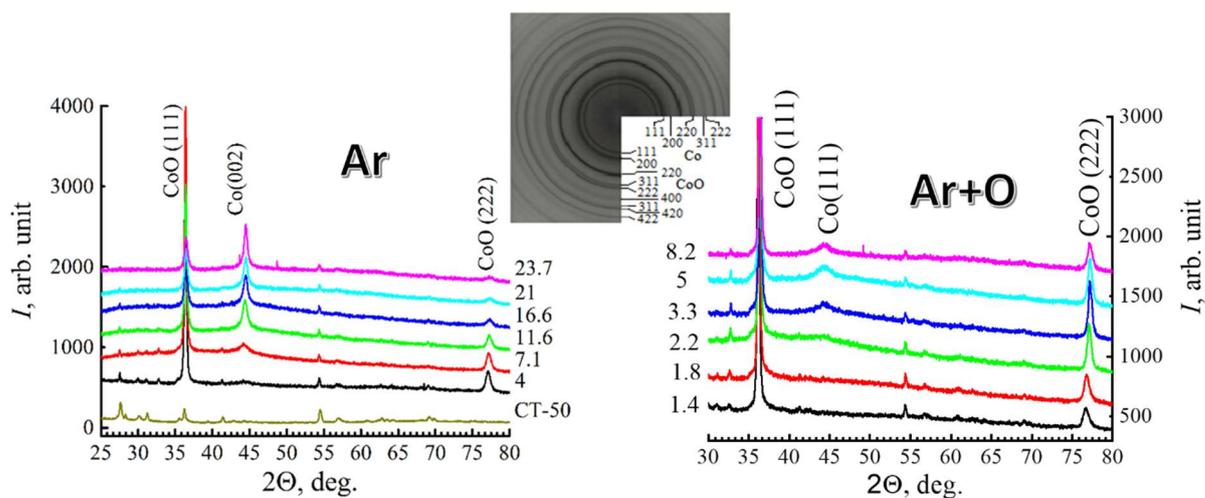


Рис. 39. Рентгенофазовый анализ в плёнках $(\text{Co})_x(\text{CoO})_{100-x}$, полученных в атмосфере чистого аргона (слева) и при добавлении кислорода в газовую среду (справа) [157]

Были исследованы две серии плёнок, полученные методом ионно-лучевого осаждения: первая — в атмосфере чистого аргона, вторая — с добавлением кислорода в рабочую газовую смесь. В обоих случаях формировались двухфазные структуры с разделением на Co и CoO [158].

Рентгенофазовый анализ и просвечивающая электронная микроскопия подтвердили, что обе фазы — Co и CoO — кристаллизованы (Рис. 39). Металлический кобальт образует наногранулы с гранцентрированной кубической решёткой (ГЦК-Co), тогда как зёрна CoO кристаллизуются в кубической или псевдокубической модификации, характерной для оксидов кобальта [158].

Размеры наногранул Co и зёрен CoO зависят от условий осаждения (Рис. 40) [157,158]. В образцах, полученных в аргоне, размеры гранул Co варьируются от 4 до 21 нм, тогда как при добавлении кислорода они уменьшаются до 3.5–5 нм. При этом зёрна CoO наоборот укрупняются, достигая 80 нм. Такое перераспределение размеров фаз отражает изменение кинетики кристаллизации и роста при дополнительном давлении кислорода.

Измерения электропроводности выявили наличие перколяционного перехода от диэлектрического к металлическому состоянию при сравнительно низких концентрациях Co [157]. Согласно данным, представленным на Рис. 40

(график справа), порог перколяции составил около 12.2 ат.% Co для образцов, осаждённых в аргоне, и ≈ 8.3 ат.% — при добавлении кислорода. Эти значения существенно ниже типичных для классических систем металл–диэлектрик (30–40 ат.%). Наногранулы Co располагаются преимущественно вдоль границ зёрен CoO, формируя протяжённую сеть контактов и обменных взаимодействий даже при низком содержании металлической фазы.

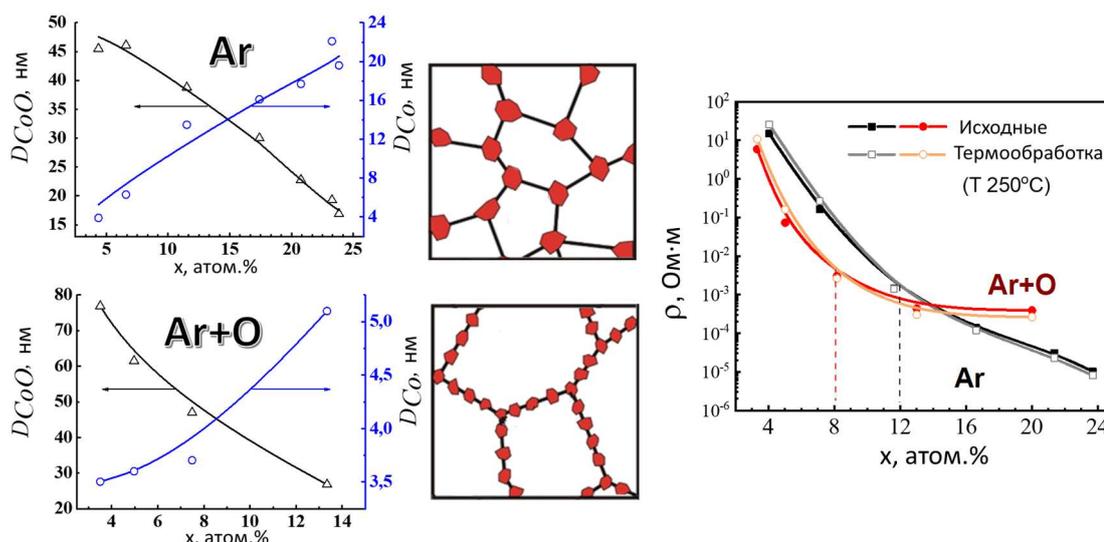


Рис. 40. Сопоставление морфологии фаз Co и CoO при различных условиях осаждения. Справа — определение порога перколяции из транспортных измерений - концентрационных зависимостей электрического сопротивления композитов в исходном состоянии и после термообработки [158]

Таким образом, в системе $(Co)_x(CoO)_{100-x}$ реализуется уникальный пример самоорганизующейся гетерофазной структуры, в которой сочетаются кристаллическая упорядоченность, выраженное межфазное взаимодействие и наличие обменной связи на границах раздела. Эти особенности определяют возможность наблюдения эффектов обменного смещения и делают такие композиты перспективными для изучения магнитных переходов и интерфейсных явлений, а также для применения в спинтронике и сенсорных технологиях [158–160].

3.3.1. Результаты измерений Керр-спектроскопии

Магнитооптический отклик нанокompозитов $(Co)_x(CoO)_{100-x}$ демонстрирует устойчивое поведение в широком диапазоне концентраций металлической фазы. Даже при низких содержаниях кобальта, $x \sim 3.5$ ат.%, фиксируется отчётливый сигнал эффекта Керра (Рис. 41).

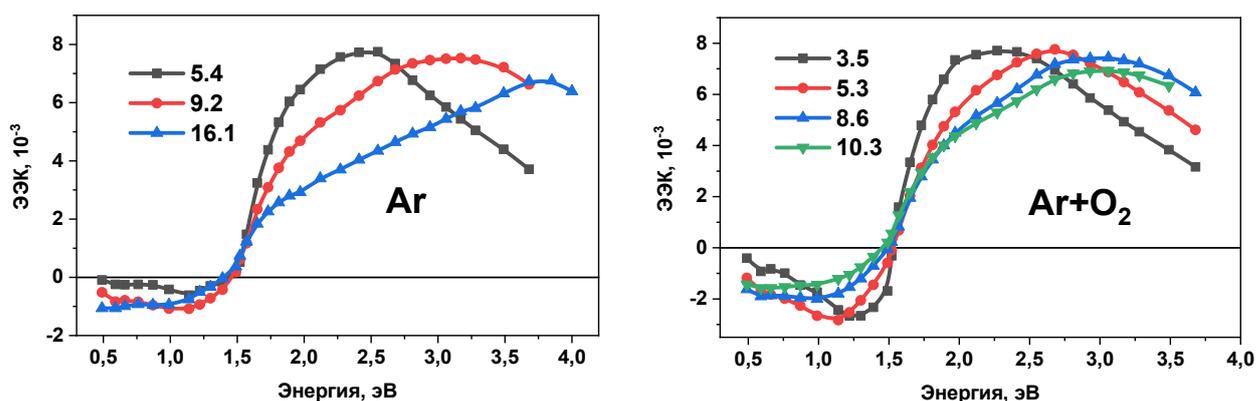


Рис. 41. Спектры экваториального эффекта Керра $TKE(E)$ для нанокompозитов $(Co)_x(CoO)_{100-x}$ при различных концентрациях металлического кобальта. Слева – график для композитов, изготовленных в чистом аргоне, справа – с добавлением кислорода [157]

Независимо от условий осаждения сохраняется общая форма спектров и характер их эволюции: при увеличении x максимум ЭЭК смещается в область более высоких энергий, тогда как положение нуля и знакопеременность сигнала остаются практически неизменными. Это указывает на относительную стабильность электронной зонной структуры и отсутствие радикальных изменений фазового состава. Введение кислорода и изменение доли Co оказывают влияние преимущественно на морфологию и локальную магнитную анизотропию, а не на качественное соотношение фаз.

При увеличении содержания металлического кобальта наблюдаются следующие закономерности:

- для серии, осажденной с добавлением кислорода, амплитуда экстремума в области <1.5 эВ уменьшается;
- для обеих серий максимум ЭЭК сдвигается в область более высоких энергий от ~ 2.25 эВ к $\sim 3.0-3.5$ эВ;
- спектры становятся более плавными, а низкоэнергетический минимум менее выражен.

При добавлении кислорода наблюдается более выраженный отрицательный пик при низких энергиях и более раннее смещение максимума в сторону высоких энергий. Эти различия согласуются с данными уменьшения размеров гранул Co и увеличением толщины диэлектрических прослоек CoO , как показано ранее [157].

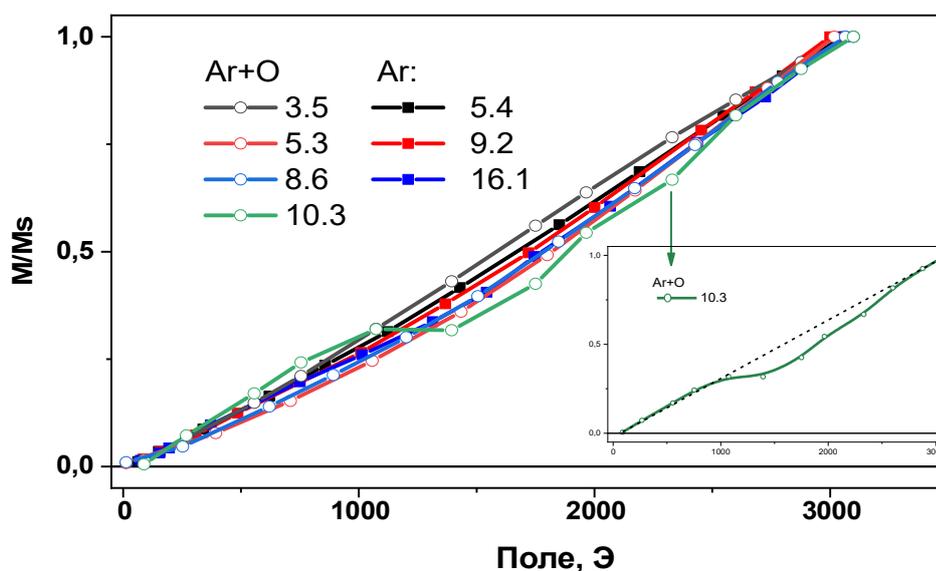


Рис. 42. Нормированные полевые зависимости $\frac{ЭК(H)}{ЭК(H_{max})}$ для композитов $(Co)_x(CoO)_{100-x}$.

Несмотря на выраженный спектральный сигнал ЭК, сохраняющийся даже при $x \leq 5\%$, и приближение формы спектров к характерной для наногранулированного ферромагнитного кобальта при $x > 15\%$, полевые зависимости, измеренные в диапазоне до ± 3 кЭ, сохраняют практически линейный характер во всём исследованном диапазоне концентраций, Рис. 42.

Общий вид МО полевых зависимостей соответствует суперпарамагнитному поведению слабосвязанного ансамбля наночастиц. По мере увеличения концентрации Co появляется слабая кривизна, наиболее выраженная для композита с $x = 10.3\%$, осаждённого в атмосфере Ar+O₂. Это может указывать на начало формирования кластеров с локальными областями обменного взаимодействия на границах Co/CoO, где проявляется антиферромагнитное упорядочение матрицы или формирование дополнительных интерфейсных прослоек оксидов типа Co₂O₃.

Отсутствие существенных различий между сериями с разными условиями осаждения указывает на плавную эволюцию магнитного состояния без формирования чётко выраженного фазового перехода. Несмотря на то, что система остаётся в режиме разреженного ансамбля (с малой концентрацией) магнитных наногранул с ограниченным межгранульным взаимодействием, можно предполагать предпосылки перколяционного перехода в исследуемом диапазоне.

Устойчивый МО отклик в системе $(\text{Co})_x(\text{CoO})_{100-x}$ и эволюция отклика с ростом x указывает на постепенное усиление взаимодействий металлических гранул, однако в приповерхностном слое и в полях до ± 3 кЭ не наблюдаются признаки развитого ферромагнитного порядка.

3.3.2. Объёмные магнитные свойства

Измерения методом ВМ объёмных магнитных свойств плёнок $(\text{Co})_x(\text{CoO})_{100-x}$ были проведены при приложении магнитного поля вдоль и поперёк плоскости плёнки, что позволило оценить наличие и характер магнитной анизотропии. Для сопоставимости данных нормировка намагниченности проводилась по площади плёнки. Полученные петли гистерезиса характеризуются рядом особенностей, отличающих данную систему от классических композитов типа металл–диэлектрик [50,147].

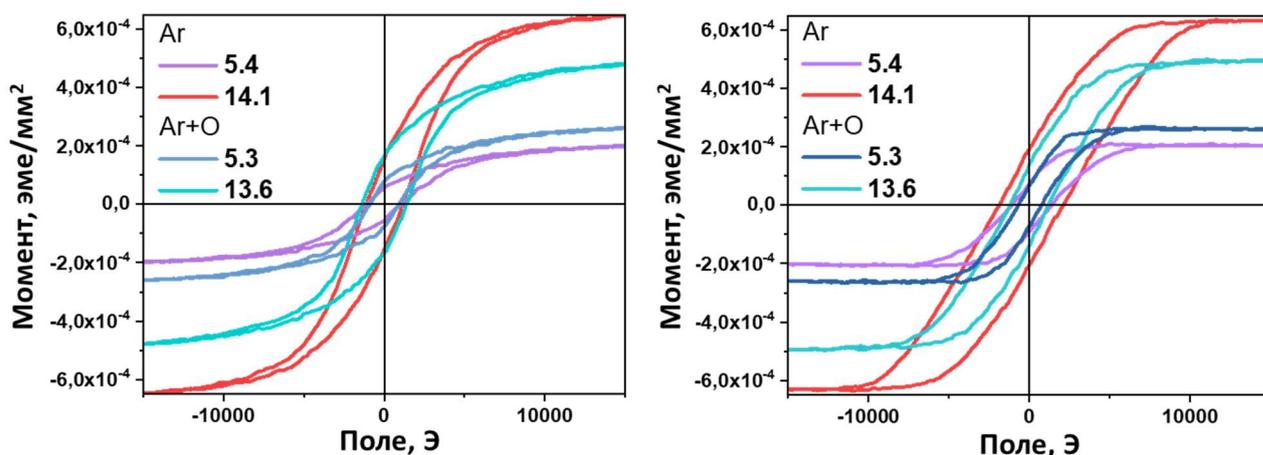


Рис. 43. Петли гистерезиса: слева — при поле, приложенном вдоль плоскости образца; справа — при поперечной ориентации.

Даже при низком содержании металлического кобальта, $x=3.5-4.5$ ат. %, регистрируется устойчивая гистерезисная петля с коэрцитивной силой до ~ 700 Э (Рис. 43). Такое поведение нетипично для разреженных ансамблей ферромагнитных наночастиц малого размера ($d_{\text{Co}} \approx 4-6$ нм), где, как правило, реализуется суперпарамагнитное состояние без остаточной намагниченности [158].

Насыщение во всех случаях достигается лишь в полях, превышающих 4-5 кЭ, что характерно для систем с выраженной магнитной анизотропией и значительными интерфейсными взаимодействиями.

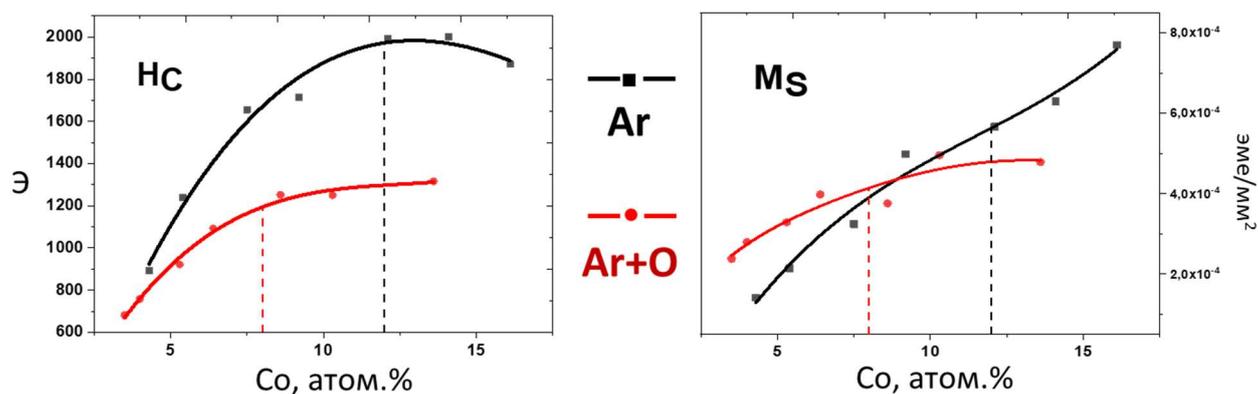


Рис. 44. Зависимости коэрцитивной силы (слева) и намагниченности насыщения (справа) от концентрации Co для плёнок, осаждённых в атмосфере Ar и Ar+O₂. Пунктиром обозначены перколяционные пороги, определённые по данным транспортных измерений.

Во всех исследованных образцах форма петель зависит от ориентации магнитного поля, что свидетельствует о наличии магнитной анизотропии. Для плёнок, осаждённых в среде Ar + O₂, значения коэрцитивной силы в среднем ниже (Рис. 44 график слева), что согласуется с данными уменьшения размеров Co-гранул. А разница в форме петель соответствует усилению межфазной анизотропии, обусловленной изменениями на интерфейсе Co/CoO.

Намагниченность насыщения возрастает с увеличением содержания металлической фазы, однако её абсолютные значения и характер роста зависят от условий осаждения (Рис. 44 график справа). В серии, осаждённой в чистом аргоне, при $x < 7\%$ M_s ниже, чем у образцов, полученных с добавлением кислорода, тогда как при больших x наблюдается обратная тенденция. Такое поведение связано с различиями в морфологии и эффективности межгранульного взаимодействия.

В интервале концентраций $\sim 6.4\text{--}13.6$ ат.% (порог перколяции из транспортных измерений) резких изменений в M_s и H_c не наблюдается, что, вероятно, отражает стадию формирования разветвлённой, но ещё не полностью связанной ферромагнитной структуры.

Рост содержания Co сопровождается увеличением остаточной намагниченности и снижением наклона кривых магнитного момента, что может указывать на усиление коллективного поведения. Однако при поперечной ориентации поля эффект выражен значительно слабее, особенно для плёнок, осаждённых в среде Ar+O₂. Это может быть связано с

формированием тонких интерфейсных прослоек оксидов типа Co_2O_3 между Co и CoO . Такие прослойки играют роль «жёсткой» антиферромагнитной подрешётки, стабилизирующей ориентацию магнитных моментов и увеличивающей магнитную жёсткость — эффект, близкий по природе к обменному смещению в системах Co/CoO .

Наличие коэрцитивности и остаточной намагниченности при малых x обусловлено вкладом анизотропных кластеров Co и интерфейсной связью ферро-/антиферромагнетик на границах Co/CoO ; при этом приповерхностный слой может оставаться суперпарамагнитным, что отражается в квазилинейном отклике зависимостей ЭЭК(H).

3.3.3. Результаты Керр-микроскопии

Для нанокompозитов $(\text{Co})_x(\text{CoO})_{100-x}$ магнитооптическая Керр-микроскопия использовалась для анализа магнитного поведения приповерхностных слоёв. В большинстве исследованных образцов устойчивые доменные структуры не наблюдались, что связано с недостаточной концентрацией металлической фазы для формирования протяжённых ферромагнитных кластеров. Полученные результаты согласуются с линейными полевыми зависимостями ЭЭК и соответствуют суперпарамагнитному состоянию разреженного ансамбля наногранул в приповерхностном слое.

Однако для образца с повышенным содержанием Co — $\text{Co}_{13.6}(\text{CoO})_{86.4}$, осаждённого в атмосфере $\text{Ar} + \text{O}_2$, — методом Керр-микроскопии была зарегистрирована петля гистерезиса с выраженной остаточной намагниченностью и коэрцитивностью. Асимметрия петли по оси поля указывает на проявление эффекта обменного смещения, при этом форма петли хорошо согласуется с результатами вибрационной магнитометрии, Рис. 45.

Известно, что в тонкоплёночных структурах Co/CoO обменное взаимодействие на границе между ферромагнитной и антиферромагнитной фазами может приводить к смещению петли гистерезиса и росту магнитной

жёсткости по сравнению с плёнками чистого кобальта [161,162]. При перемагничивании возможно частичное перераспределение или переориентация антиферромагнитных спинов в CoO, сопровождающееся локальной релаксацией обменной связи, что так же может объяснять разницу в форме петель при повороте образца [158,160].

