

**Федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего профессионального образования
«Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н.Ельцина»**

На правах рукописи

КУЛЕШ НИКИТА АЛЕКСАНДРОВИЧ

**МАГНИТНАЯ АНИЗОТРОПИЯ И МАГНИТОУПРУГИЕ ЭФФЕКТЫ
АМОРФНЫХ ПЛЕНОК С РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫМИ КОМПОНЕНТАМИ И
ПЛЕНОЧНЫХ СТРУКТУР НА ИХ ОСНОВЕ**

01.04.11 – Физика магнитных явлений

Диссертация
на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:
доктор физ.-мат. наук, профессор
Васьковский В.О.

Екатеринбург - 2014

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ	8
1.1 Атомный магнетизм и магнитная структура аморфных плёнок, содержащих редкоземельные элементы (RE) и Co	8
1.1.1. Особенности формирования спонтанной намагниченности в кристаллических и аморфных системах RE-Co.....	8
1.1.2. Спонтанные и индуцированные магнитные фазовые переходы.	13
1.2. Магнитная анизотропия и магнитострикция аморфных плёнок RE-Co.....	16
1.2.1. Механизмы и феноменологическое описание магнитной анизотропии.	17
1.2.2. Магнитоупругие свойства аморфных плёнок	24
1.3 Однонаправленная анизотропия и гистерезисные свойства слоистых структур на основе аморфных плёнок RE-Co.....	32
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	37
ГЛАВА 2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА	42
2.1 Технология получения пленок Tb-Co и Fe-Ni/Tb-Co.....	42
2.2 Методики аттестации структурного состояния и магнитных свойств	43
2.3 Неразрушающий контроль элементного состава пленочных образцов методами TXRF и GIXRF	45
2.3.1 Общие принципы элементного анализа с помощью прибора Nanohunter...	45
2.3.2 Система Tb-Co.....	47
2.3.3 Системы La-Co и Gd-Co	50
2.3.4 Плёнки типа Fe ₂₀ Ni ₈₀ /Tb-Co.....	52
2.3.5 Применение прибора Nanohunter для изучения межслойных интерфейсов	53
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ.....	56
ГЛАВА 3. МАГНИТНЫЕ И МАГНИТОУПРУГИЕ СВОЙСТВА АМОРФНЫХ ПЛЁНОК RE-Co (RE = La, Gd, Tb)	57
3.1 Магнитные свойства аморфных плёнок системы La-Co	57
3.2 Особенности магнитной структуры аморфных плёнок Gd-Co, Tb-Co.....	65
3.2.1 Атомные магнитные моменты в системе Gd-Co.....	65
3.2.2 Атомные магнитные моменты в системе Tb-Co.....	69
3.2.3 Особенности высокополевого намагничивания аморфных плёнок вдоль ОЛН	74

3.2.4 Деформация магнитной структуры в плёнках Gd-Co с перпендикулярной анизотропией.....	77
3.3 Наведённая магнитная анизотропия в аморфных плёнках Tb-Co.....	83
3.3.1 Общая характеристика анизотропии магнитных свойств плёнок Tb-Co.....	83
3.3.2 Влияние условий получения на наведённую магнитную анизотропию	87
Резюме	94
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ.....	96
4 МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ПЛЁНОЧНЫХ СТРУКТУР, СОДЕРЖАЩИХ АМОΡФНЫЕ СЛОИ Tb-Co.....	97
4.1 Общая характеристика свойств плёнок T/Tb-Co (T=Fe ₂₀ Ni ₈₀ , Co)	97
4.1.1 Особенности однонаправленной анизотропии и гистерезисных свойств плёнок TM/Tb-Co.....	98
4.1.2 Влияние упругой деформации на свойства плёнок Fe ₂₀ Ni ₈₀ /Tb-Co	106
4.2 Роль межслойных интерфейсов в формировании магнитных свойств плёнок T/Tb-Co	108
4.2.1 Влияние температуры на магнитные свойства плёнок с однонаправленной анизотропией.....	109
4.2.2 Влияние прослоек на магнитные свойства плёнок с однонаправленной анизотропией.....	115
4.2.3 Влияние термообработки на магнитные свойства плёнок с однонаправленной анизотропией.....	121
Резюме	134
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ.....	135
ВЫВОДЫ.....	137
СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ АВТОРА	138
БЛАГОДАРНОСТИ.....	143

ВВЕДЕНИЕ

Аморфные сплавы редкоземельных элементов (RE) и переходных металлов группы железа (TM) являются объектом активных исследований на протяжении нескольких десятилетий [1]. В отличие от кристаллических материалов с заданной стехиометрией, им свойственна неограниченная взаиморастворимость компонентов, что позволяет проводить более тонкую настройку получаемых магнитных свойств. Кроме того, аморфное состояние позволяет изучать и использовать влияние структурного беспорядка на базовые магнитные свойства. В частности, для подобных объектов характерны иные значения спиновых магнитных моментов переходного 3d-металла, величины обменного взаимодействия и зонная структура, а так же магнитная анизотропия и температура Кюри.

Тонкие пленки аморфных сплавов RE-TM впервые попали в поле зрения исследователей как многообещающие кандидаты для практического применения в качестве магнитооптической среды для записи информации. Для этих целей было необходимо определенное соотношение ряда параметров, таких как намагниченность, температура магнитного упорядочения, величина магнитооптического эффекта Керра, коэрцитивная сила, характеристики магнитной анизотропии [2]. Все это обусловило достаточно узкую область исследуемых составов и ограничило интересы поиском оптимальных для практических применений свойств, среди которых, в том числе, была и одноосная перпендикулярная анизотропия. По этой причине в литературе присутствует относительно большое количество данных о природе и механизмах перпендикулярной анизотропии пленок на основе Gd и Tb [3,4], в то время как возможность создания и характеристики анизотропии в плоскости образца практически не рассматривались.

С открытием эффектов гигантского и туннельного магнитосопротивления, а так же появлением практического интереса в создании сред с однонаправленной анизотропией, пленки Tb-Co нашли применение в качестве источника внутреннего магнитного смещения [5,6]. Однако стоит отметить, что в последнее время, как и в ранних работах [7], исследовались и предлагались для использования главным образом плёночные среды, содержащие слои Tb-Co с перпендикулярной магнитной анизотропией, которая, как правило, обуславливает повышенный гистерезис в прилегающих ферромагнитных слоях. Тем не менее, можно констатировать смещение области интересов в сторону плёночных структур с более тонкими слоями RE-TM, которые являются источниками однонаправленной магнитной анизотропии.

