

ІНСТИТУТ МАГНЕТИЗМУ НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ
ТА МІНІСТЕРСТВА ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

СКИРТА Юрій Борисович



УДК 537.621.31; 537.622; 544.015;
538.955; 537.635; 539.211

**ЕЛЕКТРИЧНІ ТА МАГНІТНІ ВЛАСТИВОСТІ СПЛАВІВ ГЕЙСЛЕРА
Ni-Mn-Ga ТА Fe-Mn-Ga ПОБЛИЗУ ТОЧОК ФАЗОВОГО ПЕРЕХОДУ**

01.04.11 – магнетизм

АВТОРЕФЕРАТ

дисертації на здобуття наукового ступеня
кандидата фізико-математичних наук

Київ – 2017

Дисертацією є рукопис.

Робота виконана в ІМаг НАН України та МОН України.

Науковий керівник:

доктор фізико-математичних наук,
Крупа Микола Миколайович,
ІМаг НАН України та МОН України,
головний науковий співробітник

Офіційні опоненти:

доктор фізико-математичних наук,
Пашенко Олексій Валентинович,
Донецький фізико-технічний інститут НАН
України імені О.О. Галкіна,
провідний науковий співробітник

доктор фізико-математичних наук,
Рудь Олександр Дмитрович,
Інститут металофізики імені Г. В. Курдюмова НАН
України, старший науковий співробітник, завідувач
лабораторії будови рідких та аморфних металів

Захист відбудеться « 13 » квітня 2017 р. о 14⁰⁰ годині на засіданні спеціалізованої вченої ради Д 26.248.01 при ІМаг НАН України та МОН України за адресою: 03142, м. Київ, бульвар Вернадського, 36-б, конференц-зал ІМаг НАН України та МОН України.

З дисертацією можна ознайомитися у бібліотеці Інституту металофізики ім. Г.В. Курдюмова НАН України за адресою: 03142, м. Київ, бульвар Вернадського, 36.

Автореферат розіслано «10» березня 2017 р.

Вчений секретар

спеціалізованої вченої Ради Д 26.248.01

кандидат фізико-математичних наук



Л. С. Козлова

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність теми. Феромагнетики з пам'яттю форми активно вивчаються протягом останнього часу. Важливими представниками цього класу матеріалів є феромагнітні сплави Гейслера. Для досліджень у даній роботі було обрано феромагнітні сплави Гейслера Ni-Mn-Ga і Fe-Mn-Ga. Система сплавів Ni-Mn-Ga одна з найбільш досліджуваних. У сплавах цієї системи яскраво проявляється ефект пам'яті форми, є можливість керувати зміною форми як за допомогою зміни температури зразка, так і за допомогою зовнішнього магнітного поля. Властивості системи сплавів Ni-Mn-Ga дуже сильно залежать від їх складу. Так, температура мартенситного переходу може змінюватись у діапазоні 4,2 - 626 К. Також на особливості мартенситного переходу впливає співвідношення температур Кюрі і мартенситного переходу – феромагнітними можуть бути або мартенситна й аустенітна фази, або тільки низькотемпературна мартенситна. Найбільше ефекти пам'яті форми проявляються у монокристалічних зразках, але спостерігаються й у полікристалах, виготовлення яких значно простіше й дешевше.

Більшість робіт присвячено властивостям сплавів Ni-Mn-Ga у вигляді полікристалічних та монокристалічних масивних зразків. Значно менше вивчено властивості Ni-Mn-Ga у вигляді тонких плівок, але саме у цій формі перспективно використовувати сплави Ni-Mn-Ga у електроніці.

Одним із важливих питань є вивчення впливу підкладки та режиму відпалу на властивості плівок Ni-Mn-Ga, цьому присвячена перша частина роботи. Зараз активно розвивається спінтроніка, яка використовує не тільки заряд носіїв струму, але й їх спіновий стан. Для спінтроніки потрібні матеріали з великою спіновою поляризацією, які використовуються для побудови спінових інжекторів, спінових клапанів, датчиків магнітного поля. У спінових датчиках магнітного поля використовуються явища спін-залежного тунелювання та спін-залежного розсіювання.

Серед сплавів, які мають велику ступінь спінової поляризації та цікаві для практичного застосування властивості, виділяються сплави Гейслера системи Fe-Mn-Ga. Властивості сплавів Fe-Mn-Ga суттєво залежать від складу та методів отримання й обробки зразків. У деяких випадках сплав Fe-Mn-Ga може складатися з двох кристалічних фаз, одна з яких феромагнітна, інша – антиферомагнітна. Тоді може спостерігатися явище обмінної анізотропії – асиметричне зміщення петлі гістерезису відносно осі, по якій відкладено напруженість магнітного поля. Обмінна анізотропія може використовуватись для побудови датчиків магнітного поля. Для отримання заданих властивостей важливо підібрати потрібний склад та технологію виготовлення зразка. Також у роботі було проведено дослідження електричних та магнітних властивостей масивних та плівкових полікристалічних зразків Fe-Mn-Ga, вивчався вплив

структури та технології виготовлення електроду Fe-Mn-Ga у складі магнітного тунельного контакту на його електричні характеристики.

Тому тема дисертаційної роботи є актуальною, досліджувані в ній задачі направлені на уточнення існуючих знань в області фізики сплавів Гейслера і можуть бути використані на практиці.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами.

Дослідження, що складають зміст дисертаційної роботи, були проведені в рамках бюджетних та конкурсних тем, які виконувались у відділі фізики мезо- та нанокристалічних магнітних структур Інституту магнетизму НАН України та МОН України: “Ефекти післядії і вплив електромагнітного поля на структурні і транспортні характеристики функціональних елементів наноелектроніки” (Номер держреєстрації 0112U001914), “Розробка методики вимірювання геометричних, магнітних і електричних характеристик нанобульбашок, які формуються в слабких електролітних парамагнітних розчинах” (Номер держреєстрації 0114U00877), “Установка для вимірювання геометричних розмірів і магнітної сприйнятливості магнітних наночасток” (Номер держреєстрації 0109U004877).

Мета і задачі досліджень. Метою дисертаційної роботи було встановлення закономірностей впливу складу, термообробки та зовнішнього магнітного поля на проходження фазових переходів в сплавах систем Ni-Mn-Ga та Fe-Mn-Ga та закономірностей зміни електричних та магнітних властивостей зразків сплавів поблизу точок фазових переходів.

Для досягнення мети роботи були вирішені наступні *завдання*:

- проведено дослідження залежності електричного опору та відносної магнітної сприйнятливості від температури для плівкових полікристалічних і масивних монокристалічних зразків сплавів системи Ni-Mn-Ga, полікристалічних масивних та плівкових зразків сплавів системи Fe-Mn-Ga, визначити температури фазових переходів;
- досліджено залежності лінійних розмірів від температури для зразків монокристалу Ni-Mn-Ga, вирізаних вздовж кристалографічних напрямків;
- визначено вплив магнітного поля на температури мартенситних переходів у зразках сплавів системи Ni-Mn-Ga;
- проведено дослідження морфології поверхні плівок сплавів Ni-Mn-Ga та Fe-Mn-Ga за допомогою атомно-силової, оптичної та електронної мікроскопії;
- досліджено залежність опору магнітних тунельних контактів на основі сплаву Fe-Mn-Ga різної технології виготовлення від прикладеного зовнішнього магнітного поля.

Об'єкт дослідження – плівки сплавів Ni-Mn-Ga на скляних підкладках

та підкладках з Al_2O_3 , масивні монокристалічні зразки Ni-Mn-Ga, плівки сплавів Fe-Mn-Ga на скляних підкладках, полікристалічні масивні зразки Fe-Mn-Ga, магнітні тунельні контакти на основі сплаву Fe-Mn-Ga.

Предмет дослідження – мартенситні та магнітні фазові переходи у зразках сплавів Ni-Mn-Ga та Fe-Mn-Ga, вплив на них технології виготовлення та зовнішніх факторів, особливості електричних, магнітних та механічних властивостей зразків при фазових переходах, зміни електричного опору тунельних контактів у магнітному полі.

Методи дослідження.

