Исследование наночастиц биогенного ферригидрита методом ферромагнитного резонанса: спин-стекольное состояние поверхностных спинов

С. В. Столяр^{+*×1)}, Д. А. Балаев^{+×}, В. П. Ладыгина^{*}, А. И. Панкрац^{+×}, Р. Н. Ярославцев^{+*×}, Д. А. Великанов⁺, Р. С. Исхаков⁺

+Институт физики им. Л.В.Киренского Федерального исследовательского центра

"Красноярский научный центр Сибирского отделения Российской академии наук", 660036 Красноярск, Россия

* Федеральный исследовательский центр "Красноярский научный центр Сибирского отделения Российской академии наук", 660036 Красноярск, Россия

[×] Сибирский федеральный университет, 660041 Красноярск, Россия

Поступила в редакцию 14 ноября 2019 г. После переработки 31 декабря 2019 г. Принята к публикации 31 декабря 2019 г.

Методом ферромагнитного резонанса изучены наночастицы (размер 2–3 нм) ферригидрита, образующиеся в результате жизнедеятельности микроорганизмов. "Ядро" частиц ферригидрита упорядочено антиферромагнитно, а наличие дефектов приводит к появлению нескомпенсированного магнитного момента у наноразмерных частиц и характерному суперпарамагнитному поведению. Из данных ферромагнитного резонанса установлено, что частотно-полевая зависимость описывается выражением: $2\pi\nu/\gamma = H_{\rm R} + H_{(T=0)}^{\rm A} \cdot (1 - T/T^*)$, где γ – гиромагнитное отношение, $H_{\rm R}$ – резонансное поле, $H_{\rm A} \approx 7 \, \text{к}$, $T^* \approx 50 \, \text{K}$. Наведенная анизотропия $H^{\rm A}$ обусловлена спин-стекольным состоянием приповерхностных областей.

DOI: 10.31857/S0370274X2003011X

1. Введение. Интерес к исследованию антиферромагнитных (АФМ) наночастиц вызван принципиально новыми свойствами, появляющимися у этих объектов [1,2]. Если объемный антиферромагнетик можно считать "слабомагнитным" материалом, то при уменьшении размеров частиц возрастающую роль в магнитном поведении играют поверхностные дефекты. Наличие дефектов приводит к появлению у наноразмерной АФМ частицы нескомпенсированного магнитного момента величиной, достигающей сотен магнетон Бора [2–9], и к эффектам, связанным с суперпарамагнитным (СПМ) поведением: петлей магнитного гистерезиса, наличием температуры СПМ блокировки [4-8], и т.п. Кроме того, поверхностные спины могут образовать отдельную магнитную подсистему, которая может существенно влиять на магнитные свойства системы наночастиц [10].

Ферригидрит с номинальной формулой $Fe_2O_3 \cdot nH_2O$, о котором пойдет речь в данной работе, играет огромную роль в метаболизме живых организмов. Он формируется в ядре белкового комплекса – ферритина, представляющего собой капсулу из бел-

ка – апоферритина. Размер наночастиц ферригидрита заключен в узком диапазоне до 8 нм. При увеличении размеров частиц осуществляется превращение $Fe_2O_3 \cdot nH_2O \rightarrow FeOOH$ [11]. Наибольшее число магнитных исследований выполнено на ферритинах (horse spleen ferritin) [4,5] и ферригидритах, полученных химическим способом [6, 7, 11–14]. По данным нейтронных [12] и магнитометрических [7] исследований ферригидрит является антиферромагнетиком с температурой Нееля, равной ≈ 350 К [12]. Температура СПМ блокировки, в зависимости от происхождения наночастиц и их размера, может варьироваться в диапазоне до ~ 100 K. При низких температурах, кривые намагничивания характеризуются магнитным гистерезисом и обменным смещением (после охлаждения во внешнем поле) [4-6, 15]. Температурные зависимости коэрцитивного поля и поля обменного смещения, как правило, скоррелированы [5,6]. Эффект обменного смещения, заключающийся в возникновении наведенной магнитной анизотропии, подразумевает наличие и взаимодействие, в пределах одной наночастицы, как минимум двух магнитных подсистем. В работах [5,6] наблюдаемый эффект обменного смещения был интерпретирован

¹⁾e-mail: stol@iph.krasn.ru

возникновением спин-стекольного состояния поверхностных спинов. При этом температура замерзания поверхностных спинов (проявляющаяся также в аномалиях на температурных зависимостях намагниченности [5,6]) обычно значительно меньше температуры СПМ блокировки.