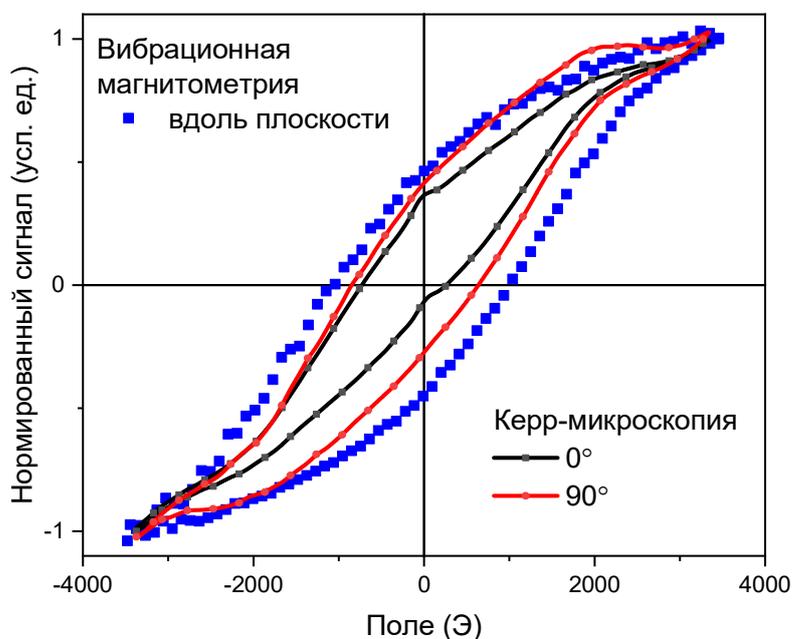


Рис. 45. Петли гистерезиса образца напыленного в атмосфере Ar+O₂ Co_{13.6}CoO_{86.4}, снятые при приложении поля вдоль плоскости образца методом вибрационной магнитометрии и Керр-микроскопии, при повороте образца на 90°.

Это указывает на то, что при увеличении концентрации металлической фазы часть приповерхностных гранул Co входит в состояние магнитной блокировки и формирует локальные кластеры, коррелированные через интерфейсы Co/CoO. Таким образом, в данном случае Керр-микроскопия регистрирует переход от суперпарамагнитного к ферромагнитному поведению, согласующийся с данными вибрационной магнитометрии.

3.3.4. Анализ и сопоставление с литературными данными

Комплексные зондирования магнитооптическими и магнитометрическими методами системы (Co)_x(CoO)_{100-x} выявили особенности, свидетельствующие о формировании локализованных ферромагнитных кластеров и интерфейсного обменного взаимодействия даже при низких концентрациях металлической фазы.

Магнитооптическая спектроскопия зафиксировала устойчивый ЭЭК-отклик уже при $x \approx 3.5$ ат.%, то есть при содержании металлической фазы значительно ниже типичных значений перколяционного порога в системах металл-диэлектрик ($x \sim 30-40$ ат.%), наблюдаемых в других системах [52,141,144,151]. Это указывает на значение особенности укладки наногранул Co по границам зёрен CoO и их туннельной связи. Подобные ранние проявления коллективного отклика фиксировались ранее для нанокомпозитов с сильно развитой интерфейсной областью [46,47]

Форма ЭЭК-спектров, сохраняющая типичный вид при различиях в морфологии (с/без кислорода), указывает на равномерность формирования нано-гранул в матрице. Сдвиг максимумов ЭЭК в область более высоких энергий при росте x , а также снижение амплитуды сигнала интерпретируются как следствие постепенного увеличения плотности состояний и экранирующего влияния крупных Co-гранул. Небольшие отклонения в полевых зависимостях для композита с максимальным процентом Co и напыленного в атмосфере $Ar+O_2$ указывает на начало формирования кластеров с локальными областями обменного взаимодействия на границах Co/CoO, где проявляется антиферромагнитное упорядочение матрицы или формирование дополнительных интерфейсных прослоек оксидов типа Co_2O_3 .

Вибрационная магнитометрия подтвердила вклад интерфейсных эффектов, в частности, намагниченных слоёв Co_2O_3 , возникающих на границе Co/CoO, которые, по данным литературы, способны индуцировать эффект обменного смещения и усиление магнитной жёсткости [160,163]. Наличие гистерезисных петель даже при $x \sim 3.5$ ат.%, нехарактерных для суперпарамагнитных ансамблей с малым диаметром частиц (4–6 нм) [42,111], позволило оценить различия между сериями, осаждёнными в Ar и $Ar+O_2$. Величины коэрцитивной силы и насыщения, согласуется с моделью, в которой более мелкие гранулы Co (в кислородной серии) способствуют усилению интерфейсной анизотропии и подавлению макроскопической корреляции магнитных моментов.

Метод Керр-микроскопии, несмотря на отсутствие визуализируемых доменных структур, позволил зафиксировать для структуры с более мелкими, но частыми гранулами кобальта ($x \sim 13\%$), петли с коэрцитивностью и асимметрией, характерные для эффекта обменного смещения, что согласуется с литературными данными [163,164]

Таким образом, система $(\text{Co})_x(\text{CoO})_{100-x}$, представляет собой гетерофазный наноккомпозит с локализованным ферромагнитным порядком и выраженной интерфейсной анизотропией, формирующейся задолго до перколяционного порога. Полученные результаты расширяют понимание механизмов магнитного упорядочения в наноструктурах Co/CoO и подтверждают потенциал таких систем для спинтроники и сенсорики.

3.4. Выводы к главе 3.

В данной главе представлены результаты систематических экспериментальных исследований магнитных и магнитооптических свойств различных наноструктурированных систем, включающих наноккомпозиты $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$, $(\text{CoFeB})_x(\text{SiO}_2)_{100-x}$, многослойные структуры $\{[(\text{CoFeB})(\text{SiO}_2)]/\text{ZnO}\}_n$ и гетерофазные композиты $(\text{Co})_x(\text{CoO})_{100-x}$. Применение комплекса методов — магнитооптической спектроскопии и микроскопии, а также вибрационной магнитометрии — позволило выявить ключевые закономерности формирования магнитного порядка, его зависимости от морфологических параметров, состава и структуры материалов.

Полученные результаты позволяют сформулировать следующие выводы:

- Методы магнитооптического зондирования продемонстрировали высокую чувствительность к начальным стадиям формирования коллективного магнитного поведения в наногранулированных структурах. Так, в системе $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$ зарегистрированы переходы от суперпарамагнитного к ферромагнитному состоянию через промежуточную суперферромагнитную фазу при $x \approx 36\text{--}44\text{ ат.}\%$, что соответствует критической

концентрации образования перколяционной сети. При этом Керр-спектроскопия позволила выявить проявления корреляции уже при $x \approx 32\%$, то есть до визуализации доменов и появления остаточной намагниченности в объёмных методах.

- В многослойных структурах $\{[(\text{CoFeB})(\text{SiO}_2)]/\text{ZnO}\}_n$ наблюдается резонансное усиление магнитооптического отклика за счёт интерференционных эффектов и интерфейсной анизотропии, несмотря на отсутствие ферромагнитного порядка. Добавление прослоек ZnO толщиной до 1.5 нм приводит к изменению формы спектра и усилению магнитооптического отклика, не приводя при этом к переходу в коллективное состояние. Это подчёркивает значимость межфазной инженерии при проектировании функциональных многослойных материалов.

- Система $(\text{Co})_x(\text{CoO})_{100-x}$ демонстрирует существенные гистерезис и анизотропию уже при $x \approx 3.5\text{--}5$ ат.% Co, что ранее не наблюдалось для нанокompозитов со столь малым процентным содержанием металлической фазы. Обнаружено, что особенности интерфейса Co/CoO (в том числе возможное образование Co_2O_3) приводят к увеличению коэрцитивной силы и эффектам обменного смещения, проявляющимся как в асимметрии петель, так и в поведении Керр-сигнала. Такие результаты подтверждают высокую чувствительность МО-методов к интерфейсным взаимодействиям и локальным магнитным структурам.

Таким образом, совокупность проведённых исследований позволила не только выявить особенности магнитного поведения исследованных наноструктур, но и подтвердить эффективность магнитооптических методов зондирования в задачах диагностики фазовых переходов, интерфейсной анизотропии и морфологически обусловленных эффектов в многофазных средах.

Глава 4. Аморфные ленты и пленки

Аморфные и нанокристаллические магнитные материалы представляют собой особый класс наноструктурированных систем, отличающихся от кристаллических аналогов отсутствием дальнего порядка. Контролируемая частичная кристаллизация, возникающая при термической обработке, позволяет проследить связь между релаксационными процессами, фазовой сегрегацией и формированием локальной анизотропии.

В отличие от гетерогенных композитов, где ключевую роль играют межфазные границы и перколяционные переходы, в аморфных лентах и плёнках определяющее значение имеют внутренние напряжения, распределение локальной анизотропии и дефекты приповерхностного слоя. Изучение процессов начальной кристаллизации, особенностей перемагничивания и формирования доменной структуры позволяет глубже понять механизмы, определяющие магнитное поведение аморфных систем [73,76,165].

Целью данной главы является экспериментальное исследование влияния термической и химической обработки на структуру и магнитные свойства аморфных сплавов в виде лент и плёнок. Особое внимание уделяется взаимосвязи между морфологическими изменениями, доменной структурой, формой петель гистерезиса и величиной магнитооптического отклика.

Рассматриваемые материалы включают:

- аморфные ленты $\text{Ni}_{41.1}\text{Co}_{31.6}\text{Fe}_{7.7}\text{Si}_{13.1}\text{B}_{6.5}$ и $\text{Co}_{75}\text{Si}_{15}\text{Fe}_5\text{Cr}_{4.5}\text{Al}_{0.5}$, с и без внешнего воздействия;
- плёнки состава $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{B}_{19.2}\text{O}_{3.0}$, исследованные до и после термической обработки.

Полученные данные позволяют уточнить роль структурной релаксации, фазового расслоения и локальной анизотропии в формировании магнитных свойств аморфных сплавов.

4.1. Аморфные ленты $\text{Ni}_{41.1}\text{Co}_{31.6}\text{Fe}_{7.7}\text{Si}_{13.1}\text{B}_{6.5}$: структура, магнитные и магнитооптические свойства

Аморфные ленты состава $\text{Ni}_{41.1}\text{Co}_{31.6}\text{Fe}_{7.7}\text{Si}_{13.1}\text{B}_{6.5}$, полученные методом быстрой закалки из расплава, относятся к числу типичных магнитномягких материалов, обладающих высокой магнитной проницаемостью, малой коэрцитивной силой и высокой стабильностью характеристик при воздействии внешних факторов [166–168].

Геометрические размеры образцов составляли: толщина — ~ 40 мкм, ширина — ~ 0.9 мм, длина варьировалась от 0.59 до 5.19 мм.

Морфологические особенности поверхности проявляются в выраженной асимметрии: закалочная сторона, контактировавшая с охлаждающим барабаном, характеризуется повышенной шероховатостью, тогда как свободная сторона — более гладкая, но с возможным наличием оксидных участков (Рис. 46). Все магнитооптические измерения проводились на свободной (гладкой) стороне, обладающей более устойчивыми оптическими характеристиками и минимальным рассеянием.

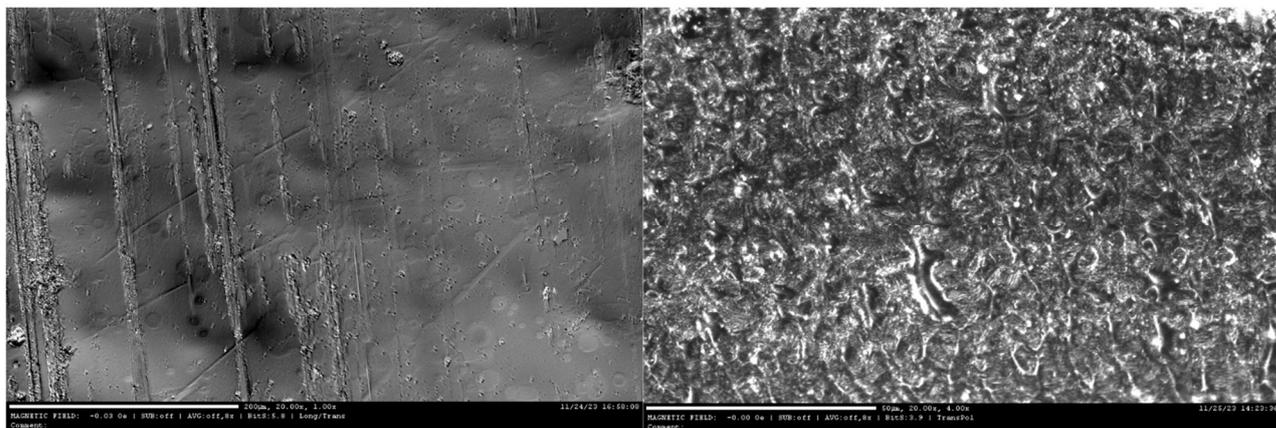


Рис. 46. Типичный внешний вид аморфной ленты: справа рабочая сторона, слева обратная. Область 300×500 мкм.

Согласно результатам сканирующей электронной микроскопии (Tescan Vega 3) и энергодисперсионного микроанализа, сплав содержит преимущественно переходные металлы (Ni, Co, Fe), обеспечивающие ферромагнитные свойства, а также аморфизирующие элементы Si и B, стабилизирующие аморфную структуру [169].

4.1.1. Результаты вибрационной магнитометрии и Керр-спектроскопии

Для установления направления лёгкой и трудной осей намагничивания в аморфных лентах NiCoFeSiB были проведены измерения петель гистерезиса методом вибрационной магнитометрии. Измерения выполнялись при ориентации внешнего магнитного поля в плоскости ленты, под тремя разными углами (0°, 45° и 90°). Поворот образца с шагом в 45° позволил сопоставить магнитную анизотропию с технологическим направлением деформации связанной с направлением прокатки ленты.

Направление прокатки (линия прокатки – ЛП) в случае исследуемых образцов соответствует длинной стороне образца.

Полученные петли гистерезиса демонстрируют небольшое различие в коэрцитивной силе со средним значением в 0.2 Э (Рис. 47). В свою очередь форма кривых, даёт основания выделить лёгкую и трудную оси намагничивания и далее использовать их при анализе магнитооптических данных. Легкая ось в рассматриваемом случае соответствует – длинной стороне и направлению вдоль линии прокатки.

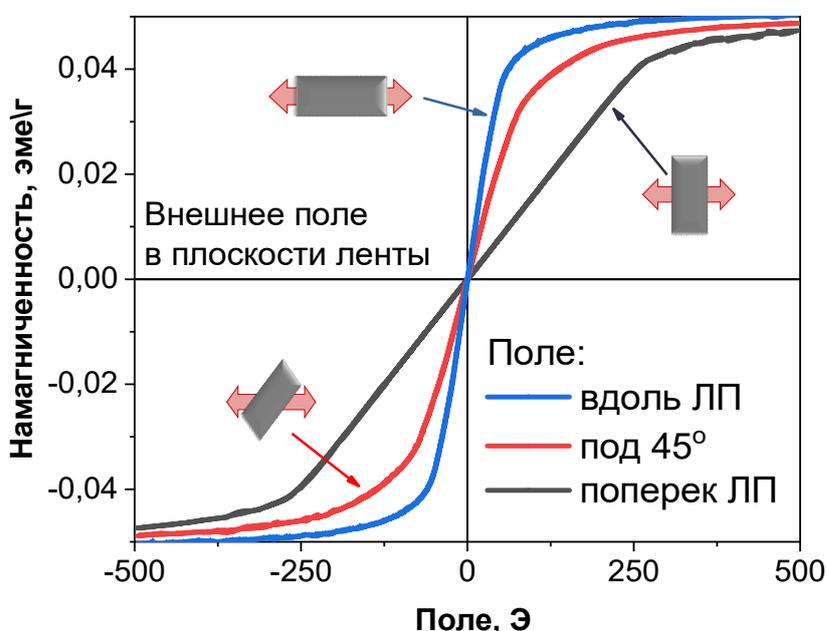


Рис. 47. Петли гистерезиса в различных конфигурациях для образца Ni_{41.1}Co_{31.6}Fe_{7.7}Si_{13.1}B_{6.5}.

Исследования спектральных зависимостей ЭК аморфных лент состава Ni_{41.1}Co_{31.6}Fe_{7.7}Si_{13.1}B_{6.5} также показали выраженные особенности магнитной анизотропии, зависящие от ориентации внешнего магнитного поля.

В частности, полевые зависимости, демонстрируют существенные различия при ориентациях образца вдоль и поперёк направления прокатки (Рис. 48 (а)). При приложении поля вдоль легкой оси намагничивания наблюдается изменение знака сигнала ЭЭК в области малых полей.

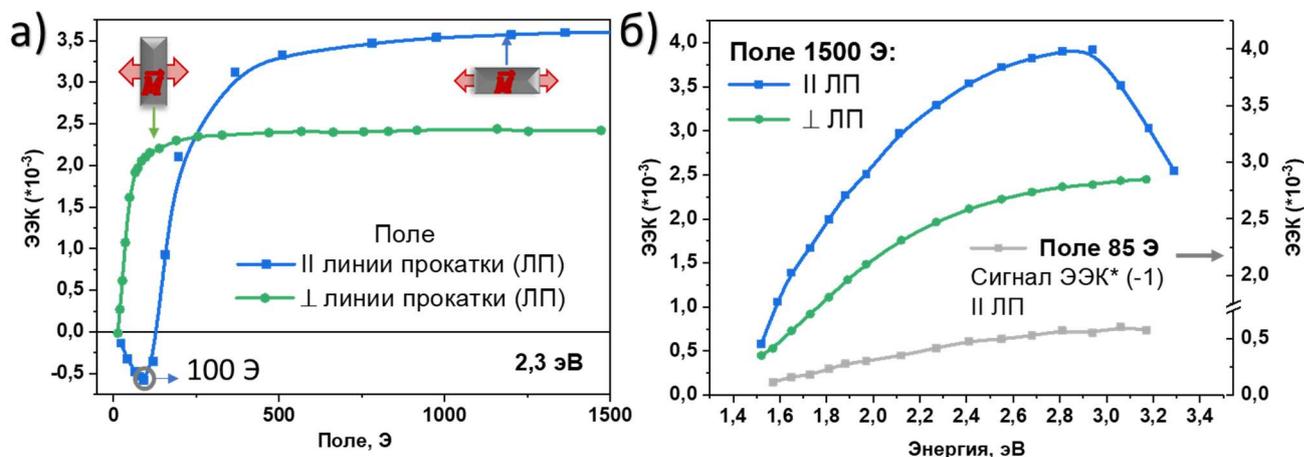


Рис. 48. (а) Полевые зависимости Керр-сигнала ленты $Ni_{41.1}Co_{31.6}Fe_{7.7}Si_{13.1}B_{6.5}$ длиной ~ 4 мм для двух ориентаций поля. (б) Спектральные зависимости вдоль легкой оси (поля 1,5 кЭ и 85 Э) и трудной (1,5 кЭ).

Для более детального анализа были проведены спектральные измерения Керр-отклика в трёх характерных конфигурациях (Рис. 48 (б)):

- при двух значениях поля, соответствующих максимумам ЭЭК в положениях вдоль и поперёк направления прокатки (~ 1500 Э),
- а также при поле, близком к минимуму отклика (~ 100 Э), приложенном вдоль ЛП.

Спектральные зависимости в каждом случае имеют сглаженный вид без выраженных максимумов или резонансов (Рис. 48 (б)), что типично для аморфных сплавов с отсутствием дальнего порядка. Такое поведение отражает вклад локальных флуктуаций электронной плотности состояний и отсутствие чётких межзонных переходов, как отмечено в работах [104,106,143].

Изменение знака сигнала в полевой зависимости наблюдается только при определённой ориентации ленты из-за сочетания направленной магнитной анизотропии и чувствительности Керр-эффекта к проекции намагниченности. Вдоль этого направления, перемагничивание происходит через более сложные конфигурации.

Комплексный анализ данных Керр-спектроскопии и ВМ позволяет утверждать, что в исследуемых лентах формируется анизотропная приповерхностная магнитная структура, чувствительная к направлению внешнего поля. Эти особенности обусловлены как технологией получения, так и микроструктурными параметрами аморфной фазы. Для получения более детальной информации о приповерхностных процессах перемагничивания были проведены дополнительные исследования динамики доменной структуры и локального перемагничивания методами Керр-микроскопии.

4.1.2. Керр-микроскопия: доменная структура и приповерхностные петли гистерезиса

Исследование магнитной структуры аморфных лент состава $\text{Ni}_{41.1}\text{Co}_{31.6}\text{Fe}_{7.7}\text{Si}_{13.1}\text{B}_{6.5}$ методом Керр-микроскопии позволило получить детальную информацию о распределении намагниченности в приповерхностном слое и визуализировать стабильную доменную структуру. Измерения проводились в экваториальной и меридиональной геометриях Керра с регистрацией изменений контраста доменов при варьировании направления внешнего магнитного поля, приложенного в плоскости образца.