- вимірювання залежності електричного опору плівок від температури і магнітного поля з використанням апаратно-програмного комплексу на основі 4-зондового метода вимірювань провідності;
- вимірювання залежності термоелектрорушійної сили (термо-ЕРС) плівкових зразків відносно свинцевих контактів з використанням апаратно-програмного комплексу;
- вимірювання відносної магнітної сприйнятливості плівкових зразків за допомогою LC-генератора і методом диференційного трансформатора для масивних зразків;
- вимірювання структури поверхні плівок на основі оригінальної програми обробки даних з використанням атомно-силової (Solver-Pro-M), скануючої растрової електронної мікроскопії (Селмі РЕМТ-103, мікроскоп РЕММА-102) і оптичної мікроскопії (Метам Р-1 і МИМ-8);
- електронна просвічуюча мікроскопія плівкових зразків (мікроскоп JEOL 2000 FX);
- рентгеноструктурний аналіз зразків (дифрактометр ДРОН-3М);
- вимірювання магнітних характеристик зразків за допомогою магнітометра РРМС-14Т та вібраційного магнітометра;
- аналіз спектрів феромагнітного резонансу (спектрометри Radiopan та Bruker Elexsys E-500).

Наукова новизна одержаних результатів. На основі експериментальних досліджень та розрахунків у дисертаційній роботі були отримані наступні наукові результати:

- Встановлено, що коефіцієнт термо-ЕРС для плівок Ni-Mn-Ga, осаджених на аморфні та полікристалічні підкладки, суттєво залежить від термічної обробки, що пов'язано з різною питомою провідністю цих плівок у відпаленому та невідпаленому станах. Показано, що температурна залежність термо-ЕРС має особливість в точці Кюрі, і практично не має особливостей в точці мартенситного фазового переходу.
- Показано, що при термоцикуванні плівкових зразків Ni-Mn-Ga явище фазового нагартування не спостерігається. При збільшенні товщини плівки

розміри зерен також зростають. Зміна розмірів зерен в плівках Ni-Mn-Ga призводить до зміщення температури фазових переходів та зміни магнітних та електричних властивостей плівок.

- Визначено, що збільшення впорядкованості плівок сплавів Fe-Mn-Ga, які слугували одним з електродів магнітних тунельних контактів $\text{Fe}_2\text{MnGa}/\text{MgO}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$, приводить до збільшення величини тунельного магнітоопору. На основі проведених досліджень виготовлено тунельні контакти з величиною магнітоопору 20% в магнітному полі 500 Е, що може бути використано для створення датчиків магнітного поля.
- Встановлено, що температурна залежність електроопору зразків сплавів Fe-Mn-Ga суттєво залежить від їх структури, що обумовлено особливостями електронної будови різних кристалічних фаз сплавів Fe-Mn-Ga та ступеня їх впорядкованості. Досліджувані масивні зразки складаються з суміші фаз L_{12} та L_{21} , плівкові - з фази L_{21} .

Практичне значення одержаних в роботі результатів.

На основі N-подібної залежності опору зразків Ni-Mn-Ga від температури було розроблено генератор на мартенситному переході, який дозволяє провадити термоцикування зразків через точку мартенситного переходу і вивчати вплив зовнішніх чинників, таких, як магнітне поле, на параметри переходу. За його допомогою було досліджено зсув температури мартенситних переходів у зразках сплаву Ni-Mn-Ga під дією зовнішнього магнітного поля.

У роботі було продемонстровано практичну можливість використання сплаву Fe-Mn-Ga для виготовлення магнітних тунельних контактів і отримані величини магнітоопору, достатні для побудови на їх основі датчиків магнітного поля.

Розроблено програму сегментації атомно-силових зображень поверхні плівок Ni-Mn-Ga з використанням оригінальних алгоритмів, яка може бути застосована для аналізу зображень інших типів. Досліджено вплив складу, підкладки, товщини та відпалу на електричні та магнітні властивості плівок Ni-Mn-Ga та Fe-Mn-Ga, що може бути використано при застосуванні таких плівок в електроніці.

Особистий внесок здобувача:

здобувач брав участь у розробці експериментальних стендів для вимірювання залежностей опору, термо-ЕРС, магнітної проникності від температури та розробці програмного забезпечення для них. Автором особисто були проведені виміри залежності опору від температури, термо-ЕРС, магнітної проникності, температурне термоцикування зразків, оброблені отримані результати. Самостійно автором проведено дослідження морфології поверхні плівкових зразків і виконано аналіз отриманих результатів за допомогою оригінального програмного забезпечення. Автор брав

активну участь в обговоренні результатів, формуванні висновків, побудові моделей і написанні статей.

Постановка завдань і визначення напрямів досліджень здійснювалася спільно з науковим керівником доктором ф.-м. н. Крупою М. М. згідно плану дисертаційної роботи.

Апробація результатів дисертації. Основні результати дисертаційної роботи доповідались і обговорювались на міжнародних конференціях:

1. International Conference “Functional Materials”, Partenit, Ukraine, October 1-6 (2009).

2. International Conference “Functional Materials”, Partenit, Ukraine, October 5-10 (2011).

3. International Conference “Joint European Magnetic Symposia”, Parma, Italy, September 9-12 (2012).

4. Міжнародна конференція НАНСИС-2013, Київ, Україна, Листопад 19-22 (2013).

Публікації. Основні результати дисертаційної роботи опубліковані у 9 наукових статтях у провідних фахових журналах з переліку ВАК України [1-9], що входять до наукометричних баз даних: «Radiophysics and Quantum Electronics», «Current Applied Physics», «Журнал нано- та електронної фізики», «Металлофизика и новейшие технологии», «Наносистемы, Наноматериалы, Нанотехнологии», а також у 5 публікаціях конференцій [10-14].

Структура і обсяг дисертації. Дисертація складається із вступу, п'яти розділів, висновків та списку використаних джерел. Загальний обсяг роботи складає 147 сторінок. Робота містить 58 рисунків та 16 таблиць. Список використаних джерел складається із 125 найменувань, розміщених на 9 сторінках.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

У **вступі** обґрунтована актуальність теми дисертаційної роботи, сформульовані мета й основні задачі дослідження, представлені використовувані методи досліджень. Відмічений зв'язок роботи із науковими темами інституту. Висвітлено наукову новизну і практичне значення отриманих результатів. Наведено список публікацій за темою дисертації, надано інформацію про апробацію отриманих результатів та особистий внесок здобувача у проведену роботу.

У **першому розділі**, «Огляд літератури», представлений огляд літературних джерел за напрямком досліджень, на основі якого стисло викладені основні відомості про фізичні властивості сплавів Гейслера. Описані їх склад та структура, вказано, що фізичні властивості сплавів Гейслера залежать від сумарної кількості валентних електронів на зовнішніх електронних оболонках їх компонентів та ступеня впорядкованості

кристалічної ґратки. Розглянуто основні відомі системи сплавів Гейслера, більш докладно описано системи сплавів Ni-Mn-Ga та Fe-Mn-Ga. Описано структурні та магнітні фазові переходи, які спостерігаються у цих сплавах, зміни електричних та магнітних властивостей, що супроводжують ці переходи, залежності температур фазових переходів від складу та термообробки зразків сплавів.

Зазначено, що у сплавах Fe-Mn-Ga спостерігається значна спінова поляризація, що робить їх перспективними для використання у спінтроніці. Розглянуто фізичні основи виникнення тунельного магніторезистивного ефекту і побудови магнітних тунельних контактів.

На основі літературного огляду зроблено висновок, що перспективними для практичного застосування і недостатньо вивченими є плівкові зразки Ni-Mn-Ga та Fe-Mn-Ga, їх особливості в залежності від складу і способів отримання, а також застосування сплавів Fe-Mn-Ga у спінтроніці, тому дисертаційна робота спрямована на докладне вивчення цих питань.

У другому розділі, «Експериментальне обладнання, методика вимірювання та матеріали», детально описано методи виготовлення масивних та плівкових зразків сплавів Ni-Mn-Ga і Fe-Mn-Ga - електродугова плавка в атмосфері Ar, магнетронне розпорошення та метод спалаху. Структурні, електричні та магнітні властивості зразків вивчалися як за допомогою стандартних методик, так і з використанням спеціально розробленого обладнання і програмного забезпечення. Для структурних досліджень використовувались рентгенівський дифрактометр ДРОН-3М та просвічуючий електронний мікроскоп JEOL 2000 FX. Магнітні властивості сплавів досліджувались за допомогою вібраційного магнітометра та магнітометра PPMS-14T Quantum Design, ФМР спектрометрів Radiopan та Bruker Elexsys E-500. Морфологія поверхні плівкових зразків досліджувалась за допомогою атомно-силової, оптичної та растрової електронної мікроскопії. Для вимірювання залежностей електричного опору зразків від температури та магнітного поля, а також для виміру термо-ЕРС було зібрано спеціальні стенди. Відносна магнітна сприйнятливість визначалась за допомогою LC-генератора і методом диференціального трансформатора. Для дилатометричних вимірювань було використано індукційний датчик лінійного переміщення - реєструючу систему 217. Для проведення багаторазового термоцикування зразків через точки прямого та зворотнього мартенситних переходів було розроблено генератор на мартенситному переході. У розділі наведено його схему, докладно розглянуто принцип роботи, проведено чисельне моделювання роботи генератора у різних режимах.