Логично, что состояние типа спинового стекла должно проявляться и в условиях магнитного резонанса. Резонансные свойства наночастиц ферригидрита исследовались в работах [13, 16–18]. При низких температурах резонансные кривые характеризуются немонотонными температурными зависимостями и дополнительными линиями поглощения [13, 16, 17]. Однако, однозначной взаимосвязи резонансного поглощения с замерзанием подсистемы поверхностных спинов установлено не было. Таким образом, несмотря на немалое количество исследований ферригидрита и ферритина различными методиками, четкая идентификация вклада подсистемы поверхностных спинов является актуальной задачей. В данной работе проведены исследования магнитного резонанса наночастиц ферригидрита, и показано, что взаимодействие подсистемы поверхностных спинов с АФМ "ядром" частиц проявляется в температурной эволюции частотной зависимости резонансного поля.

Методика. Исследовались наночастицы 2. ферригидрита, образовавшихся в результате жизнедеятельности микроорганизмов Klebsiella oxytoca. Данный вид бактерии в анаэробных условиях способен синтезировать секреторный экзополисахарид, Fe – EPS [19–21], который связан с наночастицами ферригидрита. Бактерии Klebsiella oxytoca, выделенные из сапропеля оз. Боровое в Красноярском крае, выращивали на минерально-солевой среде. В качестве источника углерода и энергии использовался цитрат железа. Для получения золя наночастиц ферригидрита осадки бактериальной культуры, содержащие наночастицы, разрушали ультразвуком, отмывали водой, ацетоном, 20% NaOH [22, 23]. Полученный золь наночастиц ферригидрита в водном растворе в дальнейшем высушивался. Таким образом, объектом исследования являлись наночастицы ферригидрита, покрытые органической оболочкой [24].

Электронно-микроскопические исследования получаемых наночастиц проводились на просвечивающем электроном микроскопе Hitachi HT7700 (ускоряющее напряжение 100 кВ). Размеры изучаемых наночастиц составляли 2–3 нм. Статические магнитные измерения (температурные зависимости намагниченности M(T)) в режимах ZFC (zero field cooling) и FC (field cooling) проведены на SQUID- магнетометре (Superconducting Quantum Interference Device) [25]. Магниторезонансные исследования проведены на оригинальной установке [26], позволяющей получать частотно-полевые зависимости $\nu(H)$ в широком диапазоне полей, частот и температур. Структура и магнитные свойства биогенных наночастиц ферригидрита были изучены в работах [27–33].

3. Результаты и обсуждение. На рисунке 1 приведены зависимости M(T) исследованного образца наночастиц ферригидрита в режимах ZFC и FC



Рис. 1. Температурные зависимости намагниченности ферригидрита, исследованного в режимах ZFC и FC во внешних полях 0.1 и 1 кЭ. На вставке – температурные зависимости $M(T)_{\rm ZFC}$ и $M(T)_{\rm FC}$ для H = 0.1 кЭ в увеличенном масштабе

в полях 100 Э и 1 кЭ. Зависимости $M(T)_{\rm ZFC}$ демонстрируют выраженный максимум, положение которого несколько смещается с ростом поля в область низких температур (для поля 100 Э значение $T_{\rm max}$ составляет ≈ 25 К). В окрестности $T_{\rm max}$ начинается расхождение зависимостей $M(T)_{\rm ZFC}$ и $M(T)_{\rm FC}$, нарастающее с дальнейшим понижением температуры. Описываемое поведение типично для процессов СПМ блокировки, температурой блокировки магнитных моментов частиц исследуемого образца.