Интерес к слоистым пленкам на основе Tb-Fe и Tb-Co имеет и другой источник. Он связан с разработкой исполнительных микромеханизмов и резонаторов [8], а так же искусственных функциональных сред, объединяющих в себе магнитострикционные и пьезоэлектрические эффекты [9]. Для подобных приложений важным аспектом является относительно небольшое поле магнитного насыщения при достаточно высокой магнитострикции [10]. Реализация такого сочетания свойств требует детального изучения магнитной структуры аморфных плёнок, содержащих высокоанизотропные редкоземельные ионы, и также видится вне рамок перпендикулярной магнитной анизотропии.

Цель данной работы состоит в установлении особенностей магнитной структуры, условий образования и характеристик М-наведённой магнитной анизотропии в аморфных плёнках с редкоземельными компонентами и влиянии этих свойств на закономерности перемангничивания обменносвязанных плёночных структур, содержащих аморфные слои типа Tb-Co и слои 3d-металлов.

В ходе работы решались следующие задачи:

1) разработка методик неразрушающего элементного анализа и определения эффективных атомных магнитных моментов компонентов в тонких плёнках, включающих редкоземельные и 3d-переходные металлы;

2) определение характера и закономерностей трансформации в магнитном поле магнитной структуры аморфных плёнок, содержащих редкоземельные ионы с сильно отличающейся симметрией электронных оболочек;

3) установление основного источника наведённой магнитной анизотропии в аморфных плёнках Tb-Co путём варьирования условий получения, состава образцов и температуры;

4) изучение влияния магнитных и немагнитных прослоек на гистерезисные свойства обменносвязанных плёночных структур с однонаправленной анизотропией, содержащих аморфный слой Tb-Co в качестве источника магнитного смещения;

5) создание методики прецизионного анализа профиля элементного состава в слоистых плёночных структурах на основе 3d-переходных металлов;

6) исследование и поиск способов повышения термической устойчивости гистерезисных свойств магнитомягкого слоя в составе плёночных структур типа Fe₂₀Ni₈₀/Tb-Co.

В результате выполнения указанных задач были сформулированы следующие **новые научные положения**, которые выносятся на защиту:

1. Условия получения аморфных плёнок Tb-Co влияют на спонтанную намагниченность подрешётки тербия в основном состоянии, что связано с наличием сперимагнитного упорядочения, параметры которого отражают тонкие особенности атомной структуры.

2. Аморфные плёнки RE-Co (RE = Gd, Tb) в основном состоянии обладают сильной магнитной восприимчивостью в высоких полях. Процесс высокополевого намагничивания плёнок Tb-Co включает вращение результирующих магнитных моментов в элементах стохастической структуры и деформацию (изменения угла раскрытия подрешётки Tb) сперимагнитной структуры. В плёнках Gd-Co, обладающих перпендикулярной анизотропией, высокополевая восприимчивость обусловлена деформацией коллинеарной ферромагнитной структуры.

3. Присутствие внешнего магнитного поля, обеспечивающего намагничивание плёнок типа Tb-Co в процессе их роста, является обязательным условием образования одноосной магнитной анизотропии в плоскости образцов. Определяющим механизмом наведённой анизотропии является одноионная анизотропия ионов Tb, возникающая из-за

определённого атомного упорядочения, которое формируется с участием обменного взаимодействия осаждающихся атомов с плёнкой.

4. Величина магнитного момента тербиевой подсистемы ферромагнитного слоя оказывает определяющее влияние на эффективность межслойной связи в пленках ТМ/Тб-Со (ТМ = Со, Fe₂₀Ni₈₀), что указывает на превалирующую роль 3d-Тб обменных взаимодействий в формировании указанной связи.

5. Главной причиной изменения гистерезисных свойств плёнок типа Fe₂₀Ni₈₀/Тб-Со при термообработке является взаимодиффузия контактирующих слоёв, которая может эффективно блокироваться за счёт введения прослойки Ті толщиной ~ 0,7 нм. В плёнках с оптимальной толщиной прослойки (~ 0,7 нм) температура необратимого разрушения однонаправленной анизотропии была повышена с 200 до 300 °С.

Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, общих выводов и списка цитируемой литературы. Объем составляет 143 страниц, включая 85 рисунков. Общий список цитированных источников насчитывает 99 наименований.

Материалы диссертационной работы были представлены на 19 научных конференциях: 10-я Всероссийская молодежная школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (2009, Екатеринбург, Россия); Физические свойства металлов и сплавов V (2009, Екатеринбург, Россия); Euro-Asian Symposium Trends in Magnetism IV (2010, Екатеринбург, Россия); 11-я Всероссийская молодежная школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (2010, Екатеринбург, Россия); Moscow International Symposium on Magnetism 2011 (2011, Москва, Россия); 12-я Всероссийская молодежная школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (2011, Екатеринбург, Россия); Физические свойства металлов и сплавов VI (2011, Екатеринбург, Россия); XXXVI совещание по физике низких температур (2012, Санкт-Петербург, Россия); XXII Международная конференция Новое в магнетизме и магнитных материалах (2012, Астрахань, Россия); Joint European Magnetic Symposia 2012 (2012, Парма, Италия); Физика и химия наноразмерных систем (2012, Екатеринбург, Россия); 13-я Всероссийская молодежная школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (2012, Екатеринбург, Россия); 6-я школа «Метрология и стандартизация в нанотехнологиях и наноиндустрии» (2013, Екатеринбург, Россия); Joint European Magnetic Symposia 2013 (2013, Родос, Греция); Euro-Asian Symposium Trends in Magnetism V (2013, Владивосток, Россия); 14-я Всероссийская молодежная школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (2013, Екатеринбург, Россия); Физические свойства металлов и сплавов VII (2013, Екатеринбург, Россия); Всероссийская научная конференция студентов-физиков и молодых ученых ВНКСФ-20 (2013, Ижевск, Россия), The European Conference PHYSICS OF MAGNETISM (2014, Познань, Польша).

По теме работы опубликовано 9 статей в научных журналах, определенных ВАК, 29 тезисов докладов. Диссертационная работа выполнена на кафедре магнетизма и магнитных наноматериалов и в отделе магнетизма твердых тел НИИ ФПМ ИЕН УрФУ.

Выбор направления исследования, формулировка научных задачи, обсуждение результатов проводилось совместно с научным руководителем Васьковским Владимиром

Олеговичем. Использованные в исследовании пленочные образцы получены Лепаловским В.Н. и Балымовым К.Г., рентгенограммы получены в университете Страны Басков, Бильбао, Испания. Автор принимал активное участие в выборе направления исследования, формулировке научных задачи, обсуждении результатов исследования и их опубликовании. Кроме того, автором были разработаны и применены на практике методики неразрушающего контроля элементного состава исследуемых объектов на базе рентгеновского флуоресцентного спектрометра Nanohunter, в том числе позволяющие анализировать профиль состава, выполнена большая часть измерений магнитных свойств плёнок с использованием вибрационного магнитометра при комнатной температуре, осуществлялись подготовка образцов, составление программ измерений и обработка данных при использовании СКВИД-магнитометра.

