

На правах рукописи



Великанов Дмитрий Анатольевич

**Высокочувствительные методы исследования магнитных свойств
кристаллических и плёночных магнитных систем**

Специальность 01.04.01 – приборы и методы экспериментальной физики

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание учёной степени
доктора физико-математических наук

Красноярск – 2017

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Сибирский федеральный университет», в Федеральном государственном бюджетном научном учреждении «Федеральный исследовательский центр «Красноярский научный центр Сибирского отделения Российской академии наук» (ФИЦ КНЦ СО РАН) Институте физики им. Л. В. Киренского Сибирского отделения Российской академии наук – обособленном подразделении ФИЦ КНЦ СО РАН (ИФ СО РАН)

Научный консультант:

Патрин Геннадий Семёнович, доктор физико-математических наук, профессор

Официальные оппоненты:

Коледов Виктор Викторович, доктор физико-математических наук, старший научный сотрудник, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт радиотехники и электроники им. В. А. Котельникова Российской академии наук», ведущий научный сотрудник лаборатории магнитных явлений в микроэлектронике

Кудасов Юрий Бориславович, доктор физико-математических наук, доцент, Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский федеральный ядерный центр – Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики», главный научный сотрудник научно-производственного центра физики

Владимиров Валерий Михайлович, доктор технических наук, профессор, Научно-производственная фирма «Электрон», генеральный директор

Ведущая организация:

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский государственный университет»

Зашита состоится «06» октября 2017 г. в 14 час. 30 мин.

на заседании диссертационного совета Д 003.075.02 Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный исследовательский центр «Красноярский научный центр Сибирского отделения Российской академии наук» (ФИЦ КНЦ СО РАН) по адресу: 660036, Красноярск, Академгородок 50, стр. 38

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИФ СО РАН и на сайте <http://ksc.krasn.ru>

Автореферат разослан «_____» 2017 г.

Учёный секретарь диссертационного совета
доктор физико-математических наук,
старший научный сотрудник



Втюрин А. Н.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность. Изучение магнитных свойств новых веществ и материалов с каждым годом становится всё более и более востребованным современной наукой. Наибольшее распространение получили методы высокочувствительной магнитометрии – они, в отличие от других методов исследования магнитной структуры, таких как магнитная нейтронография, резонансная дифракция с использованием синхротронного излучения, магнитная мёссбауэрография, существенно менее затратны, не имеют жёстких ограничений, что позволяет с их помощью исследовать магнитное поведение практически любого вещества. Тем не менее, зачастую возможности традиционных магнитометрических методов оказывались недостаточными – сказывалась нехватка чувствительности, точности, быстродействия. На повестке дня встал вопрос разработки новых, высокочувствительных средств и методов магнитных измерений.

Потребность в высокочувствительных магнитных измерениях возникла в последнее время в целом ряде областей. Так, интенсивное развитие нанотехнологий привело к созданию множества новых ультрадисперсных материалов, обладающих физическими свойствами, зачастую сильно отличающимися от уже подробно изученных свойств их массивных прототипов. Для всех типов магнетиков переход от макроуровня к наноуровню сопровождается существенным изменением магнитных свойств. К таким материалам относятся и магнитопласти, и ферромагнитные жидкости, и тонкоплёночные структуры, и пористые диамагнетики, в пустотах которых находятся ферромагнитные наночастицы. Далее. Актуальны исследования магнитных полей различных биологических объектов: человека, животных, растений, культуры ткани и т. д. Эти магнитные поля генерируются в ходе биоэлектрических процессов в органах и тканях живых организмов и лежат в диапазоне $10^{-13} \div 10^{-10}$ Тл. Целью биомагнитных исследований является восстановление пространственно-временной картины распределения биоэлектрических источников по их магнитным полям. Помимо чисто научного существует ещё и медицинский аспект подобных исследований, который заключается в возможности диагностировать у человека различные заболевания. Наконец, в химии при создании новых материалов, содержащих магнитные ионы, также необходимо знание их магнитных свойств.

Представляемая диссертационная работа посвящена как раз разработке высокочувствительных средств магнитных измерений и их практическому применению к различным задачам физики конденсированного состояния вещества. И хотя сами принципы, лежащие в основе описываемой измерительной аппаратуры, известны уже несколько десятилетий, её конкретное воплощение варьируется в зависимости от решаемых научно-исследовательских задач.

Целью настоящей работы является разработка и создание аппаратуры для проведения высокочувствительных магнитных измерений объектов различной природы, разработка соответствующих методов магнитных измерений и проведение научных исследований новых магнитных материалов в широком диапазоне внешних условий.

Научная новизна. Создан ряд высокочувствительных магнитометрических установок, включающий СКВИД-магнитометр постоянного тока, снабжённый оптической приставкой, высокочастотный СКВИД-магнитометр, вибрационный магнитометр с электромагнитом конструкции Пузея, высокотемпературный вибрационный магнитометр. В ходе конструкторской проработки применены новые запатентованные технические решения, которые существенно повысили производительность измерений и улучшили ряд технико-эксплуатационных характеристик приборов по сравнению с известными устройствами аналогичного назначения. Разработаны новые методы измерений магнитного момента на СКВИД-магнитометре.

Исследованы магнитные свойства новых монокристаллов оксиборатов и оксигерманатов, ферросилицидов, тонких магнитных плёнок различных составов. Впервые методы СКВИД-магнитометрии с оптической накачкой использованы для экспериментального исследования фотоиндуцированных изменений магнитного состояния кристаллов слабых ферромагнетиков. Исследованы фотоиндуцированные изменения как анизотропных свойств, так и динамики изменения магнитного момента.

Исследовано явление макроскопической квантовой интерференции в Tl-содержащих керамиках. Изучены механизмы, определяющие условия квантовой интерференции в различных ВТСП-керамиках (типа Y(123), Bi- и Tl-содержащих). Изучено влияние протекающего электрического тока на процессы формирования контуров квантования в ВТСП. Показаны перспективы использования этих керамик для устройств СКВИД-магнитометрии.

Достоверность полученных в представленной диссертации результатов подтверждается совпадением результатов магнитостатических измерений с результатами, полученными другими методами (магнитная нейтронография, магнитный резонанс, магнитооптика), применением современных апробированных методов исследования с использованием высокочувствительной регистрирующей аппаратуры, анализом погрешностей измерений, многократной воспроизводимостью экспериментальных результатов и их согласием с литературными данными.

Научная и практическая значимость. Предложенные инновационные конструкторские и схемотехнические решения полезны как для применения в опытно-конструкторских разработках, так и при налаживании серийного выпуска отечественных коммерческих магнитометров, что актуально в плане приборостроения. Ряд новых аппаратурных узлов носит универсальный характер, что открывает перспективы их применения в самых различных отраслях науки и техники. Разработанные и апробированные методы магнитных измерений, равно как и созданное программное обеспечение могут быть применены в магнитометрии.

Результаты научных исследований позволяют глубже понять механизмы формирования магнитных свойств и способы управления ими. Это важно не только для понимания фундаментальных вопросов физики магнетизма, но и для прикладных аспектов при создании электронных устройств, содержащих магнитные элементы, подвергаемые различным воздействиям. Изучение высокотемпературной сверхпроводимости позволяет понять механизмы формирования сверхпроводящих контуров, ответственных за проявления эффекта макроскопической квантовой интерференции.

Рекомендации и выводы, сделанные в работе, могут быть использованы при разработке новой научной аппаратуры, планировании и проведении новых физических исследований магнитных структур и применении их в приборах, основанных на новых физических принципах.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Разработка и создание экспериментальных физических установок:
- СКВИД-магнитометра постоянного тока с оптической приставкой для измерений в слабых магнитных полях;

- высокочастотного СКВИД-магнитометра для исследования квантовой интерференции в ВТСП;
 - автоматизированного вибрационного магнитометра с электромагнитом конструкции Пузея для измерения сильно анизотропных материалов;
 - автоматизированного высокотемпературного вибрационного магнитометра.
2. Методы измерения магнитных параметров на СКВИД-магнитометре, оптимизирующие процесс измерений, для следующих случаев:
- величина магнитного момента образца меньше верхнего предела измерений СКВИД-магнитометра (статические магнитные измерения);
 - величина магнитного момента образца превышает верхний предел измерений (статические магнитные измерения);
 - измерение фотоиндуцированного изменения магнитного момента.
3. Программное обеспечение для вибрационных магнитометров, предназначенное для сбора и обработки данных статических магнитных измерений, получаемых при снятии экспериментальных зависимостей: программы для ЭВМ «VSMagnetometer», «VSMAG» и «ReadFile».
4. Результаты экспериментальных исследований магнитных свойств ряда новых монокристаллических металлооксидов, впервые синтезированных в ИФ СО РАН: CuB_2O_4 , CoBO_3 , $\text{Pb}_2\text{Fe}_2\text{Ge}_2\text{O}_9$, $\text{NdFe}_3(\text{BO}_3)_4$, Cu_2FeBO_5 , Cu_2GaBO_5 , PbFeBO_4 , $\beta\text{-Cu}_3\text{Fe}_4(\text{VO}_4)_6$, в которых были установлены типы магнитного упорядочения, определены температуры магнитных фазовых переходов, изучены анизотропные свойства исследованных материалов.
5. Результаты экспериментальных исследований магнитных свойств ряда плёночных систем: многослойных плёнок $(\text{Gd/Si/Co/Si})_{20}$, $(\text{Co/Si})_n$, содержащих в качестве промежуточного слоя полупроводниковый материал; композитов $\text{L1}_0\text{CoPt}(111)$, Ga/Mn , $\text{ZnO-Fe}_3\text{O}_4$, полученных в результате твёрдофазных реакций путём отжига двухслойных плёночных систем.
6. Прямое измерение фотоиндуцированных изменений магнитного состояния кристаллов бората железа FeBO_3 на СКВИД-магнитометре с оптической накачкой. Детектируемые изменения связаны с перераспределением заселённостей подуровней основного мультиплета примесного центра в цикле оптической накачки, веду-

щим к эффективному изменению анизотропных фотоцентров.

7. Возможность использования явления макроскопической квантовой интерференции, bulk-СКВИДов и СКВИДов конструкции Циммермана из ВТСП-керамик на основе таллия и висмута для магнитных измерений. Влияние электрического транспортного тока на макроскопическую квантовую интерференцию в ВТСП-керамиках системы Bi–Ca–Sr–Pb–Cu–O.

Личный вклад автора заключается в разработке, проектировании, изготовлении высокочувствительной аппаратуры для статических магнитных измерений; постановке задач и проведении фундаментальных исследований, где в процессе экспериментальных измерений демонстрируются возможности и преимущества разработанной аппаратуры на примере широкого круга исследованных магнитных материалов; написании программного обеспечения как для автоматизированного сбора экспериментальных данных, так и для обработки полученной информации.

Апробация. Основные результаты диссертационной работы представлялись и докладывались на следующих конференциях, симпозиумах, совещаниях:

- 3-ем Всесоюзном симпозиуме «Неоднородные электронные состояния» (Новосибирск, 1989 г.);
- семинаре «Сверхпроводники с высокими температурами сверхпроводящего перехода» (Донецк, 1989 г.);
- 4-ом семинаре по функциональной магнитоэлектронике (Красноярск, 1990 г.);
- 26-ом Всесоюзном совещании по физике низких температур (Донецк, 1990 г.);
- 23-ей Всесоюзной зимней школе-симпозиуме физиков-теоретиков (Свердловск, 1990 г.);
- 19-ой Всесоюзной конференции по физике магнитных явлений (Ташкент, 1991 г.);
- 29-ом, 33-ем и 34-ом Совещаниях по физике низких температур (Казань, 1992 г.; Екатеринбург, 2003 г.; Ростов-на-Дону, 2006 г.);
- Международной конференции по магнитной электронике (Красноярск, 1992 г.);
- Московских международных симпозиумах по магнетизму (MISM) (Москва, 1999, 2014 гг.);
- 1-ом, 2-ом и 5-ом Европейско-азиатских симпозиумах «Trends in MAGnetism» (EASTMAG) (Екатеринбург, 2001 г.; Красноярск, 2004 г.; Владивосток, 2013 г.);

- 18-ой, 19-ой и 20-ой Международных школах-семинарах «Новые магнитные материалы микроэлектроники» (Москва, 2002, 2004, 2006 гг.);
- Международной конференции «Functional Materials» (Партенит, 2003 г.);
- Всероссийской научно-технической конференции «Ультрадисперсные порошки, наноструктуры, материалы: получение, свойства, применение» (Красноярск, 2003 г.);
- 3-ем Российском совещании по росту кристаллов и плёнок кремния и исследованию их физических свойств и структурного совершенства «Кремний – 2006» (Красноярск, 2006 г.);
- 16-ой и 17-ой Международных научных конференциях «Решетнёвские чтения». (Красноярск, 2012, 2013 гг.);
- научно-технической конференции «Інформатика, математика, автоматика» (ІМА-2013) (Сумы, 2013 г.);
- научно-технической конференции «Фізика, електроніка, електротехніка» (ФЕЕ-2013) (Сумы, 2013 г.);
- 5-ой, 6-ой и 7-ой Байкальских международных конференциях «Магнитные материалы. Новые технологии» (Иркутск, 2012, 2014, 2016 гг.).

Публикации. По теме диссертации опубликовано 33 статьи в рецензируемых журналах, 11 патентов РФ на изобретение и 30 тезисов докладов, зарегистрировано 3 программы для ЭВМ.

Структура и объём диссертации. Диссертация состоит из введения, восьми глав, заключения, трёх приложений и списка цитированной литературы. Общий объём диссертации составляет 436 страниц, включая 146 рисунков, 12 таблиц и список литературы из 665 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы, сформулированы цели и задачи работы, охарактеризованы объекты и методы исследований, приведены основные результаты, отмечена их новизна, научное и практическое значение, приведены сведения об апробации работы, отмечен личный вклад соискателя.

В первой главе, носящей обзорно-методический характер, рассмотрены особенности методов исследования магнитной структуры вещества, таких как магнит-

ная нейтронография, магнитная мёссбауэрография, методы резонансной дифракции с использованием синхротронного излучения и др. Преимущества и ограничения, присущие различным методам, проиллюстрированы конкретными примерами физических исследований.