Рисунок 2 демонстрирует частотно-полевые зависимости $\nu(H)$ для двух температур: 4.2 и 150 К. Видно, что обе зависимости являются линейными, а при T = 4.2 К зависимость $\nu(H)$ характеризуется щелью, которая исчезает при высоких температурах. Величина поля $H^{\rm A}$, характеризующая щель при 4.2 К, составляет 7 кЭ ($\gamma = 2.9$ ГГц/кЭ).

Температурная зависимость резонансного поля для частоты 75 ГГц приведена на вставке рис. 2. Видно, что для этой зависимости характерен выход



Рис. 2. (Цветной онлайн) Частотно-полевые зависимости $\nu(H)$ исследованного ферригидрита при температурах 4.2 и 150 К. На вставке – температурная зависимость резонансного поля $H_{\rm R}(T)$ исследованного ферригидрита при частоте 75 ГГц

на насыщение (плато). Значение поля $H_{\rm RS}$, при котором зависимость $H_{\rm R}(T)$ выходит на насыщение, составляет ≈ 25 кЭ. Следовательно, можно определить поле, характеризующее щель (а фактически – наведенную анизотропию), как $H^{\rm A} = H_{\rm RS} - H_{\rm R}$. По этому выражению из данных рис. 2 были определены температурные зависимости поля анизотропии $H^{A}(T)$, которые приведены на рис. 3. Видно, что поле наведенной анизотропии H_R зависит от температуры по линейному закону. При температурах $T^*\,\approx\,50\,{\rm K}$ и $\approx\,55\,{\rm K}$ для частот соответственно $\nu\,=\,$ = 52 и 75 ГГц наведенная анизотропия $H^{\rm A} \rightarrow 0$. Таким образом, в исследованном образце ферригидрита частотно-полевая зависимость ферромагнитного резонанса (ФМР) описывается следующим выражением:

$$2\pi\nu/\gamma = H_{\rm R} + H_{(T=0)}^{\rm A} \cdot (1 - T/T^*), \qquad (1)$$

где γ – гиромагнитное отношение, $H_{\rm R}$ – резонансное поле, $H^{\rm A}_{(T=0)}\approx 7\,{\rm k}\Im,~T^*\approx 50\,{\rm K}$ для частоты $\nu=52\,\Gamma\Gamma$ ц.

Итак, для исследованных наночастиц ферригидрита есть несколько характерных температур: из данных магнитометрии $T_{\rm max} \approx 25 \,\mathrm{K}$ и температуры $T^* \approx 50$ и $\approx 55 \,\mathrm{K}$, из данных магнитного резонанса при различных частотах, при которых наведенная анизотропия (щель) исчезает. Для дальнейшего ана-



Рис. 3. (Цветной онлайн) Температурные поля наведенной анизотропии $H^{\rm A}(T)$ исследованного ферригидрита при частотах $\nu = 52$ и 75 ГГц

лиза воспользуемся известным соотношением Heeля– Брауна (Nėel–Brown):

$$k_{\rm B}T = E_{\rm A}/\ln(\tau_{\rm m}/\tau_0).$$
 (2)