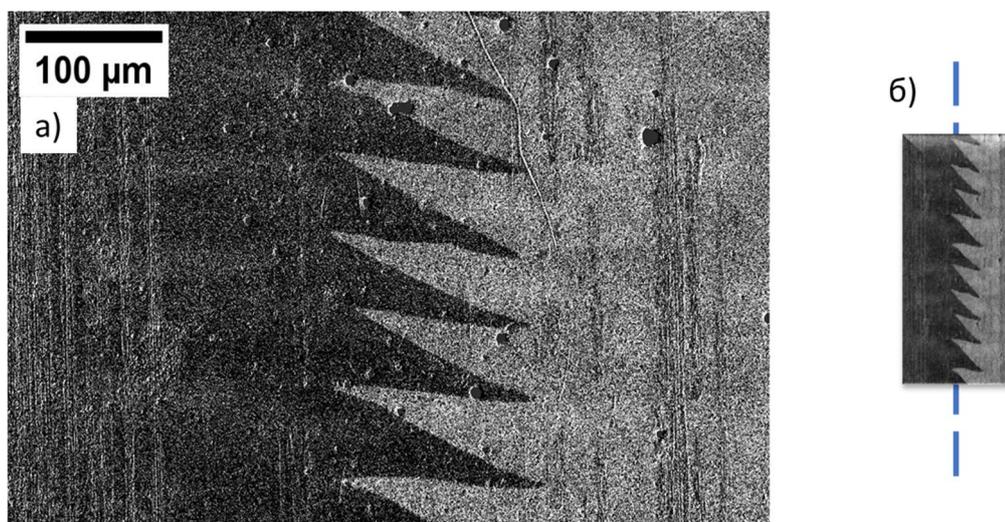


Рис. 49. Зигзагообразная граница доменов на поверхности аморфной ленты. Область исследования 500*250 мкм. На вставке (б) схематично изображено положение доменов относительно образца и направления ЛП.

В исходном размагниченном состоянии на поверхности лент наблюдалась устойчиво воспроизводимая зигзагообразная доменная структура (Рис. 49), отличающаяся регулярной геометрией и сохраняющаяся после

многократных циклов перемагничивания. Подобная картина существенно отличается от менее организованных доменов, типичных для большинства аморфных материалов, и может свидетельствовать о наличии остаточных напряжений и формировании магнитной текстуры, ориентированной преимущественно поперёк направления прокатки [21,170].

Форма доменных границ указывает на наличие внутренней угловой анизотропии, предположительно индуцированной в процессе закалки расплава. Наклон доменов по отношению к оси прокатки коррелирует с ранее полученной угловой зависимостью коэрцитивной силы (см. подраздел 4.1.1).

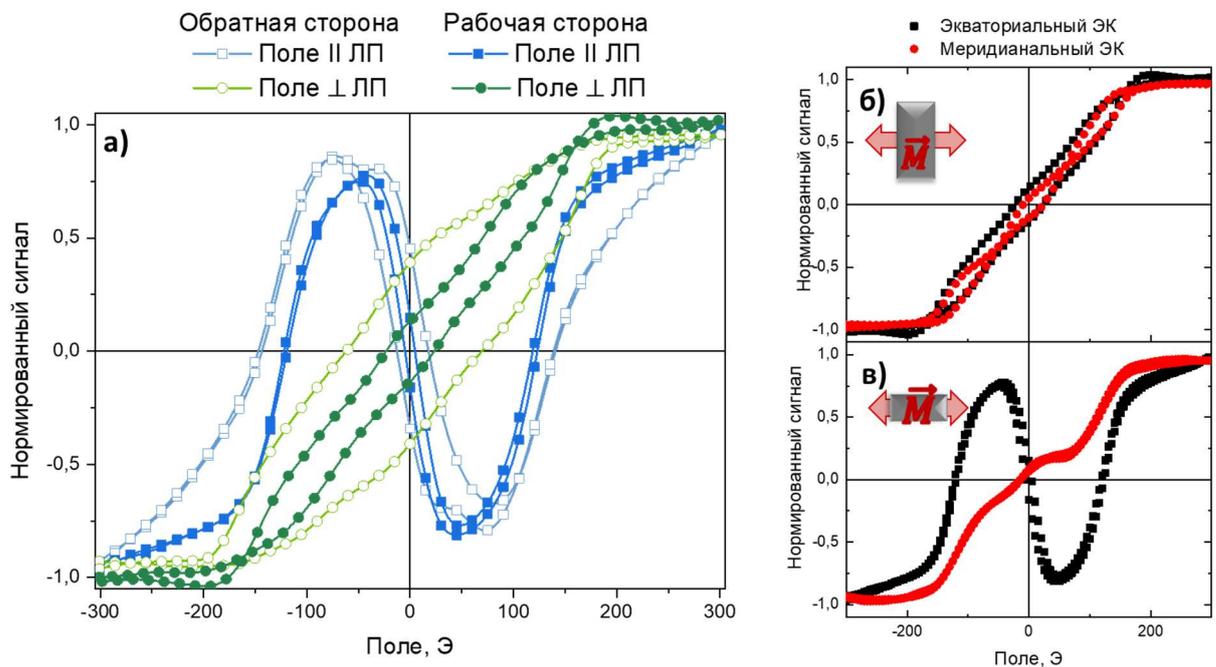


Рис. 50. Локальные петли гистерезиса, измеренные методом Керр-микроскопии при различных ориентациях поля. На обеих сторонах ленты. Петли, представленные на графиках б) и в) получены для лицевой стороны ленты.

Дополнительно были получены приповерхностные петли гистерезиса, регистрируемые с использованием чувствительного Керр-микроскопа (Рис. 50). Форма петель также значительно различается при различной ориентации магнитного поля относительно осей образца. Обратная сторона, из-за выраженного рельефа и повышенной плотности дефектов, характеризуется большей коэрцитивностью, что связано с увеличением размагничивающего фактора.

Для петель, снятых в геометрии ЭК, и при поле, приложенном вдоль линии прокатки, также как и в случае с полевыми кривыми, полученными при

исследовании спектральных свойств, наблюдается отрицательный отклик ЭК в малых полях. При изменении ориентации образца отклик сигнала в большей степени соответствует классическим петлям. Отличия в формах петель гистерезиса при изменении геометрии Керра, в большей степени связаны с изменением направления движения доменной границы и зависимостью Керр-отклика от ориентации доменов относительно направления плоскости падения света.

В ряде случаев регистрировалось слабое смещение петель гистерезиса, что может быть связано с локальными напряжениями или микроскопической неоднородностью поверхности.

Дополнительно было выполнено сравнение доменной структуры в образцах разной длины, от 0.6 мм до 5.2 мм. В коротких лентах структура доменов сохраняется, однако форма и размер доменных областей становятся менее регулярными, что может быть связано с усилением краевых эффектов и переориентацией локальной анизотропии, что свидетельствует о влиянии размерных факторов на вид доменной структуры.

Отдельный интерес представляют наблюдения за поведением движения доменных стенок в переменном внешнем магнитном поле (0.1–1 Гц): в ходе предварительных экспериментов была зафиксирована устойчивая синхронная реакция доменов, однако количественный анализ динамики выходит за рамки данной главы и рассматривается в отдельной работе [169].

Полученные результаты хорошо согласуются с данными спектроскопии и ВМ и дополняют представление о магнитной текстуре аморфных лент NiCoFeSiB , формирующейся в процессе быстрого охлаждения и сохраняющейся при внешних воздействиях.

4.1.3. Анализ результатов

Комплексное исследование аморфных лент состава $\text{Ni}_{41.1}\text{Co}_{31.6}\text{Fe}_{7.7}\text{Si}_{13.1}\text{B}_{6.5}$ методами Керр-спектроскопии, Керр-микроскопии и вибрационной магнитометрии выявило особенности магнитной текстуры и анизотропии материала. Полученные данные подтверждают наличие

устойчивой зигзагообразной доменной структуры, связанной с локальной угловой анизотропией [169,171,172].

Отсутствие выраженных резонансных особенностей в спектрах Керр-отклика свидетельствует о аморфной структуре исследуемого материала. Наблюдаемая анизотропия в полевых зависимостях ЭЭК обусловлена технологически индуцированными остаточными напряжениями и ориентацией областей ближнего порядка, возникших в процессе прокатки ленты.

В малых полях, до 150 Э, приложенных вдоль ЛП, процесс перемагничивания происходит за счет некогерентного разворота намагниченности, что и приводит к появлению отрицательного значения эффекта Керра. Подобные особенности обсуждались ранее в работах, посвящённых интерференционным эффектам в тонких аморфных структурах [173], и отражают специфику поперечной геометрии Керр-спектроскопии.

Сравнение с данными вибрационной магнитометрии показало, что несмотря на локальную вариативность величины эффекта Керра, объёмные петли сохраняют классическую симметрию, что подчёркивает важность комплексного подхода к интерпретации данных. Керр-микроскопия продемонстрировала высокую чувствительность к локальной структуре, выявив устойчивую доменную текстуру и подтвердив угловую анизотропию. Зигзагообразная форма доменов, устойчивая по всей длине ленты, позволяет говорить о наличии внутренней текстурированной анизотропии, индуцированной при закалке.

Особый интерес представляет возможность использования таких аморфных лент для изучения анизотропных эффектов в магнитных системах без кристаллического порядка и оценки динамических свойств доменов. Высокая воспроизводимость приповерхностных петель, а также устойчивость доменной структуры даже в коротких образцах, подтверждают перспективность их применения для локальной диагностики и в микроразмерных сенсорных элементах.

4.2. Влияние отжига на структуру и магнитооптические свойства плёнок $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{B}_{19.2}\text{O}_{3.0}$

Плёнки на основе сплавов Fe–Ti–B–O относятся к классу магнитно-мягких наноструктурированных материалов, сочетающих высокую намагниченность насыщения, низкую коэрцитивную силу и стабильность магнитных свойств в широком температурном диапазоне [174]. В настоящем разделе рассматриваются плёнки состава $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{B}_{19.2}\text{O}_{3.0}$, полученные методом магнетронного осаждения на стеклянные подложки с последующим вакуумным отжигом при температурах 200 °С, 300 °С и 400 °С (1 час, $2 \cdot 10^{-4}$ Па) [92].

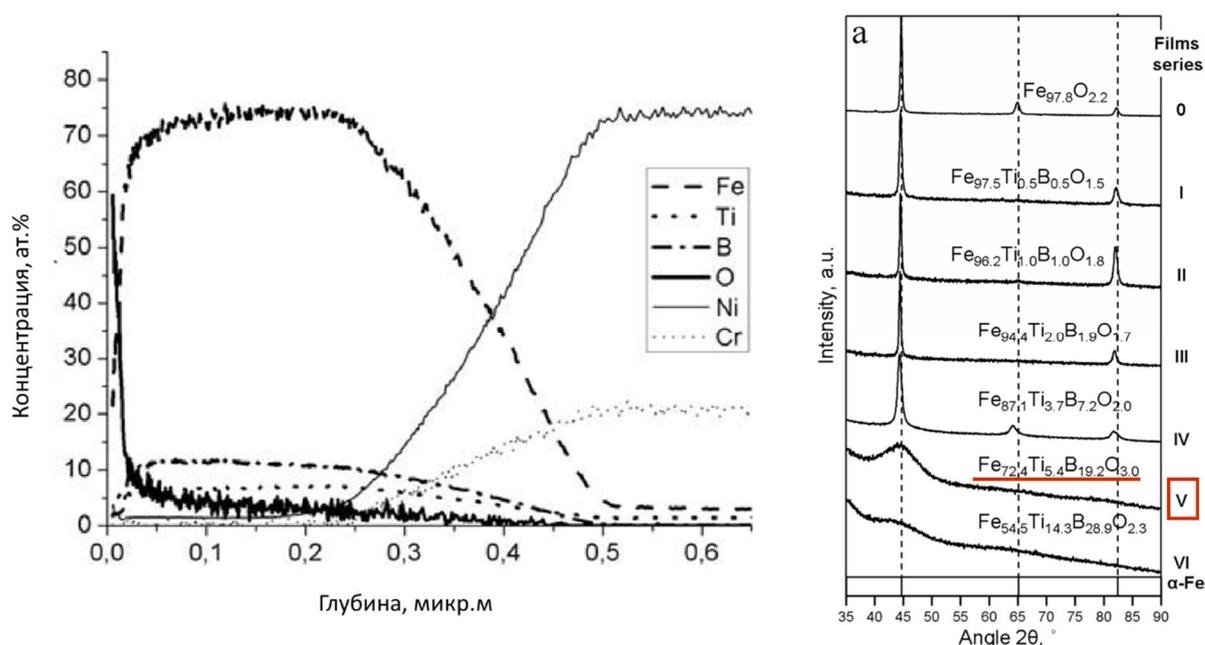


Рис. 51. (Слева) Результаты глубинного элементного профилирования нанокристаллической плёнки Fe–Ti–B–O состава $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{B}_{19.2}\text{O}_{3.0}$. (Справа) Рентгенограммы плёнок разных составов (диаграмма серии V соответствует образцу) [14].

Толщина исследуемых плёнок составляла около 0.52 мкм, структура до отжига представляла собой смесь аморфной и нанокристаллической фаз, о чём свидетельствует сглаженный вид дифрактограмм со слабо выраженными пиками α -Fe и наличием аморфного фона (см. Рис. 51, серия «V»). При отжиге происходило увеличение степени кристалличности за счёт роста и коалесценции кристаллитов α -Fe, сопровождающееся перераспределением Ti и B между объёмом зёрен и межзёренными границами [14,175].

Дополнительная информация о составе была получена с помощью глубинного элементного профилирования, результаты которого приведены на Рис. 51 (график слева). В профиле чётко различаются два слоя: верхний, обогащённый кислородом, и основной объём плёнки, содержащий преимущественно Fe, Ti и V. Это указывает на наличие поверхностного окисления и градиента состава по толщине, что необходимо учитывать при анализе магнитных свойств, особенно в приповерхностной области, исследуемой магнитооптическими методами [92,176].

Таким образом, плёнки $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{V}_{19.2}\text{O}_{3.0}$ представляют собой композиционные многокомпонентные наноструктурированные системы, в которых структура и магнитные свойства формируются в результате тонкого баланса между фазами α -Fe, оксидными включениями, аморфным фоном и межфазными границами.

4.2.1. Спектральные зависимости Керр-отклика

Для оценки влияния термообработки на приповерхностную магнитную и электронную структуру плёнок $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{V}_{19.2}\text{O}_{3.0}$ были проведены спектральные измерения экваториального эффекта Керра. Такой подход позволяет зафиксировать изменения в локальной оптической активности, возникающие вследствие роста кристаллитов α -Fe, перераспределения фаз и модификации свойств вблизи поверхности при различных температурах отжига [19,106].

Полученные спектральные зависимости ЭЭК представлены на Рис. 52. Во всех состояниях они демонстрируют сглаженный характер, типичный для аморфных систем, не исключая локальные области с нанокристаллическим упорядочением, формирующимся в приповерхностном слое. Для необработанных плёнок и образцов, отожжённых при 200 °С, спектры остаются равномерными без выраженных экстремумов. Однако начиная с температуры отжига 300 °С, а особенно при 400 °С, появляется отчётливый максимум вблизи энергии 2.0 эВ — он хорошо согласуется с

характерными особенностями МО спектров в ферромагнитной фазе α -Fe [177,178].

Спектральный максимум при 2.0 эВ связан с особенностями межзонных переходов в нанокристаллической фазе α -Fe. Сравнение кривых, приведенных на Рис. 52, показывает, что после отжига при 200 °С величина эффекта Керра во всём диапазоне энергий остаётся выше чем в исходном образце, тогда как при дальнейшем повышении температуры отжига (300 и 400 °С) наблюдается снижение значений эффекта Керра в спектре по сравнению с исходным состоянием. Наибольшее уменьшение сигнала фиксируется для плёнки, отожжённой при 400 °С. Такое поведение свидетельствует о том, что процессы кристаллизации начинаются в приповерхностной области, формирующей отраженный сигнал и эффект Керра, а повышение температуры отжига сопровождается изменением формы, размера и распределения нанокристаллитов.

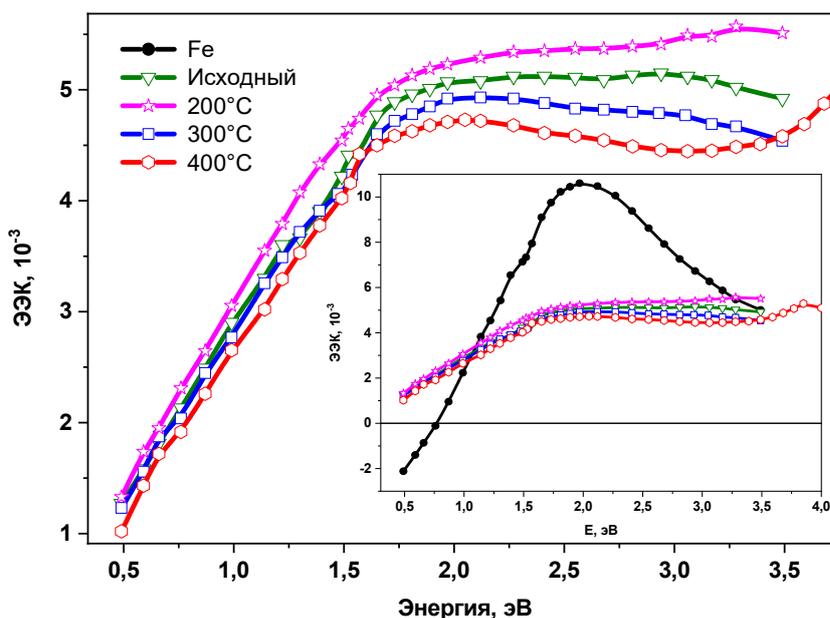


Рис. 52. Спектральные зависимости экваториального эффекта Керра для плёнок $Fe_{72.4}Ti_{5.4}V_{19.2}O_{3.0}$ в исходном состоянии и после отжига при различных температурах. На вставке — сравнение с нанокристаллической плёнкой Fe [92].

При этом во всех случаях сохраняющийся сглаженный характер спектров, свидетельствует о том, что аморфная матрица остаётся значимой составляющей материала и активно влияет на форму спектра. Наличие как кристаллической, так и аморфной фазы подтверждает многофазный характер структуры, типичный для подобных наноконпозиционных систем.

Полученные спектры экваториального эффекта Керра отражают изменения, происходящие в приповерхностных слоях плёнок при термообработке, отражая изменения даже на начальных этапах структурных преобразований.

4.2.2. Результаты измерений объёмных магнитных свойств

Для выявления влияния термообработки на объёмные характеристики намагничивания плёнок $Fe_{72.4}Ti_{5.4}V_{19.2}O_{3.0}$ были проанализированы петли гистерезиса, отражающие степень магнитного отклика в объеме и потенциальное проявление анизотропии. Измерения охватывали диапазон полей ± 2000 Э при комнатной температуре при различных углах между направлением внешнего магнитного поля и плоскостью образца. Результаты приведены на Рис. 53.

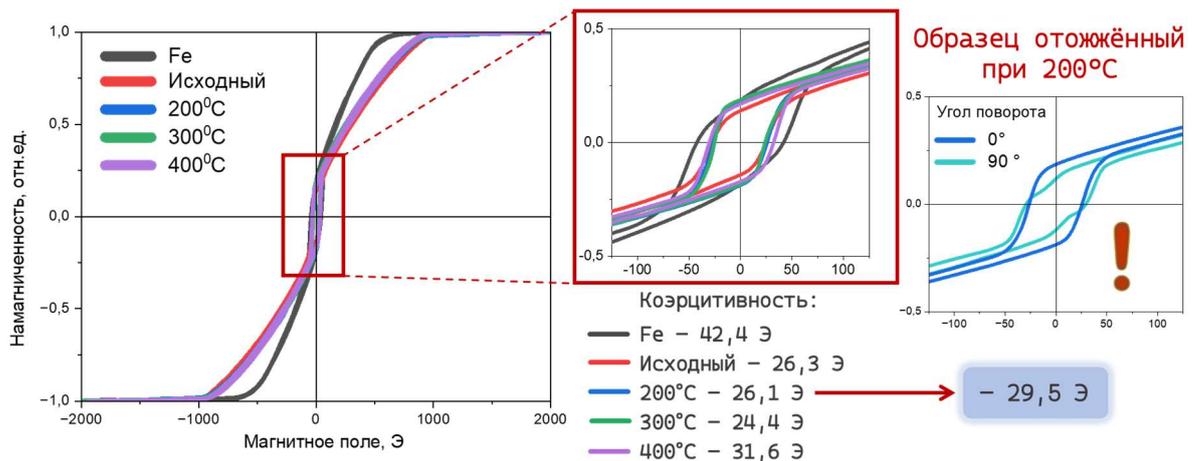


Рис. 53. Объёмные петли гистерезиса плёнок $Fe_{72.4}Ti_{5.4}V_{19.2}O_{3.0}$: исходного состояния и после отжига при 200, 300 и 400 °С. Вставка слева — увеличение центральной части петель, справа — сравнение петель при двух ортогональных положениях образца (0° и 90°) после отжига при 200 °С.

Петли для всех образцов имеют вид типичный для многофазных систем. Коэрцитивная сила и поле насыщения второй фазы изменяется в пределах представленных в Таблица 5.

Таблица 5. Объёмные магнитные характеристики серии плёнок $Fe_{72.4}Ti_{5.4}V_{19.2}O_{3.0}$.

Образец	$H_{\text{напокр.стл.}}$	Исходный	200 °С		300 °С	400 °С
			0°	90°		
H_c , Э	42	26	26	30	24	32
$H_{\text{нас}}$, Э	~ 650	~ 1010	~ 920	~ 1070	~ 930	~ 920

Минимальное значение коэрцитивной силы наблюдается при отжиге при 300 °С, что может быть связано с частичной релаксацией внутренних напряжений и формированием мелкодисперсной кристаллической фазы. Отжиг при 400 °С приводит к небольшому росту H_c , что, вероятно, обусловлено укрупнением кристаллитов и усилением межзёренных взаимодействий. В большинстве образцов изменение угла приложения внешнего магнитного поля не влияло на форму петли и значение коэрцитивной силы.

Интересным исключением является образец после отжига при 200 °С: при повороте образца на 90° в плоскости наблюдается незначительная угловая анизотропия, приводящая к формированию дополнительной фазы на петле гистерезиса. Это может свидетельствовать о локальной текстуре, возникающей на начальных стадиях кристаллизации и выраженной в определённых участках плёнки [92,178].

Важно также отметить, что по сравнению с плёнками чистого Fe, исследуемые плёнки Fe–Ti–V–O демонстрируют более низкую коэрцитивную силу и большие поля насыщения, что может быть связано с сохранением аморфной матрицы и/или слабой перпендикулярной анизотропией в структуре [73,75,76].