В разные периоды работа была поддержана РФФИ (08-02-99063-р_офи, 11-02-00288-а, 12-02-09450-моб_з, 13-02-96027 р_урал_а), конкурсной программой на проведение научных исследований молодыми учеными УрФУ (в 2013 и 2014), стипендиями Правительства Российской Федерации (2012-2013 г.), Губернатора Свердловской области (2013-2014 г.), первого Президента России Б.Н. Ельцина (2013-2014 г.), Президента Российской Федерации (2013-2014 г.).

ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

1.1 Атомный магнетизм и магнитная структура аморфных плёнок, содержащих редкоземельные элементы (RE) и Co

Сплавы редкоземельных 4f- и 3d-металлов представляют широкий класс материалов объединяющих в себе элементы с существенно различной электронной структурой и атомным радиусом. Это обстоятельство приводит к разнообразию возможного магнитного и атомного упорядочения, включая как сложные кристаллические структуры, так и аморфное состояние. Интенсивные исследования наиболее интересного подкласса таких соединений – сплавов на основе редкоземельных и ТМ металлов группы железа, ведутся уже на протяжении нескольких десятилетий [11]. Данному классу материалов посвящено множество работ теоретической [12], экспериментальной [13] и технологической направленности.

В данном разделе приведены основные сведения об особенностях формирования намагниченности сплавов RE-ТМ и модификациях магнитной структуры, рассмотрены условия возникновения фазовых переходов в двухподрешеточной ферримагнитной системе под действием температуры и внешнего магнитного поля.

1.1.1. Особенности формирования спонтанной намагниченности в кристаллических и аморфных системах RE-Co.

Значительные отличия в строении электронной оболочки переходных 3d- (ТМ) и редкоземельных 4f- металлов (RE) приводят к формированию специфических кристаллических и магнитных структур. Большинство элементов группы лантана имеет валентность равную трем и внешнюю экранировку незаполненного уровня оболочками $5s^2$ и $5p^6$, содержащими восемь электронов, а так же электронами валентного 5d-6s уровня. Все это приводит к исчезающе слабому перекрытию волновых функций 4f-электронов с волновыми функциями оболочек соседних атомов. Магнетизм ТМ напротив, обусловлен наиболее удаленными от ядра электронными уровнями, которые имеют сильное перекрытие с соседними атомами. Последнее обстоятельство приводит к возможности заполнения 3d- зоны Co валентными электронами RE, что в свою очередь обуславливает изменение величины магнитного момента приходящегося на атом ТМ. Таким образом, электронная структура и магнетизм сплава RE-ТМ представлены тремя типами электронных состояний: 4f – локализованные магнитные моменты, 3d – участвуют в металлических связях и магнитном упорядочении, а так же электроны близкие к свободному состоянию ответственные за межатомные связи (5d для RE и 4s для ТМ) и связь магнитных подсистем (5d уровень RE и 3d уровень ТМ). Более полная картина имеющих место взаимодействий и порядков их величина представлена на рис. 1.1 [13].

Взаимодействие между компонентами RE-ТМ сплава можно условно разделить на три типа: RE-RE, RE-ТМ, ТМ-ТМ. При этом благодаря прямому перекрытию 3d-

орбиталей ТМ, наиболее сильным является взаимодействие типа ТМ-ТМ. Энергия взаимодействия RE-RE, напротив, оказывается наименьшей из-за слабого косвенного взаимодействия между 4f-оболочками соседних атомов. Так, относительно высокие значения температуры Кюри, которые свойственны многим сплавам RE-ТМ, обусловлены в первую очередь сильным обменным взаимодействиями внутри 3d-подрешетки. Взаимодействие типа RE-ТМ имеет наибольшее влияние на формирование магнитных свойств сплава, связывая сильно анизотропную RE подрешетку с ТМ подрешеткой обладающей значительно меньшей анизотропией.

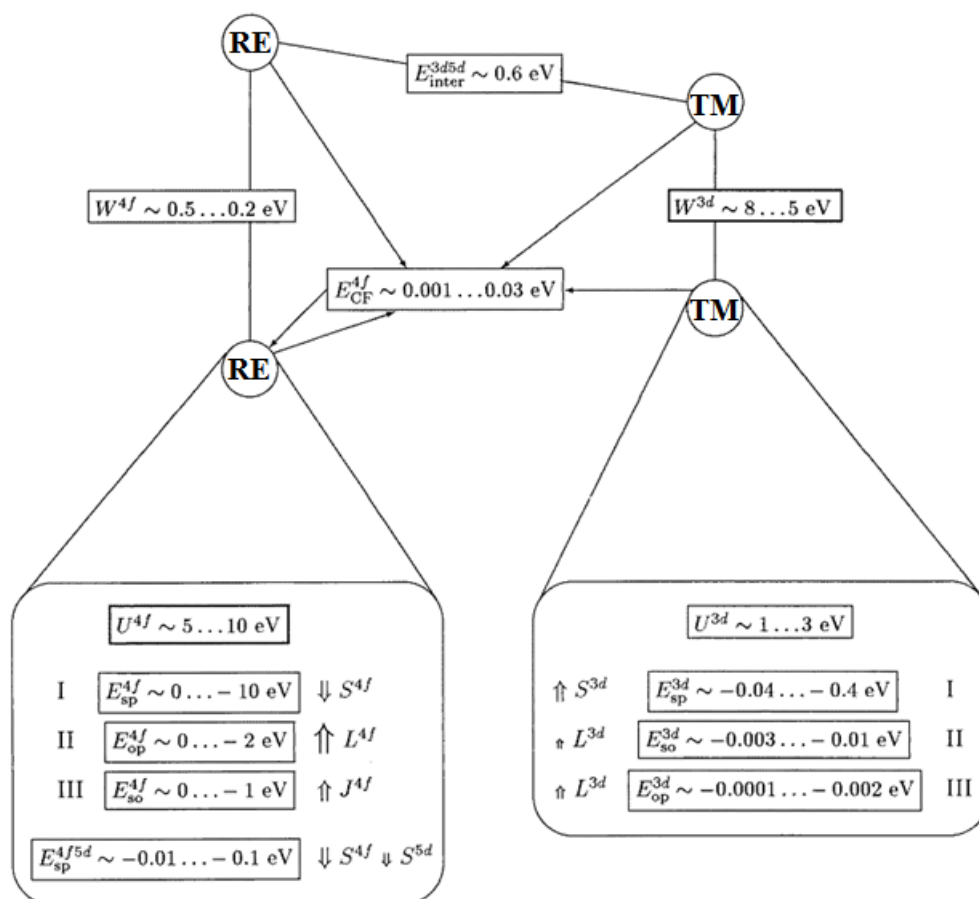


Рисунок 1.1 - Иерархия взаимодействий между составляющими магнитных сплавов типа RE-ТМ (верхняя часть блок-схемы) и между отдельными атомами RE –4f-металла и ТМ – переходного 3d металла (левая и правая сторона нижней части схемы соответственно) [13].