Далее подробно представлены методы магнитометрии, рассмотрены принципы действия магнитометрических датчиков различных типов, дан сравнительный анализ областей их применения. Использование методов магнитометрии даёт возможность получить полезную информацию о поведении магнитного момента практически для любого вещества. В большинстве случаев из анализа полученных зависимостей возможно установить что представляет из себя исследуемое вещество в магнитном отношении, определить тип магнитного упорядочения. При магнитных измерениях образца небольшого размера и массы, каковым являются типичные объекты исследования во многих научно-исследовательских институтах, необходимо эффективно передать магнитный поток, индуцируемый магнитным моментом образца, к магниточувствительному датчику. Наиболее успешно это удаётся в таких методах, как индукционный и СКВИД-магнитометр.

Также сделан краткий обзор магнитометров, наличествовавших в ИФ СО РАН ранее, и новых научных задач, требовавших для своего решения создания новых средств магнитных измерений.

Во второй главе дано описание созданной автором аппаратуры для магнитных измерений на основе сверхпроводящих квантовых интерферометров и приведены разработанные автором методы магнитных измерений. Изложены физические основы квантовой магнитометрии, детально рассмотрены устройство и принципы действия двух типов сверхпроводящих квантовых интерферометров: постоянного тока (ПТ) и высокочастотного (ВЧ). Приведены конструкция, функциональные схемы и параметры магнитометров, а также конструктивные особенности, функциональные и принципиальные электрические схемы отдельных аппаратурных узлов.

Метод СКВИД-магнитометра наилучшим образом подходит для проведения низкотемпературных исследований. Будучи непревзойдённым по чувствительности, этот метод находит широкое применение в физическом эксперименте при исследованиях магнитного момента в диапазоне температур от гелиевых до комнатной.

Разработанный автором ПТ СКВИД-магнитометр (рис. 1) предназначен для исследования статических магнитных свойств широкого спектра объектов: от сильно-магнитных ферро- и ферримагнетиков до спиновых стёкол, мультислойных плёнок и наноструктур. В нём в качестве детектора магнитного потока применён интегральный ПТ СКВИД 1. Магнитометр снабжён оптическим трактом, что позволяет проводить сверхвысокочувствительные измерения фотоиндукционных изменений

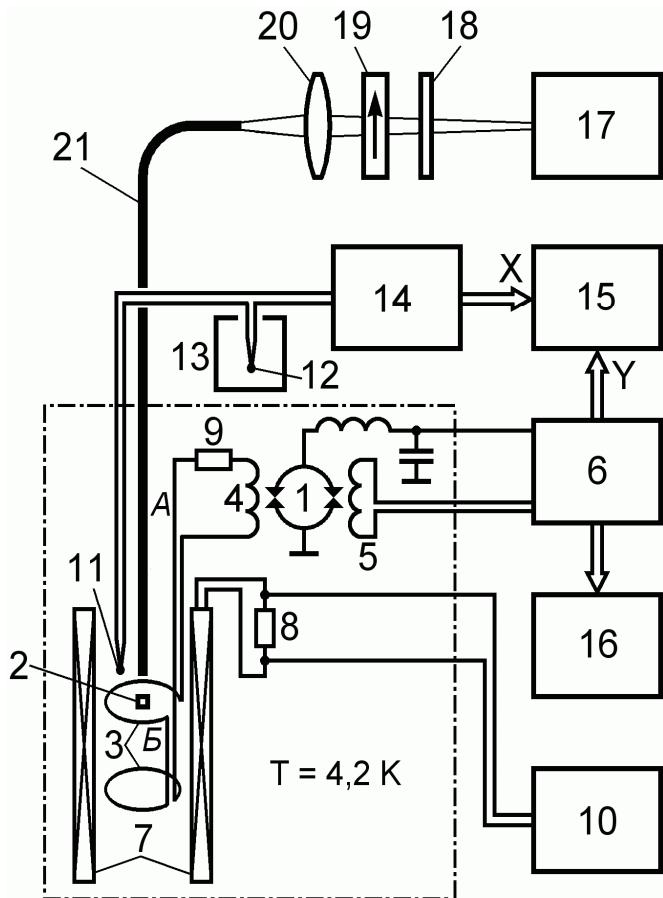


Рис. 1. СКВИД-магнитометр. Общая экспериментальная схема: 1 – ПТ СКВИД, 2 – образец, 3 – приёмные катушки, 4 – входная катушка СКВИДа, 5 – катушка модуляции и обратной связи, 6 – блок электроники СКВИДа, 7 – сверхпроводящий соленоид, 8 – тепловые ключи, 10 – источник тока, 11, 12 – спай термопары, 13 – термостат, 14 – электронный блок, 15 – двухкоординатный графопостроитель, 16 – осциллограф, 17 – источник излучения, 18 – заслонка-модулятор, 19 – поляризатор-аттенюатор, 20 – линза, 21 – оптоволоконный световод

магнитного момента фоточувствительных кристаллов.

Сигнал от исследуемого образца 2 к СКВИДу передаётся посредством короткозамкнутого сверхпроводящего трансформатора магнитного потока, имеющего две приёмные катушки 3, включённые встречно-последовательно, и входную катушку 4 СКВИДа. СКВИД через согласующий *LC*-контур, а также катушка 5 модуляции и обратной связи подключены к блоку 6 электроники, в котором производится усиление и обработка полезного сигнала, а также формируются сигналы для катушки 5. Градиентометрическое включение приёмных катушек 3 способствует подавлению помех, вызванных вариациями магнитного поля и микрофонным эффектом.

Криогенная часть магнитометра состоит из криостата, подключённого к откачным и газовым коммуникациям, и криогенной вставки. Магнитное

поле создаётся сверхпроводящим соленоидом 7, работающим в короткозамкнутом режиме, за счёт чего достигается стабилизация поля внутри контура соленоида. И соленоид, и трансформатор потока оборудованы тепловыми ключами 8, 9, которые представляют собой нагреватели, переводящие небольшие участки сверхпроводящих цепей соленоида и трансформатора потока в нормальное состояние. Когда требуется изменить значение магнитного поля, а следовательно, и силу тока в обмотке соленоида, тепловые ключи включаются на некоторое время. Питается сверхпроводящий соленоид от источника 10 тока, на цифровом индикаторе которого отображается текущее значение напряжённости поля в эрстедах.

Исследуемый образец 2 помещается в ампулу, которая теплоизолирована от гелиевой ванны с помощью вакуумной рубашки. Температуру образца можно изменять в широких пределах. Для контроля температуры служит дифференциальная термопара Au / 0.07 % Fe – Cu, её первый спай 11 размещён вблизи образца, а второй спай 12 помещён в термостат 13, внутри которого поддерживается стабильная температура $T = 323$ К. В электронном блоке 14 сигнал термопары усиливается и затем обрабатывается по схеме АЦП–ПЗУ–ЦАП, с тем чтобы сформировать постоянное напряжение, линейно пропорциональное абсолютной температуре образца. 12-разрядное ПЗУ запрограммировано под используемый тип термопары. Точность измерения температуры равна 0,1 К.

Выходы блоков 6, 14 подключаются к двухкоординатному графопостроителю 15 либо контроллеру. Для настройки и визуального контроля за работой прибора используется многоканальный осциллограф 16.

Дополнительно предусмотрена возможность проводить магнитные измерения в поле оптического излучения. В качестве источника 17 оптического излучения задействован гелий-неоновый лазер типа ЛГ-75 ($\lambda = 0,63$ мкм). Электромеханическая заслонка 18 служит для модуляции светового потока. Поляризатор 19 используется для регулировки интенсивности подводимого к образцу света. Пучок лазерного излучения при помощи линзы 20 фокусируется на торец оптоволоконного световода 21 и затем по световоду подводится к исследуемому образцу 2. При изучении временного поведение фотоиндуцированного изменения магнитного момента на вход X графопостроителя 15 подаётся сигнал с блока временных развёрток.

Благодаря конструктивным особенностям криостата (рис. 2) его теплоизоляционные свойства сохраняются неизменно высокими, отпадает необходимость в периодических ремонтно-восстановительных работах с сосудом Дьюара для жидкого гелия. Конструкция криогенной части исключает при захолаживании появление разрушающих механических напряжений в стеклянных сосудах Дьюара, позволяет минимизировать потери дорогостоящего криоагента.

Для обслуживания ПТ СКВИДа, работающего в режиме нуль-детектора, была разработана электрическая схема, основные функциональные узлы которой представлены на рис. 3. Постоянным током смещения $I_0 = 32$ мкА задаётся рабочая точка ПТ СКВИДа. Магнитный поток через контур квантования СКВИДа модулируется сигналом прямоугольной формы частотой 500 кГц с амплитудой $\pm\Phi_0/4$ (Φ_0 – квант магнитного потока), который подаётся от генератора в катушку L_m модуляции и обратной связи, индуктивно связанную со СКВИДом. Переменное напряжение, возникающее на СКВИДе, через согласующий LC -контур подаётся на малошумящий предварительный усилитель, усиливается, затем поступает на синхронный детектор. Когда квазистатический поток через контур СКВИДа составляет строго $\Phi = n\Phi_0$ или $\Phi = (n+1/2)\Phi_0$, где n – целое число, напряжение V на СКВИДе представляет собой сигнал прямоугольной формы частотой 1 МГц. При синхронном детектировании этого сигнала с опорной частотой 500 кГц напряжение на выходе детектора равно нулю. При других значениях ква-

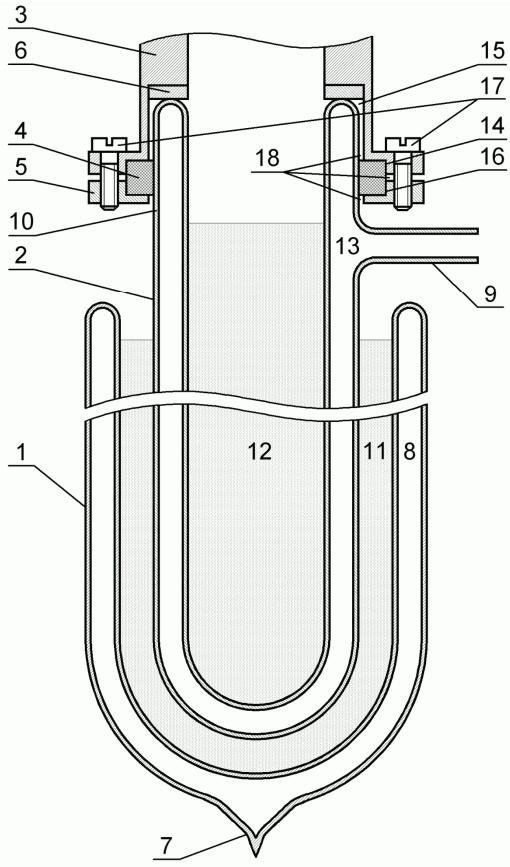


Рис. 2. Устройство криостата: 1 – азотный сосуд Дьюара, 2 – гелиевый сосуд Дьюара, 3 – капка, 4 – кольцо, 5 – фланец, 6 – прокладка, 7 – технологический отросток, 8 – вакуумное пространство, 9 – патрубок, 10 – внешняя стенка, 11 – жидкий азот, 12 – жидкий гелий, 13 – вакуумируемое пространство, 14, 15, 16 – выточки, 17 – винты, 18 – кольцевые зазоры

стого $\Phi = n\Phi_0$ или $\Phi = (n+1/2)\Phi_0$, где n – целое число, напряжение V на СКВИДе представляет собой сигнал прямоугольной формы частотой 1 МГц. При синхронном детектировании этого сигнала с опорной частотой 500 кГц напряжение на выходе детектора равно нулю. При других значениях ква-

зистатического потока Φ на СКВИДе возникает сигнал частотой 500 кГц. При этом на выходе синхронного детектора появляется постоянное напряжение, которое интегрируется, усиливается и прикладывается к резистору R_{oc} . Ток обратной связи подаётся в катушку L_m , поддерживая постоянным полный магнитный поток через контур интерферометра. Таким образом, изменению входного потока соответствует приращение напряжения на выходе интегратора.

Обычно по достижении выходным сигналом магнитометра насыщения процесс измерений прекращается. Для того чтобы преодолеть это ограничение, в электрическую схему ПТ СКВИДа включено устройство расширения динамического диапазона магнитометра (РДДМ) (рис. 4), которое осуществляет мониторинг напряжения на выходе интегратора. Как только это напряжение выходит за заданные пределы, компаратор 1 переключается, запуская генератор 3, управляющий электронным ключом 4. Замыкание ключа вызывает сброс интегратора. При этом приложенный к СКВИДу поток, создаваемый током в цепи обратной связи, скачком изменяется на целое число квантов магнитного потока, а компаратор переключается в исходное состояние. СКВИД-магнитометр, оснащенный устройством РДДМ, имеет ряд преимуществ: увеличен динамический диапазон магнитометра без снижения абсолютной чувствительности; автоматизирована операция обнуления интегратора; исключены мануальные действия оператора.

Устройство установки нуля выходного сигнала магнитометра (УНВСМ) (рис. 5) разработано для того, чтобы минимизировать влияние, обусловленное дрейфом магнитного момента от элементов криогенной вставки. С помощью уст-

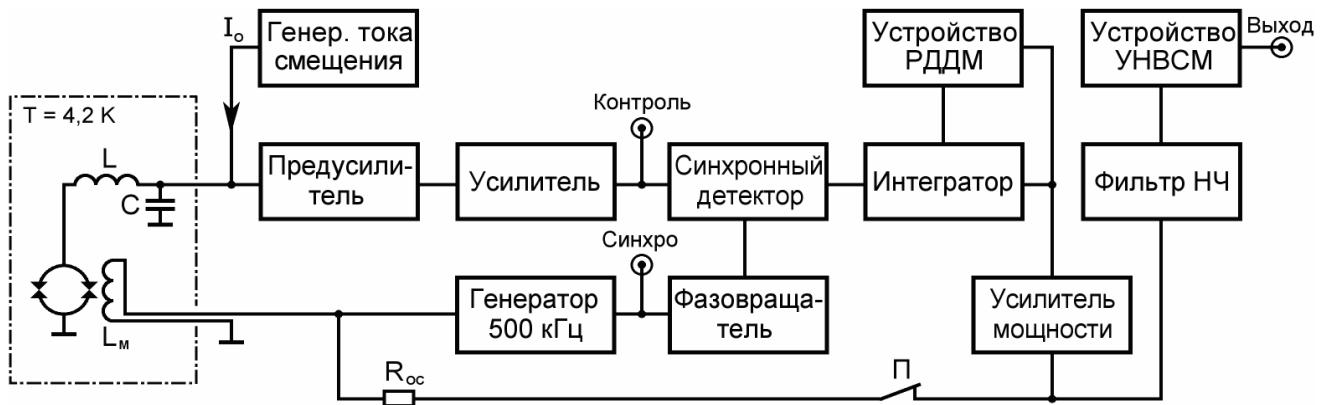


Рис. 3. Блок-схема электроники СКВИДа постоянного тока

ройства УНВСМ нулевое напряжение на выходе магнитометра устанавливается перед снятием каждой экспериментальной точки. Устройство УНВСМ содержит повторитель напряжения (ПН), устройство выборки-хранения (УВХ) и дифференциальный усилитель (ДУ). Устройство УНВСМ имеет два режима: «установка нуля» и «измерение», переключение режимов осуществляется электронным ключом $K1-1$.