Таким образом, объёмные магнитометрические данные подтверждают, что плёнки $Fe_{72.4}Ti_{5.4}V_{19.2}O_{3.0}$ сохраняют магнитномягкий характер во всём диапазоне температур отжига, демонстрируя чувствительность к степени кристаллизации и пространственному распределению фаз. Изменения формы петель и проявления анизотропии отражают влияние термообработки на внутреннюю магнитную структуру и коррелируют с результатами спектроскопических измерений.

4.2.3. Приповерхностные петли гистерезиса и ступенчатое перемагничивание

Анализ приповерхностной магнитной структуры плёнок $Fe_{72.4}Ti_{5.4}V_{19.2}O_{3.0}$ методом магнитооптической микроскопии проводился с

целью выявления изменений, возникающих в результате термической обработки, в приповерхностных слоях образцов. Полученные при помощи Керр-магнитометра петли гистерезиса демонстрируют существенные отличия от объёмных характеристик, отражая локальные особенности фазового состава и анизотропии (Рис. 54).

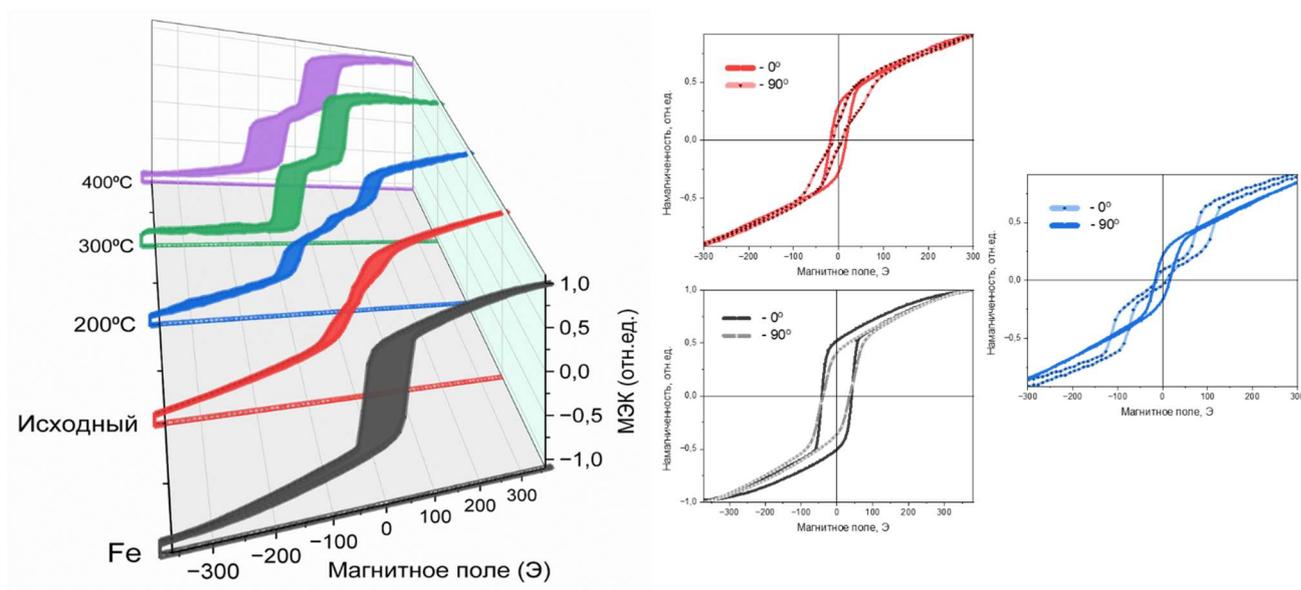


Рис. 54. Петли гистерезиса приповерхностной области плёнок $Fe_{72.4}Ti_{5.4}B_{19.2}O_{3.0}$: исходного состояния и после отжига при различных температурах.

На основании анализа полученных результатов можно выявить следующие особенности отличающие приповерхностные петли гистерезиса от объёмных для этой серии образцов:

- Наблюдается анизотропия формы петель при смене ориентации поля в плоскости для всех образцов;
- Отжиг приводит к существенному изменению формы петель, особенно заметному при 400 °С;
- В образцах после отжига фиксируется характерная «перетяжка» (излом) в центральной части петли — наиболее выраженная при ориентации поля вдоль одной из сторон образца (визуализация перемагничивания в этом направлении выявила формирование полосовых доменов).

Такая ступенчатая форма петли гистерезиса является признаком существования нескольких магнитных фаз, различающихся по коэрцитивности [86,178].

В объемных петлях для большинства образцов наблюдалось двухступенчатое перемагничивание – в области коэрцитивности и в области насыщения; и только для повернутого на 90° образца, отожженного при 200° , наблюдалась еще одна фаза в малых полях. В случае петель гистерезиса, полученных методом МО микроскопии, – во всех образцах (кроме пленки нанокристаллического Fe) визуализируется дополнительная фаза перемагничивающаяся в полях, близких к нулю.

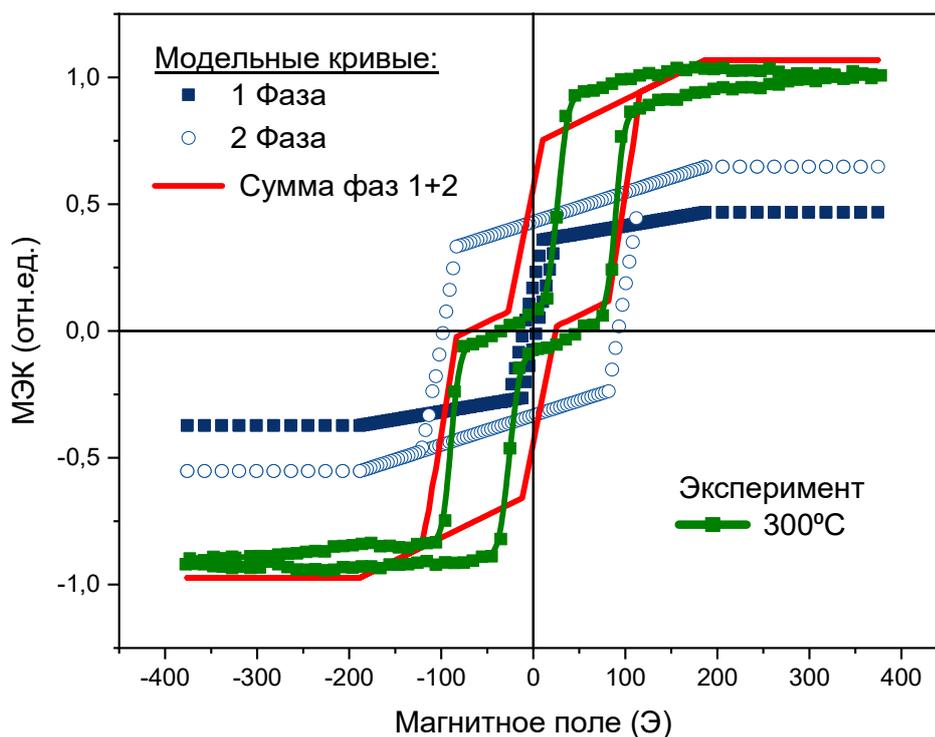


Рис. 55. Модельная двухступенчатая петля гистерезиса как сумма двух классических петель с различной коэрцитивной силой.

В рамках качественной модели такую петлю можно представить как суперпозицию нескольких независимых петель с разными коэрцитивными силами (см. Рис. 55) [92,179]. Подобное поведение ранее наблюдалось для многослойных и двуслойных плёночных систем с отдельным перемагничиванием слоёв или для систем типа ферроэлектрик/антиферроэлектрик [162,180,181].

Формирование данной особенности начинается именно с приповерхностной области, что подтверждается:

- более выраженной перетяжкой в Керр-петлях по сравнению с объёмными;

- появлением спектрального пика при 2.0 эВ в ЭЭК (см. подраздел 4.2.1), характерного для α -Fe;
- визуализацией полосовой доменной структуры (результаты представлены ниже).

Таким образом, магнитооптические приповерхностные петли демонстрируют наглядные признаки фазовой неоднородности, возникающей в процессе отжига, при формировании совокупности магнитномягкой фазы и фазы с большей коэрцитивной силой и, возможно, перпендикулярной анизотропией. Эти изменения начинаются с поверхности и лишь при более высоких температурах отжига затрагивают объём плёнки.

Для подтверждения этих выводов была проведена визуализация доменной структуры и анизотропии приповерхностной структуры плёнок $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{V}_{19.2}\text{O}_{3.0}$. Наиболее отчётливые результаты, как и с формой петли, были получены для образцов, отожжённых при 400 °С. Изображения приповерхностного распределения намагниченности приведены на Рис. 56.

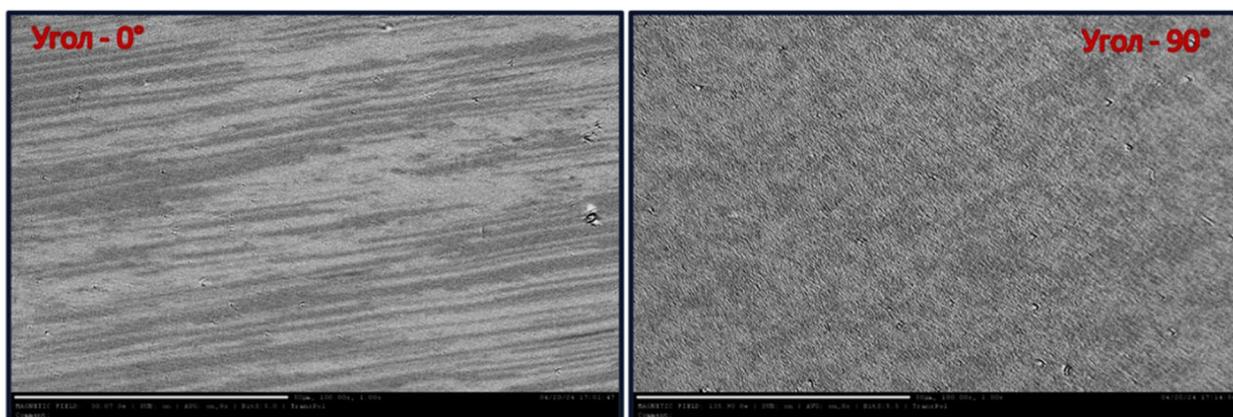


Рис. 56. Магнитооптические изображения доменной структуры плёнки $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{V}_{19.2}\text{O}_{3.0}$ после отжига при 400 °С: а — ориентация образца 0°, б — после поворота на 90°. Область наблюдения 110 × 70 мкм.

При приложении магнитного поля вдоль лёгкой оси (Рис. 56, слева), наблюдается чётко выраженная полосовая доменная структура, ориентированная под небольшим углом к направлению внешнего магнитного поля. При повороте образца на 90° и приложении поля вдоль трудной оси (Рис. 56, справа) доменная структура становится менее регулярной и более хаотичной, что отражает анизотропный характер магнитной текстуры.

Наблюдаемая анизотропия согласуется с результатами приповерхностных и объёмных измерений петель гистерезиса (см. подразделы 4.2.2 и 4.2.3).

Формирование такой магнитной структуры связано с перераспределением атомов Ti и В при росте кристаллитов α -Fe, градиентами остаточных напряжений и возможным текстурированием зёрен в приповерхностной области [92].

Аналогичные доменные структуры ранее наблюдались в других нанокристаллических системах на основе Fe с перпендикулярной анизотропией (например, пленки Fe-Zr-N и Fe-Ta-C [182–184]), что подтверждает универсальность наблюдаемого эффекта и обоснованность его интерпретации.

4.2.4. Анализ результатов

Термическая обработка плёнок $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{V}_{19.2}\text{O}_{3.0}$ приводит к изменению их магнитных свойств, обусловленных началом процессов нанокристаллизации. Объёмные характеристики, полученные методом вибрационной магнитометрии, сохраняют в целом аморфный тип поведения и магнитномягкий характер при всех температурах отжига, однако демонстрируют небольшое изменение коэрцитивной силы (от 24 Э до 32 Э) в зависимости от степени кристаллизации. Минимальное значение H_c достигается при 300 °С, что согласуется с релаксацией внутренних напряжений и появлением мелкодисперсной α -Fe-фазы. Дальнейшее резкое повышение коэрцитивности при отжиге в 400 °С связано, вероятно, с укрупнением кристаллитов и усилением межзеренных взаимодействий [90–92].

Магнитооптические измерения демонстрируют более высокую чувствительность к структурным перестройкам. Спектроскопия выявляет усиление спектрального максимума вблизи 2.0 эВ, характерного для ферромагнитной фазы α -Fe, что указывает на рост доли кристаллизованных участков в приповерхностной области при отжиге [73,178,185].

Результаты Керр-микроскопии выявили появление локальных жёстких фаз, увеличение анизотропии и ступенчатый характер перемагничивания при отжиге, что указывает на формирование многофазного состояния с неоднородным распределением магнитных свойств. Сходные эффекты ранее описаны для многослойных и иерархически организованных плёнок [162,182].

Анизотропное поведение доменов при повороте образца в магнитном поле подтверждает наличие остаточной магнитной текстуры и направленного роста зерен. Подобные эффекты согласуются с литературными данными для нанокристаллических плёнок систем Fe-Zr-N, Fe-Ta-C и других [178,182,184].

Таким образом, именно приповерхностные методы позволили зафиксировать ранние стадии нанокристаллизации и связанное с ними усиление магнитной неоднородности [92].

4.3. Модификация поверхности аморфных сплавов и её влияние на магнитные свойства аморфных сплавов $\text{Co}_{75}\text{Si}_{15}\text{Fe}_5\text{Cr}_{4.5}\text{Al}_{0.5}$

Управляемая модификация поверхности является одним из эффективных подходов к оптимизации эксплуатационных характеристик магнитных материалов, в том числе аморфных металлических сплавов, используемых в сенсорных, энергетических и биомедицинских приложениях. Одним из таких подходов является формирование упорядоченных наноструктур на поверхности аморфных сплавов.

Ленты с высоким содержанием Co демонстрируют высокую стабильность структуры при нагреве и повышенную коррозионную стойкость, что важно для эксплуатации в агрессивных средах и в устройствах длительного действия. Добавление хрома и алюминия улучшает коррозионную стойкость и снижает склонность к образованию дефектных поверхностных слоёв, а присутствие кремния способствует стабилизации аморфной фазы. [186].

В данном разделе рассматривается влияние поверхностных модификаций и коррозионных воздействий на магнитные свойства аморфного

сплава $\text{Co}_{75}\text{Si}_{15}\text{Fe}_5\text{Cr}_{4.5}\text{Al}_{0.5}$. Рассматривалась серия образцов, подвергнутых следующим модификациям:

- 1 – Исходная лента сплава CoSiFeCrAl (контрольный образец);
- 2 – Исходный образец с абразивной обработкой методом механической шлифовки поверхности ленты;
- 3 – Анодирование образца в ионной жидкости² в течение 80 с при плотности тока = 17,5 mA/cm^2 .

Каждый из этих образцов дополнительно подвергался коррозионным испытаниям - воздействию агрессивной среды (погружение в физиологический раствор³ без предварительной пассивации), что дало ещё три модифицированных состояния:

- 1к — исходная поверхность после коррозии;
- 2к — шлифованная поверхность после коррозии;
- 3к — анодированная поверхность после коррозии.

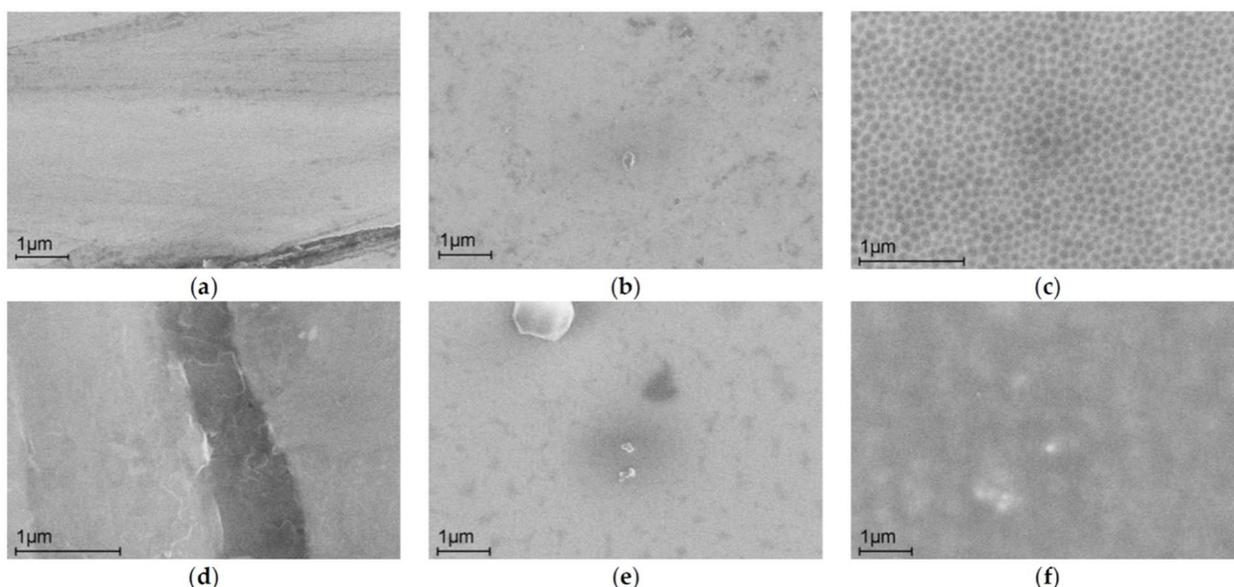


Рис. 57. СЭМ-изображения поверхности: (a) после абразивной обработки, (b) исходный сплав, (c) с анодным окислением в ионной жидкости в течение 80 с ($i = 17,5 \text{ mA cm}^{-2}$), и (d-f) после коррозионных испытаний [187]

² Для формирования наноструктурированной оксидной плёнки на поверхности аморфного сплава проводилось анодирование в гидрофобной ионной жидкости - 1-бутил-3-метилимидазолию тетрафтороборат $[\text{Bmim}][\text{BF}_4]$

³ Раствор для коррозионных испытаний - 3,5%-ный водный раствор хлорида натрия (NaCl). Имитирует агрессивные условия, аналогичные морской воде.

Таким образом, исследованная серия из шести типов образцов охватывает широкий спектр приповерхностных состояний — от исходной поверхности с естественной оксидной плёнкой до регулярной наноструктуры, а также её частичной деградации под воздействием коррозионной среды. Это позволяет проследить, как контролируемая модификация поверхности и последующее разрушение структуры отражаются на морфологии и магнитных свойствах материала. Анализ методом СЭМ выявил выраженные различия в морфологии (Рис. 57):

- Исходная поверхность: хаотичная шероховатая структура без выраженных ориентированных элементов;
- Модифицированная поверхность: формирование регулярных наночаёек с ярко выраженной геометрией - шестиугольные наночаёйки размером ~100–150 нм (Рис. 57 (с));
- При дальнейшем воздействии (например, коррозии в растворе хлоридов) структура сохранялась, но становилась менее упорядоченной, с появлением локальных разрушений и вторичных структур (Рис. 57 (f)).

Наблюдаемые изменения морфологии связаны с перестройкой оксидного слоя, перераспределением остаточных напряжений и различиями в ионной проводимости модифицированных участков. Эти структурные факторы, в свою очередь, определяют характер магнитного отклика в приповерхностной области и могут существенно влиять на анизотропию, коэрцитивность и устойчивость к деградации.

4.3.1. Объёмные магнитные свойства: данные вибрационной магнитометрии

Поскольку поверхностные изменения могут влиять не только на локальные, но и на интегральные магнитные характеристики, была проведена оценка влияния модификации поверхности и коррозионного воздействия на форму объёмных петель гистерезиса. Для этого проанализированы основные

магнитные параметры (H_c , M_s и M_r), полученные из измерений при комнатной температуре в малых полях.

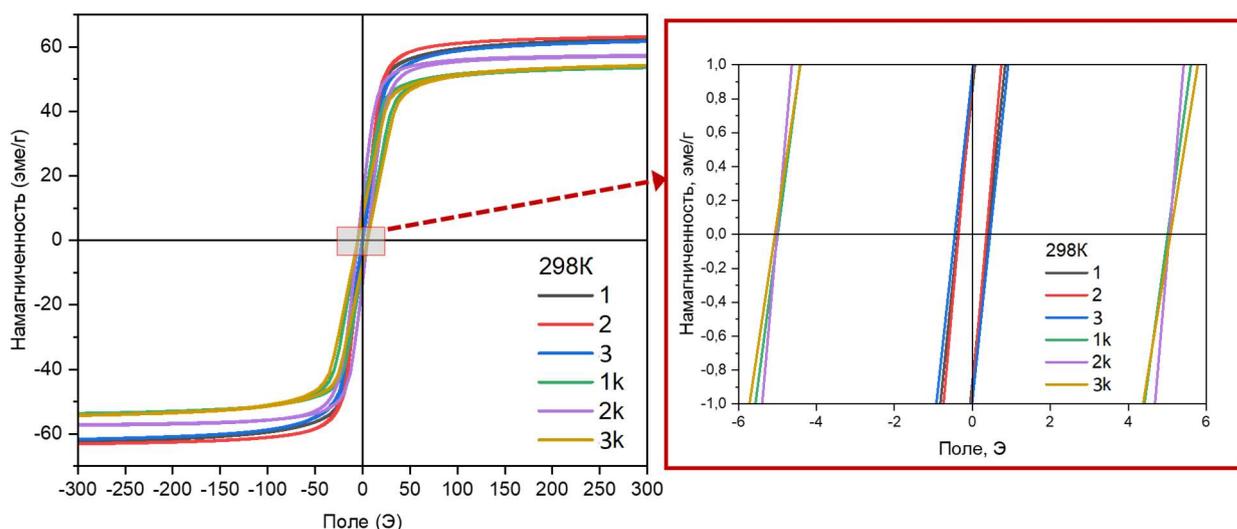


Рис. 58. Петли гистерезиса до коррозии: 1 — исходный образец, 2 — после шлифовки, 3 — с наноструктурированной поверхностью. Петли гистерезиса после коррозии: 1к — исходный, 2к — после шлифовки, 3к — с наноструктурированной поверхностью. Вставка справа приближенная часть петель при пересечении нуля [187].