Третій розділ, «Морфологія поверхні плівок Ni-Mn-Ga та Fe-Mn-Ga», присвячено вивченню особливостей структури поверхні плівок Ni-Mn-Ga та Fe-Mn-Ga і впливу особливостей будови поверхні плівок на їх фізичні властивості. Властивості плівкових матеріалів істотно залежать від структури їх поверхні.

Морфологія поверхні плівок вивчалась методами атомно-силової, оптичної та скануючої растрової електронної мікроскопії. Найбільш цікаві результати було отримано за допомогою атомно-силової мікроскопії, оскільки вона дає реальну тривимірну картину поверхні.

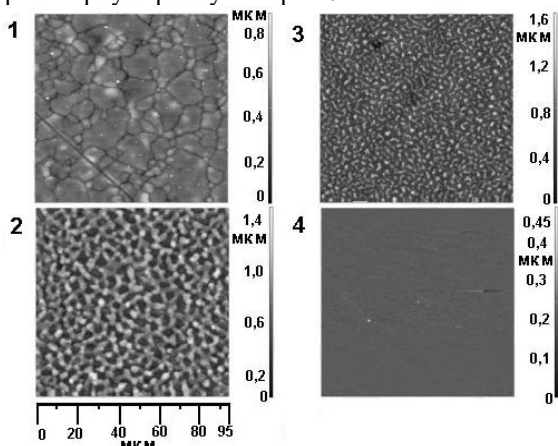


Рис. 1. Атомно-силові зображення поверхні. 1 - плівка $5,0 \text{ мкм}$ $\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$ на Al_2O_3 , відпал 1273 K , 2 - $0,2 \text{ мкм}$ $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$ на Al_2O_3 , відпал 1273 K , 3 - $0,1 \text{ мкм}$ $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$ на Al_2O_3 , відпал 1273 K , 4 - $1,0 \text{ мкм}$ $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$ на склі без відпалу.

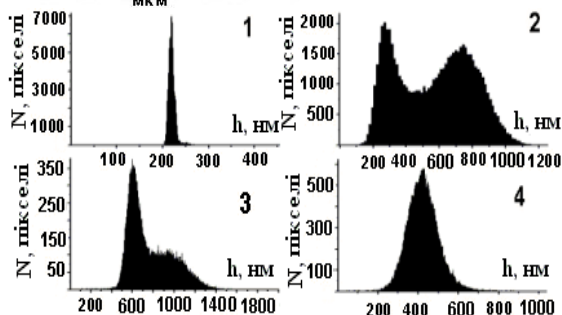


Рис. 2. Гістограми розподілу висот, по X - висота в нм, по Y - кількість пікселів. 1 - плівка $0,2 \text{ мкм}$ $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$ на склі, без відпалу, 2 - $0,2 \text{ мкм}$ $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$ на Al_2O_3 , відпал 1273 K , 3 - $0,1 \text{ мкм}$ $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$ на Al_2O_3 , відпал 1273 K , 4 - $5,0 \text{ мкм}$ $\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$ на Al_2O_3 , відпал 1273 K .

Всі плівкові зразки Ni-Mn-Ga та Fe-Mn-Ga на скляній підкладці мають суцільну, відносно рівну поверхню, без помітної зернистої структури. Структура поверхні плівок на скляній підкладці мало залежить від складу, товщини і температурної обробки. Відпалені плівки Ni-Mn-Ga на підкладці Al_2O_3 мають яскраво виражений рельєф, характер якого залежить від товщини плівки. Плівки товщиною $h = 0,1 \text{ мкм}$ мають острівцеву структуру, при $h = 0,2 \text{ мкм}$ острівці з'єднуються і утворюють неперервну сітку, між ними залишаються досить широкі області меншої висоти. При товщині 1 та 5 мкм плівка стає суцільною і складається з великих, рівних і відносно однорідних ділянок, розділених вузькими границями. Кількість зерен більша для тонких плівок, розмір зерен – для більш товстих, суцільних. Середня різниця висот на поверхні зерен зменшується з ростом товщини плівки, коефіцієнт заповнення, співвідношення суми площ всіх зерен та всієї площі зображення - зростає. Для

плівки товщиною 0,1 мкм, яка не проводить електричний струм, коефіцієнт заповнення менше порогу перколяції 0,5 для двовимірних систем, для плівки товщиною 0,2 мкм, яка суцільна та електропровідна – більше 0,5. Діаграми розподілу висот мають різний вигляд для розглянутих типів плівок – близький до розподілу Гауса з 1-м максимумом для плівок на склі, розподіли з 2-ма максимумами для острівцевих та сітчастих плівок, розподіл з 1-м максимумом та великою дисперсією для суцільних плівок на Al_2O_3 . Також суттєво різні значення для різних типів морфології поверхні мають статистичні характеристики – середня різниця висот, середня шорсткість, середньоквадратичне відхилення висоти, інформаційна ентропія – для плівок на Al_2O_3 значення названих параметрів більше, що вказує на більш складний рельєф їх поверхні. Дослідження поверхні плівок за допомогою оптичного та скануючого растрового мікроскопу підтверджує наявність описаних вище особливостей їх рельєфу. Для декількох зразків було зроблено мікроаналіз за допомогою растрового електронного мікроскопа-аналізатора РЕММА-102. Було встановлено, що для плівок Ni-Mn-Ga товщиною 0,1-0,2 мкм на Al_2O_3 в проміжках між острівцями металічне покриття майже відсутнє, у більш товстих – металічний шар існує на всій площі плівки.

Поверхневі структури у плівках на Al_2O_3 дуже схожі на описані у літературі, що виникають у процесі росту плівки - зародки, з яких утворюються острівці, які при зростанні у процесі коалесценції спочатку з'єднуються у неперервну сітчасту структуру, потім при подальшому рості поступово заповнюються вільні місця і плівка стає суцільною. Така морфологія поверхні може утворюватися як при напиленні плівки, так і при відпалі при температурі 1273 К. За даними рентгеноструктурного аналізу після відпалу розмір кристалітів на підкладці з Al_2O_3 значно більший, ніж на підкладці зі скла. Можна припустити, що ця різниця викликана більш високою температурою відпалу для плівок Ni-Mn-Ga на підкладці з Al_2O_3 , яка близька до температури плавлення (1380 К). Рекристалізація металів проходить у дві стадії. На першому етапі відбувається виникнення невеликих, хаотично орієнтованих кристалів, які на другому етапі, зростають, зливаючись і поглинаючи один одного. Можна припустити, що для скляних підкладок при 873 К відбувається тільки перший етап рекристалізації, а для Al_2O_3 при 1273 К – обидва.

Четвертий розділ, «Структурні, електричні та магнітні властивості сплаву Ni-Mn-Ga» складається з п'яти підрозділів і присвячений дослідженню структури та властивостей зразків сплавів Ni-Mn-Ga, у вигляді масивних монокристалічних та полікристалічних плівкових зразків, особливостям мартенситних та магнітних фазових переходів у них в залежності від складу, структури та термообробки зразків.

У підрозділі 4.1 наведено результати рентгеноструктурного аналізу плівкових зразків Ni-Mn-Ga. Показано, що після відпалу плівки з

квазіаморфного переходять у полікристалічний стан. Оцінено розміри кристалітів у відпалених плівках.