При рассмотрении системы RE-ТМ закономерно возникает вопрос о направлении атомных магнитных моментов относительно кристаллической решетки. Предположим, что температура достаточно низка для того, чтобы не нарушать как связь 4f-5d, так и дальний 3d порядок. Спин-орбитальное взаимодействие и орбитальная поляризация обуславливают зависимость общей энергии от направления спина 3d-оболочки для состояний обладающих симметрией решетки благодаря гибридизации. Для локализованного 4f-состояния в сферически симметричном окружении энергии спин-орбитального взаимодействия E_{so}^{4f} и орбитальной поляризации E_{op}^{4f} не зависят от направления магнитного момента. Вырождение снимается при появлении

кристаллического поля E_{cf}^{4f} . Если энергии E_{sp}^{4f5d} и E_{inter}^{3d5d} оказываются больше энергии E_{cf}^{4f} , имеет место параллельное или антипараллельное упорядочение 4f и 3d магнитных подрешеток (взаимодействие через гибридизацию 3d и 5d электронных оболочек, см. [14,15]). Однако может возникнуть и такая ситуация, в которой $E_{sp}^{4f5d} < E_{cf}^{4f}$, когда возникает скошенная конфигурация, зависящая от температуры, кристаллической структуры, и напряженности внешнего магнитного поля. В обратном случае, при низких температурах, направление намагниченности часто определяется анизотропией 4f подрешетки. При повышении температуры, за счет сильно различающихся температурных зависимостей вкладов от 4f подрешетки и 3d подрешетки, могут возникнуть спин-переориентационные переходы.

Таким образом, упорядочение магнитных моментов 3d и 4f подрешеток может быть как ферромагнитным, так и антиферромагнитным в зависимости от входящего в состав RE элемента [16]. В случае легких RE (с атомным номером меньшим Gd) локальный магнитный момент ТМ антиферромагнитно связан со спиновым моментом 4f металла, который в свою очередь антиферромагнитно связан с орбитальным моментом RE атома. Поскольку для легких RE величина орбитального момента превышает величину спинового момента, в целом наблюдается ферромагнитное упорядочение между локальными моментами ТМ и RE. В случае тяжелых RE (с атомным номером большим либо равным Gd) спиновые моменты 3d и 4f подрешеток упорядочиваются антипараллельно, тогда как в 4f оболочке спиновый момент связан с орбитальным ферромагнитно. Таким образом, суммарный магнитный момент тяжелого RE оказывается антиферромагнитно связанным с моментом ТМ.

В случае аморфных сплавов, наличие случайной составляющей одноионной магнитной анизотропии приводит к возникновению отклонений магнитных моментов редкоземельной подрешетки от направления параллельного (антипараллельного) моменту 3d подрешетки (рис. 1.2). Данный эффект обуславливает существование так называемой сперимагнитной структуры свойственной большинству сплавов RE-TM с магнитным редкоземельным металлом. Исключением является система Gd-TM, поскольку у атома Gd орбитальный момент оказывается равным нулю и флуктуирующая составляющая магнитной анизотропии не оказывает влияния посредством спин-орбитальной связи.

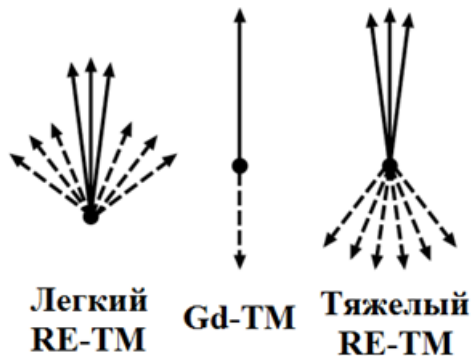


Рисунок 1.2 - Схема упорядочения локальных магнитных моментов RE (пунктирная линия) и ТМ (сплошная линия) подрешеток [16].

В некоторых сплавах RE-TM локальная флуктуирующая анизотропия приводит к сохранению высоких значений магнитной восприимчивости вплоть до магнитных полей превышающих 10^5 Э. В частности, на аморфных лентах сплава $\text{Co}_{35}\text{Tb}_{65}$, при исследовании процесса высокополевого намагничивания, магнитное насыщение не наблюдалось до полей порядка 150 кЭ (рис. 1.3) [17]. Для оценки намагниченности и последующего определения среднего атомного момента Co и Tb, авторами указанной работы была использована аппроксимация высокополевого участка экспериментальной зависимости по закону H^{-2} . Однако полученный атомный магнитный момент Tb равный $7,15\mu_B$ оказался меньше ожидаемого теоретического значения $9\mu_B$, что было объяснено неколлинеарностью магнитной структуры, которую не удалось учесть в рамках сделанных допущений.

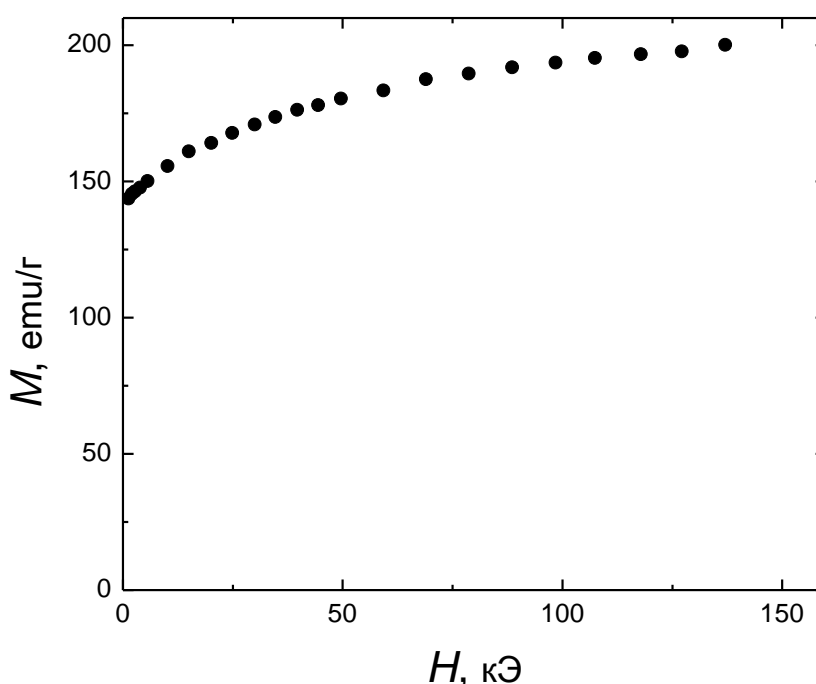


Рисунок 1.3 - Зависимость намагниченности от внешнего магнитного поля полученная на аморфных лентах сплава $\text{Co}_{35}\text{Tb}_{65}$ при температуре 4,2 К [17].