Петли гистерезиса для всех исследованных образцов представлены на Рис. 58, а числовые значения основных магнитных характеристик аморфных лент $\text{Co}_{75}\text{Si}_{15}\text{Fe}_5\text{Cr}_{4.5}\text{Al}_{0.5}$, приведены ниже в Таблица 6.

Таблица 6. Значения коэрцитивной силы, насыщения и остаточной намагниченности, полученные для исходных образцов и после коррозионных испытаний.

Условия	Образец №	Коэрцитивность (H_c), Э	Намагниченность насыщения (M_s), (эмю/г)	Остаточная намагниченность (M_r), (эмю/г)
До коррозии	1	0.35	61	0.9
	2	0.38	60	0.4
	3	0.45	59	1.3
После коррозии	1к	5.00	51	11.5
	2к	4.95	48	9.0
	3к	5.10	47	8.0

На основе полученных результатов можно сделать первичные выводы о влиянии коррозионных эффектов на магнитные свойства сплава. Сравнительный анализ шести состояний показал, что в исходном виде все образцы сохраняют магнитномягкий характер. Незначительное повышение коэрцитивной силы у наноструктурированного образца (до 0.45 Э) может быть связано с дополнительными внутренними напряжениями, возникающими при формировании регулярной поверхности. После воздействия коррозионной

среды во всех образцах наблюдается резкое увеличение коэрцитивной силы (до 5 Э), снижение намагниченности насыщения и рост остаточной намагниченности, что указывает на существенную перестройку магнитной микроструктуры.

Эти изменения могут быть интерпретированы как результат пиннинга доменных стенок на дефектных участках, образующихся при деградации поверхности. Формирование неоднородных оксидных включений и градиентов напряжений приводит к усилению локальной анизотропии и торможению перемагничивания, особенно выраженному в наноструктурированных зонах [188,189].

Подобное поведение ранее наблюдалось для аморфных и нанокристаллических сплавов после ионной обработки и окисления поверхности, где влияние дефектных слоёв проявлялось в росте H_c и изменении кривизны петель [190–192]

Эти результаты показывают, что при минимальном влиянии модификации на исходные свойства структурные изменения под действием агрессивной среды активнее развиваются в предварительно обработанных зонах, что потребовало детального приповерхностного анализа методом Керр-микроскопии.

4.3.2. Результаты Керр-микроскопии

Анализ приповерхностного распределения намагниченности с использованием Керр-микроскопии позволил выявить ключевые изменения в доменной структуре лент $Co_{75}Si_{15}Fe_5Cr_{4.5}Al_{0.5}$ вызванные механической модификацией, формированием регулярных наноячеек, а также воздействием коррозионной среды. Метод обладает чувствительностью к магнитной анизотропии в приповерхностном слое и позволяет напрямую визуализировать морфологию доменных границ (см. Рис. 59).

Для исходных (немодифицированных) образцов характерна слабоструктурированная доменная картина с вытянутыми областями

намагниченности шириной 10–15 мкм, без четко выделенных линейных границ и без явного воспроизведения рисунка границ, что типично для аморфных сплавов с низкой кристаллической анизотропией. После абразивной обработки наблюдается упрощение доменной конфигурации, выпрямление границ и локальное уменьшение шума, что может быть связано с выравниванием поверхностного рельефа и частичным снятием остаточных напряжений.

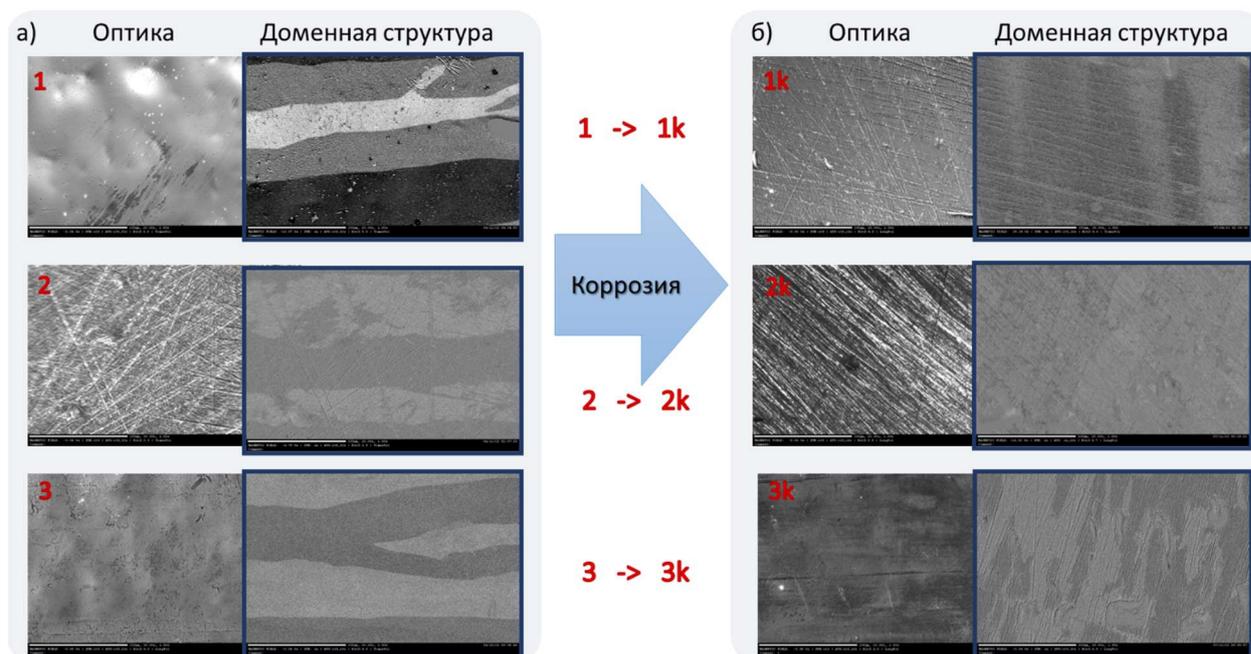


Рис. 59. Изображения поверхности и доменной структуры образцов $Co_{75}Si_{15}Fe_5Cr_{4.5}Al_{0.5}$. Столбец (а) изображение до коррозии – образцы 1, 2, 3. Столбец (б) образцы после коррозионного воздействия. Область изображения 300x500 мкм.

В образцах с наноструктурированной поверхностью (регулярные наноячейки, полученные анодированием в ионной жидкости) наблюдается похожая доменная структура с элементами локального упорядочивания – вытянутые домены с четко выделенными краями. Это свидетельствует, что формирование нано-ячеек не разрушает магнитную однородность материала, а, напротив, может стабилизировать структуру доменных стенок за счёт повышения локальной симметрии поверхности. Подобный эффект согласуется с литературными данными о влиянии регулярных структур на пиннинг доменных границ [193,194]

После воздействия агрессивной среды во всех типах образцов доменная структура претерпевает заметные изменения (Рис. 59, столбец справа):

- На необработанных образцах доменные области становятся фрагментированными, границы расплывчаты, контраст снижен. Это свидетельствует о развитии поверхностных дефектов и разрушении оксидного барьера;
- В предварительно анодированных образцах сохраняется частичная упорядоченность и стабильность доменных границ, что можно интерпретировать как проявление остаточной защиты, обеспечиваемой наноструктурированной зоной;
- Увеличение размеров доменных областей и неравномерность их распределения коррелируют с ростом коэрцитивной силы, зафиксированным по данным ВМ (см. подраздел 4.3.1), что связано с усилением пиннинга и нарушением равномерного перемагничивания.

Визуализация показывает, что даже при сохранении общей аморфной структуры, поверхностная модификация (особенно регулярное наноструктурирование) оказывает влияние на конфигурацию доменных границ и их реакцию на агрессивное воздействие. Это связано как с перераспределением остаточных напряжений, так и с возможной локальной ориентацией атомных кластеров, формирующих остаточную анизотропию, проявляющуюся в устойчивости доменной структуры.

Модификация поверхности за счёт наноструктур позволяет частично сохранить порядок и подавить разрушение приповерхностного магнитного слоя. При этом сам факт визуализации устойчивых доменов даже в аморфном сплаве подчёркивает наличие остаточной анизотропии, формируемой в процессе литья и обработки.

Таким образом, результаты Керр-микроскопии подтверждают, что поверхностная обработка лент $\text{Co}_{75}\text{Si}_{15}\text{Fe}_5\text{Cr}_{4.5}\text{Al}_{0.5}$, даже при сохранении общего фазового состава и механизмов перемагничивания, существенно влияет на магнитную однородность и устойчивость доменной структуры. Воздействие коррозионной среды усугубляет эти различия, нарушая

непрерывность намагничивания, и проявляется в изменениях макроскопических магнитных характеристик.

4.3.3. Анализ результатов

Комплексное исследование магнитных и магнитооптических свойств аморфных лент $\text{Co}_{75}\text{Si}_{15}\text{Fe}_5\text{Cr}_{4.5}\text{Al}_{0.5}$ до и после воздействия агрессивной среды позволило установить взаимосвязь между морфологией поверхности, стабильностью доменной структуры и объёмными магнитными характеристиками.

В исходном состоянии все образцы демонстрируют свойства типичных магнитномягких аморфных сплавов: низкую коэрцитивную силу ($H_c \sim 0.35\text{--}0.45$ Э), симметричные гистерезисные петли и условно однородное распределение вытянутых доменов. Поверхностная модификация, включая механическую обработку и формирование регулярных наноструктур, практически не влияет на макроскопические параметры гистерезисных петель. Но способствует изменению границ и равномерности доменной структуры:

- в случае механического воздействия границы и общая форма становятся менее гладкими и последовательными. Возникают дополнительные малые участки локального намагничивания на границах деформаций;

- в случае анодированных образцов – проявляется обратная картина. Происходит сглаживание и более равномерное распределение доменов;

Эти изменения связаны с перераспределением поверхностных напряжений и изменением количества дефектов [187,193,195].

Воздействие коррозионной среды вызывает существенные изменения: коэрцитивная сила возрастает до 5 Э, намагниченность насыщения снижается, а остаточная намагниченность возрастает. Эти изменения объясняются деградацией оксидного слоя, нарушением целостности поверхности, образованием микротрещин и ростом магнитной неоднородности. Повышение H_c в 10 раз указывает на затруднённое перемещение доменных стенок из-за появления пиннинговых центров и локальной сегрегации элементов (в первую

очередь Co и Cr), что подтверждается как в эксперименте, так и в литературе. Изменение намагниченности насыщения, а также остаточной, указывает на комплексную перестройку магнитной микроструктуры.

Керр-микроскопия продемонстрировала высокую чувствительность к поверхностной деградации. У немодифицированных образцов после коррозии домены становятся фрагментированными, менее контрастными и хаотично ориентированными, тогда как в образцах с наноструктурированной поверхностью сохраняется частичная упорядоченность, несмотря на частичную деградацию. Это свидетельствует о защитной функции регулярной морфологии, способной частично стабилизировать магнитную текстуру за счёт повышения однородности и устойчивости оксидного слоя [187,196]

Таким образом:

- Поверхностная модификация сама по себе не ухудшает магнитные характеристики, а может повысить стабильность доменной структуры;
- Коррозия существенно влияет на магнитные свойства, формируя дефекты, нарушающие движение доменных стенок и увеличивающие магнитную жёсткость;
- Комбинированное использование методов ВМ и Керр-микроскопии позволяет дифференцированно анализировать объёмный и приповерхностный вклад в изменение свойств.

Результаты подтверждают, что даже неглубокие поверхностные модификации оказывают значительное влияние на магнитные свойства аморфных сплавов в агрессивных средах. Это открывает перспективы использования таких структурированных покрытий в приложениях, где требуется магнитная стабильность и устойчивость к коррозии: сенсорные устройства, магнитные покрытия и элементы в агрессивной среде [187,196]

4.4. Итоговые выводы к главе 4.

Проведённое в четвёртой главе комплексное исследование трёх различных серий наноструктурированных и аморфных магнитных материалов позволило выявить ключевые закономерности, определяющие связь между

морфологией, фазовым состоянием и особенностями магнитного отклика при варьировании условий термической или химической обработки.

Во всех рассмотренных системах (аморфных лентах $\text{Ni}_{41.1}\text{Co}_{31.6}\text{Fe}_{7.7}\text{Si}_{13.1}\text{B}_{6.5}$ и $\text{Co}_{75}\text{Si}_{15}\text{Fe}_5\text{Cr}_{4.5}\text{Al}_{0.5}$, нанокристаллизующихся плёнках $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{B}_{19.2}\text{O}_{3.0}$) было обнаружено, что приповерхностная область материала играет критическую роль в формировании магнитных свойств. Магнитооптические методы, благодаря своей высокой чувствительности к тонким приповерхностным слоям (20–30 нм), позволяют не только регистрировать изменения, вызванные структурными преобразованиями, но и наглядно визуализировать формирующиеся доменные конфигурации.

В случае лент NiCoFeSiB , несмотря на аморфную природу, зафиксирована устойчивая зигзагообразная доменная структура, сохраняющаяся после циклов перемагничивания. Это указывает на наличие остаточной анизотропии, связанной с направлением прокатки и условиями быстрой закалки. Впервые показано, что в аморфных системах может формироваться ориентированная магнитная текстура, приводящая как к смещению петель гистерезиса, так и к изменению знака магнитооптического отклика.

Плёнки FeTiVO продемонстрировали чёткую эволюцию магнитных свойств под действием термической обработки: с ростом температуры отжига усиливается вклад фазы $\alpha\text{-Fe}$, что подтверждается как по спектральным данным, так и по характерной форме приповерхностных гистерезисных петель. Двух- и трёхступенчатое перемагничивание, наблюдаемое в петлях гистерезиса, полученных методом Керр-микроскопии, а также визуализация полосовых доменов в образцах, отожженных при 400 °С, указывают на начальное расслоение фаз и возникновение перпендикулярной анизотропии в приповерхностной области задолго до того, как аналогичные изменения начинают фиксироваться объёмными методами.

В серии аморфных сплавов CoSiFeCrAl исследование влияния модификации поверхности показало, что регулярное наноструктурирование

(анодное окисление) не оказывает значительного влияния на начальные объёмные характеристики, но способствует упорядочиванию доменной структуры и частично стабилизирует её в условиях внешнего коррозионного воздействия. После экспозиции в агрессивной среде фиксируется рост коэрцитивной силы и деградация доменной структуры, что особенно выражено у немодифицированных образцов. Модифицированная поверхность частично сохраняет магнитную текстуру, что свидетельствует о защитной роли наноструктурированного слоя.

Сравнительный анализ всех трёх серий показал, что:

- поверхностная магнитная анизотропия играет важную роль в формировании микромагнитной структуры в аморфных и наноструктурированных материалах;
- процессы кристаллизации, коррозии и текстурирования влияют на магнитные свойства преимущественно с поверхности, что особенно отчётливо проявляется в результатах Керр-спектроскопии и микроскопии;
- магнитооптические методы обеспечивают уникальную возможность раннего выявления фазовых изменений, локальной анизотропии и нестабильности магнитной текстуры, недоступных для объёмных магнитометрических подходов.

Таким образом, производство, термическая и химическая обработки приводят к заметным структурным и магнитным перестройкам, которые проявляются в виде формирования многофазной структуры, усиления локальной анизотропии и изменения характера перемагничивания. Применение магнитооптических методов в сочетании с магнитометрией позволяет детализировать приповерхностно-объёмные различия в многокомпонентных плёнках и служит эффективным инструментом диагностики ранних стадий кристаллизации.

Основные результаты и выводы

В настоящей работе проведено комплексное магнитооптическое и магнитометрическое исследование наноструктурированных магнитных материалов различной природы: гранулированных композитов $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$, многослойных структур $\{[(\text{CoFeB})(\text{SiO}_2)]/\text{ZnO}\}_n$, оксидных нанокомпозитов $(\text{Co})_x(\text{CoO})_{100-x}$, а также аморфных и нанокристаллических лент и плёнок.

Магнитооптические методы (Керр-спектроскопия и Керр-микроскопия), совместно с вибрационной магнитометрией, обеспечивают чувствительное и взаимодополняющее зондирование магнитных свойств в наноструктурированных материалах. Их сочетание позволяет:

- фиксировать формирование магнитных корреляций и коллективного упорядочения на ранних стадиях;
- устанавливать роль морфологии, интерфейсов и межфазного обменного взаимодействия в формировании магнитных свойств;
- анализировать влияние структурных, термически и химически индуцированных изменений приповерхностного слоя на процессы перемагничивания и магнитную анизотропию.

Проведенная работа позволяет сформулировать следующие выводы:

1. Для гранулированных композитов $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$ эволюция магнитного состояния при увеличении концентрации металлической фазы осуществляется через магнитно-неоднородное суперферромагнитное состояние. При $x \lesssim 20\%$ система находится в суперпарамагнитном состоянии; при $x \approx 32-36\%$ формируется суперферромагнитное состояние, характеризующееся частичной корреляцией магнитных моментов и появлением нелинейных полевых зависимостей ЭЭК; при $x \geq 44\%$ устанавливается устойчивый ферромагнитный порядок, сопровождающийся гистерезисом и формированием доменной структуры (для структуры, полученной объемным напылением). Концентрационные границы

суперферромагнитного состояния зависят от технологии осаждения, определяющей морфологию металлической фазы.

2. В многослойных структурах $\{[(\text{CoFeV})(\text{SiO}_2)]/\text{ZnO}\}_n$, напыленных ультратонкими слоями с толщиной каждого до 5 нм, при фиксированной концентрации CoFeV магнитное состояние остаётся суперпарамагнитным во всём диапазоне исследованных толщин. Прослойка ZnO действует как оптический и интерфейсный модификатор, влияя на спектры ЭЭК, но не влияя на ферромагнитное упорядочение.

3. В оксидных нанокompозитах $(\text{Co})_x(\text{CoO})_{100-x}$ локальный ферромагнитный порядок формируется уже при $x \approx 3.5\%$, что существенно ниже классических перколяционных порогов для металл–диэлектрических композитов. Это обусловлено сегрегацией Co вдоль границ зёрен поликристаллического CoO и возникновением обменно-связанных ферромагнитных кластеров, не формирующих непрерывной сети и обладающих повышенной магнитной анизотропией.

4. Термическая обработка аморфных плёнок $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{V}_{19.2}\text{O}_{3.0}$ вызывает переход к нанокристаллическому состоянию, сопровождаемый увеличением намагниченности, выраженной локальной анизотропией, неоднородной доменной структурой. Эти факторы указывают на то, что термообработка приводит к локальной фазовой сегрегации и росту кристаллических участков формирующих направленные агрегации кристаллитов, что согласуется с моделью зарождения кристаллитов в аморфной матрице и усилением обменного взаимодействия между ними.

5. В аморфных лентах сплава $\text{Co}_{75}\text{Si}_{15}\text{Fe}_5\text{Cr}_{4.5}\text{Al}_{0.5}$ поверхностная модификация методом анодного окисления не приводит к существенным изменениям объёмных магнитных характеристик, однако способствует формированию более анизотропной доменной структуры и частичной её стабилизации при воздействии агрессивной коррозионной среды. При отсутствии наноструктурированного слоя коррозия вызывает заметный рост коэрцитивной силы и деградацию магнитной текстуры, тогда как

модифицированная поверхность частично сохраняет доменную структуру, демонстрируя защитную функцию сформированного оксидного слоя.

Список опубликованных работ автора по теме диссертации:

Публикации автора в рецензируемых научных журналах, удовлетворяющие требованиям Положения о присуждении ученых степеней в МГУ имени М.В. Ломоносова:

A1 Перова Н.Н., Ганьшина Е.А., Припеченков И.М., Гридин Д.М., Харин Е.В., Теджетов В.А., Шефтель Е.Н., Грановский А.Б. Влияние отжига на магнитооптические свойства нанокристаллических плёнок $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{B}_{19.2}\text{O}_{3.0}$ // Вестник Московского университета. Серия 3: Физика, астрономия. – 2024. – Vol. 79, № 5. – P. 2450504. (Импакт-фактор 0,52 (РИНЦ). Объем 0,7 п.л. Вклад автора: 0,7. EDN: VKIKUH).

Perova N.N., Ganshina E.A., Pripechenkov I.M., Gridin D.M., Harin E.V., Tejetov V.A., Sheftel E.N., Granovsky A.B. Influence of annealing on magneto-optical properties of $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{B}_{19.2}\text{O}_{3.0}$ nanocrystalline films // Moscow University Physics Bulletin. 2024. – Vol. 79, № 5. – P. 616 – 620.

A2 Kalinin Y.E., Sitnikov A.V., Makagonov V.A., Foshin V.A., Volochaev M.N., Pripechenkov I.M., Perova N.N., Ganshina E.A., Rylkov V.V., Granovsky A.B. Magnetic properties and magnetoresistance of hybrid multilayer nanostructures $\{[(\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20})_{34}(\text{SiO}_2)_{66}]/\text{ZnO}\}_n$ // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2024. – Vol. 604. – P. 172287. (Импакт-фактор 2,9 (JIF). Объем 1,2 п.л. Вклад автора: 0,3. EDN: RGINEG).

A3 Ганьшина Е.А., Припеченков И.М., Перова Н.Н., Каназакова Е.С., Николаев С.Н., Ситников А.С., Грановский А.Б., Рыльков В.В. Магнитооптическая спектроскопия нанокомпозитов $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$ до порога перколяции: от суперпарамагнетизма и суперферромагнетизма до ферромагнетизма // Физика металлов и металловедение. 2023. – Vol. 124, № 2. – С. 134 – 140. (Импакт-фактор 1,29 (РИНЦ). Объем 0,7 п.л. Вклад автора: 0,4. EDN: HKTUCR).

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 $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$ with concentrations up to the percolation

threshold: from superparamagnetism and superferromagnetism to ferromagnetism // *Physics of Metals and Metallography*. 2023. – Vol. 124, № 2. – P. 126–132. (DOI: 10.1134/s0031918x22601949).