У *підрозділі 4.2* наведено результати дослідження електричних властивостей плівкових та монокристалічних зразків Ni-Mn-Ga. За залежністю опору від температури нами були визначені температури мартенситних переходів і температура Кюрі. Опір визначався 4-зондовим методом в діапазоні 150 - 400 K. Невідпалені плівки мають від'ємний температурний коефіцієнт опору, величина якого практично не залежить від складу й товщини плівки, в діапазоні 273-373 K опір змінюється приблизно на 2%. Це якісно співпадає з температурною залежністю питомого опору немагнітних аморфних сплавів при високих температурах. Після відпалу температурний коефіцієнт опору стає додатнім, в області прямого та зворотного мартенситних переходів та в точці Кюрі на графіку залежності з'являються особливі точки. Зміна опору при мартенситному переході більша для плівок на Al_2O_3 ніж на склі. За однакових умов більша для $\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$ ніж для $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$. Також для $\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$ вищі температури прямого і зворотного мартенситних переходів і точка Кюрі. У більшості випадків температури мартенситних переходів зменшуються при зменшенні товщини плівки.

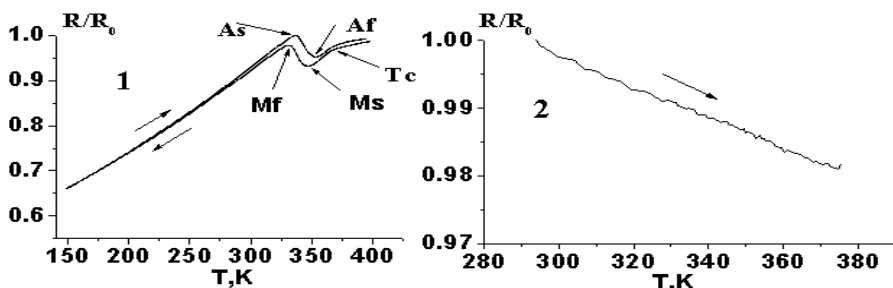


Рис.3. Залежність опору плівок від температури. 1 – $\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$, 5 мкм, на Al_2O_3 , 1273 K, 2 - $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$, 0,4 мкм, на склі, без відпалу.

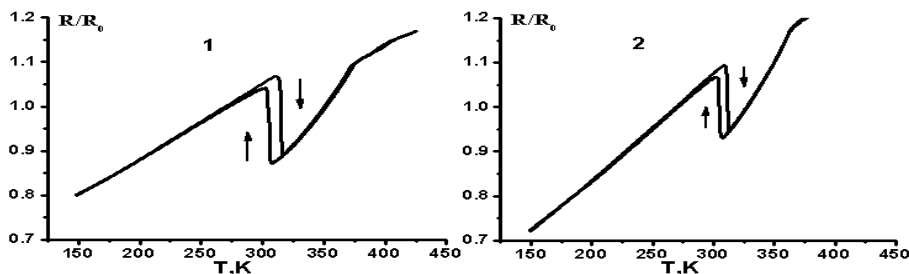


Рис. 4. Залежність опору монокристалу $\text{Ni}_{50,9}\text{Mn}_{29,43}\text{Ga}_{19,67}$, від температури. 1 - напрямом [001], відносна зміна опору 18,1%, 2 - напрямом [100], відносна зміна опору 15,4%

Для зразка монокристалу $\text{Ni}_{50,9}\text{Mn}_{29,43}\text{Ga}_{19,67}$ було виміряно залежність опору від температури для різних кристалографічних напрямків. З отриманих залежностей було визначено точки фазових переходів - $M_s = 311,6 \text{ K}$, $M_f = 314,6 \text{ K}$, $A_s = 302,7 \text{ K}$, $A_f = 306,1 \text{ K}$, температура Кюрі $T_c = 366,3 \text{ K}$. При мартенситному переході зміна опору складає 18.1% для напрямку $[001]$ і 15.4% для $[100]$. Виміри показують значну анізотропію електричного опору в залежності від кристалографічної орієнтації зразка. Основною відмінністю мартенситного переходу у монокристалі від переходу у полікристалічний плівці є анізотропія фізичних властивостей в залежності від кристалографічного напрямку, також значно зменшуються діапазони температур, у яких співіснують мартенситна та аустенітна фази. Для плівкових зразків вимірювалась залежність термоелектрорушійної сили від температури відносно свинцевих контактів у діапазоні 273 - 400 K. Коефіцієнт термо-ЕРС для невідпалених плівок приблизно у 2,5 менше, ніж для відпалених. Залежності термо-ЕРС від температури для відпалених плівок мають точку перегину, що відповідає температурі Кюрі, у точках мартенситного переходу особливостей не спостерігається. Це можна пояснити невеликою зміною густини електронних станів біля рівня Фермі при мартенситному переході у досліджуваних сплавах.

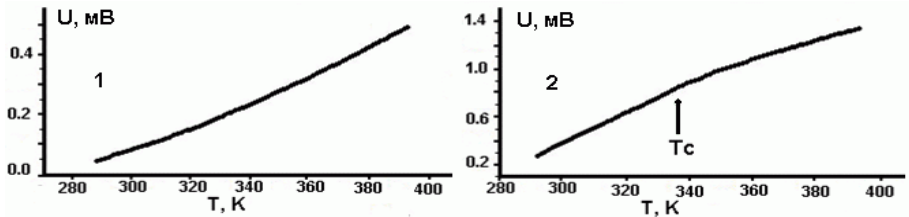


Рис.5. Залежність термо-ЕРС від температури. 1 – $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$, 0,6 мкм, на склі, без відпалу, 2 – $\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$, 0,4 мкм, на склі, 873K.

Для відпалених плівок було якісно перевірено вплив постійного магнітного поля 1,4 кЕ, нормального до поверхні зразка, на температурну залежність термо-ЕРС. При цьому було зафіксовано зменшення абсолютних значень термо-ЕРС у полі, особливо вище точки Кюрі у парамагнітному стані, коли у зразку зникають внутрішні поля магнітних доменів.

У *підрозділі 4.3* наведено результати дилатометричних досліджень монокристалу $\text{Ni}_{50,9}\text{Mn}_{29,43}\text{Ga}_{19,67}$. Було виміряно залежність лінійних розмірів зразка від температури вздовж різних кристалографічних напрямків. При мартенситному переході спостерігалось зменшення лінійних розмірів на 1,9% для напрямку $[001]$ і на 1,6% для $[010]$, для напрямку $[100]$ спостерігалось збільшення розмірів на 2,1%. Такий результат можна пояснити тим, що в мартенситному стані матеріал складається з розорієнтованих структурних доменів. Напряму, у якому відбувається розширення, відповідає більша

об'ємна частка доменів з короткою віссю, спрямованою вздовж напрямку вимірювання. Також слід відзначити незначну міцність зразка, при термоциклуванні зразок з обробленою поверхнею руйнується приблизно через 10 циклів.

У підрозділі 4.4 розглядаються магнітні властивості зразків сплавів Ni-Mn-Ga. Відносна магнітна проникність плівок вимірювалась за допомогою LC-генератора, в котушку індуктивності якого було поміщено досліджуваний зразок. Ця методика не дозволяє визначити абсолютні значення магнітної проникності, але дає можливість отримати температури фазових переходів. Знайдені температури переходів близькі до температур, отриманих з аналізу графіків опору. Для масивного монокристалічного зразка залежність відносної магнітної проникності від температури вимірювалась методом диференційного трансформатора, у точці мартенситного переходу відносна магнітна проникність змінюється на 22,7%, магнітна проникність вище в аустенітному стані. Методом феромагнітного резонансу було досліджено два зразки відпаленої та невідпаленої плівки Ni-Mn-Ga. Дослідження провадилося в діапазоні температур 310-360 К з кроком 10 К. У відпаленій плівці спостерігалися лінії поглинання аустеніту та мартенситу, інтенсивність яких змінювалась при проходженні зворотнього мартенситного переходу, температура переходу близька до значень, отриманими у попередніх дослідках. У невідпаленому зразку мартенситний перехід не відбувається і змін у спектрі ФМР не спостерігалось. Для дослідження впливу зовнішніх факторів на протікання мартенситного переходу у зразках Ni-Mn-Ga та їх термоциклування нами було розроблено генератор на мартенситному переході. Генератор складається з апаратної та програмної частини. Програма відстежує точки перегину залежності опору від температури, які відповідають мартенситним переходам, та керує роботою нагрівача. У зразку багато разів повторюються прямий та зворотній мартенситні переходи. Така схема дає можливість дослідити явище фазового нагартування і вплив зовнішнього магнітного поля на мартенситний перехід.