Наличие устройства УНВСМ позволяет исключить неоднозначность установки «нуля», обусловленную мануальным характером действий оператора, что, в свою очередь, способствует уменьшению погрешности измерений. Приведённое схемотехническое построение устройства УНВСМ обеспечивает малое время (~ 1 мс) и высокую точность ($\sim 0.02\%$ от верхней границы динамического диапазона на каждом из пределов измерений) установки нуля выходного сигнала прибора.

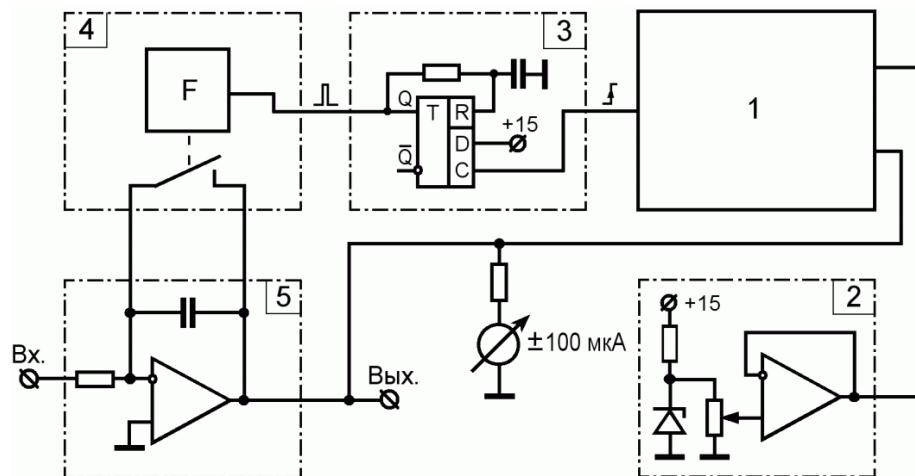


Рис. 4. Устройство РДДМ. Функциональная схема: 1 – двухпороговый регенераторный компаратор, 2 – источник опорного напряжения, 3 – генератор одиночных импульсов, 4 – электронный ключ и его подключение к интегратору 5

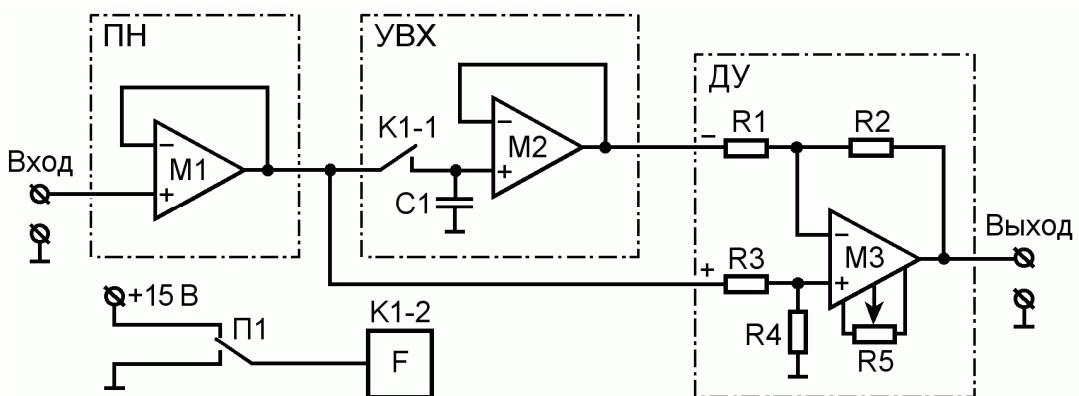


Рис. 5. Устройство УНВСМ: принципиальная электрическая схема: $M1, M3$ – КР140УД608, $M2$ – КР544УД1А, $K1$ – КР590КН7, $C1$ – К73-17-160В-1.5мкФ $\pm 20\%$ -В, $R1 \div R4$ – С2-10-0.25-2.05кОм $\pm 0.5\%$, $R5$ – СП5-3В-1.0-4.7кОм $\pm 5\%$, $П1$ – ПКН6-1

ПТ СКВИД-магнитометр имеет следующие основные параметры:

- динамический диапазон $2 \cdot 10^{-8} \div 5 \cdot 10^{-2}$ Гс·см³ (emu);
- интервал магнитных полей $0 \div \pm 1500$ Э;
- диапазон температур $4,2 \div 370$ К;
- мощность оптического излучения $0 \div 0,1$ Вт/см²;
- объём гелиевой ванны 1,2 л.

ПТ СКВИД-магнитометр предназначен преимущественно для снятия двух типов экспериментальных кривых: зависимостей магнитного момента исследуемых образцов от температуры $m(T)$ при постоянном магнитном поле; зависимостей магнитного момента от магнитного поля $m(H)$ при постоянной температуре. Кроме того, предусмотрено изучение релаксационных зависимостей, то есть зависимостей магнитного момента от времени $m(t)$, при неизменных температуре и магнитном поле. Все магнитные измерения проводятся исключительно в режиме короткого замыкания сверхпроводящего соленоида.

Для оптимизации процесса магнитных измерений на ПТ СКВИД-магнитометре были разработаны и оснащены технически методы измерения магнитного момента.

1. Измерение статических магнитных свойств образцов, у которых величина магнитного момента меньше верхнего предела измерений СКВИД-магнитометра производится следующим образом. Исследуемый образец 2 (см. рис. 1) на штоке помещается на удалении от приёмных катушек 3 вверху (положение *А*). С помощью устройства УНВСМ на выходе магнитометра устанавливается нулевое напряжение. Затем образец механически передвигается вниз в положение несколько ниже верхней приёмной катушки (положение *Б*). По мере перемещения образца происходит изменение магнитного потока через приёмные катушки, величина которого зависит от местоположения образца (рис. 6). Наведённый

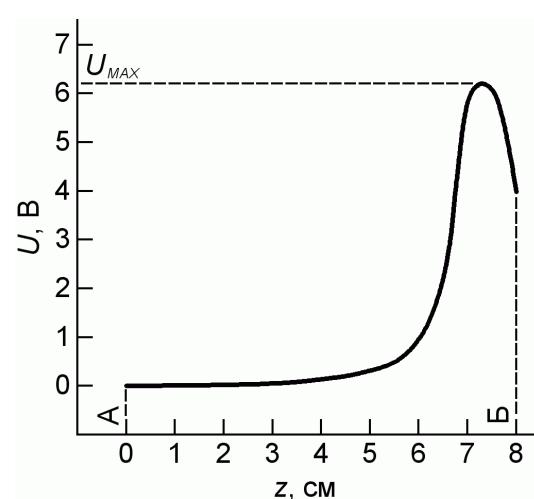


Рис. 6. Зависимость выходного сигнала СКВИД-магнитометра от положения образца

сигнал преобразуется СКВИДом, усиливается и детектируется. Выходное напряжение U магнитометра, пропорциональное изменению магнитного потока, достигает своей максимальной величины U_{MAX} , когда образец располагается по центру верхней приёмной катушки. Из величины U_{MAX} определяется магнитный момент m образца в соответствии с выражением

$$m = k \cdot U_{MAX} - m_{\Delta},$$

где k – калибровочная константа, m_{Δ} – вклад от держателя образца. Константа k определяется при калибровке магнитометра.

2. Измерение статических магнитных свойств образцов, у которых величина магнитного момента превышает верхний предел измерений СКВИД-магнитометра, производится главным образом при снятии температурных зависимостей магнитного момента $m(T)$. Исследуемый образец охлаждается до гелиевой температуры и неподвижно фиксируется в центре верхней приёмной катушки. Юстировка положения образца производится по максимуму выходного сигнала магнитометра. После этого образец начинает нагреваться и одновременно включается непрерывная запись выходного сигнала магнитометра. Когда сигнал выходит за пределы измерений, то с помощью устройства РДДМ производится обнуление интегратора, и запись экспериментальной кривой продолжается. Снятая зависимость $m(T)$ состоит из нескольких

раздельных участков, которые затем нужно сстыковать друг с другом, для того чтобы получить искомую экспериментальную кривую.

3. Измерение фотоиндуцированного изменения магнитного момента проводится для фотомагнитных кристаллов. В этом случае изучаются зависимости магнитного момента от времени $m(t)$. С помощью модулятора 18 (см. рис. 1) производится подача световых импульсов (рис. 7 а), которые проходят по световоду 21 и облучают исследуемый образец 2, размещённый в центре верхней приём-

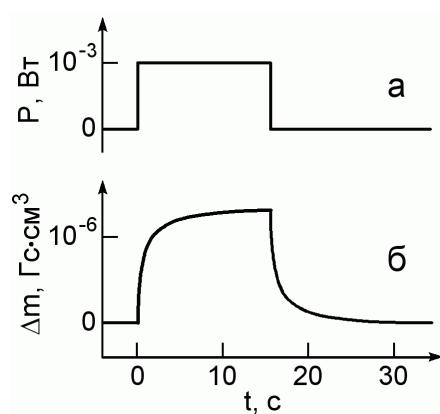


Рис. 7. Фотомагнитные измерения: *а* – импульс оптического излучения; *б* – фотоиндуцированное изменение магнитного момента

ной катушки 3. При этом в приёмной катушке наводится сигнал (рис. 7 б) пропорциональный изменению Δm магнитного момента образца, вызванного облучением.

Электрическая схема ВЧ СКВИДа (рис. 8) была изготовлена автором с целью исследования эффекта квантовой интерференции в образцах ВТСП. Сверхпроводящий квантовый интерферометр вместе с резонансным контуром размещаются внутри криогенной системы. Ток смещения частотой 30 МГц подается от генератора высокой частоты, имеющего высокое выходное сопротивление, стабильность частоты обеспечивается с помощью кварцевого резонатора. Низкочастотная модуляция магнитного потока $\pm\Phi_0/4$ создаётся прямоугольными импульсами тока частотой 35 кГц от генератора низкой частоты. Промодулированный сигнал накачки на резонансном контуре усиливается усилителем высокой частоты, детектируется амплитудным детектором; далее огибающая усиливается усилителем низкой частоты и подаётся на синхронный детектор, который управляется опорным напряжением от генератора низкой частоты. Для подстройки фазы опорного напряжения в пределах $0 \div 180^\circ$ служит фазовращатель. Общий коэффициент усиления схемы составляет 110 дБ, чувствительность на входе – порядка 0,1 мкВ. После фильтрации интегратором сигнал через резистор обратной связи R_{oc} вновь заводится в катушку резонансного контура. В магнитометре предусмотрена установка «0» выходного сигнала. Тумблером $P1$ можно размыкать цепь обратной связи. Кнопка $P2$ служит для обнуления интегратора. Подключение свип-генератора даёт возможность исследовать вольт-потоковые характеристики об-

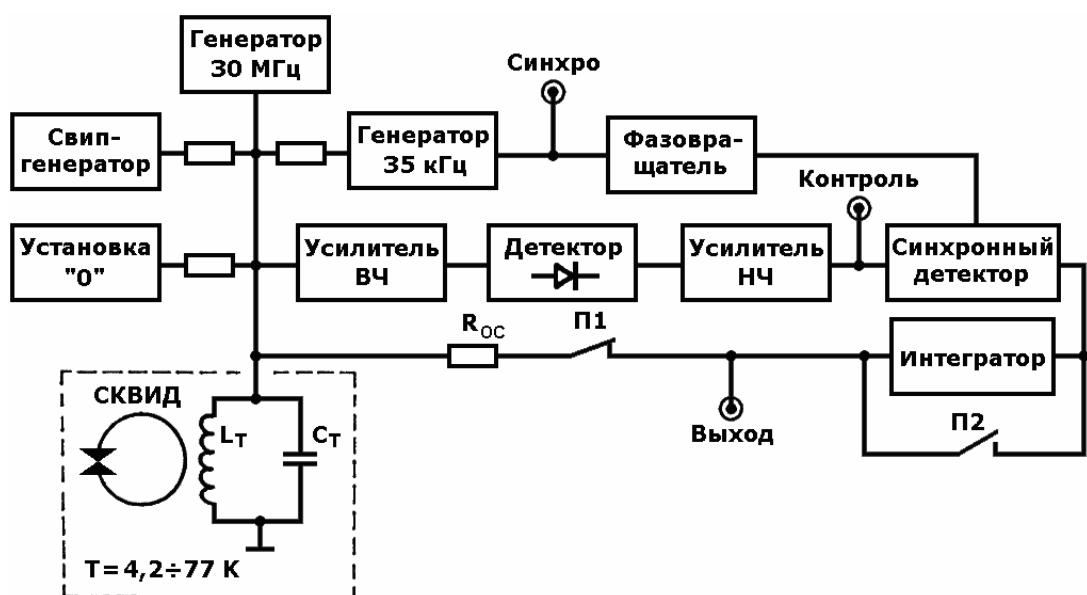


Рис. 8. Электронника ВЧ СКВИДа

разцов, наблюдая их непосредственно на экране осциллографа, подключённого к разъёму «контроль». Снятие вольт-потоковых характеристик проводится в режиме работы магнитометра с разомкнутой обратной связью, то есть при разомкнутом тумблере *П1*, и в отсутствии низкочастотной модуляции 35 кГц.

Для построения вольт-потоковых характеристик СКВИДов на двухкоординатном графопостроителе дополнительно была изготовлена универсальная стробоскопическая приставка к осциллографу, в основе действия которой лежит принцип дельтамодуляции аналоговых сигналов. Стробоскопическая приставка засинхронизирована по *X*-каналу с напряжением развёртки осциллографа. В приставке применены быстродействующие компараторы типа КР597СА1 и высокоскоростные логические ЭСЛ-микросхемы серии К500, что позволяет при совместной работе с осциллографом типа С1-122 надёжно регистрировать с высокой точностью периодические сигналы частотой до 100 МГц. В стробоскопической приставке имеет место эффект накопления сигнала по *Y*-каналу, что даёт улучшение отношения сигнал/шум.