Влияние случайной составляющей магнитной анизотропии было подробно описано на примере ферромагнитной системы в теоретической работе [18]. В частности были рассмотрены случаи намагничивания материалов с сильной и слабой случайной анизотропией в режиме низких, средних и высоких магнитных полей. Для внешних магнитных полей $H > H_{ex}$ зависимость намагниченности от поля оказывается близкой к H^{-2} , тогда как при $H < H_{ex}$ следует закону $H^{1/2}$. В качестве примера последнего случая можно привести данные полученные на аморфных пленках Er-Fe авторами [19]. После построения экспериментальных линейных зависимостей (рис. 1.4) оказалось возможным определить некоторые параметры исследуемой системы, используя следующее соотношение:

$$\frac{(M_s - M)}{M_s} = \frac{(H_s / H)^{1/2}}{15} \quad (1.1)$$

, где $H_s = H_r^4 / H_e^3$, M_s – намагниченность насыщения, H – внешнее магнитное поле, H_e – эффективное поле обменного взаимодействия, H_r – поле локальной (случайной) анизотропии зависящее от константы локальной магнитной анизотропии следующим образом:

$$H_r = 2K_L / M_s \quad (1.2)$$

Полученные в результате значения K_L для разных составов оказались близки между собой и имели величину порядка $1,5 \cdot 10^{-7}$ эрг/см³. Константа обмена $A(T)$ была определена по методике предложенной Хасегавой [20]:

$$A(T) = [n_{ErEr} J_{ErEr} (g_{Er} - 1)^2 J_{Er}^2(T) (x)^2 / r_{ErEr} + (n_{FeEr} + n_{ErFe}) J_{FeEr} (g_{Er} - 1) \times J_{Er}(T) S_{Fe}(T) (x(100 - x)) / r_{FeEr} + n_{FeFe} J_{FeFe} S_{Fe}^2(T) (100 - x)^2 / r_{FeFe}] / 10^4 \quad (1.3)$$

, где n_{ij} – максимальное допустимое количество пар атомов на единицу объема, r_{ij} – межатомное расстояние, $S_{Fe}(T)$ – спиновый момент атома железа, $J_{Er}(T)$ – полный момент Er.

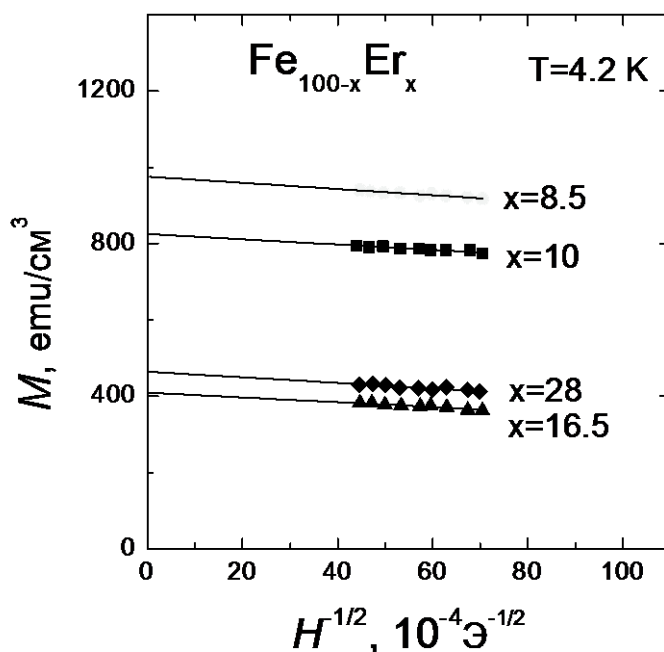


Рисунок 1.4 - Зависимости намагниченности пленок Fe-Er разного состава от квадратного корня из обратного внешнего поля $H^{-1/2}$ [19].

Несмотря на отсутствие орбитального магнитного момента у атома Gd, в некоторых случаях для сплавов Gd-TM так же может наблюдаться значительная магнитная восприимчивость на кривых намагничивания в высокополевым диапазоне. В

работе [21] было проведено исследование магнитных свойств пленок и аморфных сплавов Gd-Co и Gd-Ni методом магнитного кругового дихроизма рентгеновских лучей (MCD). В результате было обнаружено наличие конкуренции ферромагнитного и антиферромагнитного упорядочения атомов Gd и Ni в объемном сплаве, что приводило к появлению магнитной структуры типа спинового стекла при определенном соотношении компонентов. Данная особенность, которая, по всей видимости, вызвана флуктуациями межатомных расстояний и может стать причиной повышенной магнитной восприимчивости. Аномальные петли гистерезиса, полученные на пленочных образцах Gd-Co, были объяснены в рамках представлений о неравномерности магнитной анизотропии по толщине пленки, что вызвано наличием особенностей типа границ раздела пленка/подложка и пленка/атмосфера. В результате была предложена теоретическая модель, объясняющая основные особенности поведения магнитной восприимчивости по мере изменения напряженности внешнего поля [22].

1.1.2. Спонтанные и индуцированные магнитные фазовые переходы.

В области малых магнитных полей классическая Неелевская ферромагнитная система с двумя и более подрешетками ведет себя идентично классическому ферромагнетiku. Однако в полях превышающих некоторое критическое значение коллинеарность подрешеток нарушается, и намагниченность образца начинает меняться по мере роста напряженности прикладываемого поля. Данный вопрос рассматривался достаточно интенсивно начиная с 60-х годов прошлого века, когда были предложены первые модели описывающие поведение ферромагнетика в магнитном поле и при изменении температуры в низкотемпературной области [23]. Далее было показано, что магнитная восприимчивость двухподрешеточного ферромагнетика в неколлинерном состоянии при конечных температурах не зависит от температуры. Позднее Кларком и др. [24] был выполнен анализ процесса намагничивания двухподрешеточной системы в широком температурном интервале в рамках модели молекулярного поля с нулевой энергией магнитной анизотропии, а так же трехподрешеточного ферромагнетика с сильной связью. Последняя аппроксимация оказалась особенно подходящей для описания ферритов с редкоземельными компонентами, в которых обменная связь между ионами железа оказывается значительно сильнее, чем между редкоземельной и 3d подрешеткой. Более общий случай анизотропного ферромагнетика с энергией анизотропии много меньшей энергии обменного межподрешеточного взаимодействия $E_a \ll E_e$ (ферриты-гранаты) в широком диапазоне температур был рассмотрен Грановским и Звездиным [25], Альбеном [26]. Феноменологическая модель трехподрешеточного ферромагнетика с произвольными константами магнитной анизотропии была построена Харченко и др. [27].