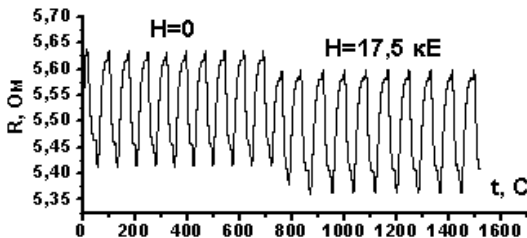


Рис.6. Приклад роботи генератора на мартенситному переході без поля і в полі 17,5 кЕ в площині плівки, зразок $\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$ на Al_2O_3 , товщиною 5 мкм, відпалений при 1273 К.

Було встановлено, що фазове нагартування у плівкових зразках не спостерігається. Зовнішнє магнітне поле викликає зростання температури мартенситних переходів. Для плівки $\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$ товщиною 5 мкм, на

підкладці з Al_2O_3 , відпаленій при 1273 К, в перпендикулярному полі 17,5 кЕ спостерігалось зростання температури аустенітного переходу $\Delta A_f = 1,43 \pm 0,17$ К, в паралельному полі 15,5 кЕ - $\Delta A_f = 1,55 \pm 0,09$ К.

У *підрозділі 4.5* розглядаються особливості мартенситних переходів у зразках Ni-Mn-Ga. У більшості досліджуваних зразків спостерігається термопружний мартенситний фазовий перехід, який відбувається у деякому діапазоні температур і характеризується температурами початку і кінця переходу. До такого переходу можна застосувати теорію розмитих фазових переходів (Малыгин Г.А., УФН, 2001г, т.171, №2, с.187-212). З цієї теорії випливає, що логарифм співвідношення об'ємів мартенситної та аустенітної фаз буде лінійно залежати від температури. Для оцінки можливості застосування теорії розмитих фазових переходів до мартенситних переходів у досліджуваних зразках Ni-Mn-Ga було проаналізовано їх залежності опору і лінійних розмірів від температури. Мартенситна та аустенітна фази мають різні температурні коефіцієнти опору. В області мартенситного переходу, коли співіснують обидві фази, повний опір зразка у першому наближенні буде складатися з суми опорів кожної фази, пропорційно об'ємній частці цих фаз. Було проаналізовано залежності опору зразків від температури та знайдено функцію залежності об'ємної частки мартенситу від температури, $f(t)$. Обчислено логарифм співвідношення об'ємів мартенситної та аустенітної фази $\ln((1-f(t))/f(t))$, побудовано графік та проведено його лінійну апроксимацію. Залежність $\ln((1-f(t))/f(t))$ найбільш близька до лінійної для плівок на підкладці з Al_2O_3 , для інших зразків похибка апроксимації значно більша. Загалом розрахунки підтверджують можливість застосування теорії розмитих фазових переходів до мартенситних переходів у зразках Ni-Mn-Ga, розглянутих у нашій роботі.

У розділі було показано, що при збільшенні товщини плівки Ni-Mn-Ga зростають розміри зерен. Зміна розмірів зерна в плівках Ni-Mn-Ga призводить до зміщення температури фазових переходів та зміни магнітних та електричних властивостей плівок. Коефіцієнт термо-ЕРС для невідпалених плівок Ni-Mn-Ga у 2,5 рази менше, ніж для відпалених, що пов'язано з різною питомою провідністю цих плівок у відпаленому та невідпаленому станах. Температурна залежність термо-ЕРС має особливості в точці Кюрі, і майже не має особливостей в точці мартенситного переходу. На основі особливостей залежності опору від температури в області мартенситного переходу розроблено і побудовано низькочастотний генератор, який дозволяє проводити температурне циклування зразка. Це підвищує точність вимірів впливу зовнішніх факторів на характер мартенситних перетворень. Було визначено зсув в магнітному полі точок мартенситних переходів і відсутність фазового нагартування при мартенситних переходах у плівкових зразках. На основі аналізу залежності опору від температури було показано можливість

застосування теорії розмитих фазових переходів до мартенситних переходів у розглянутих зразках Ni-Mn-Ga.

П'ятий розділ «Структурні, електричні та магнітні властивості сплаву Fe-Mn-Ga» складається із трьох підрозділів і присвячений дослідженню структури та властивостей зразків сплавів Fe-Mn-Ga, у вигляді масивних полікристалічних та плівкових зразків.

У підрозділі 5.1. докладно описані методи отримання зразків і представлені результати досліджень їх структури за допомогою рентгеноструктурного аналізу та електронної просвічуючої мікроскопії. Магнітні властивості зразків досліджувались за допомогою вібраційного магнетометру та спектрометру Radiopan. Сплав Fe-Mn-Ga, склад якого близький до стехіометричного, може кристалізуватися у дві фази - L_{12} , яка антиферомагнітна при низьких температурах та малих зовнішніх магнітних полях та L_{21} , яка ферімагнітна при $T < 200$ К. У сплаві Fe-Mn-Ga фази L_{12} та L_{21} можуть бути сформовані майже з однаковою ймовірністю через малу різницю між повними енергіями фаз: $\Delta E = 60$ меВ. У двофазних сплавах Fe-Mn-Ga можуть спостерігатися комбіновані магнітні властивості. Нами було виготовлено 3 масивні полікристалічні зразки сплаву Гейслера наступних складів: сплав 1 - $\text{Fe}_{50,1}\text{Mn}_{22,7}\text{Ga}_{27,2}$, сплав 2 - $\text{Fe}_{50,3}\text{Mn}_{21,7}\text{Ga}_{28,0}$ та сплав 3 - $\text{Fe}_{51,6}\text{Mn}_{17,8}\text{Ga}_{30,6}$. Злитки сплаву 1 відпалювали при 1220 К протягом 96 годин і потім гартували у воді з льодом, інші сплави відпалювали при 1020 К протягом 50 годин, потім повільно охолоджували. Структура сплавів досліджувалась методом рентгенівської дифракції, виміряні спектри порівнювались з модельними. У сплавах $\text{Fe}_{50,1}\text{Mn}_{22,7}\text{Ga}_{27,2}$ та $\text{Fe}_{50,3}\text{Mn}_{21,7}\text{Ga}_{28,0}$ присутні рефлекси, характерні для неупорядкованих L_{21} (тобто об'ємно-центрованої кубічної фази – ОЦК) та L_{12} (тобто гранецентрованої кубічної фази – ГЦК) фаз, у спектрі сплаву $\text{Fe}_{51,6}\text{Mn}_{17,8}\text{Ga}_{30,6}$ присутні лише рефлекси для L_{21} (ОЦК) фази. Вміст L_{12} (ГЦК) та L_{21} (ОЦК) фаз в сплавах 1 та 2, оцінений за співвідношенням найбільш інтенсивних ліній, складає 70,6 % та 29,4 %, а також 39 % та 61 %, відповідно. Було виміряно залежність відносної магнітної проникності χ для 3-х зразків. У сплаві 3 відбувається тільки один магнітний перехід, у сплавах 1 та 2, які складаються з 2-х фаз, 3 магнітні переходи. Плівки сплаву Fe-Mn-Ga були виготовлені двома методами – методом спалаху та шляхом магнетронного розпорошення масивної мішені. Напилення провадилося на скляну підкладку, товщина плівки близько 0,1 мкм. Для формування різних структурних станів в плівках сплавів під час осадження змінювалася температура підкладки та температура відпалу. Для плівок, отриманих методом спалаху, провадилося осадження на холодну підкладку 78 К, холодну підкладку 78 К з наступним відпалом при 720 К і на підкладку, нагріту до 720 К. За допомогою електронного просвічуючого мікроскопа було визначено, що у першому випадку плівка аморфна, у другому

– дрібнокристалічна зі структурою B2, у третьому – крупнокристалічна зі структурою B2. Дослідження магнітних властивостей плівок показали, що зі збільшенням ступеню дальнього порядку впорядкованості структури зростає коерцитивна сила та намагніченість насичення плівок.