Исследование нескольких монокристаллических образцов было проведено автором на промышленном СКВИД-магнитометре типа MPMS XL-5. При этом необходимо было точно сориентировать исследуемые монокристаллы относительно направления магнитного поля. Поскольку штатный держатель образца не обеспечивает такой возможности, потребовалась разработка и изготовление нескольких вариантов держателя для измерений образцов во взаимно ортогональных ориентациях по отношению к направлению поля.

В третьей главе рассмотрены различные методы магнитных измерений на магнитометрах с вибрирующим образцом, приводится описание созданных автором двух автоматизированных вибрационных магнитометров: магнитометра с электромагнитом конструкции Пузя и высокотемпературного вибрационного магнитометра.

Измерения на магнитометрах проводятся прямым методом. Это, с одной стороны, по сравнению с нулевым методом позволяет на несколько порядков увеличить верхнюю границу динамического диапазона прибора и, с другой стороны, позволяет избежать чрезмерного усложнения схемы, присущего дифференциальному методу. Но, в то же время, к параметрам механических колебаний образца предъявляются повышенные требования. В целях улучшения точности и повторяемости результа-

тов измерений магнитометры оснащены устройством высокоточной стабилизации параметров колебаний образца, обеспечивающим относительную нестабильность амплитуды колебаний 10^{-4} , а частоты 10^{-5} .

Общая экспериментальная схема вибрационного магнитометра представлена на рис. 9. Намагничивающее поле создаётся электромагнитом Э конструкции И. М. Пузея, имеющим сопротивление обмотки 1 Ом. Источником питания электромагнита служит мотор-генератор, содержащий асинхронный электродвигатель

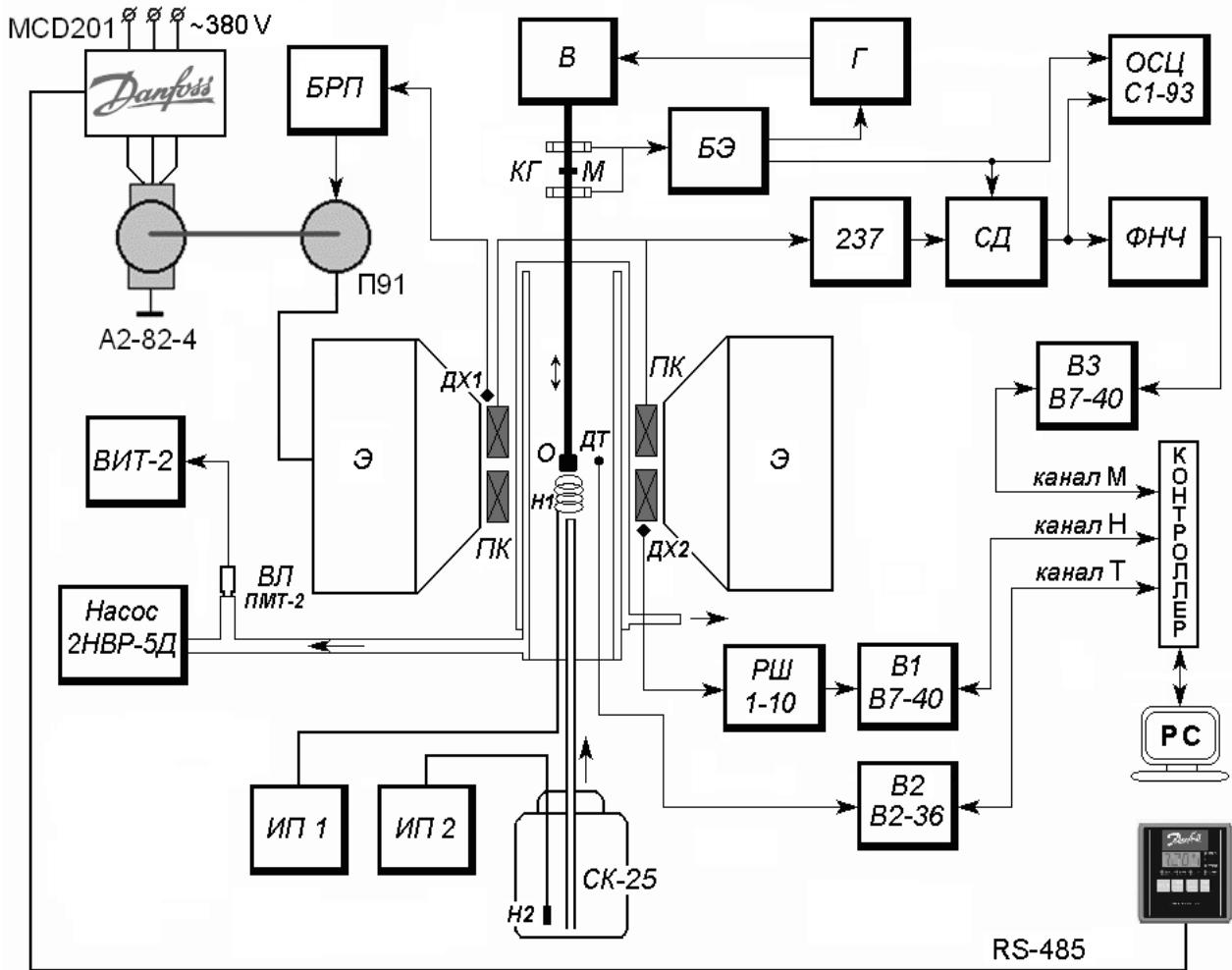


Рис. 9. Вибрационный магнитометр. Общая экспериментальная схема: *БРП* – блок развёртки поля, *П91* – генератор постоянного тока, *A2-82-4* – электродвигатель, *MCD201* – устройство плавного пуска, *Э* – электромагнит конструкции Пузея, *В* – вибратор, *Г* – генератор, *КГ* – катушки Гельмгольца, *М* – магнит, *БЭ* – электронный блок, *О* – образец, *ПК* – приёмные катушки, *237* – селективный нановольтметр, *СД* – синхронный детектор, *ОСЦ* – осциллограф, *ФНЧ* – фильтр низких частот, *ДТ* – датчик температуры, *DX1*, *DX2* – датчики Холла, *РШ1-10* – измеритель магнитной индукции, *B1*, *B2*, *B3* – цифровые вольтметры, *PC* – персональный компьютер, *H1*, *H2* – нагреватели, *ИП1*, *ИП2* – источники питания, *ВЛ* – вакуумная лампа, *ВИТ-2* – вакуумметр, *СК-25* – транспортный сосуд Дьюара

типа А2-82-4 и генератор постоянного тока типа П91. Обмотка возбуждения генератора питается от двуполярного блока *БРП* развёртки и стабилизации поля, что позволяет записывать полные петли гистерезиса. Имеется пять различных скоростей развёртки магнитного поля. Датчик Холла *ДХ1* вырабатывает сигнал, управляющий блоком *БРП*. Для запуска мотор-генератора применено устройство плавного пуска типа Danfoss MCD 201, дистанционное управление которым осуществляется с операционной панели по интерфейсу RS-485. Измерение поля электромагнита производится датчиком Холла *ДХ2* вкупе с измерителем магнитной индукции типа РШ1-10, к линейному выходу которого подключён вольтметр *В1* типа В7-40.

Исследуемый образец *О* крепится к нижней части кварцевого штока, который приводится в колебательное движение с помощью электродинамического вибратора *В* оригинальной конструкции. Отличительной особенностью вибратора является то, что он выполнен с аксиальным отверстием, через которое пропущен якорь, жёстко соединённый с питающей катушкой и, в свою очередь, также имеющий аксиальное отверстие, через которое в источник намагничивающего поля установлен шток с держателем образца. По сравнению с известными конструкциями улучшена воспроизводимость результатов измерений, упрощены операции смены и регулировки положения образца. Катушка вибратора питается от генератора *Г* переменного тока.

Для регулировки температуры образца используется проточный криостат, оснащённый нагревателем *Н1*, который подключён к источнику питания *ИП1*. Воздух из вакуумной рубашки криостата откачивается форвакуумным насосом типа 2НВР-5Д. Для контроля уровня вакуума применена вакуумная лампа ПМТ-2, подсоединённая к вакуумметру ВИТ-2. Пары жидкого азота подводятся к образцу *О* из транспортного сосуда Дьюара СК-25 по стандартному переливному устройству. Избыточное давление в сосуде Дьюара создаётся с помощью погруженного в жидкый азот нагревателя *Н2*, питаемого от источника *ИП2*. Контроль температуры осуществляется полупроводниковым датчиком *ДТ*, который подключён к вольтметру *В2* типа В2-36.

Постоянный магнит *М*, закреплённый на штоке и колеблющийся синхронно с образцом, индуцирует переменное электромагнитное поле, которое наводит ЭДС в неподвижных катушках Гельмгольца *КГ*. Сигнал обратной связи с катушек Гельмгольца поступает на электронный блок *БЭ*, где вырабатывается напряжение, которое

подводится к генератору Γ и управляет величиной его выходного напряжения таким образом, чтобы поддерживать постоянным значение ЭДС в катушках Гельмгольца, а значит, и амплитуду вибраций. Генератор Γ , вибратор B , блок $B\mathcal{E}$, катушки Гельмгольца $K\Gamma$ и магнит M , охваченные между собой соответствующими связями, составляют устройство стабилизации параметров механических колебаний.

Для регистрации полезного сигнала применена система из четырёх приёмных катушек PK , плоскости витков которых перпендикулярны намагничивающему полю **H** и параллельны направлению колебаний. Приёмные катушки электрически соединены между собой попарно встречно-последовательно и сбалансираны при помощи дополнительной катушки, плоскость витков которой также перпендикулярна полю **H**. Это позволяет избежать наводок, обусловленных флюктуациями намагничивающего поля. Приёмные катушки размещены в центральной части полюсных наконечников электромагнита \mathcal{E} и жёстко зафиксированы относительно них, благодаря чему ослабляются паразитные наводки со стороны поля электромагнита, возникающие вследствие вибраций. ЭДС, наведённая в приёмных катушках, усиливается селективным нановольтметром типа 237 производства UNIPAN, затем сигнал обрабатывается синхронным детектором CD , фильтруется фильтром низких частот $\Phi\mathcal{H}\mathcal{C}$ и после поступает на вход цифрового вольтметра $B3$. Опорный сигнал для синхронного детектора формируется блоком $B\mathcal{E}$. Для удобства настройки магнитометра и для визуального контроля за его работой используется двухлучевой осциллограф типа С1-93. На первый канал осциллографа подаётся опорный сигнал с блока $B\mathcal{E}$, второй канал осциллографа подключён к выходу синхронного детектора.

Общая экспериментальная схема высокотемпературного вибрационного магнитометра в целом схожа с вышеприведённой на рис. 9, но имеется и ряд отличий. Так, поле **H** создаётся лабораторным электромагнитом $\mathcal{F}\mathcal{L}-1$, питанным от управляемого источника постоянного тока. Инвертирование направления тока в обмотке электромагнита производится коммутацией концов обмотки, обеспечивая возможность выполнять измерения как в положительных, так и в отрицательных магнитных полях. Регистрация полезного сигнала производится двумя приёмными катушками, плоскости витков которых параллельны полю **H** и перпендикулярны направлению колебаний образца (схема С. Фонера). Термостат имеет внутреннюю вакуумную и

внешнюю водоохлаждаемую рубашки, служащие для тепловой развязки образца и приёмных катушек. Температура образца измеряется дифференциальной термопарой типа К (хромель-алюмель).

Функциональная схема устройства стабилизации параметров механических колебаний образца изображена на рис. 10. Кварцевый генератор вырабатывает импульсы прямоугольной формы стабильной высокой частоты. Этот сигнал поступает на делитель частоты, с выхода которого снимается циклически изменяющийся многоразрядный параллельный код. ПЗУ преобразует входной код в код для формирования дискретного синусоидального напряжения, который поступает на входы цифро-аналогового преобразователя. В результате на выходе ЦАП формируется дискретное синусоидальное напряжение стабильной частоты, которое усиливается усилителем мощности и подводится к вибратору. Амплитуда напряжения на выходе ЦАП линейно зависит от величины опорного напряжения $U_{\text{оп}}$, которое подводится к ЦАП из блока БЭ. Схема охвачена электромеханической отрицательной обратной связью, что позволяет стабилизировать амплитуду колебаний штока с образцом и магнитом. Амплитуда механических колебаний, задаваемая постоянным напряжением U_0 , составляет 0,5 мм. Нестабильность амплитуды колебаний не превышает величины 10^{-4} . Это установлено замерами, полученными с помощью модуля

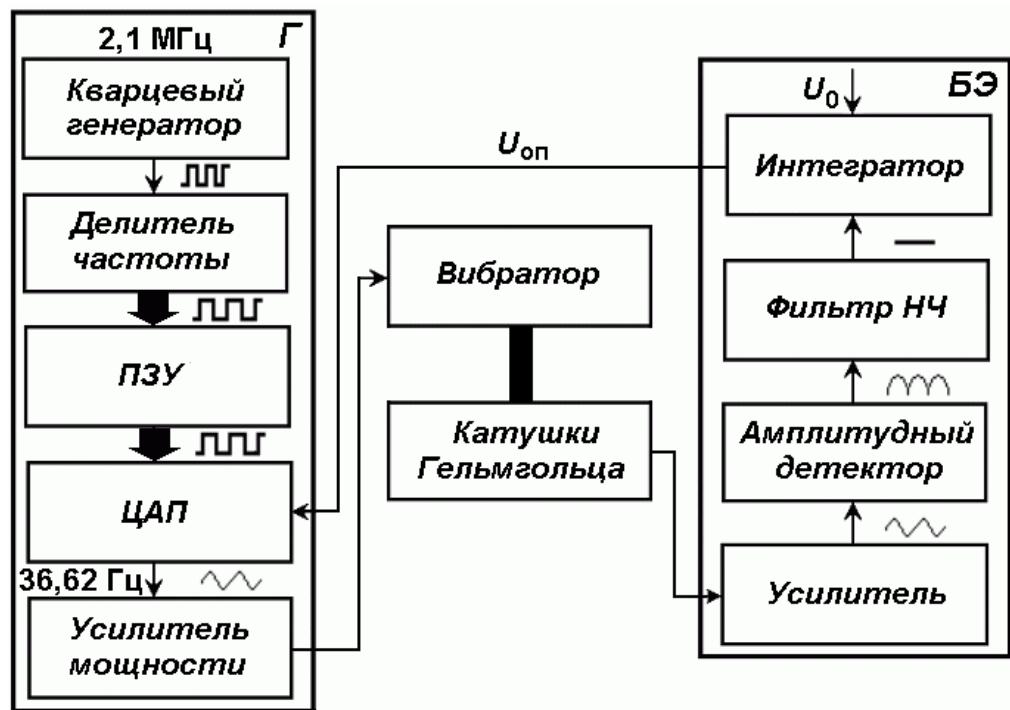


Рис. 10. Функциональная схема устройства стабилизации параметров вибраций

24-разрядного сигма-дельта АЦП типа Е-24 производства ЗАО «Л-КАРД» при частоте выборки сигнала АЦП 5 Гц. На рис. 11 представлены временные зависимости напряжения на выходе фильтра НЧ (см. рис. 10), снятые при работе вибратора как без штока (а), так и со штоком массой 45 г (б). Более высокий уровень шума во втором случае обусловлен непостоянством силы трения штока о внутреннюю поверхность канала криостата.