Как было отмечено выше, для описания условий возникновения неколлинеарной магнитной структуры может быть использована простая модель молекулярного поля. Рассмотрим случай намагничивания ферромагнетика во внешнем магнитном поле \vec{H} . Напряженность эффективного поля действующего на подрешетку i может быть записано как

$$\vec{H}_i = \vec{H} + \sum_j \lambda_{ij} \vec{M}_j \quad (1.4)$$

, где λ_{ij} – константа молекулярного поля M_j – намагниченность j подрешетки, при этом $\vec{H}_i \parallel \vec{M}_i$ или $\vec{H}_i \times \vec{M}_i = 0$. Взяв векторное произведение обеих частей выражения (1.4) и намагниченности i подрешетки \vec{M}_i и просуммировав по всем i , получаем следующее уравнение:

$$\vec{H} \times \sum_i \vec{M}_i = 0 \quad (1.5)$$

Из (1.5) следует, что сумма всех проекций намагниченностей подрешеток на направление магнитного поля оказывается равной нулю. Таким образом, результирующая намагниченность $\vec{M} = \sum_i \vec{M}_i$ параллельна внешнему магнитному полю и

$$\vec{H} = a(\vec{M}_1 + \vec{M}_2 + \dots) \quad (1.6)$$

Тогда уравнение (1.4) можно переписать в следующем виде:

$$\vec{H}_i = \sum_j (a + \lambda_{ij}) \vec{M}_j \quad (1.7)$$

Для двухподрешеточной системы можно переписать данное выражение следующим образом:

$$\vec{H}_1 = (a + \lambda_{12}) \vec{M}_2 + (a + \lambda_{11}) \vec{M}_1 \quad (1.8)$$

При векторном домножении обеих частей на \vec{M}_1 получаем постоянную магнитную восприимчивость для неколлинеарного ($\vec{M}_1 \times \vec{M}_2 \neq 0$) случая:

$$a = a_v = -\lambda_{12} \text{ или } \vec{M} = -\frac{1}{\lambda_{12}} \vec{H}, \text{ таким образом } \chi = -\frac{1}{\lambda_{12}} \quad (1.9)$$

Для определения границ между коллинеарной и неколлинеарной фазой необходимо задать два условия фазового перехода. Из (1.6) и (1.9) получаем:

$$\frac{\vec{H}}{\lambda_{12}} + \vec{M}_1 + \vec{M}_2 = 0 \quad (1.10)$$

В угловой фазе образуется треугольник из векторов внешнего поля и намагниченностей подрешеток (рис. 1.5), а значит граничные условия в сокращенной форме можно записать следующим образом (в предположении $\vec{M}_1 > \vec{M}_2$):

$$\left(\vec{M}_1 + \vec{M}_2 + \frac{\vec{H}}{\lambda_{12}} \right) \left(\vec{M}_1 - \vec{M}_2 + \frac{\vec{H}}{\lambda_{12}} \right) \geq 0 \quad (1.11)$$

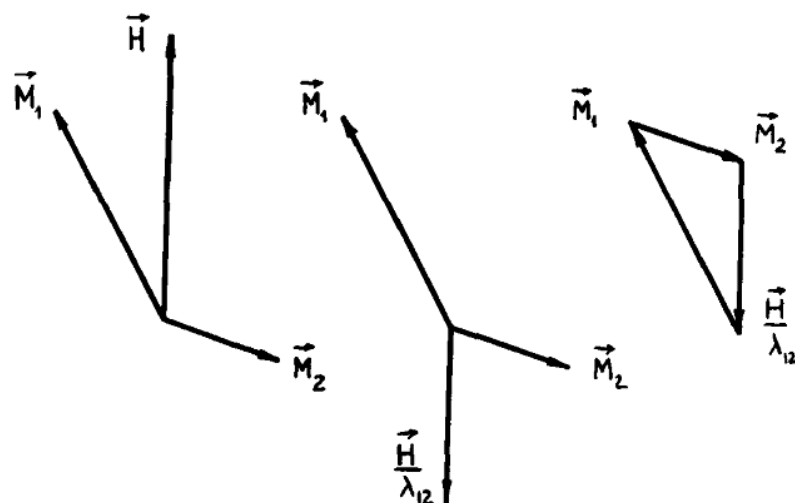


Рисунок 1.5 - Упорядочение векторов намагниченности подрешеток ферримагнетика относительно вектора внешнего магнитного поля [27].

Косинусы углов между намагниченностями и внешним полем можно выразить следующим образом:

$$\begin{aligned} \cos(12) &= \frac{-(H / \lambda_{12})^2 + M_1^2 + M_2^2}{2M_1M_2} \\ \cos(1H) &= \frac{(H / \lambda_{12})^2 + M_1^2 - M_2^2}{2M_1(H / \lambda_{12})} \\ \cos(2H) &= \frac{(H / \lambda_{12})^2 - M_1^2 + M_2^2}{2M_2(H / \lambda_{12})} \end{aligned} \quad (1.12)$$

Изменение намагниченности подрешеток может быть учтено с помощью функции Бриллюэна, таким образом, для двухподрешеточной системы для намагниченности подрешетки можно записать следующее выражение:

$$M_{iv} = M_{i0} B_{S_i} \left(\frac{\mu_i (\lambda_{ii} - \lambda_{ij}) M_i}{kT} \right) \quad (1.13)$$

На рисунке 1.6 приведены возможные типы фазовых диаграмм: без точки компенсации (а), с точкой компенсации (b), с $T_{\text{comp}} = T_c$ (с). Без учета энергии анизотропии ферримагнетика переход к угловой фазе происходит под действием магнитного поля и естественным образом зависит от температуры. В более общем случае произвольной энергии анизотропии и ориентации внешнего магнитного поля задача принимает достаточно сложную форму, поэтому в большинстве работ вводились упрощения в виде симметричной ориентации поля и относительно слабой энергии анизотропии.