A4 Sitnikov A.V., Makagonov V.A., Kalinin Y.E., Kushchev S.B., Foshin V.A., Perova N.N., Ganshina E.A., Granovsky A.B. Magnetic, magnetoresistive and structural properties of $\text{Co}_x(\text{CoO})_{100-x}$ thin film composites // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2023. – Vol. 587. – P. 171154. (Импакт-фактор 2,9 (JIF). Объем 1,5 п.л. Вклад автора: 0,3. EDN: JLTKZV).

A5 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 нанокompозитов // *Журнал экспериментальной и теоретической физики*. 2023. – Vol. 164, № 4. – P. 662–672. (Импакт-фактор 0,75 (РИНЦ). Объем 1,1 п.л. Вклад автора: 0,3. EDN: XLZRSE).

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. Magneto-optical Kerr spectroscopy of nanocomposites // *Journal of Experimental and Theoretical Physics*. – 2023. – V. 137. – №. 4. – P. 572-581. (DOI: 10.1134/S1063776123100151).

A6 Kuznetsova I., Lebedeva O., Kultin D., Perova N., Kalmykov K., Chernavskii P., Perov N., Kustov L. Is a 2D nanostructured surface capable of changing the corrosion and magnetic properties of an amorphous alloy? // *International Journal of Molecular Sciences*. 2023. – Vol. 24, № 17. – P. 13373. (Импакт-фактор 4,9 (JIF). Объем 2,5 п.л. Вклад автора: 0,3. EDN: JENIXJ).

A7 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. – Vol. 470. – P. 135–138. (Импакт-фактор 2,9 (JIF). Объем 0,5 п.л. Вклад автора: 0,3. EDN: RNQHEG).

Иные публикации:

A8 Самченко С.В., Перова Н.Н., Шапаева Т.Б., Перов Н.С. Измерение подвижности доменных границ в аморфных лентах NiCoFeSiB с помощью

Керр-микроскопии // Ученые записки Физического факультета МГУ. 2024.– Vol. 2441701, № 4.– P. 1–5.

A9 Vyzulin S., Gan'shina E., Garshin V., Perova N., Syr'ev N. Magneto-optical and magnetic resonance properties of nano-scaled granular films $(\text{CoFeB})_x(\text{SiO}_2)_{100-x}$ and $(\text{CoFeB})_xC_{100-x}$ // EPJ Web of Conferences – EDP Sciences, 2018.– Vol. 185.– P. 04002.

Тезисы:

A10 Perova N.N., Samchenko S.V., Simdyanova M.A., Radjabov R.M., Perov N.S., Gan'shina E.A., Granovsky A.B. Visualization of magnetic reversal and domain structure in amorphous ribbons //IX Euro-Asian Symposium "Trends in MAGnetism"(EASTMAG-2025): Abstracts. – 2025. – С. 282-283.

A11 Самченко С.В., Перова Н.Н., Шапаева Т.Б. Особенности перемагничивания быстрозакалённых лент NiCoSiFeB // "Оптические технологии, материалы и системы» (ОПТОТЕХ-2024). – 2024

A12 Самченко С.В., Перова Н.Н., Шапаева Т.Б., Перов Н.С. Изучение динамики доменных границ аморфных лент NiCoSiFeB с помощью меридионального эффекта Керра //Сборник трудов XXV Международной конференции Новое в Магнетизме и Магнитных Материалах (НМММ-2024). – 2024.

A13 Калинин Ю.Е., Ситников А.В., Макагонов В.А., Фошин В.А., Волочаев М.Н., Припеченков И.М., Перова Н.Н., Ганьшина Е.А., Рыльков В.В., Грановский А.Б. Магнитные свойства и магнитосопротивление многослойных наноструктур $\{[(\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20})_{34}(\text{SiO}_2)_{66}]/\text{ZnO}\}_n$ // Сборник трудов XXV Международной конференции Новое в Магнетизме и Магнитных Материалах (НМММ-2024). – 2024.

A14 Перова Н.Н., Ганьшина Е.А., Харин Е.В., Гридин Д.М., Теджетов В.А., Шефтель Е.Н., Грановский А.Б. Влияние отжига на магнитные свойства нанокристаллических плёнок $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{B}_{19.2}\text{O}_{3.0}$ // Сборник трудов XXV Международной конференции Новое в Магнетизме и Магнитных Материалах (НМММ-2024). – 2024. P. – 996.

A15 Samchenko S.V., Simdyanova M.A., Perova N.N., Radjabov R.M., Perov N.S., Gan'shina E.A., Granovsky A.B. Magneto-optical Kerr Visualization of Amorphous Ribbons Magnetic Microstructure // Book of Abstract of IBCM 2025, *BFU Kaliningrad.* – 2025, p. 181

A16 Perova N.N., Samchenko S.V., Shapaeva T.B., Perov N.S., Gan'shina E.A. Magneto-optical and magnetic properties of rapidly quenched amorphous NiCoSiFeB ribbons // Abstracts of 7th International conference of Asian Union of Magnetic Societies, Magnetic Society of Japan Okinawa. – 2025, p. 359

A17 Perova N.N., Pripechenkov I.M., Gan'shina E.A., Nikolaev S.N., Sitnikov A.V., Granovskiy A.B., Ryl'kov V.V. Magnetic and magneto-optical properties of hybrid multilayer nanostructures $\{[(\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20})_{34}(\text{SiO}_2)_{66}]/\text{ZnO}\}_n$ // Program and abstract the 5th International Symposium on advanced magnetic materials and applications, Ho Shi Min University Vietnam. – 2024, p. 358

A18 Sitnikov A.V., Makagonov V.A., Kalinin Yu.E., Kushchev S.B., Foshin V.A., Granovsky A.B., Gan'shina E.A., Perova N.N. Magnetic hysteresis, magnetoresistance and structure of $\text{Co}_n(\text{CoO})_{100-n}$ thin-film composites // Book of abstracts of Samarkand International Symposium on Magnetism SISM-2023, Samarkand. – 2023, p. 286

A19 Perova N.N., Ganshina E.A., Granovsky A.B., Kanazakova E.S., Pripechenkov I.M., Sitnikov A.V. Peculiarities of the Magneto-optical Properties of $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$ Nanocomposites in the Percolation Region // Book of abstracts of The 6th International Conference of Asian Union of Magnetics Societies. – 2023. – C. 138

A20 Gan'shina E.A., Perova N.N., Garshin V.V., Zykov G., Aleshnikov A., Kalinin Yu., Sitnikov A. Magneto-optical properties of nanocomposites ferromagnetic- carbon // Book of Abstract of IBCM 2017, *BFU Kaliningrad.* – 2017

A21 Vyzulin S.A., Gan'shina E.A., Garshin V.V., Perova N.N., Syr'ev N.E. Magneto-optical and Magnetic Resonance Properties Of Nano-Scaled Granular Films $(\text{CoFeB})_x(\text{SiO}_2)_{100-x}$ and $(\text{CoFeB})_xC_{100-x}$ // Book of Abstract of MISM 2017, Moscow Faculty of Physics M.V. Lomonosov MSU. – 2017.– p. 1067

Список литературы:

1. Luo H., Wang Z., He Y., Song Y. Enhanced Magneto-optical Kerr Effects by Micron Array Thin Films with Organic-Inorganic Interface. // *Coatings*. 2024; Vol. 15(1) №30. P.1–12. DOI: 10.20944/preprints202411.1928.v1.
2. Bilal M., Iqbal H.M.N., Adil S.F., Shaik M.R., Abdelgawad A., Hatshan M.R., Khan M. Surface-coated magnetic nanostructured materials for robust bio-catalysis and biomedical applications-A review. // *Journal of Advanced Research*. 2022; Vol. 38 P.157–177. DOI: 10.1016/j.jare.2021.09.013.
3. Nisticò R., Cesano F., Garello F. Magnetic materials and systems: Domain structure visualization and other characterization techniques for the application in the materials science and biomedicine. // *Inorganics*. 2020; Vol. 8(1) №6. P.1–59. DOI: 10.3390/inorganics8010006.
4. Raeisi M., Alijani H.Q., Peydayesh M., Khatami M., Bagheri Baravati F., Borhani F., Slouf M., Soltaninezhad S. Magnetic cobalt oxide nanosheets: green synthesis and in vitro cytotoxicity. // *Bioprocess and Biosystems Engineering*. 2021; Vol. 44 №7. P.1423–1432. DOI: 10.1007/s00449-021-02518-6.
5. Probst H., Möller C., Schumacher M., Brede T., Dewhurst J.K., Reutzel M., Steil D., Sharma S., Jansen G.S.M., Mathias S. Unraveling femtosecond spin and charge dynamics with extreme ultraviolet transverse MOKE spectroscopy. // *Physical Review Research*. 2024; Vol. 6 №1. P.013107. DOI: 10.1103/PhysRevResearch.6.013107.
6. Višňovský Š. Transmission magneto-optics in synthetic antiferromagnets. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2024 P.172724. DOI: 10.1016/j.jmmm.2024.172724.
7. Saravanan L., Gupta N.K., Garcia C., Chaudhary S. Tailoring magnetic properties of CoFeB films via tungsten buffer and capping layers. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2025; Vol. 614. DOI: 10.1016/j.jmmm.2024.172701.
8. Wu J. Bin, Wu H., Tan P.H. Magneto-Optical Interactions in Layered Magnets. // *Advanced Functional Materials*. 2024; Vol. 34 №30. P.2312214. DOI: 10.1002/adfm.202312214.

9. Tudu B., Tiwari A. Recent Developments in Perpendicular Magnetic Anisotropy Thin Films for Data Storage Applications. // *Vacuum*. 2017; Vol. 146 P.329–341. DOI: 10.1016/J.VACUUM.2017.01.031.

10. Pradhan S., Satapathy S., Nayak M., Mohanty J.R., Mishra S.K., Majumder S.K. Magneto-optical Kerr effect (MOKE) and magnetic force microscopy (MFM) studies on Cr/Ni nanodot arrays deposited using innovative nano-stencil method. // *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*. 2024; Vol. 35 №33. P.2094. DOI: 10.1007/s10854-024-13829-1.

11. Nie M., Jiang C., Song W., Chen M., He J., Chen Z., Li Z., Jia G., Guo H. Magnetic domain structure and electromagnetic performance of amorphous and nanocrystalline soft magnetic composites treated by magnetic field assisted annealing. // *Journal of Alloys and Compounds*. 2024; Vol. 1005 P.175995. DOI: 10.1016/j.jallcom.2024.175995.

12. Holländer R.B., Müller C., McCord J. Magnetic Domain Wall Networked Films – Configurational Switching for Tunable Magnetization Dynamics by Perforated Thin Films. // *Advanced Materials Technologies*. 2024; Vol. 9 №7. P.2301959. DOI: 10.1002/admt.202301959.

13. Kalinin Y.E., Sitnikov A.V., Makagonov V.A., Foshin V.A., Volochaev M.N., Pripechenkov I.M., Perova N.N., Ganshina E.A., Rylkov V. V., Granovsky A.B. Magnetic properties and magnetoresistance of hybrid multilayer nanostructures $\{[(\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20})_{34}(\text{SiO}_2)_{66}]/[\text{ZnO}]\}_n$. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2024; Vol. 604 P.172287. DOI: 10.1016/j.jmmm.2024.172287.

14. Sheftel E.N., Tedzhetov V.A., Harin E.V, Kiryukhantsev-Korneev P.V, Zhigalina O.M., Usmanova G.S. Magnetron-Deposited FeTiB Films: From Structural Metastability to the Specific Magnetic State. // *Coatings*. 2024; Vol. 14(4) №475. P.1–15. DOI: 10.3390/COATINGS14040475.

15. Zvezdin A.K., Kotov V.A. *Modern Magneto-optics and Magneto-optical Materials*. 1st Edition. CRC Press; 1997. DOI: 10.1201/9781420050844.

16. Haider T.A Review of Magneto-Optic Effects and Its Application. // *International Journal of Electromagnetics and Applications*. 2017; Vol. 7 №1. P.17–24. DOI: 10.5923/j.ijea.20170701.03.

17. Christensen D. V, Staub U., Devidas T.R., Kalisky B., Nowack K.C., Webb J., Andersen U., Huck A., Broadway D.A., Wagner K., Maletinsky P., van der Sar T., Du C.R., Yacoby A., Collomb D., Bending S., Oral A., Hug H.J. *et al.* 2024 Roadmap on Magnetic Microscopy Techniques and Their Applications in Materials Science. // *Journal of Physics: Materials*. 2024; Vol. 7 №3. P.032501. DOI: 10.3929/ethz-b-000669936.

18. Cao Z., Li S., Pan Y., Zhao J., Ye S., Zhang X., Zhao W. Characterization of Magnetic Thin Films and Spintronic Devices Using Magneto-optic Kerr Microscopy. // *Advanced Devices & Instrumentation*. 2024; Vol. 5 №12. P.0060. DOI: 10.34133/adi.0060.

19. 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 нанокompозитов. // *ЖЭТФ*. 2023; Vol. 164 №4(10). P.662–672. DOI: 10.31857/S0044451023100188.

20. Ганьшина Е.А., Припеченков И.М., Перова Н.Н., Каназакова Е.С., Николаев С.Н., Ситников А.С., Грановский А.Б., Рыльков В.В. Магнитооптическая спектроскопия нанокompозитов (CoFeB)_x(LiNbO₃)_{100-x} до порога перколяции: от суперпарамагнетизма и суперферромагнетизма до ферромагнетизма. // *Физика Металлов и Металловедение*. 2023; Vol. 124 №2. P.134–140. DOI: 10.31857/s0015323022601313.

21. Soldatov I.V., Zehner J., Leistner K., Kang T., Karanushenko D., Schäfer R. Advanced, Kerr-microscopy-based MOKE magnetometry for the anisotropy characterisation of magnetic films. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2021; Vol. 529 P.167889. DOI: 10.1016/j.jmmm.2021.167889.

22. Périgo E.A., Weidenfeller B., Kollár P., Füzér J. Past, present, and future of soft magnetic composites. // *Applied Physics Reviews*. 2018; Vol. 5 №3. P.31301. DOI: 10.1063/1.5027045/123950.

23. Chu Z., Pourhosseiniasl M., Dong S. Review of multi-layered magnetoelectric composite materials and devices applications. // *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2018; Vol. 51 №24. P.243001. DOI: 10.1088/1361-6463/AAC29B.

24. Madkour L.H. Classification of Nanostructured Materials. // *Advanced Structured Materials*. 2019; Vol. 116 P.269–307. DOI: 10.1007/978-3-030-21621-4_9.
25. Bekir Aktaş, Lenar R. Tagirov, Faik Mikailov. *Nanostructured Magnetic Materials and their Applications*. 1st ed. Springer Dordrecht; 2004. DOI: 10.1007/978-1-4020-2200-5.
26. Leslie-Pelecky D.L., Rieke R.D. Magnetic Properties of Nanostructured Materials. // *Chemistry of Materials*. 1996; Vol. 8 №8. P.1770–1783. DOI: 10.1021/CM960077F.
27. Charra F., Gota-Goldmann S., Warlimont H. Nanostructured materials. // *Springer Handbooks*. 2018 P.1037–1076. DOI: 10.1007/978-3-319-69743-7_28/FIGURES/42.
28. Morita S. Atom world based on nano-forces: 25 years of atomic force microscopy. // *Journal of Electron Microscopy*. 2011; Vol. 60 №SUPPL. 1. P.S199–S211. DOI: 10.1093/JMICRO/DFR047.
29. Eigler D.M., Schweizer E.K. Positioning single atoms with a scanning tunnelling microscope. // *Nature*. 1990; Vol. 344 №6266. P.524–526. DOI: 10.1038/344524a0.
30. Pacheco I., Buzea C. Nanomaterials and Nanocomposites: Classification and Toxicity. // *Handbook of Nanomaterials and Nanocomposites for Energy and Environmental Applications: Volumes 1-4*. 2021; Vol. 1 P.1–37. DOI: 10.1007/978-3-030-36268-3_1.
31. Pokropivny V. V., Skorokhod V. V. Classification of nanostructures by dimensionality and concept of surface forms engineering in nanomaterial science. // *Materials Science and Engineering: C*. 2007; Vol. 27 №5–8. P.990–993. DOI: 10.1016/J.MSEC.2006.09.023.
32. Johnston R.L. The development of metallic behaviour in clusters. // *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*. 1998; Vol. 356 №1735. P.211–230. DOI: 10.1098/RSTA.1998.0158;WGROU:STRING:PUBLICATION.
33. Матренин С.В., Овечкин Б.Б. *Наноструктурные материалы в машиностроении: [учебное пособие для вузов]*. Томск: Изд-во Томского политехнического ун-та; 2010.

34. Sharipov A.S., Loukhovitski B.I. Small atomic clusters: quantum chemical research of isomeric composition and physical properties. // *Structural Chemistry* 2019 30:6. 2019; Vol. 30 №6. P.2057–2084. DOI: 10.1007/S11224-019-01417-7.
35. Shekhawat D., Vauth M., Pezoldt J. Size Dependent Properties of Reactive Materials. // *Inorganics*. 2022; Vol. 10 №4. P.56. DOI: 10.3390/INORGANICS10040056.
36. He X., Zhong W., Au C.T., Du Y. Size dependence of the magnetic properties of Ni nanoparticles prepared by thermal decomposition method. // *Nanoscale Research Letters*. 2013; Vol. 8 №1. P.446. DOI: 10.1186/1556-276X-8-446.
37. Jalal S.K., Mawlood S.A. Size dependent thermodynamic properties of nanoparticles. // *International Journal of Thermodynamics*. 2020; Vol. 23 №4. P.245–250. DOI: 10.5541/IJOT.771458.
38. Yurasov A.N., Yashin M.M., Gladyshev I. V., Semyonova D. V., Gan'shina E.A., Kanazakova E.S. Influence of size effects and granule distribution by size on optical and magneto-optical properties of nanocomposites. // *Russian Technological Journal*. 2021; Vol. 9 №3. P.49–57. DOI: 10.32362/2500-316x-2021-9-3-49-57.
39. Fu P., Shi J., Shi R., Zhang Y., Qi J., Yang Y. Effect of low magnetic field heat treatment process on grain sizes and soft magnetic properties of Finemet cores. // *Materials Today Communications*. 2023; Vol. 36 P.106685. DOI: 10.1016/J.MTCOMM.2023.106685.
40. Coey J.M.D. Magnetism and Magnetic Materials. // *Magnetism and Magnetic Materials*. 2010; Vol. 9780521816144 P.1–617. DOI: 10.1017/CBO9780511845000.
41. Marty F., Vaterlaus A., Weich V., Stamm C., Maier U., Pescia D. Ultrathin magnetic particles. // *Journal of Applied Physics*. 1999; Vol. 85 №8. P.6166–6168. DOI: 10.1063/1.370031.
42. Enders A., Skomski R., Honolka J. Magnetic surface nanostructures. // *Journal of Physics Condensed Matter*. 2010; Vol. 22 №43. P.433001. DOI: 10.1088/0953-8984/22/43/433001.

43. McHenry M.E., Willard M.A., Laughlin D.E. Amorphous and nanocrystalline materials for applications as soft magnets. // *Progress in Materials Science*. 1999; Vol. 44 №4. P.291–433. DOI: 10.1016/S0079-6425(99)00002-X.
44. Iskhakov R.S., Komogortsev S.V. Magnetic microstructure of amorphous, nanocrystalline, and nanophase ferromagnets. // *Physics of Metals and Metallography*. 2011; Vol. 112 №7. P.666–681. DOI: 10.1134/S0031918X11070064.
45. 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; Vol. 95 №14. P.144202. DOI: 10.1103/PhysRevB.95.144202.
46. Song X., Shi G., Fan G., Liu Y., Fan R. Tunable Negative Permittivity in Graphene/Poly(Vinylidene Fluoride) Composites with Low Percolation Threshold. // *Advanced Engineering Materials*. 2024; Vol. 26 №2. P.2300203. DOI: 10.1002/ADEM.202300203.
47. Yang B., Yang Z., Zhou Z., Zhang J., Bao J. Crystallization induced segregated structure for outstanding conductive property with low percolation threshold. // *Plastics, Rubber and Composites*. 2024; Vol. 53 №1. P.13–24. DOI: 10.1177/14658011231218951.
48. Zubakin D. *Magneto-optical Properties of Nanomulti-layer Structures: Nanocomposite near the Percolation Threshold - Silicon*. Moscow: 2013.
49. Hernando A., González J.M. Soft and hard nanostructured magnetic materials. // *Hyperfine Interactions*. 2000; Vol. 130 №1–4. P.221–240. DOI: 10.1023/A:1011096522429/METRICS.
50. Granitzer P., Rumpf K. Physical properties of semiconducting/magnetic nanocomposites. // *Frontiers in Materials*. 2015; Vol. 2 №4. P.1–8. DOI: 10.3389/fmats.2015.00004.
51. Talaat A., Suraj M.V., Byerly K., Wang A., Wang Y., Lee J.K., Ohodnicki P.R. Review on soft magnetic metal and inorganic oxide nanocomposites for power applications. // *Journal of Alloys and Compounds*. 2021; Vol. 870 P.159500. DOI: 10.1016/j.jallcom.2021.159500.