Стабильность частоты вибраций образца обеспечивается применением в генераторе кварцевого резонатора типа РК 170ББ-7ДУ-2100К, нестабильность частоты которого в интервале температур $20 \div 40$ °С не превышает 10^{-5} . Вибрационные магнитометры предназначены для снятия магнитополевых $m(H)$, температурных $m(T)$ и угловых $m(\phi)$ зависимостей магнитного момента.

Параметры вибрационного магнитометра с электромагнитом конструкции Пузяя:

- динамический диапазон..... $5 \cdot 10^{-6} \div 100$ Гс·см³ (emu);
- интервал магнитных полей..... $0 \div \pm 25\,000$ Э;
- диапазон температур..... $77 \div 370$ К.

Широкий динамический диапазон прибора позволяет исследовать статические магнитные свойства крайне широкого круга веществ.

Параметры высокотемпературного вибрационного магнитометра:

- динамический диапазон..... $5 \cdot 10^{-4} \div 50$ Гс·см³ (emu);
- интервал магнитных полей..... $0 \div \pm 15\,000$ Э;
- диапазон температур..... $300 \div 1000$ К.

Четвёртая глава посвящена исследованию физических свойств монокристаллов металлооксидов. Природные минералы с многообразными кристаллическими структурами являются неиссякаемым источником для оценки и поиска интересных

в магнитном отношении кристаллов. Широкие возможности для создания новых материалов появляются при использовании в качестве матрицы тех минералов, в которых допускается изоморфная взаимозаместимость с внедрением парамагнитных ионов. Исследования природных материалов чаще всего затруднено присутствием в них различных примесей, поэтому для объективного исследования свойств таких материалов необходимы искусственно выращенные аналоги. При этом для исследования наиболее предпочтительны монокристаллы, так как в этом случае более вероятно получение чистых веществ. Кроме того, в некоторых соединениях существуют разногласия в магнитном поведении моно- и поликристаллических образцов.

Представлены монокристаллы, впервые синтезированные в ИФ СО РАН, магнитные свойства которых впервые исследовались автором: в классе слабых ферромагнетиков – CuB_2O_4 , CoBO_3 , $\text{Pb}_2\text{Fe}_2\text{Ge}_2\text{O}_9$; в классе антиферромагнетиков – $\text{NdFe}_3(^{11}\text{BO}_3)_4$, Cu_2FeBO_5 , Cu_2GaBO_5 , PbFeBO_4 ; в классе спиновых стёкол – $\beta\text{-Cu}_3\text{Fe}_4(\text{VO}_4)_6$. Описаны технологии синтеза монокристаллов, приводятся данные измерений структурных, магнитных и других свойств.

Магнитная восприимчивость χ тетрагональных монокристаллов метабората меди CuB_2O_4 при температурах выше 21 К подчиняется закону Кюри–Вейсса, в то время как при $T < 21$ К она резко анизотропна (рис. 12).

При температурах 21 К и 10 К на зависимости $\chi(T)$ при ориентации поля перпендикулярно оси c кристалла наблюдаются резкие аномалии. При той же ориентации в интервале 10–21 К на магнитополевых зависимостях намагниченности

CuB_2O_4 имеется резкий излом, положение которого зависит от температуры, что свидетельствует о переходе CuB_2O_4 в ин-

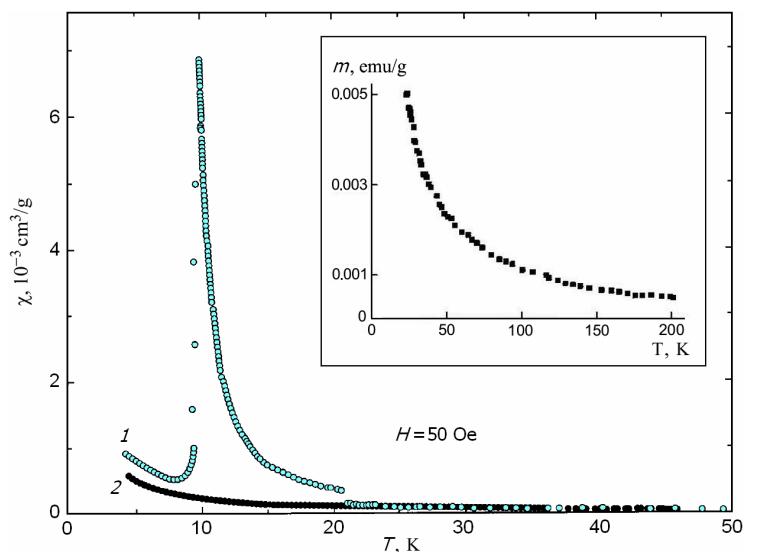


Рис. 12. Температурная зависимость магнитной восприимчивости монокристалла CuB_2O_4 . Магнитное поле $H=50$ Э перпендикулярно (1) и параллельно (2) оси c кристалла. На вставке – высокотемпературная часть температурной зависимости $m(T)$

дуцированное полем слабоферромагнитное состояние с магнитными моментами подрешёток, лежащими в базисной плоскости кристалла.

Новое соединение CoBO_3 кристаллизуется в структуру кальцита с параметрами решётки $a_{\text{H}} = 4,631 \pm 0,005 \text{ \AA}$, $c_{\text{H}} = 14,51 \pm 0,01 \text{ \AA}$. Данные магнитных измерений свидетельствуют в пользу того, что CoBO_3 является антиферромагнетиком со слабым ферромагнетизмом, основной магнитный момент которого лежит в базисной плоскости. Из экстраполяции намагниченности следует величина $T_N = 53 \text{ K}$.

Зависимости $\chi(T)$ орторомбических монокристаллов $\text{Pb}_2\text{Fe}_2\text{Ge}_2\text{O}_9$ анизотропны. Для магнитного поля, приложенного параллельно оси b , ниже 46 К возникает и быстро увеличивается при понижении температуры слабый ферромагнитный момент. В этом направлении обнаружена зависимость намагниченности от режима измерений: охлаждение образца в магнитном поле и без него. Низкополевые измерения намагниченности для $\mathbf{H} \parallel b$ при $T < T_N = 46 \text{ K}$ показали наличие петель гистерезиса. Коэрцитивная сила при низких температурах имеет величину порядка $H_c \sim 300 \div 400 \text{ Э}$ и убывает с ростом температуры. Влияние величины внешнего поля на температурную зависимость намагниченности, видимо, связано с эффектом блокировки магнитных моментов на границах доменов. Температура блокировки зависит от величины внешнего магнитного поля. Ось антиферромагнетизма совпадает с осью c кристалла. Нейтронография подтверждает антиферромагнитную структуру $\text{Pb}_2\text{Fe}_2\text{Ge}_2\text{O}_9$ ниже 46 К.

Измерения $\chi(T)$ ромбоэдрических кристаллов ферробората неодима $\text{NdFe}_3(\text{BO}_3)_4$ выполнены в интервале температур $4,2 \div 225 \text{ K}$. При низких температурах лёгкие направления намагничивания в кристалле ориентированы перпендикулярно гексагональной оси c . Пик магнитной восприимчивости при температуре $T \approx 31 \text{ K}$ связан с возникновением в $\text{NdFe}_3(\text{BO}_3)_4$ антиферромагнитного упорядочения. Ниже температуры приблизительно $T \approx 15 \text{ K}$ снова происходит рост магнитной восприимчивости при последующем понижении температуры. Также методами нейтронографии исследованы температурные зависимости магнитных моментов подрешёток Fe и Nd, определён волновой вектор магнитной структуры.

Анализ данных магнитных измерений монокристалла PbFeBO_4 показал, что магнитные восприимчивости вдоль орторомбических осей кристалла в интервале температур $170 \div 300 \text{ K}$ хорошо описываются законом Кюри-Вейсса. Эффективные

магнитные моменты равны соответственно $\mu_{a,\text{eff}}=5,47$, $\mu_{b,\text{eff}}=5,83$ и $\mu_{c,\text{eff}}=5,65$ магнетонов Бора, что близко к теоретическому значению $\mu_{\text{eff}}=5,92$ для иона Fe^{3+} . Парамагнитные температуры Кюри составляют $\theta_a=-256$ К, $\theta_b=-272$ К и $\theta_c=-262$ К, что вдвое превышает температуру Нееля $T_N=114$ К. Анизотропия магнитной восприимчивости в магнитоупорядоченном состоянии указывает на то, что вектор антиферромагнетизма направлен вдоль ромбической оси c . Аномалии диэлектрической проницаемости ϵ' и ϵ'' наблюдались как в поликристаллическом, так и в монокристаллическом образцах в тех температурных диапазонах, где устанавливается ближний и дальний магнитный порядок. Этим подтверждается взаимосвязь между электрической и магнитной подсистемами в кристалле.

На рис. 13 приведены результаты магнитных измерений монокристаллического $\beta\text{-Cu}_3\text{Fe}_4(\text{VO}_4)_6$. Температурные зависимости намагниченности сняты для двух режимов охлаждения. Резкий пик магнитной восприимчивости характерен для спиновых стёкол и связан с температурой замораживания. Видно, что температура максимума намагниченности существенно зависит от ориентации монокристалла по отношению к магнитному полю и, в зависимости от направления измерения, смещает-

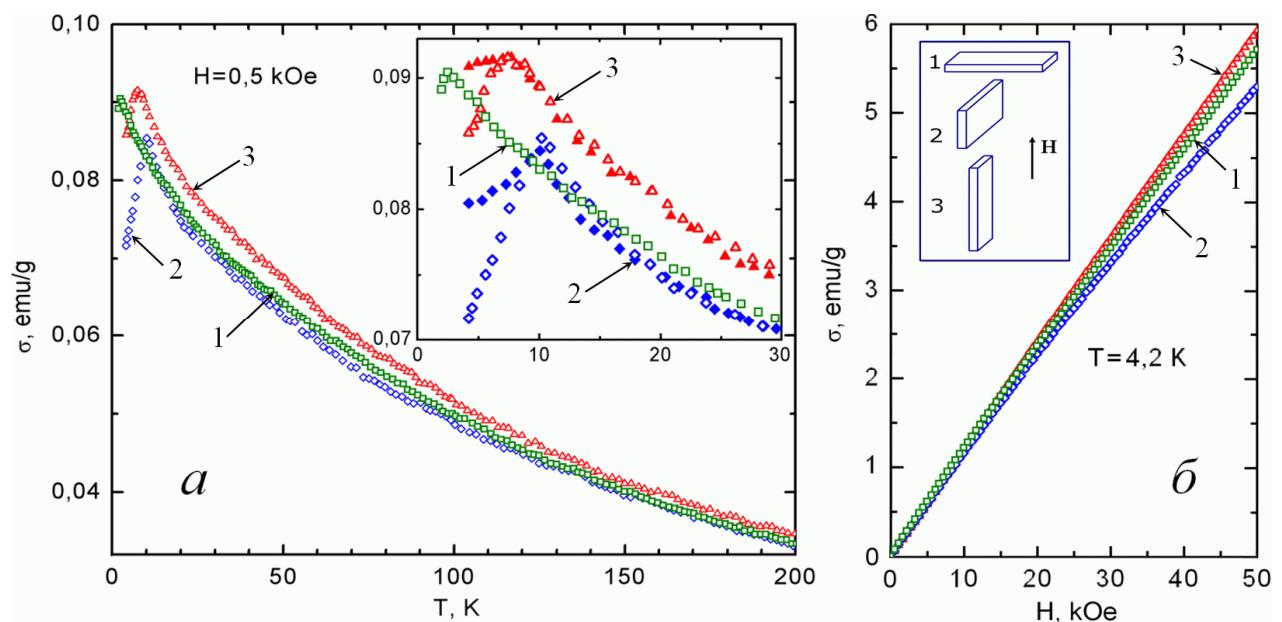


Рис. 13. *a* – Температурные зависимости намагниченности монокристаллических образцов $\beta\text{-Cu}_3\text{Fe}_4(\text{VO}_4)_6$, измеренные в поле $H=0,5$ кЭ в трёх взаимно перпендикулярных направлениях: открытые значки – ZFC, сплошные значки – FC; *б* – Магнитополевые зависимости намагниченности $\beta\text{-Cu}_3\text{Fe}_4(\text{VO}_4)_6$, снятые в тех же направлениях при температуре $T=4,2$ К. На вставке показаны ориентации кристалла относительно направления магнитного поля

ся от 10 К до 2,5 К. При этом ниже температуры замораживания наблюдается чёткое различие между ZFC и FC зависимостями. В то же время, характер магнитополевых зависимостей не выявляет заметной анизотропии магнитных свойств. Исследование релаксации термоостаточной намагниченности, проведённое при $T=4,2$ К в соответствии с условиями TRM, также подтвердило то, что кристалл β -Cu₃Fe₄(VO₄)₆ представляет собой анизотропное спиновое стекло.

В пятой главе приведены результаты экспериментального и теоретического исследования магнитных свойств образцов, обладающих крайне низкой магнитной восприимчивостью ($\chi \sim 10^{-6}$) – ферросилицидов определённого состава, а именно: исследовалась «немагнитная» ε -фаза FeSi, как номинально чистая, так и с добавкой Dy.