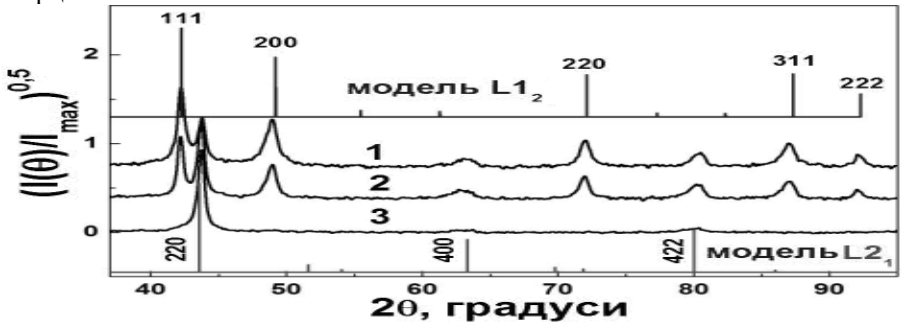


Рис. 7. Модельні спектри рентгенівської дифракції для двох фаз сплаву $L1_2$ та $L2_1$, та експериментально отримані дифрактограми для 3-х зразків, близьких до стехіометричного складу. 1 - $Fe_{50,1}Mn_{22,7}Ga_{27,2}$ (71 % $L1_2$ (ГЦК) + 29 % $L2_1$ (ОЦК)), 2 - $Fe_{50,3}Mn_{21,7}Ga_{28,0}$ (39 % $L1_2$ (ГЦК) + 61 % $L2_1$ (ОЦК)), 3 - $Fe_{51,6}Mn_{17,8}Ga_{30,6}$ (100 % $L2_1$ (ОЦК)).

При магнетронному розпорошенні плівки осаджувались на скляну підкладку при кімнатній температурі 293 К без відпау та з відпадом при 620 К протягом 30 хвилин. Було встановлено, що в першому випадку плівка аморфна, у другому – дрібнокристалічна. Після осадження на підкладки при кімнатній температурі плівки мають вузьку смугу поглинання ФМР в паралельній орієнтації поля (напівширина смуги 66 Гс), що свідчить про досить високу композиційну і магнітну однорідність плівки. Після відпау таких плівок ефективна намагніченість плівки зростає ($M_{ef}=524$ Гс), але напівширина смуги поглинання збільшується. (179 Гс) Це свідчить про певне розшарування в плівці або про зростання магнітокристалічної анізотропії.

У *підрозділі 5.2.* наведено залежності електричного опору зразків від температури а також температурні залежності намагніченості у різних зовнішніх магнітних полях. Для всіх досліджуваних зразків на залежності опору від температури відсутні особливості, характерні для мартенситних переходів. Хід залежності при нагріванні та охолодженні майже співпадає, помітного гістерезису не спостерігається. Для масивних зразків сплаву $Fe_{50,1}Mn_{22,7}Ga_{27,2}$ з переважно ГЦК структурою температурний коефіцієнт опору додатний. Для двофазного сплаву $Fe_{50,3}Mn_{21,7}Ga_{28,0}$ при високих температурах спостерігається область насичення електроопору. Для сплаву $Fe_{51,6}Mn_{17,8}Ga_{30,6}$ с ОЦК структурою при температурі приблизно 250 К, спостерігається точка перегину, яка відповідає температурі Кюрі фази $L2_1$. При температурі, вищій за температуру Кюрі, для зразка з чистою фазою $L2_1$

спостерігається від'ємний температурний коефіцієнт опору, що можна пояснити квантово-механічним ефектом слабкої локалізації. Питомий опір фази L_{21} майже в 5 разів вищий, ніж фази L_{12} , тому в двофазних сплавах основний вклад у залежність опору від температури вносить фаза L_{12} .

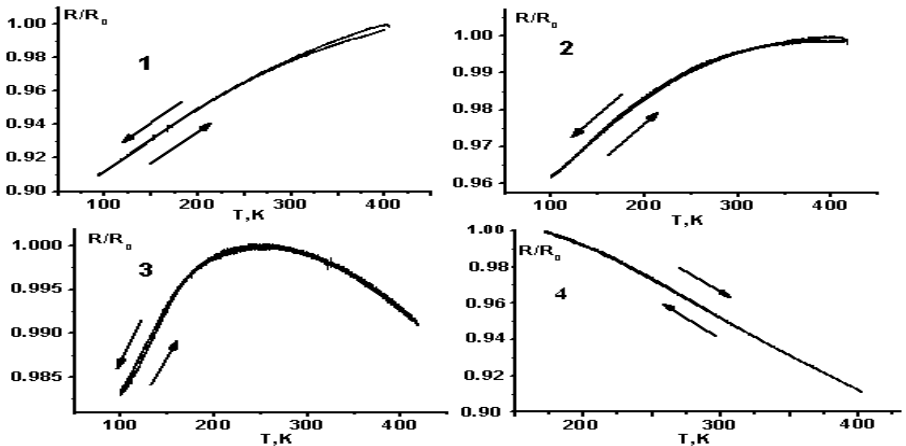


Рис. 8. Температурні залежності опору для масивних зразків складу: 1 - $\text{Fe}_{50,1}\text{Mn}_{22,7}\text{Ga}_{27,2}$, 2 - $\text{Fe}_{50,3}\text{Mn}_{21,7}\text{Ga}_{28,0}$, 3 - $\text{Fe}_{51,6}\text{Mn}_{17,8}\text{Ga}_{30,6}$, і плівкового зразка 4 - $\text{Fe}_{50,4}\text{Mn}_{24,2}\text{Ga}_{25,4}$, 0,1 мкм, осадженого методом спалаху на скло при 710 К.

Плівкові зразки Fe-Mn-Ga, які досліджувались у роботі, мали ОЦК структуру. Для всіх плівкових зразків опір спадає з ростом температури в усьому досліджуваному температурному діапазоні, що пояснюється властивостями фази L_{21} (B2), а також меншою впорядкованістю плівкових зразків, порівняно з масивними. Спостерігається точка перегину при температурі близькій до 210 К, яка відповідає температурі Кюрі фази L_{21} . Особливостей, характерних для мартенситного переходу, також не спостерігається. Було проведено дослідження магнітних властивостей масивного сплаву $\text{Fe}_{50,1}\text{Mn}_{22,7}\text{Ga}_{27,2}$, який складається з двох фаз L_{12} (ГЦК) та L_{21} (ОЦК) у співвідношенні 70,6% та 29,4%, у різних зовнішніх магнітних полях. При малих зовнішніх магнітних полях фаза L_{12} при $T < 400$ К антиферомагнітна, потім відбувається метамагнітний перехід. Досить великі зовнішні магнітні поля ($H=5\text{T}$) викликають зміну магнітного порядку в L_{12} фазі сплаву, він з антиферомагнітного стає феромагнітним, роблячи температурну залежність намагніченості типовою для феромагнетика. Однак намагніченість сплаву $\text{Fe}_{50,1}\text{Mn}_{22,7}\text{Ga}_{27,2}$ при низьких температурах не стає насиченою навіть в полі $H=7\text{T}$. Це може свідчити, що залишки антиферомагнітної фази існують в сплаві навіть при великих магнітних полях.

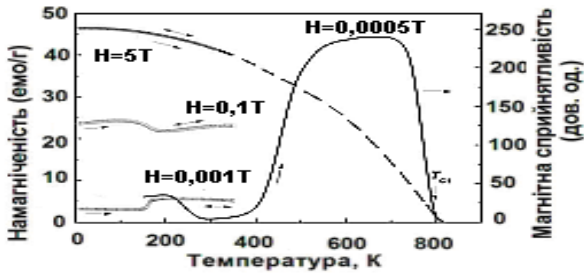


Рис. 9. Температурні залежності намагніченості (ліва шкала) та магнітної сприйнятливості (права шкала) сплаву $\text{Fe}_{50,1}\text{Mn}_{22,7}\text{Ga}_{27,2}$, що були одержані в різних магнітних полях.