Это соотношение обычно используется для СПМ систем. В нем ЕА – энергия магнитной анизотропии $(E_{\rm A}=K_{\rm eff}V,\,K_{\rm eff}$ – эффективная константа магнитной анизотропии, V – объем частицы), $k_{\rm B}$ – константа Больцмана, τ_0 – характерное время релаксации частицы, $\tau_{\rm m}$ – характерное время измерения. Величина τ_0 может находиться в пределах $10^{-9 \div 13}$ с [2], для квазистатических магнитных измерений $au_{
m m}$ \sim $\sim 10^{1\div 2}$ с, для магнитного резонанса, очевидно, $\tau_{\rm m} =$ $= 1/\nu$. Проанализируем полученные характерные температуры для исследованного образца ферригидрита в рамках выражения (2). Если рассматривать магнитный резонанс, то при $T^* = 50 \,\mathrm{K} \, \tau_{\mathrm{m}} = 1/\nu =$ = $1.9 \cdot 10^{-11}$ с и при $T^* = 55$ К $\tau_{\rm m} = 1.33 \cdot 10^{-11}$ с. Подставив эти данные в выражение (2), получаем систему из двух уравнений с двумя неизвестными – $E_{\rm A}$ и τ_0 . Решение этой системы дает $\tau_0 = 3.5 \cdot 10^{-13} \,\mathrm{c}$ и $E_{\rm A} = 2.8 \cdot 10^{-14}$ эрг. Далее, взяв полученные значения $E_{\rm A}$ и τ_0 и используя величину $\tau_{\rm m} = 10^2 \, {\rm c}$ для магнитных измерений, получаем характерную температуру T^{*}, уже для квазистатических магнитных измерений, равную ≈6 К. Это значительно меньше температуры СПМ блокировки $T_{\rm max} = 25 \, {\rm K},$ полученной из магнитных измерений, см. рис. 1. Следовательно, наблюдаемая в условиях магнитного резонанса щель обусловлена наведенной анизотропией, которая не связана с блокировкой магнитных моментов частиц, а является проявлением другой магнитной подсистемы, либо связи двух магнитных подсистем. Логично, что вторая магнитная подсистема – это подсистема поверхностных спинов.

В то же время, из температуры СПМ блокировки (25 K, см. рис. 1) по выражению (2) можно также получить значение E_A , уже характеризующее нескомпенсированный магнитный момент частицы. Ввиду большой величины τ_m для магнитных измерений (10² с) характерное время релаксации τ_0 уже некритично для определения E_A из-за логарифмической зависимости выражения (2). При разумной величине $\tau_0 \sim 10^{-11}$ с [12, 34, 35] получаем значение E_A , равное $\approx 1.03 \cdot 10^{-13}$ эрг; эта энергия магнитной анизотропии уже соответствует нескомпенсированному моменту "ядра" частиц, и она в разы больше энергии анизотропии для подсистемы поверхностных спинов.

Появление щели на частотно-полевых зависимостях $\nu(H)$ при температуре T^* свидетельствует о возникновении дополнительного источника магнитной анизотропии. Ее разумно соотнести с энергией магнитной связи подсистем "ядра" и поверхностных спинов. Здесь H^{A} ($\approx 7 \, \text{к} \Im$ при T = 0), полученное в условиях магнитного резонанса, не является полем обменного смещения петли гистерезиса, а представляет собой наведенное поле из-за магнитной связи "ядра" и "оболочки". В частице ферригидрита при размере Знм содержится $\sim 10^3$ атомов железа (среднее расстояние Fe-Fe составляет ≈ 0.3 нм [6]) и N_S $\sim 10^2$ атомов железа на поверхности. Можно провести оценку зеемановской энергии поверхностных атомов в наведенном поле: $E_{\rm Z} \approx {\rm N}_{\rm S} \mu_{\rm Fe}$, где $\mu_{\rm Fe}$ – магнитный момент атома Fe ($\approx 5\,\mu_{\rm B}$), $\mu_{\rm B}$ – магнетон Бора. При $\mathrm{N_S}$ = 100, $H^\mathrm{A}_{(T=0)}$ = 7 к Э это выражение дает значение $E_{\rm Z}$, равное $3.2 \cdot 10^{-14}$ эрг, что хорошо согласуется с полученной выше величиной $E_{\rm A} = 2.8 \cdot 10^{-14}$ эрг. Таким образом, подсистема поверхностных спинов находится в наведенном поле анизотропии, вызванной связью со спинами "ядра", и эта связь, в условиях магнитного резонанса, возникает в диапазоне температур, ниже T^* . Эту температуру можно считать температурой перехода подсистемы поверхностных спинов в спин-стекольное состояние.