В кристаллах FeSi ионы железа находятся в четырёхвалентном состоянии (Fe^{4+}) и имеют в конфигурации d^4 основное состояние e_{2g}^4 ($S = 0$). Энергетический зазор между основным и первым возбужденным состояниями составляет около $\Delta \sim 600$ К. Отсюда следует, что при низких температурах магнитный момент должен полностью отсутствовать и возникать лишь при повышении температуры по мере заселения состояния $e_{2g}^3 t_{2g}^1$ ($S = 1$). Максимум магнитной восприимчивости при $T \approx 500$ К (рис. 14) связан как раз с заселением этого уровня. Низкотемпературные особенности интерпретируются в рамках модели примесных центров. При подгонке экспериментальных кривых с помощью функций Ланжевена определены магнитные моменты возникающих вследствие нестехиометрии кристалла кластеров железа, число атомов в кластере и концентрация кластеров в образцах.

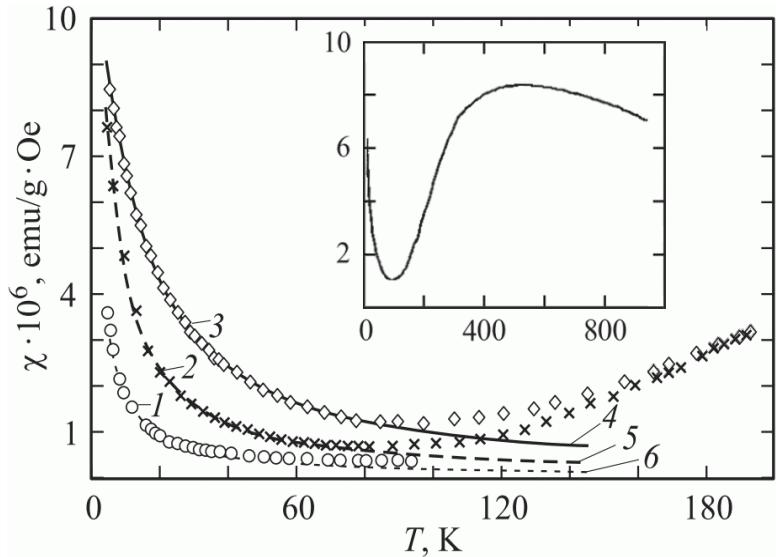


Рис. 14. Зависимости $\chi(T)$ кристаллов FeSi: 1, 2 – поликристаллические образцы, 3 – монокристалл. Точки 1–3 – эксперимент, линии 6, 5 и 4 – теоретические подгонки с помощью функций Ланжевена. Поле измерения $H = 600$ Э. На вставке – зависимость $\chi(T)$ в интервале температур 4,2–950 К

Шестая глава посвящена исследованию свойств плёночных магнитных систем, содержащих ферромагнитные слои. Наличие промежуточных слоёв из полупроводникового материала открывает возможности управления магнитными характеристиками многослойных плёнок путём внешних воздействий.

Ход температурных зависимостей намагниченности $\sigma(T)$ многослойных плёнок $(\text{Gd}/\text{Si}/\text{Co}/\text{Si})_{20}$ существенно зависит от толщины кремниевой прослойки t_{Si} (рис. 15). Создание кремниевой прослойки толщиной $t_{\text{Si}} = 5 \text{ \AA}$ приводит к появлению точки компенсации, а при увеличении магнитного поля H на зависимости $\sigma(T)$ образуется небольшой максимум. У плёнки с $t_{\text{Si}} = 10 \text{ \AA}$ минимум намагниченности (но не до нуля), который можно связать с точкой компенсации, наблюдается до полей $H \sim 100 \text{ Э}$,

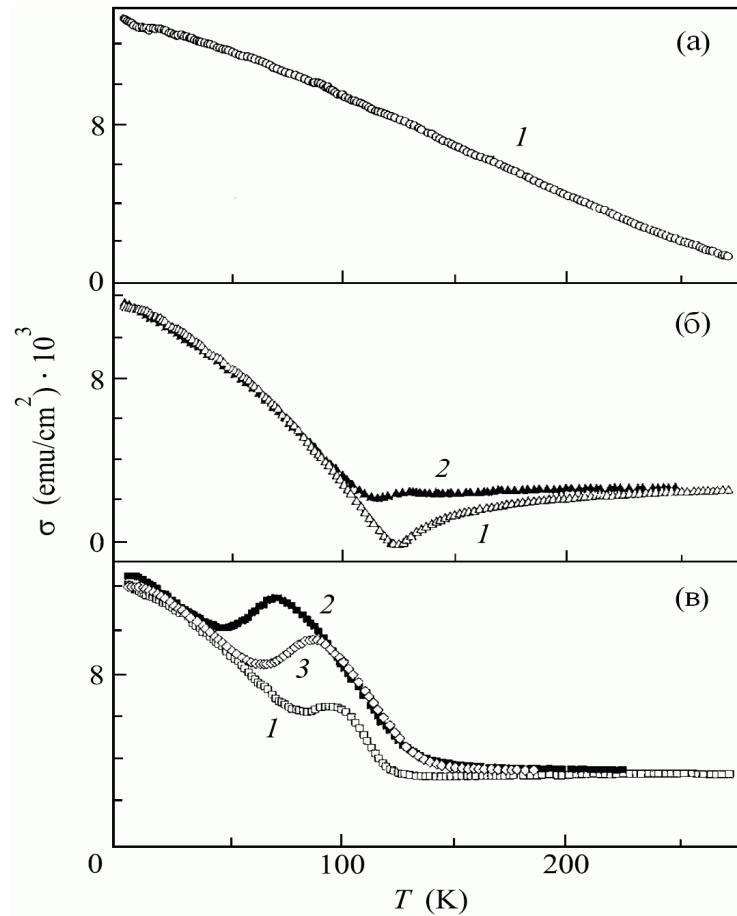


Рис. 15. Температурные зависимости намагниченности многослойных плёнок $(\text{Gd}/\text{Si}/\text{Co}/\text{Si})_{20}$: $t_{\text{Si}} = 0 \text{ \AA}$ (a), $t_{\text{Si}} = 5 \text{ \AA}$ (б), $t_{\text{Si}} = 10 \text{ \AA}$ (в). Кривые сняты в полях: 1 – $H = 200 \text{ Э}$, 2 – $H = 1000 \text{ Э}$, 3 – $H = 500 \text{ Э}$. Для всех плёнок $t_{\text{Co}} = 35 \text{ \AA}$, $t_{\text{Gd}} = 70 \text{ \AA}$

и, кроме того, с увеличением поля H растёт максимум на зависимости $\sigma(T)$, который смещается в область низких температур. Из полевых зависимостей намагниченности, снятых при $T = 4,2 \text{ К}$, установлены поля насыщения плёнок: $H_S \approx 100; 300; 500 \text{ Э}$. Особенность намагниченности, индуцированная магнитным полем, наиболее ярко проявляется в полях $H > H_S$. Эти экспериментальные результаты не укладываются в обычную схему описания двухподрешёточного ферримагнетика, имеющего точку компенсации. Наличие максимума в окрестности ожидаемой температуры ком-

пенсации можно объяснить, предположив, что во взаимодействии редкоземельных слоёв с соседними слоями кобальта через слой кремния существует вклад, который приводит к образованию не строго антиферромагнитной конфигурации, а к скошенной магнитной структуре. Тогда в целом магнитная структура представляет собой конус магнитных моментов слоёв редкоземельной подсистемы, суммарный момент которого направлен антипараллельно суммарному магнитному моменту слоёв кобальта. При увеличении температуры, на фоне уменьшающегося суммарного момента редкоземельной подсистемы, происходит схлопывание конуса редкоземельной подсистемы.

Изучены магнитные свойства многослойных плёнок $(\text{Co}/\text{Si})_n$ ($n = 2 \div 20$) при варьировании толщины магнитных слоёв t_{Co} и немагнитных прослоек t_{Si} . Установлено существенное влияние кремния на магнетизм слоёв Со, которое зависит от толщины магнитной и немагнитной составляющих и выражается в уменьшении среднего атомного магнитного момента $\langle \mu_{\text{Co}} \rangle$ и специфическом изменении гистерезисных характеристик. Предположительно, в плёнках Co/Si имеет место приграничная межслойная диффузия, которая приводит к образованию переходных областей (интерфейсов) переменного бинарного состава с пониженной намагниченностью. Уменьшение t_{Co} , равно как и увеличение t_{Si} , соответствует росту относительной доли интерфейсов в общем объёме плёнок, что, в свою очередь, выражается в прогрессивном снижении $\langle \mu_{\text{Co}} \rangle$. Перемагничивание плёнок $[\text{Co}(70 \text{ \AA})/\text{Si}(t_{\text{Si}})]_9/\text{Co}(70 \text{ \AA})$ с малой толщиной немагнитных прослоек ($t_{\text{Si}} \leq 10 \text{ \AA}$) имеет ярко выраженный пороговый характер. С ростом t_{Si} ситуация качественно изменяется: намагничивание происходит более плавно, заметно (на $20 \div 30\%$) снижается остаточная намагниченность, появляется гистерезис в полях, намного превышающих коэрцитивную силу. Эти закономерности находят качественное объяснение в модели межслойных интерфейсов с гранулированной магнитной структурой.

Не меньший интерес представляет исследование композитов – продуктов твёрдофазных реакций, получающихся при отжиге двухслойных плёночных систем. Так, представлена эволюция структурных и магнитных свойств в эпитаксиальных плёнках $\text{Co}/\text{Pt}(111)$ эквиатомного состава в процессе вакуумного отжига. Отжиг до температуры $400 \text{ }^{\circ}\text{C}$ не приводит к изменению структурных и магнитных свойств плёнок, что

указывает на отсутствие значительного перемешивания на Co/Pt интерфейсе. С повышением температуры отжига до 750 °С происходит формирование нанокластеров, содержащих основную магнитотвёрдую фазу $L1_0$ CoPt, эпитаксиально сросшуюся с фазой CoPt₃. В полученных плёнках обнаружена большая магнитная вращающаяся анизотропия, которая вносит основной вклад в магнитную перпендикулярную анизотропию в Co_xPt_{1-x} плёнках.

По мере увеличения температуры отжига изначально немагнитных плёночных структур Ga/Mn происходит формирование фазовой последовательности Ga/Mn → (250 °С) φ -Ga_{7,7}Mn_{2,3} → (350 °С) δ -Mn_{0,6}Ga_{0,4}. Кривые намагничивания φ -Ga_{7,7}Mn_{2,3} в плоскости и перпендикулярно плоскости плёнки безгистерезисные и имеют схожий вид (рис. 16 *а*). Намагченность насыщения образцов $M_S = 95 \pm 10$ ему/см³, поле насыщения $H_S \sim 3$ кЭ. Измерениями крутящего момента получено, что при $H < 8$ кЭ намагченность лежит в плоскости плёнки и выстраивается по нормали, когда $H > 8$ кЭ. Петли гистерезиса для магнитного поля в плоскости и по нормали к плоскости плёнки δ -Mn_{0,6}Ga_{0,4} после отжига при 400 °С также имеют схожий вид (рис. 16 *б*), а намагченность не испытывает насыщения даже в поле 50 кЭ. Намагченность при 50 кЭ $M_S = 360$ ему/см³ близка к значениям намагченности насыщения массивных и плёночных образцов этой фазы, значение коэрцитивной силы $H_C \sim 8,3$ кЭ.

Магнетит Fe₃O₄ является ферримагнетиком при температурах ниже 858 К и в результате изменения кристаллической структуры испытывает переход Вервея при

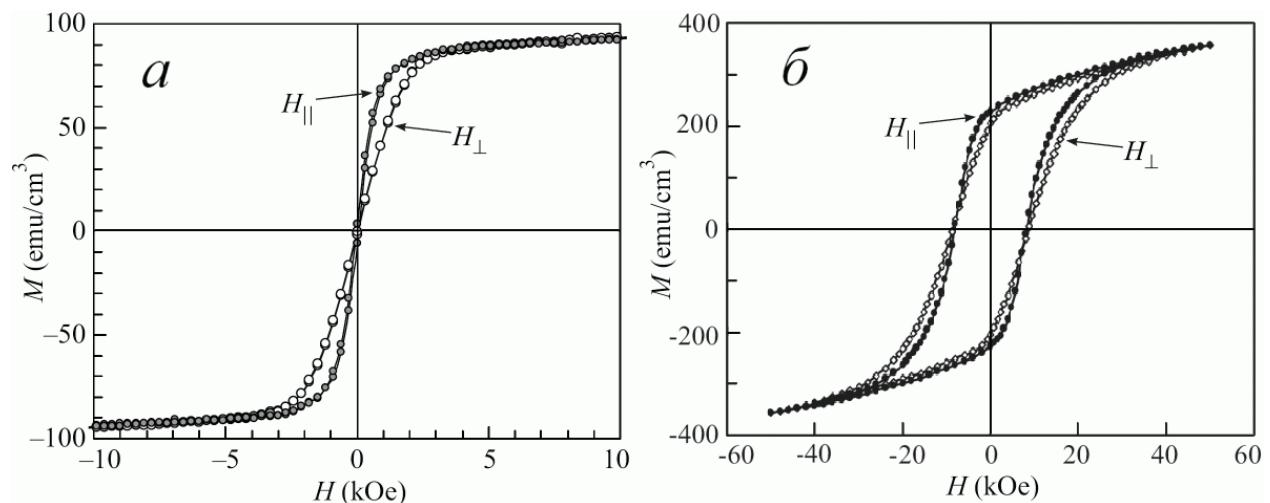


Рис. 16. Кривые намагничивания плёнок φ -Ga_{7,7}Mn_{2,3} (*а*) и δ -Mn_{0,6}Ga_{0,4} (*б*)

температуре $T_V \approx 123$ К. Температурная зависимость намагниченности ферримагнитных композитных плёнок $\text{ZnO}-\text{Fe}_3\text{O}_4$, снятая в поле 500 Э, приложенном в плоскости плёнки, в области температуры ~ 120 К имеет аномалию, которая соответствует переходу Вервея, что наряду с рентгеноструктурными данными подтверждает наличие магнетита Fe_3O_4 в синтезированных образцах. При комнатной температуре композит $\text{ZnO}-\text{Fe}_3\text{O}_4$ имеет намагниченность насыщения $M_S \sim 430$ ему/см³, коэрцитивную силу $H_C \sim 240$ Э. В диапазоне температур $\sim 130 \div 100$ К происходит резкое уменьшение H_C до величины ~ 200 Э.