У підрозділі 5.3. описані виготовлення та властивості магнітних тунельних контактів на основі плівок сплаву Fe-Mn-Ga. Сплав Fe-Mn-Ga перспективний для спинтроніки, оскільки у фазі L_{21} має місце високий ступінь спінової поляризації електронів провідності ($P=73.8\%$) завдяки існуванню глибокого мінімуму біля рівня Фермі в енергетичній залежності густини електронних станів для спінової підсистеми з напрямком спінів проти намагніченості. На основі плівок сплаву Fe-Mn-Ga було виготовлено магнітні тунельні контакти. Одним з електродів служив шар пермалою $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$, другим – напилений шар сплаву Fe_2MnGa . У якості діелектрику використовувався тонкий шар MgO . Було зроблено 2 типи тунельних контактів, в 1-му випадку плівки сплаву Fe_2MnGa осаджувались за допомогою магнетронного розпорощення, у 1-му – методом спалаху. Плівки пермалою осаджували методом магнетронного розпорощення. Бар'єрний шар у тунельному контакті формували шляхом електронно-променевого випаровування з монокристалу MgO . На підкладці зі скла або полікору розміром $8 \times 24 \text{ мм}^2$ одночасно формували 4 контакти, площа яких складала $50 \times 50 \text{ мкм}^2$. Методом просвічуючої електронної мікроскопії було встановлено, що плівки сплаву Fe_2MnGa , що були одержані за допомогою магнетронного розпорощення, мають аморфну або дрібнокристалічну структуру, методом спалаху – кристалічну структуру B2 з великим розміром зерна. З вольт-амперної характеристики тунельного контакту було отримано значення ширини ($t_b = 1,56 \text{ нм}$) та висоти ($\phi=1,52 \text{ В}$) потенціального бар'єру. Ступінь спінової поляризації електронів провідності в плівках сплаву Fe_2MnGa , одержаних методом магнетронного розпорощення, визначений за допомогою методу Андріївського відбиття, при 4,2 К становив 40 %, на відміну від теоретично передбачених 73,8 %. Це можна пояснити значним структурним безладом в аморфному стані сплаву. Магнітоопір досліджувався в магнітних полях до 1200 ерстед. Поле було прикладено в площині контактів. Завдяки різній коерцитивній силі Fe_2MnGa і $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ при зміні зовнішнього поля намагніченість контактів змінювалась з паралельної на антипаралельну, при цьому спостерігалася зміна електричного опору. Для контактів 1-го типу, коли шар отримано методом магнетронного розпорощення, зміна опору становить 4

- 7 % в полі 1000 ерстед. Для контактів 2-го типу, при застосуванні методу спалаху, зміна опору 5 - 25 % в полі 500 ерстед. Магнітні тунельні контакти 2-го типу містять більш структурно досконалі шари сплаву Fe_2MnGa та демонструють значно більшу залежність опору від магнітного поля.

Було встановлено, що масивні зразки Fe-Mn-Ga складаються з суміші фаз L_{12} та L_{21} , плівкові - з фази L_{21} . Цим фактом пояснюються особливості температурних залежностей електроопору та магнітної сприйнятливості зразків сплавів Fe-Mn-Ga, які суттєво залежить від співвідношення концентрації фаз L_{12} та L_{21} . Було показано, що збільшення впорядкованості плівок сплавів Fe-Mn-Ga, які слугували одним з електродів магнітних тунельних контактів, приводить до збільшення величини тунельного магнітоопору. Було виготовлено тунельні контакти з величиною магнітоопору 20% в магнітному полі 500 Е, що може бути використано для створення датчиків магнітного поля.

ВИСНОВКИ

У дисертаційній роботі приведені нові наукові результати, які уточнюють і розширюють уявлення про електричні та магнітні властивості зразків сплавів Ni-Mn-Ga та Fe-Mn-Ga. Згідно з проведеними експериментальними дослідженнями були отримані наступні наукові результати:

1. Показано, що у плівках Ni-Mn-Ga розмір кристалітів та морфологія суттєво залежить від товщини і температури відпау плівок. На основі статистичного аналізу поверхні плівок різної товщини встановлено, що ріст плівок на полікристалічних підкладках Al_2O_3 відбувається в декілька етапів: утворення зародків та формування острівцевої структури, коалісценція острівців з утворенням сітчастої структури, і, нарешті, утворення суцільної плівки. При збільшенні товщини плівки розміри зерен також зростають. Зміна розмірів зерна в плівках Ni-Mn-Ga призводить до зміщення температури фазових переходів та зміни магнітних та електричних властивостей плівок. Розроблено алгоритм сегментації зображення поверхні плівок та визначення розмірів зерен.

2. Показано, що коефіцієнт термо-ЕРС для плівок Ni-Mn-Ga, осаджених на аморфні та полікристалічні підкладки, суттєво залежить від термічної обробки, що пов'язано з різною питомою провідністю цих плівок у віддаленому та невіддаленому станах. Показано, що температурна залежність термо-ЕРС має особливість в точці Кюрі, і практично не має особливостей в точці мартенситного фазового переходу.

3. На основі N-подібної залежності опору від температури в області мартенситного переходу в плівках Ni-Mn-Ga розроблено і побудовано низькочастотний генератор, який дозволяє проводити температурне циклування зразка і тим самим підвищити точність досліджень щодо впливу магнітного поля та інших зовнішніх факторів на характер мартенситних

перетворень. Даним методом було визначено зсув в магнітному полі точок мартенситних переходів, а також відсутність фазового нагартування при мартенситних переходах у плівкових зразках.

4. Встановлено, що досліджувані масивні зразки Fe-Mn-Ga складаються з суміші фаз L_{12} та L_{21} , плівкові - з фази L_{21} . Температурні залежність електроопору масивних та плівкових сплавів Fe-Mn-Ga суттєво залежить від концентрації фаз L_{12} та L_{21} , що обумовлено особливостями електронної будови цих кристалічних фаз.

5. Встановлено, що збільшення впорядкованості плівок сплавів Fe-Mn-Ga, які слугували одним з електродів магнітних тунельних контактів $\text{Fe}_2\text{MnGa}/\text{MgO}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$, приводить до збільшення величини тунельного магнітоопору. На основі проведених досліджень виготовлено тунельні контакти з величиною магнітоопору 20% в магнітному полі 500 Е, що може бути використано для створення датчиків магнітного поля.

СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

1.Крупа Н. Н. Изменение магнитных характеристик и формирование nanoостровков в тонких пленках с помощью лазерного излучения / Крупа Н. Н., Погорелый А. Н., Скирта Ю. Б., Захаров Р.В. //Металлофизика и новейшие технологии – 2005 - т. 27, № 12- с. 1609-1619.

2. Krupa M. M. Formation of the nanodots and change of the characteristics of thin magnetic films under laser irradiation / Krupa M.M., Sartinska L.L., Skirta Yu.B., Zaharov R. // Current Applied Physics -2010.- v.10, № 1- p. 294-298.

3.Скирта Ю. Б. Особенности фазового перехода в монокристалле $\text{Ni}_{50,9}\text{Mn}_{29,43}\text{Ga}_{19,67}$ / Скирта Ю. Б., Созинов А.Л., Невдача В.В. //Журнал нано-та електронної фізики -2013.- том 5, № 3, - с. 03042(4сс)

4. Krupa M. M. Self-generation method of studying the martensitic transition in Ni_2MnGa films / Krupa M. M., Skirta Yu.// Radiophysics and Quantum Electronics – 2013.-v. 55, issue 9- p.564-570

5. Крупа Н. Н. Влияние отжига на электрические и магнитные свойства плёнок Ni_2MnGa / Крупа Н. Н., Скирта Ю. Б. // Наносистемы, наноматериалы, нанотехнологии - 2014.- т.12, №1- с. 35–44.

6. Кудрявцев Ю. В. Структура та магнітні властивості стопу $\text{Fe}_2\text{MnGa}/\text{Кудрявцев Ю. В., Перекося А. О., Єрмоленко В. М., Dubowik J., Главацкий І. М., Козлова Л. Є., Скирта Ю. Б.// Металлофизика и новейшие технологии - 2014.- т.36, №7- с.967–976.$

7. Кудрявцев Ю. В. Магнітні тунельні контакти на основі стопу Гейслера Fe_2MnGa / Кудрявцев Ю. В., Уваров В. Н., Dubowik J., Скирта Ю. Б. //Металлофизика и новейшие технологии - 2015.- т.37, №3- с.305-316.

8. Kudryvtsev Y. V. Neutron diffraction study of Fe_2MnGa Heusler alloys / Kudryvtsev Y. V., Perekos A. E., Glavatskyi I. N., Dubowik J., Y.B. Skirta Y. B. // *Металлофизика и новейшие технологии* – 2016. - т.38, №1 - с.53 - 66.

9. Скирта Ю. Б. Вплив відпалу на структуру поверхні плівок Ni_2MnGa / Скирта Ю. Б. // *Металлофизика и новейшие технологии* -2016.- т.38, №9-с.1179–1194.

10. Skirta Yu. Thermal expansion of single crystal Ni_2MnGa . / Skirta Yu., Sozinov A., Nevdacha V., Pogorilyi A.M. // *Abstracts of International Conference Functional Materials ICFM'2009, October 5-10, 2009.* – Simferopol, DIP, 2009. – p.266.