52. Rylkov V.V., Sitnikov A.V., Nikolaev S.N., Demin V.A., Taldenkov A.N., Presnyakov M.Y., Emelyanov A. V., Vasiliev A.L., Kalinin Y.E., Bugaev A.S., Tugushev V.V., Granovsky A.B. Properties of granular $(\text{CoFeB})_x(\text{Al}_2\text{O}_3)_{100-x}$ and $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x}$ nanocomposites: Manifestation of superferromagnetic ordering effects. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2018; Vol. 459 P.197–201. DOI: 10.1016/j.jmmm.2017.11.022.
53. Meilikhov E.Z., Raquet B., Rakoto H. Magnetoresistance of a ferromagnetic metal nanocomposite with nonspherical granules. // *Journal of Experimental and Theoretical Physics*. 2001; Vol. 92 №5. P.816–819. DOI: 10.1134/1.1378173.
54. Shklovskii B.I., Éfros A.L. Percolation theory and conductivity of strongly inhomogeneous media. // *Uspekhi Fizicheskikh Nauk*. 1975; Vol. 117 №11. P.401. DOI: 10.3367/ufnr.0117.197511a.0401.
55. Buravtsova V., Gan'shina E., Kalinin Y., Sitnikov A. Magneto-Optical Response Amplification In Multi-Layer Nanocomposite-Semiconductor Structures. // *EPJ Web of Conferences*. 2018; Vol. 185 P.03013. DOI: 10.1051/epjconf/201818503013.
56. Sampaio W.R.V., Serra P.L.C., Dantas N.O., Sousa R.R.M. de, Silva A.C.A. Nanocomposites Thin Films: Manufacturing and Applications. *Nanocomposite Materials for Biomedical and Energy Storage Applications*, IntechOpen; 2022. DOI: 10.5772/INTECHOPEN.103961.
57. Romero-Fierro D., Bustamante-Torres M., Bravo-Plascencia F., Esquivel-Lozano A., Ruiz J.C., Bucio E. Recent Trends in Magnetic Polymer Nanocomposites for Aerospace Applications: A Review. // *Polymers*. 2022; Vol. 14 №19. P.4084. DOI: 10.3390/polym14194084.
58. Rylkov V., Taldenkov A., Demin V., Vedeneev A., Bugaev A., Granovsky A., Sitnikov A., Nikolaev S., Emelyanov A., Chernohlazov K., Nikiruy K., Drovosekov A., Blinov M., Fadeev E. Properties of Nanocomposites with Different Concentrations of Magnetic Ions in an Insulating Matrix. // *IEEE Magnetism Letters*. 2019; Vol. 10 P.2509504. DOI: 10.1109/LMAG.2019.2955060.
59. Amrillah T., Hermawan A., Wulandari C.P., Muthi'Ah A.D., Simanjuntak F.M. Crafting the multiferroic $\text{BiFeO}_3\text{-CoFe}_2\text{O}_4$ nanocomposite for next-

generation devices: A review. // *Materials and Manufacturing Processes*. 2021; Vol. 36 №14. P.1579–1596. DOI: 10.1080/10426914.2021.1945096.

60. Shepelin N.A., Tehrani Z.P., Ohannessian N., Schneider C.W., Pergolesi D., Lippert T. A practical guide to pulsed laser deposition. // *Chemical Society Reviews*. 2023; Vol. 52 №7. P.2294. DOI: 10.1039/D2CS00938B.

61. Jussila T., Philip A., Tripathi T., Nielsch K., Karppinen M. Atomic layer deposition of magnetic thin films: Basic processes, engineering efforts, and road forward. // *Applied Physics Reviews*. 2023; Vol. 10 №4. P.041313. DOI: 10.1063/5.0172732.

62. Lysne H., Brakstad T., Kildemo M., Reenaas T. Improved methods for design of PLD and combinatorial PLD films. // *Journal of Applied Physics*. 2022; Vol. 132 №12. P.125301. DOI: 10.1063/5.0105298.

63. Ebrahimi M., Luo B., Wang Q., Attarilar S. Enhanced Multifaceted Properties of Nanoscale Metallic Multilayer Composites. // *Materials 2024, Vol 17, Page 4004*. 2024; Vol. 17 №16. P.4004. DOI: 10.3390/MA17164004.

64. Buravtsova V.E., Ganshina E.A., Kirov S.A., Kalinin Y.E., Sitnikov A.V. Magneto-optical Properties of Layer-by-Layer Deposited Ferromagnet—Dielectric Nanocomposites. // *Materials Sciences and Applications*. 2013; Vol. 04 №04. P.16–23. DOI: 10.4236/MSA.2013.44A003.

65. Koski J., Chao H., Riggleman R.A. Field theoretic simulations of polymer nanocomposites. // *Journal of Chemical Physics*. 2013; Vol. 139 №24. P.244911. DOI: 10.1063/1.4853755.

66. Akram S., Castellon J., Agnel S., Zhou K., Habas J.P., Nazir M.T. Multilayer polyimide nanocomposite films synthesis process optimization impact on nanoparticles dispersion and their dielectric performance. // *Journal of Applied Polymer Science*. 2021; Vol. 138 №4. P.49715. DOI: 10.1002/APP.49715.

67. Hasegawa R. Amorphous magnetic materials — a history. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 1991; Vol. 100 №1–3. P.1–12. DOI: 10.1016/0304-8853(91)90809-O.

68. Egami T., Flanders P.J., Graham C.D. Amorphous alloys as soft magnetic materials. // *AIP Conference Proceedings*. 1975; Vol. 24 №1. P.697–701. DOI: 10.1063/1.30243.

69. Stachurski Z.H. A theoretical model of an ideal amorphous solid. // *Physics Procedia*. 2013; Vol. 48 P.55–58. DOI: 10.1016/J.PHPRO.2013.07.009.
70. To L.T., Daley D.J., Stachurski Z.H. On the definition of an ideal amorphous solid of uniform hard spheres. // *Solid State Sciences*. 2006; Vol. 8 №8. P.868–879. DOI: 10.1016/J.SOLIDSTATESCIENCES.2006.02.042.
71. Han X., Wu G., He D.S., Hong X. Single-element amorphous metals. // *Interdisciplinary Materials*. 2024; Vol. 3 №4. P.480–491. DOI: 10.1002/IDM2.12171;WGROU:STRING:PUBLICATION.
72. Herzer G. Modern soft magnets: amorphous and nanocrystalline materials. // *Acta Mater*. 2013; Vol. 61 №3. P.718–734. DOI: 10.1016/j.actamat.2012.10.040.
73. Jiang M., Wang J., Cai M., Li J., Dong W., Guo Z., Shen B. Improvement of soft magnetic properties for Fe-based amorphous/nanocrystalline alloy by longitudinal magnetic field annealing. // *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2025; Vol. 650 P.123382. DOI: 10.1016/j.jnoncrysol.2024.123382.
74. Bakonyi I., Babić E., Miljak M., Lück R., Bahle J., Hasegawa R., Kollár J. Magnetic properties of amorphous, crystalline, and liquid Ni-B alloys. // *Physical Review B*. 2002; Vol. 65 №10. P.104423. DOI: 10.1103/PhysRevB.65.104423.
75. Zhou J., You J., Qiu K. Advances in Fe-based amorphous/nanocrystalline alloys. // *Journal of Applied Physics*. 2022; Vol. 132 №4. P.040702. DOI: 10.1063/5.0092662.
76. Li F.C., Liu T., Zhang J.Y., Shuang S., Wang Q., Wang A.D., Wang J.G., Yang Y. Amorphous–nanocrystalline alloys: fabrication, properties, and applications. // *Materials Today Advances*. 2019; Vol. 4 P.100027. DOI: 10.1016/j.mtadv.2019.100027.
77. Feng Z., Geng H., Zhuang Y., Li P. Progress, Applications, and Challenges of Amorphous Alloys: A Critical Review. // *Inorganics*. 2024; Vol. 12 №9. P.232. DOI: 10.3390/INORGANICS12090232.
78. Wang Y., Tian Y., Kirk T., Laris O., Ross J.H., Noebe R.D., Keylin V., Arróyave R. Accelerated design of Fe-based soft magnetic materials using machine learning and stochastic optimization. // *Acta Materialia*. 2020; Vol. 194 P.144–155. DOI: 10.1016/J.ACTAMAT.2020.05.006.

79. Chu D., Lashgari H., Jiang Y., Ferry M., Laws K., Xie S., Sun H., Li S. Recent progress in high Bs and low Hc Fe-based nanocrystalline alloys. // *Nanotechnology Reviews*. 2014; Vol. 3 №2. P.153–159. DOI: 10.1515/NTREV-2013-0030.
80. Tsukahara H., Huang H., Suzuki K., Ono K. Formulation of energy loss due to magnetostriction to design ultraefficient soft magnets. // *NPG Asia Materials*. 2024; Vol. 16 №1. P.1–12. DOI: 10.1038/S41427-024-00538-8;TECHMETA=128,129;SUBJMETA=119,25,301,357,639,766,997;KWRD=APPLIED+PHYSICS,MAGNETIC+PROPERTIES+AND+MATERIALS.
81. Law C.J., Loomis R.A., Teague R., - al, Lei B., Zhang Y.Y., Zighem F., Faurie D. A review on nanostructured thin films on flexible substrates: links between strains and magnetic properties. // *Journal of Physics: Condensed Matter*. 2021; Vol. 33 №23. P.233002. DOI: 10.1088/1361-648X/ABE96C.
82. Madugundo R., Rama Rao N.V., Schönhöbel A.M., Salazar D., El-Gendy A.A. Recent Developments in Nanostructured Permanent Magnet Materials and Their Processing Methods. // *Magnetic Nanostructured Materials: From Lab to Fab*. 2018 P.157–198. DOI: 10.1016/B978-0-12-813904-2.00006-1.
83. Bian X., Sun M. Thermal-rate treatment and critical thickness for formation of amorphous Al₈₅Ni₁₀Ce₅ alloy. // *Materials Letters*. 2003; Vol. 57 №16–17. P.2460–2465. DOI: 10.1016/S0167-577X(02)01267-3.
84. Zhang S., Wang D., Wang T., Wu S., Li F. Tailoring the structure and properties of Fe-based amorphous ribbons via melt temperature. // *Journal of Alloys and Compounds*. 2025; Vol. 1022 P.179808. DOI: 10.1016/J.JALLCOM.2025.179808.
85. Gheiratmand T., Hosseini H.R.M. Finemet nanocrystalline soft magnetic alloy: Investigation of glass forming ability, crystallization mechanism, production techniques, magnetic softness and the effect of replacing the main constituents by other elements. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2016; Vol. 408 P.177–192. DOI: 10.1016/J.JMMM.2016.02.057.
86. Lashgari H.R., Chu D., Xie S., Sun H., Ferry M., Li S. Composition dependence of the microstructure and soft magnetic properties of Fe-based amorphous/nanocrystalline alloys: A review study. // *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2014; Vol. 391 P.61–82. DOI: 10.1016/J.JNONCRY SOL.2014.03.010.

87. Liu S., Zhu Y., Lai X., Zheng X., Jia R., Yuan X. Influence of Different Heat Treatment Temperatures on the Microstructure, Corrosion, and Mechanical Properties Behavior of Fe-Based Amorphous/Nanocrystalline Coatings. // *Coatings* 2019; Vol. 9 №12. P.858. DOI: 10.3390/COATINGS9120858.

88. Tiwari K., Querebillo C.J., Fernandez-Navas N., Roshchina M.Y., Hantusch M., Pavan C., Scaglione F., Fiore G., Turci F., Rizzi P., Gebert A. Surface nanostructuring of $Ti_{40}Cu_{40}Zr_{11}Fe_3Sn_3Ag_3$ amorphous alloy by alkaline chemical treatment for potential use as a biocompatible material. // *Journal of Alloys and Compounds*. 2024; Vol. 994 P.174703. DOI: 10.1016/J.JALLCOM.2024.174703.

89. Liu T., Zhang H., Kong F., Wang A., Dong Y., He A., Wang X., Ni H., Yang Y. Grain refinement mechanism of soft-magnetic alloys with nanocrystals embedded in amorphous matrix. // *Journal of Materials Research and Technology*. 2020; Vol. 9 №3. P.3558–3565. DOI: 10.1016/j.jmrt.2020.01.093.

90. Dmitrieva N. V., Lukshina V.A., Noskova N.I., Potapov A.P. Magnetic anisotropy induced by stress annealing, its thermal stability, and structure of the $Fe_{5}Co_{72}Si_{15}B_8$ alloy. // *Physics of Metals and Metallography*. 2007; Vol. 104 №1. P.53–58. DOI: 10.1134/S0031918X07070071.

91. Xu Z., Qin L. Effects of sputtering parameters and annealing temperatures on magnetic properties of CoFeB films. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2021; Vol. 538 P.168302. DOI: 10.1016/J.JMMM.2021.168302.

92. Перова Н.Н., Ганьшина Е.А., Припеченков И.М., Гридин Д.М., Харин Е.В., Теджетов В.А., Шефтель Е.Н., Грановский А.Б. Влияние отжига на магнитооптические свойства нанокристаллических плёнок $Fe_{72.4}Ti_{5.4}B_{19.2}O_{3.0}$. // *Вестник Московского Университета Серия 3: Физика, Астрономия*. 2024; Vol. 79 №5. P.2450504-1–2450504–5. DOI: 10.55959/MSU0579-9392.79.2450504.

93. Životský O., Markov D., Hrabovská K., Buršík J., Jirásková Y. Analysis of Magneto-Optical Hysteresis Loops of Amorphous and Surface-Crystalline Fe-Based Ribbons. // *Materials*. 2020; Vol. 14 №1. P.141. DOI: 10.3390/MA14010141.

94. Trojková J., Životský O., Hendrych A., Markov D., Drobíková K. Magnetic Domain Patterns in Bilayered Ribbons Studied by Magnetic Force Microscopy and Magneto-Optical Kerr Microscopy. // *Scanning*. 2018; Vol. 2018 P.8308460. DOI: 10.1155/2018/8308460.
95. Han M., Sun C., Xu H., Meng Y., Luo Q., Qiao B., Xu Y., Zhang T. Revealing the effect of rapid annealing on nano-crystallization behavior and soft magnetic properties of Fe–Co–B amorphous alloy. // *Journal of Materials Research and Technology*. 2023; Vol. 26 P.5425–5436. DOI: 10.1016/j.jmrt.2023.08.223.
96. Zhang W., Wang J., Sun C., Zhang T., Zhang X., Zhang T. Effect of Continuous Stress-annealing on the Structure and Magnetic Properties of Fe_{72.9}Si_{15.8}B_{6.9}Nb_{3.2}Cu₁Co_{0.2} Amorphous Alloy. // *Metals and Materials International*. 2023; Vol. 29 №10. P.3093–3101. DOI: 10.1007/S12540-023-01416-8/FIGURES/8.
97. Ma L., Zhao C., Ji W., Liu Q., Wang J. Giant magneto-impedance effect adjusted by electrolytic polishing and thinning of Co-based amorphous ribbons. // *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2022; Vol. 55 №34. P.345004. DOI: 10.1088/1361-6463/AC68AF.
98. Zhang S., Gan Z., Chen W., Zhao D. Low Frequency Giant Magneto-Impedance Effect of Co-Rich Ribbons Induced by Joule Annealing Treatment. // *Metals*. 2023; Vol. 13 №1. P.28. DOI: 10.3390/MET13010028.
99. Wei B., Li L., Shao L., Wang J. Crystalline–Amorphous Nanostructures: Microstructure, Property and Modelling. // *Materials* 2023; Vol. 16 №7. P.2874. DOI: 10.3390/MA16072874.
100. Xia Q., Ren P., Meng H. Corrosion Resistance of Amorphous-Nanocrystalline Composite Structure Materials. // *ACS Omega*. 2023; Vol. 8 №3. P.3348–3353. DOI: 10.1021/ACSOMEGA.2C07073.
101. Kimel A., Zvezdin A., Sharma S., Shallcross S., De Sousa N., García-Martín A., Salvan G., Hamrle J., Stejskal O., McCord J., Tacchi S., Carlotti G., Gambardella P., Salis G., Münzenberg M., Schultze M., Temnov V., Bychkov I. V. *et al.* The 2022 magneto-optics roadmap. // *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2022; Vol. 55 №46. P.463003. DOI: 10.1088/1361-6463/ac8da0.

102. Hrabovská K., Životský O., Rojíček J., Fusek M., Mareš V., Jirásková Y. Surface Magnetostriction of FeCoB Amorphous Ribbons Analyzed Using Magneto-Optical Kerr Microscopy. // *Materials* 2020, Vol 13, Page 257. 2020; Vol. 13 №2. P.257. DOI: 10.3390/MA13020257.
103. Rizal C., Shimizu H., Mejía-Salazar J.R. Magneto-Optics Effects: New Trends and Future Prospects for Technological Developments. // *Magnetochemistry*. 2022; Vol. 8 №94. P.1–17. DOI: 10.3390/magnetochemistry8090094.
104. Krinchik G.S., Artem'ev V.A. Magneto-optical properties of Ni, Co and Fe in the ultraviolet, visible and infrared parts of the spectrum. // *Sov Phys JETP*. 1968; Vol. 26 №6. P.1080–1085.
105. Antonov V., Harmon B., Yaresko A. *Electronic Structure and Magneto-Optical Properties of Solids*. 1st ed. Dordrecht : Springer Netherlands; 2004. DOI: 10.1007/1-4020-1906-8.
106. Sato K., Ishibashi T. Fundamentals of Magneto-Optical Spectroscopy. // *Frontiers in Physics*. 2022; Vol. 10 P.946515. DOI: 10.3389/fphy.2022.946515.
107. Stefanita C.G. Basis of Magneto-Optical Applications and Materials. // *Magnetism*. 2012 P.107–145. DOI: 10.1007/978-3-642-22977-0_4.
108. Allwood D.A., Xiong G., Cooke M.D., Cowburn R.P. Magneto-optical Kerr effect analysis of magnetic nanostructures. // *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2003; Vol. 36 №18. P.2175–2182. DOI: 10.1088/0022-3727/36/18/001.
109. Lan T., Ding B., Liu B. Magneto-optic effect of two-dimensional materials and related applications. // *Nano Select*. 2020; Vol. 1 №3. P.298–310. DOI: 10.1002/nano.202000032.
110. Dorosinskiy L., Sievers S. Magneto-Optical Indicator Films: Fabrication, Principles of Operation, Calibration, and Applications. // *Sensors*. 2023; Vol. 23 №8. P.4048. DOI: 10.3390/s23084048.
111. Višňovský Š. *Optics in magnetic multilayers and nanostructures*. CRC Press; 2006. DOI: 10.1201/9781420019193/OPTICS-MAGNETIC-MULTILAYERS-NANOSTRUCTURES-STEFAN-VISNOVSKY-BRIAN-THOMPSON/ACCESSIBILITY-INFORMATION.

112. Kumari S. A comprehensive study of magneto-optic materials and its applications. // *Materials Today: Proceedings*. 2022; Vol. 56 P.100–106. DOI: 10.1016/J.MATPR.2021.12.325.
113. Wang S., Nishikawa M., Ishibashi T., Sato K. Magneto-optical spectroscopy by the polarization modulation method using a multi-channel spectrometer. // *Japanese Journal of Applied Physics*. 2019; Vol. 59 №SE. P.SEEA02. DOI: 10.7567/1347-4065/ab5545.
114. Hoffmann M.A., Sharma A., Matthes P., Okano S., Hellwig O., Ecke R., Zahn D.R.T., Salvan G., Schulz S.E. Spectroscopic ellipsometry and magneto-optical Kerr effect spectroscopy study of thermally treated Co₆₀Fe₂₀B₂₀ thin films. // *Journal of Physics Condensed Matter*. 2019; Vol. 32 №5. P.055702. DOI: 10.1088/1361-648X/ab4d2f.
115. Soldatov I., Kolesnikova V., Rodionova V., Schaefer R. Interpretation of Kerr Microscopic Domain Contrast on Curved Surfaces. // *IEEE Magnetics Letters*. 2021; Vol. 12 P.7103804. DOI: 10.1109/LMAG.2021.3116791.
116. Jovicevic-Klug M., Jovicevic-Klug P., McCord J., Podgornik B. Investigation of microstructural attributes of steel surfaces through magneto-optical Kerr effect. // *Journal of Materials Research and Technology*. 2021; Vol. 11 P.1245–1259. DOI: 10.1016/J.JMRT.2021.01.106.
117. Urs N.O., Mozooni B., Mazalski P., Kustov M., Hayes P., Deldar S., Quandt E., McCord J. Advanced magneto-optical microscopy: Imaging from picoseconds to centimeters - Imaging spin waves and temperature distributions. // *AIP Advances*. 2016; Vol. 6 №5. P.055605. DOI: 10.1063/1.4943760.
118. Hubert A., Schäfer R. *Magnetic domains: the analysis of magnetic microstructures*. Springer Science & Business Media; 1998. DOI: 10.1007/978-3-540-85054-0.
119. Soldatov I. V., Schäfer R. Selective sensitivity in Kerr microscopy. // *Review of Scientific Instruments*. 2017; Vol. 88 №7. P.073701. DOI: 10.1063/1.4991820.
120. Schäfer R. Magneto-optical microscopy and its application. *IV. Magnetic materials with special functions*, Cluj-Napoca, Romania: European School on Magnetism: New magnetic materials and their functions; 2007.

121. Schäfer R., McCord J. Magneto-Optical Microscopy. // *Magnetic Measurement Techniques for Materials Characterization*. 2021 P.171–229. DOI: 10.1007/978-3-030-70443-8_9.
122. evico magnetics - magneto-optical kerr-microscope. <http://magnetics.evico.de/microscope.html> [accessed February 7, 2025].
123. Foner S. Versatile and Sensitive Vibrating-Sample Magnetometer. // *Review of Scientific Instruments*. 1959; Vol. 30 №7. P.548–557. DOI: 10.1063/1.1716679.
124. Smith D.O. Development of a Vibrating-Coil Magnetometer. // *Review of Scientific Instruments*. 1956; Vol. 27 №5. P.261–268. DOI: 10.1063/1.1715538.
125. Foner S. The vibrating sample magnetometer: Experiences of a volunteer (invited). // *Journal of Applied Physics*. 1996; Vol. 79 №8. P.4740–4745. DOI: 10.1063/1.361657.
126. Burgei W., Pechan M.J., Jaeger H. A simple vibrating sample magnetometer for use in a materials physics course. // *American Journal of Physics*. 2003; Vol. 71 №8. P.825–828. DOI: 10.1119/1.1572149.
127. Verma S. Magnetic Materials: Fundamentals and Applications. In: Raghumani S. Ningthoujam, Tyagi AK, editors. *Handbook of Materials Science, Volume 2*, vol. 2, Singapore: Springer; 2024. DOI: 10.1007/978-981-97-4646-0_2.
128. Paterson G.A., Zhao X., Jackson M., Heslop D. Measuring, Processing, and Analyzing Hysteresis Data. // *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*. 2018; Vol. 19 №7. P.1925–1945. DOI: 10.1029/2018GC007620.
129. Jackson M., Solheid P. On the quantitative analysis and evaluation of magnetic hysteresis data. // *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*. 2010; Vol. 11 №4. P.1–25. DOI: 10.1029/2009GC002932.
130. Zhao G., Wu C., Yan M. Enhanced magnetic properties of Fe soft magnetic composites by surface oxidation. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2016; Vol. 399 P.51–57. DOI: 10.1016/j.jmmm.2015.09.054.
131. Drovosekov A.B., Kreines N.M., Barkalova A.S., Nikolaev S.N., Rylkov V. V., Sitnikov A. V. Mechanisms of FMR line broadening in CoFeB-

LiNbO₃ granular films in the vicinity of metal-insulator transition. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2020; Vol. 495 P.165875. DOI: 10.1016/j.jmmm.2019.165875.