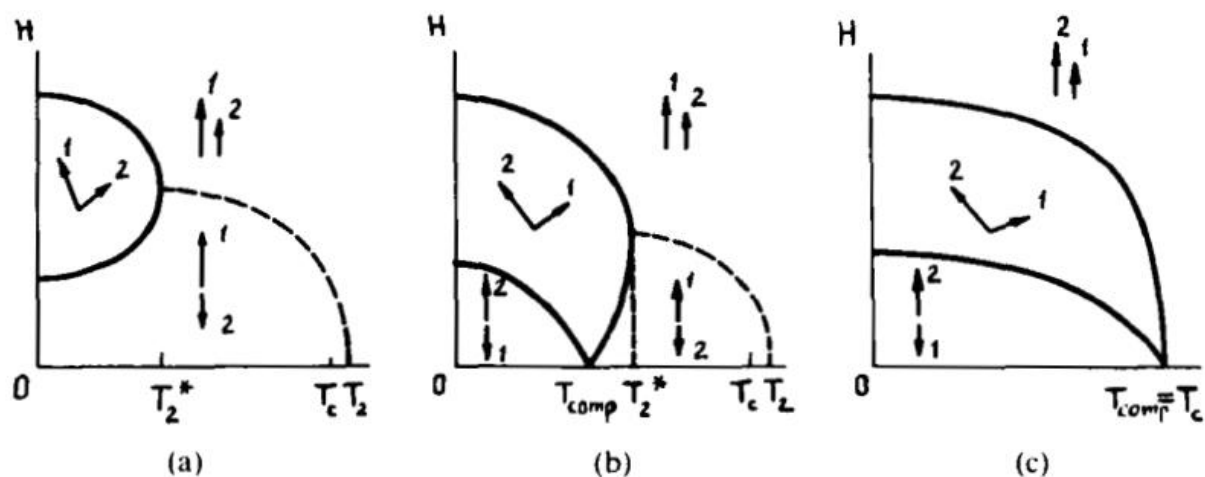


Рисунок 1.6 - Возможные типы фазовых диаграмм для случая двухподрешеточного ферримагнетика [27].

Спин-ориентационные переходы в пленках RE-TM рассматривались в литературе главным образом с теоретической точки зрения [25]. Наибольшее внимание в экспериментальных исследованиях получили так называемые искусственные ферримагнетики – пленки, состоящие из обменносвязанных слоев TM и RE металлов. С практической точки зрения подобные объекты были интересны как потенциальные кандидаты для термомагнитной записи информации, повышения энергетического произведения и снижения поля магнитного насыщения при использовании в качестве среды с магнитострикционным эффектом [28]. Как и классические ферримагнетики данные пленки имеют немонотонную температурную зависимость намагниченности и точку магнитной компенсации, причем соответствующая температура зависит от соотношения толщин магнитных слоев [29].

1.2. Магнитная анизотропия и магнитострикция аморфных плёнок RE-Co.

Активные исследования магнитной анизотропии аморфных пленок типа RE-TM начались с открытия цилиндрической доменной структуры в аморфных пленках сплавов переходных 3d- и редкоземельных 4f-металлов [30]. На первых этапах главным образом исследовались сплавы с содержанием компонентов близким к RE-TM₂ обладающих сильной перпендикулярной магнитной анизотропией и высокой температурой Кюри. Однако при переходе к средам для магнитооптической записи информации, интересы сместились в сторону составов с меньшим содержанием RE компонента. Тем не менее, как в первом, так и во втором случае велись активные поиски оптимальных условий получения и обработки пленок для создания сильной наведенной перпендикулярной анизотропии - необходимого условия использования указанных сред в качестве носителя информации.

Впоследствии появилось немало работ, посвященных оптимизации свойств однослойных и многослойных пленок на основе аморфной системы RE-TM, обладающих высокими магнитоупругими свойствами или имеющих внутреннее магнитное смещение. Если для последних перпендикулярная магнитная анизотропия ферримагнитного слоя

рассматривается как необходимое условие, то в случае магнитострикционных материалов возникла обратная ситуация. Требование малой величины поля магнитного насыщения материала обусловило необходимость поиска путей уменьшения магнитной анизотропии и, как следствие, избавления от ее перпендикулярной составляющей, а так же уменьшения влияния локальной анизотропии и сперимагнитной природы используемых сплавов. Данное обстоятельство привело к активизации исследовательской деятельности в направлении повышения магнитной мягкости материала (снижению магнитной анизотропии и коэрцитивной силы и повышению эффективной намагниченности насыщения) и переходу к одноосной магнитной анизотропии, лежащей в плоскости пленки.

В первой части представленного раздела были рассмотрены основные механизмы, влияющие на формирование магнитной анизотропии аморфных пленок RE-TM (в первую очередь RE-Fe и RE-Co). Особый акцент сделан на влиянии метода получения и сопутствующих технологических факторов, которые в большинстве случаев являются наиболее эффективным инструментом тонкой настройки влияющих параметров (микроструктура, механические напряжения и т.д.). Вторая часть посвящена магнитоупругим свойствам аморфных пленок RE-TM. В частности, рассмотрены наиболее перспективные материалы, обозначен круг задач и проблем разработки и оптимизации функциональной среды, проведен обзор основных полученных к настоящему времени результатов. Поскольку методы измерения магнитострикционных и магнитоупругих свойств пленочной среды заметно отличаются от таковых используемых для объемных материалов, выполнен краткий обзор наиболее распространенных методик, разработанных специально для пленочного случая.

1.2.1. Механизмы и феноменологическое описание магнитной анизотропии.

Способ получения пленки является фактором, напрямую влияющим на процесс формирования ее микроструктуры, и во многом обуславливает результирующую магнитную анизотропию. В случае пленок RE-TM, наиболее часто используемыми методами являются магнетронное, ионно-плазменное, термическое распыление, а так же лазерная абляция. При этом в широком диапазоне составов естественным образом достигается аморфное состояние, что обусловлено значительным различием атомных радиусов RE и TM. Данная особенность приводит к тому, что решающую роль начинают играть механизмы отличные от типичной для объемного случая магнитокристаллической составляющей. В силу отсутствия кристаллического упорядочения и наличия большого количества дополнительных влияющих параметров, анизотропия аморфных пленок RE-TM часто считается одноосной и для наиболее распространенного случая перпендикулярной анизотропии выражение для константы K_{tot} часто записывается в достаточно простой форме:

$$K_{tot} = K_u - 2\pi M_s^2 \quad (1.14)$$

, где M_s – намагниченность насыщения ($2\pi M_s^2$ – вклад анизотропии формы), K_u – константа одноосной перпендикулярной анизотропии. Последняя носит комплексный

характер и обусловлена следующими основными вкладами и влияющими факторами: одноионная анизотропия, наличие интерфейсных областей, особенности микроструктуры, взаимодействие с подложкой (механические напряжения), особенности атомного упорядочения (упорядочение пар атомов). Остановимся подробнее на некоторых из перечисленных вкладов.