11. Titenko A.N. The deformation behavior of Fe-Ni-Co-Ti-Cu shape memory alloys. / Titenko A. N., Kozlova L.E., Skirta Y.B., Demchenko L.D. // *Abstracts of International Conference Functional Materials ICFM'2009, October 5-10, 2009.* – Simferopol, DIP, 2009. – p.274.

12. Krupa M.M. The self-excited oscillation from martensite transformation in the Ni_2MnGa thin films / Krupa M. M., Skirta Y.B. // *Abstracts of International Conference Functional Materials ICFM'2011, October 3-8, 2011.* – Simferopol, DIP, 2011. – p.249.

13. Krupa M. M. Autonomous generator based on Ni-Mn-Ga microactuator as a frequency selective element / Krupa M. M., Skirta Y. B., Barandiaran J.M., Ohtsuka M., Chernenko V.A. // *EPJ Web of Conferences JEMS, V.40.-January, 2013.- p.09001.*

14. Крупа Н.Н. Влияние отжига на электрические и магнитные свойства плёнок Ni_2MnGa / Крупа Н.Н., Скирта Ю.Б.// Тезисы 4 Международной научной конференции “Наноразмерные системы: строение, свойства, технологии”, - 19-22 ноября, 2013.- Киев, с.267.

АНОТАЦІЯ

Скирта Ю. Б. Електричні та магнітні властивості сплавів Гейслера Ni-Mn-Ga та Fe-Mn-Ga поблизу точок фазового переходу. - Рукопис.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук за спеціальністю 01.04.11 – магнетизм. – Інститут магнетизму Національної академії наук України та Міністерства освіти і науки України, Київ, 2017.

У дисертаційній роботі комплексно досліджено структурні, електричні та магнітні властивості сплавів Гейслера Ni-Mn-Ga та Fe-Mn-Ga . Розглянуто особливості мартенситних переходів у плівкових та масивних монокристалічних зразках Ni-Mn-Ga , вплив структури та зовнішніх факторів на температури переходів. При збільшенні товщини плівки зростають розміри зерен. Зміна розмірів зерна призводить до зміщення температури фазових переходів та зміни магнітних та електричних властивостей плівок. Проаналізовано вплив підкладки та термообробки на структуру поверхні плівок. Плівки на скляній підкладці мають однорідну поверхню, на Al_2O_3 – неоднорідну структуру

поверхні, яка залежить від товщини плівки. Досліджено особливості кристалічної структури, магнітні фазові переходи і пов'язані з ними електричні та магнітні властивості масивних та плівкових зразків Fe-Mn-Ga. Сплави Fe-Mn-Ga складаються з фаз L₂₁ та L₁₂, магнітні властивості сплаву обумовлені властивостями обох фаз. Виготовлено та досліджено магнітні тунельні контакти на основі сплаву Fe-Mn-Ga. Отримані значення магнітоопору 4 – 20% відкривають перспективи їх практичного використання як датчиків магнітного поля.

Ключові слова: сплави Гейслера, феромагнетики з пам'яттю форми, структура поверхні, відпал, електричний опір, намагніченість, температура Кюрі, фазовий перехід, магнітний тунельний контакт.

АННОТАЦИЯ

Скирта Ю. Б. Электрические и магнитные свойства сплавов Гейслера Ni-Mn-Ga и Fe-Mn-Ga вблизи точек фазового перехода. – Рукопись.

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.11 – магнетизм. – Институт магнетизма Национальной академии наук Украины и Министерства образования и науки Украины, Киев, 2017.

В диссертационной работе комплексно исследованы структурные, электрические и магнитные свойства сплавов Гейслера Ni-Mn-Ga и Fe-Mn-Ga. Исследовались массивные монокристаллические образцы, поликристаллические плёнки на подложках из Al₂O₃ и стекла. Рассмотрены особенности мартенситных переходов в плёночных и массивных монокристаллических образцах Ni-Mn-Ga, влияние структуры и внешних факторов на температуры фазовых переходов. После отжига в плёночных образцах Ni-Mn-Ga наблюдаются ферромагнитные свойства и мартенситный переход. При увеличении толщины пленки и температуры отжига растут размеры зерен. Изменение размеров зерна приводит к смещению температуры фазовых переходов и изменения магнитных и электрических свойств пленок. При помощи генератора на мартенситном переходе произведено многократное термоциклирование образцов через температуры мартенситных переходов, показано, что внешнее магнитное поле повышает температуры мартенситных переходов, фазовый наклёп в плёнках не наблюдается. Проанализировано влияние подложки и термообработки на структуру поверхности пленок. Пленки на стеклянной подложке имеют гладкую поверхность, на Al₂O₃ - неоднородную структуру поверхности, которая в основном зависит от толщины пленки. Подробно изучены поверхностные структуры, возникающие в плёнках на подложке Al₂O₃. Получены массивные и плёночные поликристаллические образцы Fe-Mn-Ga нескольких нестехиометрических составов. Исследованы особенности кристаллической структуры, магнитные фазовые переходы и связанные с ними электрические и

магнитные свойства массивных и плёночных образцов Fe-Mn-Ga. Рассмотрены особенности кристаллических фаз L_{21} и L_{12} сплава Fe-Mn-Ga, показано, что сплав, состоящий из 2-х фаз, испытывает магнитные превращения, характерные обоим фазам. Мартенситный переход в исследованных образцах Fe-Mn-Ga не наблюдался. Изготовлены и исследованы магнитные туннельные контакты на основе сплава Fe-Mn-Ga. Определено, что повышение степени упорядоченности кристаллической структуры контакта Fe-Mn-Ga увеличивает туннельное магнитосопротивление магнитных туннельных контактов. Полученные значения магнетосопротивления 4-20% открывают перспективы их практического использования в качестве датчиков магнитного поля.

Ключевые слова: сплавы Гейслера, ферромагнетики с памятью формы, структура поверхности, отжиг, электрическое сопротивление, намагниченность, температура Кюри, фазовый переход, магнитный туннельный контакт.

ABSTRACT

Skirta Yu. B. Electrical and magnetic properties of Ni-Mn-Ga and Fe-Mn-Ga Heusler alloys near the phase transition points. – Manuscript.

Thesis for a Doctor of Philosophy degree (Ph. D.) in Physics and Mathematics on specialty 01.04.11 – Magnetism. – Institute of Magnetism of the National Academy of Sciences of Ukraine and Ministry of Education and Science of Ukraine, Kyiv, 2017.

The structural, electrical and magnetic properties of Ni-Mn-Ga and Fe-Mn-Ga Heusler alloys were comprehensively investigated in the thesis. The features of the martensitic transitions in film and bulk monocrystalline samples of Ni-Mn-Ga and the influence of the structure and external factors on the transition temperatures were studied. With increasing film thickness increasing grain size. Changing the size of a grain temperature leads to a shift of phase transitions and changes in the magnetic and electrical properties of the films. The effect of the substrate and heat treatment on the structure of the film surface was analyzed. Films on a glass substrate with a smooth surface on Al_2O_3 - inhomogeneous surface structure, depending on the thickness of the film. The features of the crystal structure, magnetic phase transitions and, associated with them, the electrical and magnetic properties of bulk and film samples of Fe-Mn-Ga were investigated. Alloys Fe-Mn-Ga phase consisting of L_{21} and L_{12} , the magnetic properties of the alloy due to the properties of both phases. The magnetic tunnel junctions based on Fe-Mn-Ga alloy were manufactured and studied. Obtained values of tunnel magnetoresistance 4 - 20% open the perspectives of their practical applications as magnetic sensors.

Key words: Heusler alloys, ferromagnets with shape memory, surface structure, annealing, electrical resistance, magnetization, Curie temperature, phase transition, magnetic tunnel junction.

Підписано до друку 1.03.2017. Формат 60×84/16. Гарн. Тип Таймс.
Пап. офс. № 1. Друк різнографічний. Ум. Друк. Арк. 0,9. Ум. Фарбо-відб. 0,9.
Обл.-вид.арк. 0,9. Тираж 100 прим. Зам. № 83

Інститут металофізики ім. Г.В. Курдюмова НАН України.
Україна, 03680, МСП, Київ-142, бульв. академіка Вернадського, 36.

Поліграфічна дільниця
Інститут металофізики ім. Г.В. Курдюмова НАН України.
Україна, 03680, МСП, Київ-142, бульв. академіка Вернадського, 36.