Проводя аналогию наночастиц со структурой "ядро/оболочка" с двухслойными системами типа антиферромагнетик/ферромагнетик [36, 37], АФМ "ядро" частицы с нескомпенсированным магнитным моментом необходимо отождествить с ферромагнитным слоем, а спин-стекольную поверхность с анти-

ферромагнетиком. Наблюдаемая линейная зависимость поля наведенной анизотропии от температуры (рис. 3, выражение (1)) согласуется с результатами, полученными в работе [38] для модели случайного поля. Согласно [38], закон уменьшения обменной однонаправленной анизотропии с увеличением температуры определяется типом магнитной анизотропии в слое, в котором формируется обменная спиновая пружина. Для кристаллических систем в случае одноосной анизотропии выполняется закон $(1-T/T^*)^n$ при n = 1.5, для кубической анизотропии n = 1. Иными словами, закон уменьшения обменной анизотропии определяется количеством осей легкого намагничивания в закрепляющем слое. Чем больше их число, тем меньше скорость уменьшения обменной энергии при увеличении температуры. В нашем случае закрепляющим слоем является оболочка в состоянии спинового стекла, в котором одноосная анизотропия маловероятна. Поэтому регистрация закона $H^{\rm A} \sim (1 - T/T^*)^1$ является неудивительной. Экспериментально подобная линейная температурная зависимость наблюдалась при изучении наночастиц маггемита статическими (намагниченность) [39] и динамическими (ферромагнитный резонанс) [40, 41] методиками.

Температура перехода в спин-стекольное состояние зависит от методики измерения. Если значения температуры T^* для условий магнитного резонанса составляют 50–55 К, то для квазистационарных условий (измерения намагниченности) эта температура будет достаточно низкой – около 6 К (значение T^* также должно определяться величиной магнитного поля, использованного в том или ином эксперименте, поскольку магнитное поле будет формировать намагниченность спин-стекольной поверхности). Наличие минимума на зависимости $M(T)_{\rm FC}$ и небольшой рост намагниченности в условиях FC в области температур менее 10 К, см. вставку рис. 1, может быть проявлением перехода в спин-стекольное состояние в магнитных измерениях [6, 7].

4. Заключение. Методами статической магнитометрии и ферромагнитного резонанса исследованы наночастицы ферригидрита биогенного происхождения размером около 3 нм. Подобно аналогичным объектам – синтетическому ферригидриту и ферритину, наночастицы исследованного образца обладают нескомпенсированными магнитными моментами, демонстрируют СПМ поведение, и температура СПМ блокировки для условий статической намагниченности имеет значение ≈ 25 К. В то же время, из данных ферромагнитного резонанса обнаружено, что частотно-полевые зависимости характеризуются щелью $H^{\rm A}$, которая линейно уменьшается с ростом температуры по закону $H^{\rm A}_{(T=0)} \cdot (1-T/T^*)$, а значение T^* зависит от частоты и находится в пределах 50–55 К (при $\nu = 52$ и 75 ГГц соответственно). Анализ полученных данных позволил заключить, что наблюдаемая щель связана с наведенной анизотропией в результате взаимодействия подсистемы поверхностных спинов со спинами "ядра" частицы. Появление наведенной анизотропии при T^* соответствует замерзанию подсистемы поверхностных спинов и ее переходу в спин-стекольное состояние в условиях ферромагнитного резонанса. Линейная зависимость анизотропии от температуры находит объяснение в рамках модели случайного поля [38] для структуры ферромагнетик/антиферромагнетик.

Таким образом, наночастицы ферригидрита представляют собой яркий пример магнитной структуры "ядро–оболочка". Обменная связь спинов "ядра" и "оболочки" приводит к спин-стекольному состоянию поверхностных спинов, что при исследовании магнитного резонанса проявляется как щель на частотно-полевой зависимости.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, Правительства Красноярского края, Красноярского краевого фонда поддержки научной и научно-технической деятельности в рамках научного проекта # 19-42-240012 р_а "Магнитный резонанс в наночастицах ферригидрита: Эффекты, связанные со структурой "ядро-оболочка". Работа поддержана грантом Президента Российской Федерации для государственной поддержки молодых российских ученых – кандидатов наук # MK-1263.2020.3.