В седьмой главе исследуются фотоиндуцированные изменения намагниченности кристаллов бората железа FeBO_3 и маггемита, легированного ионами цинка, $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3: \text{Zn}$. Все измерения выполнены на ПТ СКВИД-магнитометре с оптической приставкой. При проведении фотомагнитных исследований с помощью СКВИД-техники имеется возможность непосредственно измерить фотоиндуцированные изменения магнитного момента. В данном случае решающее значение имеет тот факт, что чувствительность СКВИД-метода не зависит от уровня сигнала, на фоне которого проводятся измерения, поскольку СКВИДы реагируют исключительно на изменение магнитного потока. Это позволяет надежно регистрировать малые изменения намагниченности на фоне большой статической величины. Измеренные в экспериментах фотоиндуцированные изменения Δm весьма незначительны и составляют порядка $0,0001 \div 0,05\%$ от величины m магнитного момента образцов (рис. 17). Наблюдаемые экспериментальные особенности объясняются в рамках модели примесного центра – комплекса, содержащего ион Fe^{2+} , в предположении, что при освещении происходит перераспределение заселённостей подуровней основного мультиплета Fe^{2+} с преиму-

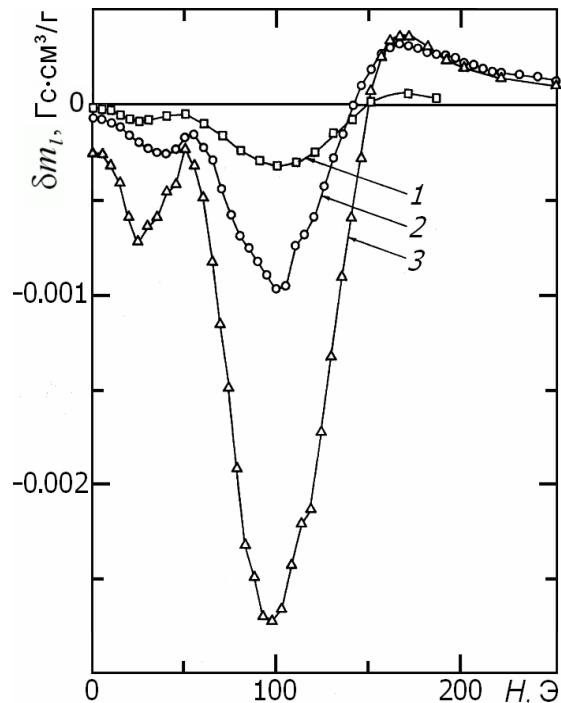


Рис. 17. Магнитополевые зависимости фотоиндуцированного изменения намагниченности FeBO_3 при уровнях мощности оптическойнакачки $0,02 \text{ Вт/см}^2$ (1), $0,04 \text{ Вт/см}^2$ (2), $0,1 \text{ Вт/см}^2$ (3); $T = 4,2$ К

щественным заселением уровня, показывающего сильное анизотропное поведение.

В восьмой главе описано применение СКВИД-техники для изучения квантовой интерференции в ВТСП-керамиках различных составов: типа Y(123), Bi- и Tl- содержащих. Образцы в виде параллелепипедов с размерами $\sim 2 \times 2 \times 8$ мм³ подключались в качестве чувствительных элементов к электрической схеме ВЧ СКВИДа. При разворотке магнитного поля в режиме работы прибора с разомкнутой обратной связью наблюдалась характерная для СКВИДов периодическая вольт-потоковая зависимость, форма которой несколько отлична от правильной треугольной, что обусловлено разбросом контуров квантования по размерам. Эффективная площадь контура квантования магнитного потока составляет порядка 10⁻³ мм². Наличие сигнала указывает на взаимную синхронизацию контуров, образованных зернами ВТСП-керамики, посредством электромагнитного ВЧ поля. Чувствительность bulk-СКВИДов 1÷2 мкВ/Φ₀. При замкнутой обратной связи реализуется режим магнитометра: выходное напряжение прибора прямо пропорционально изменению внешнего магнитного поля. Пропускание постоянного электрического тока через образцы системы Bi–Ca–Sr–Pb–Cu–O приводит к увеличению периода вольт-потоковой зависимости (рис. 18), что соответствует уменьшению эффективной площади контура

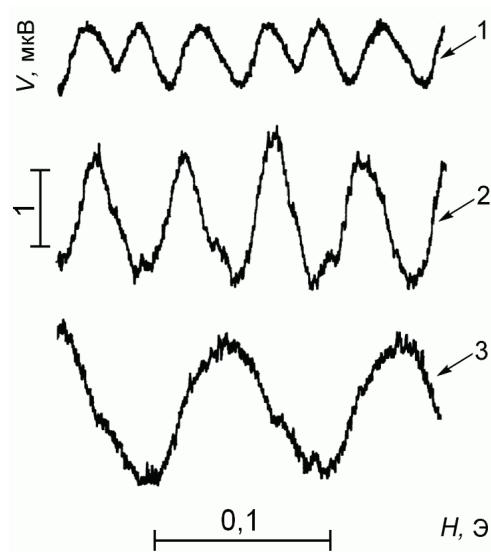


Рис. 18. Вид вольт-потоковой зависимости при разных значениях постоянного транспортного тока: 1 – $\zeta = 0$; 2 – $\zeta = 1/3$; 3 – $\zeta = 1$; $\zeta = J/J_{\max}$; $J_{\max} = 6$ А/см²; $T = 77$ К

квантования. Таким образом, транспортный ток вызывает дробление сетки сверхтоковых контуров. Выделение характерного размера контура квантования происходит в результате конкуренции между джозефсоновской и магнитной частями энергии системы переходов Джозефсона в магнитном поле. Внутри сформировавшегося контура сверхпроводящего тока имеется множество слабых связей, включённых параллельно друг другу и являющихся возможными путями для протекания электрического тока. Геометрические размеры контуров квантования зависят от критического тока переходов и размера сверхпроводящих гранул.

Недостатком bulk-СКВИДов является наличие гистерезиса вольт-потоковой зависимости, что негативно сказывается на устойчивости работы магнитометра. В отличие от них у двухдырочных СКВИДов конструкции Циммермана, изготовленных из Tl- и Bi-содержащих керамик, гистерезис вольт-потоковой зависимости отсутствует. Отверстия диаметром $\sim 1,5$ мм и слабая связь размерами $\sim 0,1 \times 0,05 \times 0,05$ мм³ формировались в образцах путём механической обработки. Учитывая то, что чувствительность двухдырочных интерферометров доходит до ~ 7 мкВ/Ф₀ и многократное термоциклирование не вызывает заметного изменения параметров, их можно применять в качестве магниточувствительных датчиков ВЧ СКВИД-магнитометров, работающих при азотных температурах.

В приложениях приведён листинг написанных автором программ для ЭВМ. Программы для ЭВМ «VSMagnetometer» и «VS MAG» предназначены для сбора и обработки данных магнитных измерений, получаемых в процессе снятия экспериментальных зависимостей на вибрационном магнитометре с электромагнитом конструкции Пузея и высокотемпературном вибрационном магнитометре соответственно. Данные с измерителя магнитной индукции, с измерителя температуры и с выхода регистрирующей схемы магнитометра посредством специализированного контроллера передаются на параллельный («VSMagnetometer») либо последовательный («VS MAG») порт персонального компьютера. Контроллер последовательного порта построен на базе 4-хканального 16-тиразрядного сигма-дельта АЦП. Значения измеряемых параметров в ходе эксперимента записываются на жёсткий диск компьютера и графически отображаются на экране монитора.

Программа для ЭВМ «ReadFile» предназначена для чтения и графического отображения данных, записанных в форматах DAT, TXT в виде столбцов чисел. Имеются функция экранной лупы и функция вывода на экран координат, соответствующих текущему положению указателя мыши. «ReadFile» даёт возможность оперативно просматривать графики, отснятые программами «VSMagnetometer», «VS MAG». Язык программирования – Delphi. Тип ЭВМ: IBM PC, ПК на базе Intel. Операционные системы: Microsoft Windows 98, 2000, XP, Vista, 7.

В заключении приводятся основные результаты и выводы, полученные в ходе выполнения диссертационной работы:

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ РАБОТЫ

1. Разработан и создан ряд высокочувствительных магнитометрических установок:
 - СКВИД-магнитометр постоянного тока, снабжённый оптической приставкой;
 - высокочастотный СКВИД-магнитометр;
 - автоматизированный вибрационный магнитометр с электромагнитом конструкции Пузея;
 - автоматизированный высокотемпературный вибрационный магнитометр.

Применение новых патентованных технических решений существенно повысило производительность измерений и улучшило ряд технико-эксплуатационных характеристик приборов по сравнению с известными устройствами аналогичного назначения.

2. Разработано схемотехническое решение блока электроники СКВИДа постоянного тока, обеспечивающее малое время (~ 1 мс) и высокую точность ($\sim 0,02\%$ от верхней границы динамического диапазона на каждом из пределов измерений) установки нуля выходного сигнала магнитометра. С помощью специализированной следящей схемы на основе двухпорогового регенераторного компаратора достигнуто увеличение динамического диапазона СКВИД-магнитометра в сторону верхнего предела без снижения абсолютной чувствительности прибора.

3. Разработаны усовершенствованные методы измерения магнитного момента на СКВИД-магнитометре для следующих случаев: 1) величина магнитного момента образца меньше верхнего предела измерений СКВИД-магнитометра (статические измерения); 2) величина магнитного момента образца превышает верхний предел измерений (статические измерения); 3) измерение фотоиндукционного изменения магнитного момента. Предложенные методы позволяют оптимизировать процесс магнитных измерений.

4. За счёт высокоточной стабилизации параметров механических колебаний образца обеспечена высокая помехоустойчивость при измерениях магнитного момента на вибрационных магнитометрах прямым методом. Относительная нестабильность амплитуды вибраций образца составляет 10^{-4} , а частоты – 10^{-5} . Применение вибратора оригинальной конструкции оптимизирует операцию смены и регулировки положения образца, улучшает воспроизводимость магнитных измерений. Система при-

ёмных катушек для вибрационного магнитометра имеет возможность балансировки, что позволяет избавиться от паразитных наводок, обусловленных флюктуациями намагничивающего поля.

5. Создано программное обеспечение для каждого из вибрационных магнитометров. Программы для ЭВМ «VSMagnetometer» и «VSMAГ» предназначены для сбора и обработки данных магнитных измерений, получаемых в процессе снятия экспериментальных зависимостей. Данные с измерителя магнитной индукции, с измерителя температуры и с выхода регистрирующей схемы магнитометра посредством специализированного контроллера передаются на параллельный либо последовательный порт персонального компьютера.

6. Впервые экспериментально исследованы магнитные свойства ряда новых монокристаллических металлооксидов, синтезированных в ИФ СО РАН: CuB_2O_4 , CoBO_3 , $\text{Pb}_2\text{Fe}_2\text{Ge}_2\text{O}_9$, $\text{NdFe}_3(\text{BO}_3)_4$, Cu_2FeBO_5 , Cu_2GaBO_5 , PbFeBO_4 , $\beta\text{-Cu}_3\text{Fe}_4(\text{VO}_4)_6$. Установлены типы магнитного упорядочения, определены температуры магнитных фазовых переходов, изучены анизотропные свойства исследованных материалов.

- Установлено, что антиферромагнитные кристаллы тетрагонального CuB_2O_4 ($T_N = 21$ К), ромбоэдрического CoBO_3 ($T_N = 53$ К) и орторомбического $\text{Pb}_2\text{Fe}_2\text{Ge}_2\text{O}_9$ ($T_N = 46$ К) характеризуются слабоферромагнитными свойствами. В кристалле CuB_2O_4 в интервале температур $10 \div 21$ К слабоферромагнитное состояние в тетрагональной плоскости индуцировано внешним магнитным полем.

В монокристаллах ферроборатов $\text{NdFe}_3(\text{BO}_3)_4$ ($T_N = 30,5$ К) и PbFeBO_4 ($T_N = 114$ К) установлен антиферромагнитный тип порядка и определено обменное поле.

- Из температурных и временных зависимостей намагниченности, измеренных в разных кристаллографических направлениях, установлено, что при низких температурах ($T < 10$ К) в монокристаллах $\beta\text{-Cu}_3\text{Fe}_4(\text{VO}_4)_6$ реализуется состояние анизотропного спинового стекла.

7. Исследованы магнитные свойства кристаллов ферросилицидов FeSi и $\text{Fe}_{1-x}\text{Dy}_x\text{Si}$ с различным соотношением железа и кремния. Установлено, что низкотемпературное поведение магнитной восприимчивости кристаллов FeSi связано с суперпарамагнитным состоянием кластеров, образующихся вследствие нестехиометрии.

8. Разработанные методы исследования магнитных свойств были применены для изучения ряда многослойных магнитных плёнок. В синтетических ферримагнитных плёнках $(\text{Gd}/\text{Si}/\text{Co}/\text{Si})_{20}$ необычное поведение намагниченности объясняется тем, что взаимодействие редкоземельных слоёв с соседними слоями кобальта через слой кремния приводит к образованию неколлинеарной магнитной структуры. В формировании магнитного состояния многослойных плёнок $(\text{Co}/\text{Si})_n$ большую роль играют межслойные интерфейсы, в которых происходит уменьшение эффективного магнитного момента атомов кобальта.

В новых поликристаллических Ga/Mn наноразмерных плёнках исследованы фазовые превращения в зависимости от температуры отжига. Магнитомягкая $\varphi\text{-Ga}_{7,7}\text{Mn}_{2,3}$ и магнитожёсткая $\delta\text{-Mn}_{0,6}\text{Ga}_{0,4}$ фазы последовательно формируются при температурах ~ 250 °С и ~ 350 °С соответственно. Для образцов $\varphi\text{-Ga}_{7,7}\text{Mn}_{2,3}$ установлен вклад в анизотропию, индуцированный плоскостными напряжениями во время формирования данной фазы.

Комплекс структурных и магнитометрических исследований показал, что в результате твёрдофазной реакции в слоистой структуре $\text{Zn}/\text{Fe}_2\text{O}_3$ образуется композитная плёнка $\text{ZnO}-\text{Fe}_3\text{O}_4$.