132. Matsukatova A.N., Nikiruy K.E., Minnekhanov A.A., Nikolaev S.N., Emelyanov A. V., Levanov V.A., Chernoglazov K.Y., Sitnikov A. V., Vedeneev A.S., Bugaev A.S., Rylkov V. V. Resistive Switching of Memristors Based on (Co₄₀Fe₄₀B₂₀)_x(LiNbO₃)_{100-x} Nanocomposite with a LiNbO₃ Interlayer: Plasticity and Time Characteristics. // *Journal of Communications Technology and Electronics*. 2020; Vol. 65 №10. P.1198–1203. DOI: 10.1134/S1064226920090077.

133. Drovosekov A.B., Kreines N.M., Barkalova A.S., Nikolaev S.N., Sitnikov A. V., Rylkov V. V. Effect of Slow Ion Relaxation at Ferromagnetic Resonance in a CoFeB-LiNbO Metal-Insulator Nanocomposite. // *JETP Letters*. 2020; Vol. 112 №2. P.84–87. DOI: 10.1134/S0021364020140088.

134. Ильясов А.И., Емельянов А.В., Никируй К.Э., Миннеханов А.А., Кукуева Е.В., Суражевский И.А., Ситников А.В., Рыльков В.В., Демин В.А. Частотно-кодированное управление проводимостью мемристоров на базе наноразмерных слоев LiNbO₃ и композита (Co₄₀Fe₄₀B₂₀)_x(LiNbO₃)_{100-x} в обучаемых импульсных нейроморфных сетях. // *Письма в Журнал Технической Физики*. 2021; Vol. 47 №13. P.3–7. DOI: 10.21883/pjtf.2021.13.51112.18750.

135. Nikolaev S.N., Emelyanov A. V., Chumakov R.G., Rylkov V. V., Sitnikov A. V., Presnyakov M.Y., Kukueva E. V., Demin V.A. The Properties of Memristive Structures Based on (Co₄₀Fe₄₀B₂₀)_x(LiNbO₃)_{100-x} Nanocomposites Synthesized on SiO₂/Si Substrates. // *Technical Physics*. 2020; Vol. 65 №2. P.243–249. DOI: 10.1134/S1063784220020188/FIGURES/5.

136. Kalashnikova A.M., Pavlov V. V., Pisarev R. V., Kalinin Y.E., Sitnikov A. V., Rasing T. Optical and magneto-optical properties of CoFeB/SiO₂ and CoFeZr/Al₂O₃ granular magnetic nanostructures. // *Physics of the Solid State*. 2004; Vol. 46 №11. P.2163–2170. DOI: 10.1134/1.1825565.

137. Gan'shina E.A., Vashuk M. V., Vinogradov A.N., Granovsky A.B., Gushchin V.S., Shcherbak P.N., Kalinin Y.E., Sitnikov A. V., Kim C.O., Kim C.G. Evolution of the optical and magneto-optical properties of amorphous

metal-insulator nanocomposites. // *Journal of Experimental and Theoretical Physics*. 2004; Vol. 98 №5. P.1027–1036. DOI: 10.1134/1.1767571/METRICS.

138. Kronmüller Helmut., Parkin S.S.P.. *Handbook of magnetism and advanced magnetic materials. Vol. 2, Micromagnetism*. John Wiley & Sons; 2007.

139. Singh R. Unexpected magnetism in nanomaterials. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2013; Vol. 346 P.58–73. DOI: 10.1016/J.JMMM.2013.07.005.

140. 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; Vol. 86 №5. P.601–605. DOI: 10.3103/S106287382205029X.

141. 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, Vol 11, Page 1666*. 2021; Vol. 11 №7. P.1666. DOI: 10.3390/NANO11071666.

142. Gan'shina E.A., Golik L.L., Kun'kova Z.E., Zykov G.S., Rukovishnikov A.I., Markin Y. V. Magneto-Optical Detection of the Intrinsic Ferromagnetism and Phase Separation in Diluted Magnetic Semiconductors. // *Physics of Metals and Metallography*. 2020; Vol. 121 №3. P.235–241. DOI: 10.1134/S0031918X20030047/FIGURES/2.

143. Klimov V.I. Spectral and dynamical properties of multiexcitons in semiconductor nanocrystals. // *Annual Review of Physical Chemistry*. 2007; Vol. 58 №Volume 58, 2007. P.635–673. DOI: 10.1146/ANNUREV.PHYSICHEM.58.032806.104537/CITE/REFWORKS.

144. Nikolaev S.N., Chernoglazov K.Y., Emelyanov A. V., Sitnikov A. V., Taldenkov A.N., Patsaev T.D., Vasiliev A.L., Gan'shina E.A., Demin V.A., Averkiev N.S., Granovsky A.B., Rylkov V. V. Anomalous Behavior of the Tunneling Magnetoresistance in (CoFeB)_x(LiNbO₃)_{100-x}/Si Nanocomposite Film Structures Below the Percolation Threshold: Manifestations of the

Cotunneling and Exchange Effects. // *JETP Letters*. 2023; Vol. 118 №1. P.58–66. DOI: 10.1134/S0021364023601550/FIGURES/6.

145. Ганьшина Е.А., Гаршин В.В., Буйлов Н.С., Зубарь Н.Н., Ситников А.В., Домашевская Э.П. Исследование магнитных свойств аморфных многослойных наноструктур [(CoFeB)₆₀C₄₀/SiO₂]₂₀₀ и [(CoFeB)₃₄(SiO₂)₆₆/C]₄₆ с помощью экваториального эффекта Керра. // *Kondensirovannye Sredy Mezhfaznye Granitsy*. 2020; Vol. 22 №4. P.438–445. DOI: 10.17308/KCMF.2020.22/3114.

146. 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*, vol. 185, EDP Sciences; 2018. DOI: 10.1051/epjconf/201818504002.

147. Gan'shina E., Garshin V., Perova N., Zykov G., Aleshnikov, Kalinin Y., Sitnikov A. Magneto-optical properties of nanocomposites ferromagnetic-carbon. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2019; Vol. 470 P.135–138. DOI: 10.1016/j.jmmm.2017.11.038.

148. Kulatov E., Novodvorskii O., Lotin A., Rylkov V., Gan'shina E., Shevyakov D., Tugushev V., Uspenskii Y. Electronic and magneto-optical properties of ZnO:Co. // *EPJ Web of Conferences*. 2018; Vol. 185. DOI: 10.1051/EPJCONF/201818506012.

149. Sauvik Raha, Md Ahmaruzzaman. ZnO nanostructured materials and their potential applications: progress, challenges and perspectives. // *Nanoscale Advances*. 2022; Vol. 4 №8. P.1868–1925. DOI: 10.1039/d1na00880c.

150. Saitoh K., Kuroki Y., Yasui K., Takata M., Akahane T. Characteristics of Al, F Co-Doped ZnO Thin Films Grown by Rf Magnetron Sputtering with a Mesh Grid Electrode. // *Advances in Technology of Materials and Materials Processing Journal*. 2007; Vol. 9 №1. P.21.

151. Fadeev E.A., Blinov M.I., Garshin V. V., Tarasova O.S., Gan'shina E.A., Prudnikova M. V., Prudnikov V.N., Lahderanta E., Ryl'kov V. V., Granovskii A.B. Magnetic Properties of (Co₄₀Fe₄₀B₂₀)_x(SiO₂)_{100-x} Nanocomposites near the Percolation Threshold. // *Bulletin of the Russian*

Academy of Sciences: Physics. 2019; Vol. 83 №7. P.835–837. DOI: 10.3103/S1062873819070153/FIGURES/2.

152. Martín Valderrama C., Prieto I., Quintana M., Berger A. Magneto-optical detection of non-collinear magnetization states in ferromagnetic multilayers. // *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2024; Vol. 57 №31. P.315003. DOI: 10.1088/1361-6463/AD4560.

153. Fujimori H., Mitani S., Ohnuma S. Tunnel-type GMR in metal-nonmetal granular alloy thin films. // *Materials Science and Engineering B*. 1995; Vol. 31 №1–2. P.219–223. DOI: 10.1016/0921-5107(94)08032-1.

154. Ikeda S., Miura K., Yamamoto H., Mizunuma K., Gan H.D., Endo M., Kanai S., Hayakawa J., Matsukura F., Ohno H. A perpendicular-anisotropy CoFeB–MgO magnetic tunnel junction. // *Nature Materials*. 2010; Vol. 9 P.721–724. DOI: 10.1038/NMAT2804.

155. Gan'shina E., Granovsky A., Dieny B., Kumaritova M., Yurasov A. Magneto-optical spectra of discontinuous multilayers Co/SiO₂ with tunnel magnetoresistance. *Physica B: Condensed Matter*, vol. 299, 2001. DOI: 10.1016/S0921-4526(01)00476-8.

156. Galluzzi A., Buchkov K., Blagoev B.S., Paskaleva A., Avramova I., Mehandzhiev V., Tzvetkov P., Terziyska P., Kovacheva D., Polichetti M. Strong Magneto-Optical Kerr Effects in Ni-Doped ZnO Nanolaminate Structures Obtained by Atomic Layer Deposition. // *Materials*. 2023; Vol. 16 №19. DOI: 10.3390/ma16196547.

157. Sitnikov A. V., Makagonov V.A., Kalinin Y.E., Kushchev S.B., Foshin V.A., Perova N.N., Ganshina E.A., Granovsky A.B. Magnetic, magnetoresistive and structural properties of Co_x(CoO)_{100-x} thin film composites. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2023; Vol. 587 P.171154. DOI: 10.1016/J.JMMM.2023.171154.

158. Rinkevich A., et al. Electromagnetic and magnetic properties of magnetophotonic crystal based on opal matrix with Co and CoO nanoparticles. // *Photonics and Nanostructures-Fundamentals and Applications*. 2014; Vol. 12 №2. P.144–151.

159. Shi H., He X. Large-scale synthesis and magnetic properties of cubic CoO nanoparticles. // *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 2012; Vol. 73 №5. P.646–650. DOI: 10.1016/j.jpcs.2012.01.001.
160. Das S., Patra M., Majumdar S., Giri S. Exchange bias effect at the irregular interfaces between Co and CoO nanostructures. // *Journal of Alloys and Compounds*. 2009; Vol. 488 №1. P.27–30. DOI: 10.1016/J.JALLCOM.2009.08.143.
161. Blachowicz T., Ehrmann A. Exchange Bias in Thin Films—An Update. // *Coatings*. 2021; Vol. 11 №2. P.122. DOI: 10.3390/COATINGS11020122.
162. Öztürk M. Double hysteresis loop and loop asymmetry in perpendicularly exchange-biased Pt/Co/Pt/IrMn thin films. // *Acta Physica Polonica A*. 2021; Vol. 140 №1. P.20–26. DOI: 10.12693/APHYSPOLA.140.20.
163. De D., Iglesias Ò., Majumdar S., Giri S. Probing core and shell contributions to exchange bias in Co/Co₃O₄ nanoparticles of controlled size. // *Physical Review B*. 2016; Vol. 94 №18. P.184410. DOI: 10.1103/PHYSREVB.94.184410/FIGURES/10/THUMBNAIL.
164. Borisenko V.E., Gaponenko S.V, Gurin V.S., Kam C.H., Shalygina E.E., Makarov A.V., Kharlamova A.M., Kurlyandskaya G.V., Svalov A.V. The features of structural and magnetic characteristics of Co/Cu/Co thin-film systems. *Physics, Chemistry and Application of Nanostructures*, World scientific; 2017. – P. 89-92. DOI: 10.1142/9789813224537_0021.
165. Alben R., Becker J.J., Chi M.C. Random anisotropy in amorphous ferromagnets. // *Journal of Applied Physics*. 1978; Vol. 49 №3. P.1653–1658. DOI: 10.1063/1.324881.
166. Suzuki K., Herzer G. Soft magnetic nanostructures and applications. // *Advanced Magnetic Nanostructures*. 2006 P.365–401. DOI: 10.1007/0-387-23316-4_13.
167. Gorden E. Fish. Soft Magnetic Materials. // *IEEE*. 1990; Vol. 78 №6. P.947–972. DOI: 10.1109/5.56909.
168. Fiorillo F., Bertotti G., Appino C., Pasquale M. Soft Magnetic Materials. *Wiley Encyclopedia of Electrical and Electronics Engineering*, Wiley; 2016. DOI: 10.1002/047134608X.W4504.pub2.

169. Самченко С. В., Перова Н.Н., Шапаева Т.Б., Перов Н.С. Измерение подвижности доменных границ в аморфных лентах NiCoFeSiB с помощью Керр-микроскопии. // *Ученые Записки Физического Факультета Московского Университета*. 2024; Vol. 4 P.2441701.
170. Soldatov I. V., Schäfer R. Advanced MOKE magnetometry in wide-field Kerr-microscopy. // *Journal of Applied Physics*. 2017; Vol. 122 №15. P.153906. DOI: 10.1063/1.5003719.
171. Perova N.N., Samchenko S.V., Shapaeva T.B., Perov N.S., Gan'shina E.A. Magneto-optical and magnetic properties of rapidly quenched amorphous NiCoSiFeB ribbons, Abstracts of 7th International conference of Asian Union of Magnetic Societies; 2025.
172. Самченко С.В., Перова Н.Н., Шапаева Т.Б., Перов Н.С. Изучение динамики доменных границ аморфных лент NiCoSiFeB с помощью меридионального эффекта Керра. *Секция 10*, vol. 4, Москва: НМММ-2024; 2024.
173. Qiu Z.Q., Bader S.D. Surface magneto-optic Kerr effect (SMOKE). // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 1999; Vol. 200 №1–3. P.664–678. DOI: 10.1016/S0304-8853(99)00311-X.
174. Sheftel E.N., Harin E. V., Tedzhetov V.A., Kiryukhantsev-Korneev P. V., Rozanov K.N., Bobrovskii S.Y., Zezyulina P.A. FeTiB film materials: Dependence of the magnetic properties and magnetic structure on the phase and structural states. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2022; Vol. 561 P.169700. DOI: 10.1016/j.jmmm.2022.169700.
175. Sheftel E.N., Harin E. V., Bobrovskii S.Y., Rozanov K.N., Tedzhetov V.A., Bannykh I.O., Kiryukhantsev-Korneev P. V. FeTiB nanocrystalline films: Static and dynamic magnetic properties in accordance with phase composition and magnetic structure. // *Journal of Alloys and Compounds*. 2023; Vol. 968 P.171981. DOI: 10.1016/j.jallcom.2023.171981.
176. Brundle C.R., Evans C.A., Wilson S., Fitzpatrick L.E. *Encyclopedia of materials characterization: surfaces, interfaces, thin films*. Boston: Gulf Professional Publishing; 1992.
177. Yurasov A., Gan'shina E., Sokolov A., Granovsky N., Zazymkina D. The granule size distribution influence in nanocomposites on optical and

magneto-optical spectra. // *EPJ Web of Conferences*. 2018; Vol. 185 P.02009. DOI: 10.1051/EPJCONF/201818502009.

178. Hou L., Wang B., Liu L., Mao X., Zhang L., Wenwei Ju, Hanchen Feng, Chengying Tang, Ailin Xia, Weihuo Li. Tailoring magnetic softness of Fe-based amorphous alloys with superior magnetization by magnetic field annealing. // *Journal of Materials Science & Technology*. 2024; Vol. 200 P.27–37. DOI: 10.1016/j.jmst.2024.02.043.

179. Lapshin R. V. An improved parametric model for hysteresis loop approximation. // *Review of Scientific Instruments*. 2020; Vol. 91 №6. P.065106. DOI: 10.1063/5.0012931.

180. Zamaraitė I., Yevych R., Dziaugys A., Molnar A., Banys J., Svirskas S., Vysochanskii Y. Double Hysteresis Loops in Proper Uniaxial Ferroelectrics. // *Physical Review Applied*. 2018; Vol. 10 №3. P.034017. DOI: 10.1103/PHYSREVAPPLIED.10.034017/FIGURES/8/THUMBNAI.

181. Xu B., Paillard C., Dkhil B., Bellaiche L. Pinched hysteresis loop in defect-free ferroelectric materials. // *Physical Review B*. 2016; Vol. 94 №14. P.140101. DOI: 10.1103/PHYSREVB.94.140101/FIGURES/4/THUMBNAI.

182. Singh A.K., Mallik S., Bedanta S., Perumal A. Spacer layer and temperature driven magnetic properties in multilayer structured FeTaC thin films. // *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2013; Vol. 46 №44. P.445005. DOI: 10.1088/0022-3727/46/44/445005.

183. Chezan A.R., Craus C.B., Chechenin N.G., Vystavel T., Niesen L., De Hosson J.T.M., Boerma D.O. Influence of stresses and magnetostriction on the soft magnetic behavior of metallic films. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2006; Vol. 299 №1. P.219–224. DOI: 10.1016/J.JMMM.2005.04.005.

184. Sheftel E.N., Harin E. V., Tedzhetov V.A., Kiryukhantsev-Korneev P. V., Levashov E.A., Perov N.S., Titova A.O. Magnetic structure and magnetic properties of nanocrystalline and amorphous Fe-Zr-N films. // *Physica B: Condensed Matter*. 2016; Vol. 494 P.13–19. DOI: 10.1016/J.PHYSB.2016.04.033.

185. Shi R., Fu P., Zhang Y., Huang Z., Qi J., Liang S., Tao P., Yang Y. Optimization of soft magnetic properties of Fe–Si–B–Cu–C alloys by

modulation of Fe/B content and annealing process. // *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*. 2024; Vol. 35 №22. P.1545. DOI: 10.1007/s10854-024-13253-5.

186. Herzer G. Soft Magnetic Materials—Nanocrystalline Alloys. // *Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials*. 2007. DOI: 10.1002/9780470022184.HMM402.

187. Kuznetsova I., Lebedeva O., Kultin D., Perova N., Kalmykov K., Chernavskii P., Perov N., Kustov L. Is a 2D Nanostructured Surface Capable of Changing the Corrosion and Magnetic Properties of an Amorphous Alloy? // *International Journal of Molecular Sciences*. 2023; Vol. 24 №17. P.13373. DOI: 10.3390/ijms241713373.

188. Kaufman J.H., Koehler T., Moser A., Weller D., Jones B. Anisotropy design in magnetic media: A micromagnetics study. // *Journal of Applied Physics*. 1998; Vol. 83 №11. P.6489–6490. DOI: 10.1063/1.367689.

189. Hellwig O., Berger A., Kortright J.B., Fullerton E.E. Domain structure and magnetization reversal of antiferromagnetically coupled perpendicular anisotropy films. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2007; Vol. 319 №1–2. P.13–55. DOI: 10.1016/j.jmmm.2007.04.035.

190. Wallwork G.R. The oxidation of alloys. // *Reports on Progress in Physics*. 1976; Vol. 39 №5. P.481–485. DOI: 10.1088/0034-4885/39/5/001.

191. Kang E.Y., Chung Y.H. Surface oxidation and magnetic properties of Fe-Si-B-Nb amorphous alloy. // *IEEE Transactions on Magnetics*. 2009; Vol. 45 №6. P.2597–2600. DOI: 10.1109/TMAG.2009.2018906.

192. Hou L., Liu W., Shi M., Wang B., Bao Q., Cong Liu, Feng H., Shang Q., Li W., Xie Z. Unveiling the correlation between oxidation and magnetic properties in dual-phase FeNiBCu nanocrystalline alloys. // *Journal of Materials Research and Technology*. 2025; Vol. 35 P.110–118. DOI: 10.1016/J.JMRT.2025.01.010.

193. Liu M., Du S., Wang F., Adam R., Li Q., Ma X., Guo X., Chen X., Yu J., Song Y., Xu J., Li S., Cao D. Influence of surface pinning in the domain on the magnetization dynamics in permalloy striped domain films. // *Journal of Alloys and Compounds*. 2021; Vol. 869 P.159327. DOI: 10.1016/J.JALLCOM.2021.159327.

194. Marincel D.M., Zhang H.R., Britson J., Belianinov A., Jesse S., Kalinin S. V., Chen L.Q., Rainforth W.M., Reaney I.M., Randall C.A., Trolier-Mckinstry S. Domain pinning near a single-grain boundary in tetragonal and rhombohedral lead zirconate titanate films. // *Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics*. 2015; Vol. 91 №13. P.134113. DOI: 10.1103/PHYSREVB.91.134113/FIGURES/10/THUMBNAIL.
195. Chen J., Liu B., Xing L., Liu W., Lei L., Fang G. Toward tunable mechanical behavior and enhanced elastocaloric effect in NiTi alloy by gradient structure. // *Acta Materialia*. 2022; Vol. 226 P.117609. DOI: 10.1016/J.ACTAMAT.2021.117609.
196. Lee H., Park J., Lee H., Choi-Yim H. Correlation Between Soft Magnetic Properties and Microstructure According to Heat Treatment in FeCo-2V Electrical Steel. // *Journal of Composites Science*. 2025; Vol. 9 №2. P.61. DOI: 10.3390/JCS9020061.