- M. A. Chuev, I. N. Mishchenko, S. P. Kubrin, and T. A. Lastovina, JETP Lett. **105**(11), 700 (2017).
- S. Mørup, D.E. Madsen, C. Frandsen, C.R.H. Bahl, and M.F. Hansen, J. Phys. Condens. Matter. 19(21), 213202 (2007).
- Y.L. Raikher and V.I. Stepanov, J. Phys. Condens. Matter. 20(20), 204120 (2008).
- S. A. Makhlouf, F. T. Parker, and A. E. Berkowitz, Phys. Rev. B 55(22), R14717 (1997).
- N. J. O. Silva, V. S. Amaral, and L. D. Carlos, Phys. Rev. B 71(18), 184408 (2005).
- A. Punnoose, T. Phanthavady, M.S. Seehra, N. Shah, and G.P. Huffman, Phys. Rev. B 69(5), 54425 (2004).
- M.S. Seehra, V. Singh, X. Song, S. Bali, and E.M. Eyring, J. Phys. Chem. Solids **71**(9), 1362 (2010).
- S. I. Popkov, A.A. Krasikov, D.A. Velikanov, V.L. Kirillov, O.N. Martyanov, and D.A. Balaev, J. Magn. Magn. Mater. 483, 21 (2019).

- Y. V. Knyazev, D. A. Balaev, V. L. Kirillov, O. A. Bayukov, and O. N. Mart'yanov, JETP Lett. 108(8), 527 (2018).
- R. H. Kodama and A. E. Berkowitz, Phys. Rev. B 59(9), 6321 (1999).
- T. Hiemstra, Geochim. Cosmochim. Acta 158, 179 (2015).
- M.S. Seehra, V.S. Babu, A. Manivannan, and J.W. Lynn, Phys. Rev. B 61(5), 3513 (2000).
- S. V. Stolyar, R. N. Yaroslavtsev, R. S. Iskhakov, O. A. Bayukov, D. A. Balaev, A. A. Dubrovskii, A. A. Krasikov, V. P. Ladygina, A. M. Vorotynov, and M. N. Volochaev, Phys. Solid State 59(3), 555 (2017).
- S.V. Stolyar, D.A. Balaev, A.A. Krasikov, A.A. Dubrovskiy, R.N. Yaroslavtsev, O.A. Bayukov, M.N. Volochaev, and R.S. Iskhakov, J. Supercond. Nov. Magn. **31**(4), 1133 (2018).
- D.A. Balaev, A.A. Krasikov, A.A. Dubrovskiy, S.I. Popkov, S.V. Stolyar, R.S. Iskhakov, V.P. Ladygina, and R.N. Yaroslavtsev, J. Appl. Phys. **120**(18), 183903 (2016).
- E. Wajnberg, L. J. El-Jaick, M. P. Linhares, and D. M. S. Esquivel, J. Magn. Reson. 153(1), 69 (2001).
- M. P. Weir, T. J. Peters, and J. F. Gibson, Biochim. Biophys. Acta – Protein Struct. Mol. Enzymol. 828(3), 298 (1985).
- A. Punnoose, M. S. Seehra, J. van Tol, and L. C. Brunel, J. Magn. Magn. Mater. 288, 168 (2005).
- F. Baldi, A. Minacci, M. Pepi, and A. Scozzafava, FEMS Microbiol. Ecol. 36(2–3), 169 (2001).
- S. V. Stolyar, O. A. Bayukov, Y. L. Gurevich, E. A. Denisova, R. S. Iskhakov, V. P. Ladygina, A. P. Puzyr', P. P. Pustoshilov, and M. A. Bitekhtina, Inorg. Mater. 42(7), 763 (2006).
- S. Kianpour, A. Ebrahiminezhad, M. Mohkam, A.M. Tamaddon, A. Dehshahri, R. Heidari, and Y. Ghasemi, J. Basic Microbiol. 57(2), 132 (2017).
- S. V. Stolyar, O. A. Bayukov, D. A. Balaev, R. S. Iskhakov, L. A. Ishchenko, V. P. Ladygina, and R. N. Yaroslavtsev, J. Optoelectron. Adv. Mater. 17(7–8), 968 (2015).
- V. P. Ladygina, K.V. Purtov, S.V. Stoljar, R.S. Iskhakov, O.A. Bajukov, J.L. Gurevich, K.G. Dobretsov, and L.A. Ishchenko, Method of producing stable aqueous sol based on ferrihydrite nanoparticles: pat. EA018956. Russia (2013).
- L. Anghel, M. Balasoiu, L. A. Ishchenko, S. V. Stolyar, T. S. Kurkin, A. V. Rogachev, A. I. Kuklin, Y. S. Kovalev, Y. L. Raikher, R. S. Iskhakov, and G. Duca, J. Phys. Conf. Ser. **351**, 12005 (2012).
- 25. D. A. Velikanov, Sib. J. Sci. Technol. 2(48), 176 (2013).
- V.I. Tugarinov, I.Y. Makievskii, and A.I. Pankrats, Instruments Exp. Tech. 47(4), 472 (2004).