9. Впервые методом СКВИД-магнитометра проведены исследования фотомагнитных свойств кристаллов бората железа FeBO_3 и маггемита, легированного ионами цинка, $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3: \text{Zn}$. В кристалле FeBO_3 при оптическом облучении обнаружены обратимые изменения фотоиндуцированного магнитного момента. Наблюдаемые эффекты связываются с перераспределением заселённостей подуровней основного мультиплета примесного (Fe^{2+}) центра.

10. Выполнено исследование макроскопической квантовой интерференции в ВТСП-керамиках на основе таллия и висмута. Установлено влияние электрического транспортного тока на размеры контуров квантования магнитного потока.

Изготовлены и исследованы bulk-СКВИДы и СКВИДы конструкции Циммермана из ВТСП-керамик. Показано, что двухдырочные интерферометры из ВТСП пригодны для использования в качестве магниточувствительных датчиков, работающих при азотных температурах.

СПИСОК РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ АВТОРОМ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи в рецензируемых журналах

1. **Великанов Д. А.**, Патрин Г. С., Петраковский Г. А., Волков В. Е. Квантовая интерференция в ВТСП-керамиках системы Tl–Ca–Ba–Cu–O // Изв. вузов. Физика. – 1990. – № 9. – С. 26–29.
2. Патрин Г. С., **Великанов Д. А.**, Петраковский Г. А. Изучение фотоиндущированного магнетизма в кристаллах FeBO_3 на СКВИД-магнитометре // ЖЭТФ. – 1993. – Т. 103. – № 1. – С. 234–251.
3. Патрин Г. С., **Великанов Д. А.**, Саблина К. А. Влияние транспортного тока на распределение контурных сверхтоков в ВТСП керамике $\text{Bi}-\text{Ca}-\text{Sr}-\text{Pb}-\text{Cu}-\text{O}$ // СФХТ. – 1995. – Т. 8. – № 2. – С. 215–222.
4. Патрин Г. С., **Великанов Д. А.**, Петраковский Г. А. Изучение температурного поведения фотомагнитного эффекта в кристаллах FeBO_3 на СКВИД-магнитометре // ФТТ. – 1995. – Т. 37. – № 4. – С. 1214–1219.
5. Патрин Г. С., **Великанов Д. А.** СКВИД-исследования фотоиндущированной намагниченности в монокристалле $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3:\text{Zn}$ // Письма в ЖЭТФ. – 1995. – Т. 62. – № 2. – С. 135–138.
6. Petrakovskii G., **Velikanov D.**, Vorotinov A., Balaev A., Sablina K., Amato A., Roessli B., Schefer J., Staub U. Weak ferromagnetism in CuB_2O_4 copper metaborate // JMMM. – 1999. – V. 205. – № 1. – P. 105–109.
7. Петраковский Г. А., Саблина К. А., **Великанов Д. А.**, Воротынов А. М., Волков Н. В., Бовина А. Ф. Слабый ферромагнетизм в метаборате меди CuB_2O_4 // ФТТ. – 1999. – Т. 41. – № 7. – С. 1267–1271.
8. Петраковский Г. А., Саблина К. А., **Великанов Д. А.**, Воротынов А. М., Волков Н. В., Бовина А. Ф. Синтез и магнитные свойства монокристаллов метабората меди CuB_2O_4 // Кристаллография. – 2000. – Т. 45. – № 5. – С. 926–929.
9. Афанасьев М. Л., Балаев А. Д., Васильев А. Д., **Великанов Д. А.**, Овчинников С. Г., Петраковский Г. А., Руденко В. В. Новый магнитоупорядоченный кристалл CoBO_3 // Письма в ЖЭТФ. – 2001. – Т. 74. – № 2. – С. 86–87.
10. Патрин Г. С., Овчинников С. Г., **Великанов Д. А.**, Кононов В. П. Магнитные свойства трёхслойных плёнок $\text{Fe}/\text{Si}/\text{Fe}$ // ФТТ. – 2001. – Т. 43. – № 9. – С. 1643–1645.

11. Patrin G. S., Ovchinnikov S. G., Volkov N. V., *Velikanov D. A.*, Kononov V. P. Magnetic, Resonance, and Photomagnetic Properties of Fe/Si/Fe Trilayer Films // *Phys. Met. Metallography*. – 2001. – V. 91. – Suppl. 1. – P. S56–S59.
12. Патрин Г. С., Васьковский В. О., *Великанов Д. А.*, Свалов А. В. Влияние магнитного поля на межслоевое взаимодействие в плёнках $(\text{Co}/\text{Si}/\text{Gd}/\text{Si})_n$ // Письма ЖЭТФ. – 2002. – Т. 75. – № 3. – С. 188–190.
13. Patrin G. S., Vas'kovskii V. O., *Velikanov D. A.*, Svalov A V., Panova M. A. Spin-glass-like behavior of low field magnetisation in multilayer $(\text{Gd}/\text{Si}/\text{Co}/\text{Si})_n$ films // *Physics Letters A*. – 2003. – V. 309. – № 1/2. – P. 155–159.
14. Patrin G. S., Vas'kovskii O. V., *Velikanov D. A.*, Svalov A. V., Volkov N. V., Eremin E. V., Panova M. A. Magnetic and resonance properties of multilaer $(\text{Gd}/\text{Si}/\text{Co}/\text{Si})_n$ films // *Functional Materials*. – 2004. – V. 11. – № 3. – P. 506–509.
15. Fischer P., Pomjakushin V., Sheptyakov D., Keller L., Janoschek M., Roessli B., Schefer J., Petrakovskii G., Bezmatriernikh L., Temerov V., *Velikanov D.* Simultaneous antiferromagnetic Fe^{3+} and Nd^{3+} ordering in $\text{NdFe}_3(\text{^{11}BO}_3)_4$ // *J. Phys.: Condens. Matter*. – 2006. – V. 18. – № 34. – P. 7975–7989.
16. Патрин Г. С., Белецкий В. В., *Великанов Д. А.*, Баюков О. А., Вершинин В. В., Закиева О. В., Исаева Т. Н. Нестехиометрия и низкотемпературные магнитные свойства кристаллов FeSi // *ФТТ*. – 2006. – Т. 48. – № 4. – С. 658–662.
17. *Великанов Д. А.*, Юркин Г. Ю. Повышение точности прямых измерений на вибрационном магнитометре // Вестник Красноярского государственного университета. Физико-математические науки. – 2006. – № 9. – С. 48–53.
18. Патрин Г. С., Белецкий В. В., Волков Н. В., *Великанов Д. А.*, Закиева О. В. Физические свойства кристалла $\text{Fe}_{1-x}\text{Dy}_x\text{Si}$ // ЖЭТФ. – 2007. – Т. 132. – № 1 (7). – С. 7–10.
19. Васьковский В. О., Патрин Г. С., *Великанов Д. А.*, Савин П. А., Свалов А. В., Ювченко А. А., Щёголева Н. Н. Магнитный гистерезис мультислоёв Co/Si с варьируемыми толщинными параметрами // ФММ. – 2007. – Т. 103. – № 3. – С. 278–283.
20. Васьковский В. О., Патрин Г. С., *Великанов Д. А.*, Свалов А. В., Савин П. А., Ювченко А. А., Щёголева Н. Н. Магнетизм слоёв Со в составе многослойных плёнок Co/Si // *ФТТ*. – 2007. – Т. 49. – № 2. – С. 291–296.

21. Васьковский В. О., Патрин Г. С., **Великанов Д. А.**, Свалов А. В., Щёголева Н. Н. Спонтанная намагниченность и особенности термоинициированного намагничивания планарных наноструктур Co/Si // ФНТ. – 2007. – Т. 33. – № 4. – С. 439–445.
22. **Великанов Д. А.**, Юркин Г. Ю., Патрин Г. С. Стабилизация параметров механических колебаний образца в вибрационном магнитометре // Научное приборостроение. – 2008. – Т. 18. – № 3. – С. 86–94.
23. **Великанов Д. А.** СКВИД-магнитометр для исследования магнитных свойств материалов в интервале температур 4.2 – 370 К // Вестник СибГАУ. – 2013. – № 2 (48). – С. 176–181.
24. Петраковский Г. А., Попов М. А., Балаев А. Д., Саблина К. А., Баюков О. А., **Великанов Д. А.**, Воротынов А. М., Бовина А. Ф., Васильев А. Д., Boehm M. Магнитные свойства монокристалла $Pb_2Fe_2Ge_2O_9$ // ФТТ. – 2009. – Т. 51. – № 9. – С. 1745–1750.
25. Петраковский Г. А., Безматерных Л. Н., **Великанов Д. А.**, Воротынов А. М., Баюков О. А., Schneider M. Магнитные свойства монокристаллов людвигитов Cu_2MBO_5 ($M = Fe^{3+}, Ga^{3+}$) // ФТТ. – 2009. – Т. 51. – № 10. – С. 1958–1964.
26. Мягков В. Г., Жигалов В. С., Быкова Л. Е., Соловьёв Л. А., Патрин Г. С., **Великанов Д. А.** Твердофазные реакции в Ga/Mn тонких плёнках: формирование φ - $Ga_{7.7}Mn_{2.3}$ фазы и её магнитные свойства // Письма в ЖЭТФ. – 2010. – Т. 92. – № 10. – С. 757–761.
27. Myagkov V. G., Zhigalov V. S., Bykova L. E., Bondarenko G. N., Mikhlin Yu. L., Patrin G. S., **Velikanov D. A.** Solid-state formation of ferromagnetic δ - $Mn_{0.6}Ga_{0.4}$ thin films with high rotatable uniaxial anisotropy // Phys. Status Solidi B. – 2012. – V. 249. – P. 1541–1545.
28. Pankrats A., Sablina K., **Velikanov D.**, Vorotynov A., Bayukov O., Eremin A., Molokeev M., Popkov S., Krasikov A. Magnetic and dielectric properties of the $PbFeBO_4$ single crystal // JMMM. – 2014. – V. 353. – P. 23–28.
29. Pankrats A. I., Sablina K. A., **Velikanov D. A.**, Bayukov O. A., Vorotynov A. M., Balaev A. D., Molokeev M. S., Kolkov M. I. Magnetic and dielectric properties of $PbFeBO_4$ and $PbMnBO_4$ single crystals // Solid State Phenomena. – 2014. – V. 215. – P. 372–377.

30. **Великанов Д. А.** Автоматизированный вибрационный магнитометр с электромагнитом конструкции Пузя // Вестник СибГАУ . – 2014. – № 1 (53). – С. 147–154.
31. Balaev D. A., Bayukov O. A., Eremin E. V., Molokeev M. S., Pankrats A. I., Sablina K. A., **Velikanov D. A.**, Vorotynov A. M. Synthesis and magnetic properties of β -Cu₃Fe₄(VO₄)₆ single crystals // Solid State Phenomena. – 2015. – V. 233–234. – Р. 137–140.
32. Мягков В. Г., Жигалов В. С., Быкова Л. Е., Бондаренко Г. Н., Рыбакова А. Н., Мацынин А. А., Тамбасов И. А., Волочаев М. Н., **Великанов Д. А.** Большая магнитная вращающаяся анизотропия в эпитаксиальных L1₀CoPt(111) тонких плёнках // Письма в ЖЭТФ. – 2015. – Т. 102. – № 6. – С. 393–398.
33. Быкова Л. Е., Мягков В. Г., Тамбасов И. А., Баюков О. А., Жигалов В. С., Полякова К. П., Бондаренко Г. Н., Немцев И. В., Поляков В. В., Патрин Г. С., **Великанов Д. А.** Твёрдофазный синтез нанокомпозита ZnO–Fe₃O₄: структурные и магнитные свойства // ФТТ. – 2015. – Т. 57. – № 2. – С. 366–370.

Патенты

1. **Великанов Д. А.** Магнитометр со сверхпроводящим квантовым интерферометрическим датчиком. Патент РФ на изобретение № 2246119. Опубл. 10.02.2005, Бюл. № 4.
2. **Великанов Д. А.** Криостат. Патент РФ на изобретение № 2304745. Опубл. 20.08.2007, Бюл. № 23.
3. **Великанов Д. А.** Вибрационный магнитометр. Патент РФ на изобретение № 2339965. Опубл. 27.11.2008, Бюл. № 33.
4. **Великанов Д. А.** Вибрационный магнитометр. Патент РФ на изобретение № 2341810. Опубл. 20.12.2008, Бюл. № 35.
5. **Великанов Д. А.** Двухпороговый регенераторный компаратор. Патент РФ на изобретение № 2426222. Опубл. 10.08.2011, Бюл. № 22.
6. **Великанов Д. А.** Магнитометр со сверхпроводящим квантовым интерферометрическим датчиком. Патент РФ на изобретение № 2481591. Опубл. 10.05.2013, Бюл. № 13.
7. **Великанов Д. А.** Криостат. Патент РФ на изобретение № 2482381. Опубл. 20.05.2013, Бюл. № 14.
8. **Великанов Д. А.** Криостат. Патент РФ на изобретение № 2491470. Опубл. 27.08.2013, Бюл. № 24.

9. **Великанов Д. А.** СКВИД-магнитометр для фотомагнитных исследований. Патент РФ на изобретение № 2515059. Опубл. 10.05.2014, Бюл. № 13.
10. **Великанов Д. А.** Способ измерения магнитного момента образцов на СКВИД-магнитометре. Патент РФ на изобретение № 2530463. Опубл. 10.10.2014, Бюл. № 28.
11. **Великанов Д. А.** Система катушек для вибрационного магнитометра. Патент РФ на изобретение № 2572297. Опубл. 10.01.2016, Бюл. № 1.

Программы для ЭВМ

1. **Великанов Д. А.** ReadFile. Программа для ЭВМ. Свидетельство РФ о гос. регистрации № 2013618132. Опубл. 20.09.2013.
2. **Великанов Д. А.** VSMagnetometer. Программа для ЭВМ. Свидетельство РФ о гос. регистрации № 2013618553. Опубл. 20.12.2013.
3. **Великанов Д. А.** VSMAG. Программа для ЭВМ. Свидетельство РФ о гос. регистрации № 2013618962. Опубл. 20.12.2013.

Подписано к печати 26.06.2017 г. Заказ № 7
Формат 60×90/16. Усл. печ. л. 2. Тираж 80 экз.
Типография ФГБНУ ФИЦ КНЦ СО РАН, ИФ СО РАН
660036, Красноярск, Академгородок, 50