Письма в ЖЭТФ том 111 вып. 3-4 2020

- S. V. Stolyar, D. A. Balaev, V. P. Ladygina et al. (Colaboration), J. Supercond. Nov. Magn. **31**(8), 2297 (2018).
- D.A. Balaev, A.A. Krasikov, A.A. Dubrovskiy, S.I. Popkov, S.V. Stolyar, O.A. Bayukov, R.S. Iskhakov, V.P. Ladygina, and R.N. Yaroslavtsev, J. Magn. Magn. Mater. 410, 171 (2016).
- S. V. Stolyar, O. A. Bayukov, Y. L. Gurevich, V. P. Ladygina, R. S. Iskhakov, and P. P. Pustoshilov, Inorg. Mater. 43(6), 638 (2007).
- D. A. Balaev, A. A. Dubrovskii, A. A. Krasikov, S. V. Stolyar, R. S. Iskhakov, V. P. Ladygina, and E. D. Khilazheva, JETP Lett. 98(3), 139 (2013).
- D. A. Balaev, S. I. Popkov, A. A. Krasikov, A. D. Balaev, A. A. Dubrovskiy, S. V. Stolyar, R. N. Yaroslavtsev, V. P. Ladygina, and R. S. Iskhakov, Phys. Solid State 59(10), 1940 (2017).
- D.A. Balaev, A.A. Krasikov, A.A. Dubrovskii, S.V. Semenov, O.A. Bayukov, S.V. Stolyar, R.S. Iskhakov, V.P. Ladygina, and L.A. Ishchenko, J. Exp. Theor. Phys. **119**(3), 479 (2014).
- 33. C. G. Chilom, D. M. Gazdaru, M. Balasoiu, M. Bacalum,

S. V. Stolyar, and A. I. Popescu, Rom. J. Phys. **62**(3–4), 701 (2017).

- 34. E. L. Duarte, R. Itri, E. Lima, M. S. Baptista, T. S. Berquó, and G. F. Goya, Nanotechnology 17(22), 5549 (2006).
- 35. T. S. Berquó, J. J. Erbs, A. Lindquist, R. L. Penn, and S. K. Banerjee, J. Phys. Condens. Matter. 21(17), 176005 (2009).
- J. Nogues, J. Sort, V. Langlais, V. Skumryev, S. Suriñach, J.S. Muñoz, and M.D. Baro, Phys. Rep. 422(3), 65 (2005).
- J. Nogues and I.K. Schuller, J. Magn. Magn. Mater. 192(2), 203 (1999).
- 38. A. P. Malozemoff, J. Appl. Phys. 63(8), 3874 (1988).
- B. Martinez, X. Obradors, L. Balcells, A. Rouanet, and C. Monty, Phys. Rev. Lett. 80(1), 181 (1998).
- E. Winkler, R. D. Zysler, M. V. Mansilla, and D. Fiorani, Phys. Rev. B 72(13), 132409 (2005).
- Y. A. Koksharov, S. P. Gubin, I. D. Kosobudsky, G. Y. Yurkov, D. A. Pankratov, L. A. Ponomarenko, M. G. Mikheev, M. Beltran, Y. Khodorkovsky, and A. M. Tishin, Phys. Rev. B 63(1), 12407 (2000).