Особенности получения пленочных образцов

Рассмотрим основные технологические факторы наиболее распространенных методов получения пленок типа RE-TM связанных с использованием ионов инертного рабочего газа. В ряде работ была показана сильная зависимость магнитных свойств получаемых пленок от давления аргона [31,32]. Данный факт объясняется изменением микроструктуры пленок, появлением различных по диаметру пор, а так же особенностями распределения и характером распределения механических напряжений. В частности, авторами [33] на примере пленок Tb-Fe и Gd-Fe было установлено, что по мере увеличения давления рабочего газа происходит переход от сжимающих напряжений к растягивающим. Для определения величины присутствующих в пленке механических напряжений была использована методика сравнения кривизны подложки до и после отделения пленки методом кантилевера. На рисунке 1.7 представлены полученные зависимости внутренних напряжений определенных по формуле 1.15 и константы одноосной анизотропии от содержания Tb для нескольких значений давления аргона. Положительные значения константы означают, что ось легкого намагничивания лежит перпендикулярно плоскости.

$$\sigma = \frac{E_0 d_0^2}{6Ld(1-\nu_0)} \frac{\Delta\theta}{2} \quad (1.15)$$

, где E_0 и ν_0 - модуль Юнга и коэффициент Пуассона подложки, d_0 и d – толщины подложки и пленки соответственно, L – длина пленки и подложки, $\Delta\theta$ – угол отклонения лазерного луча от свободного конца кантилевера.

Таким образом, можно заключить, что в значительной мере давление рабочего газа влияет на магнитную анизотропию посредством магнитоупругого механизма. Возникающий при этом вклад в константу анизотропии может быть оценен следующим образом:

$$K_{\sigma} = -\frac{3}{2} \lambda \sigma = \frac{B\sigma}{E} (1+\nu) \quad (1.16)$$

, где λ – константа магнитострикции, σ – величина механических напряжений, $B = -3\lambda E / 2(1+\nu)$ - магнитоупругий коэффициент.

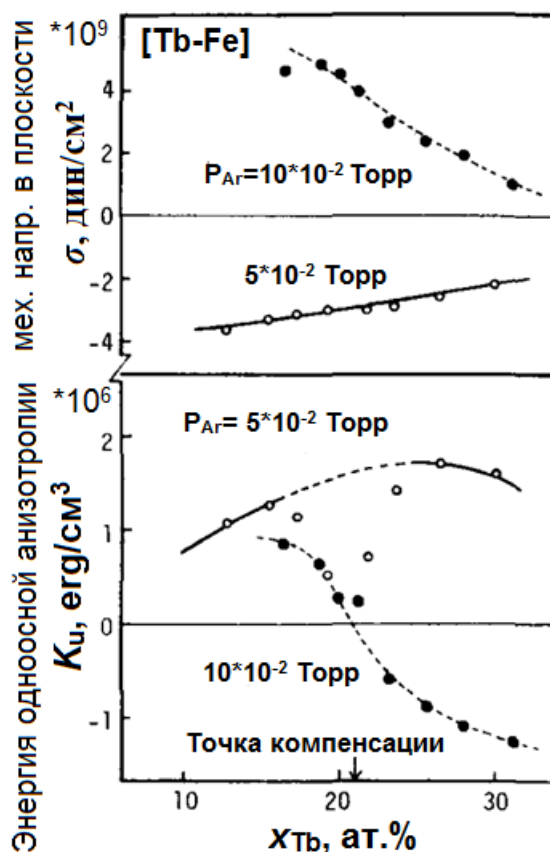


Рисунок 4.7 - Зависимости величины внутренних механических напряжений (верхняя часть рисунка) и константы одноосной магнитной анизотропии (нижняя часть) пленок Tb-Fe от содержания Tb полученных при рабочих давлениях аргона P_{Ar} равных 5×10^{-2} и 10×10^{-2} Торр [33].

Проведение эксперимента по проверке гипотезы о решающей роли упругих механических напряжений в формировании магнитной анизотропии является нетривиальной задачей, поскольку для прямого подтверждения требуется сравнение анизотропных свойств пленки на подложке и без таковой. Однако при отрыве тонкой пленки, как правило, происходит ее скручивание (что косвенно подтверждает наличие механических напряжений) или нарушение целостности. Одной из возможностей является изготовление более толстого образца, что и было сделано авторами [34]. Пленка $Tb_{21.8}Co_{78.2}$ толщиной 0,3 мм была получена методом высокоскоростного распыления на медную подложку и после серии экспериментов отделена механическим способом. В результате оказалось, что перпендикулярная анизотропия и гистерезисные свойства пленки сохраняются после отрыва. Отличие наблюдалось лишь после проведения температурного отжига при 573 К, в результате которого перпендикулярная магнитная анизотропия сохранилась у пленки на медной подложке (наблюдалось лишь падение H_c) и исчезла у пленки без подложки. В заключительной части эксперимента оторванная от подложки и подвергнутая отжигу пленка была приклеена на подложку из эпоксидной смолы при 393 К и повторно отожжена при 573 К. Указанная процедура привела к восстановлению перпендикулярной магнитной анизотропии, что произошло благодаря возникновению значительных упругих напряжений из-за разности температурных коэффициентов расширения пленки и подложки.

Другой важной технологической особенностью влияющей на процесс формирования микроструктуры и, как следствие, магнитной анизотропии аморфных пленок RE-TM является наличие или отсутствие высокочастотного электрического смещения на подложке. При этом указанный механизм заключается не только в частичном повторном распылении осажденного материала, но и в изменении количества включений атомов аргона. Еще в ранних работах с использованием методов месбауэровской спектроскопии и рентгеновской дифракции было показано появление преимущественного упорядочения пар атомов в пленках Gd-Co и Gd-Fe как результата повторного распыления, что в случае указанных сред было указано основным источником магнитной анизотропии [35].

Показательным в плане наглядности влияния вторичного распыления осажденного материала на магнитную анизотропию получаемых пленок является эксперимент выполненный авторами [4]. С использованием системы из двух ионных пушек проводилось одновременно контролируемое распыление материала мишени и осаждаемой пленки. В качестве изменяемых параметров выступали плотность ионного тока J_{ions} (от 0 до 0,15 мА/см²) и энергия ионов E_{ions} (от 65 эВ до 600 эВ). На рисунке 1.8 приведены зависимости величины константы одноосной перпендикулярной анизотропии полученных аморфных пленок Tb-Co от содержания редкоземельного компонента.

Приведенные данные показывают заметное увеличение константы перпендикулярной анизотропии в результате частичного распыления осажденного материала. Важно отметить, что в ходе аналогичного эксперимента проведенного на пленках Gd-Co и Gd-Fe такого эффекта не наблюдалось. Незначительные изменения были отнесены авторами к простому изменению (уменьшению) концентрации редкоземельного металла под действием дополнительного ионного пучка. Столь значительную разницу в поведении константы перпендикулярной магнитной анизотропии авторы объяснили анизотропией ионов Tb, что обеспечивает заметный отклик на изменение локального окружения (одноионная анизотропия), которое имеет место благодаря наличию высокочастотного электрического смещения или ионного пучка в области подложки.

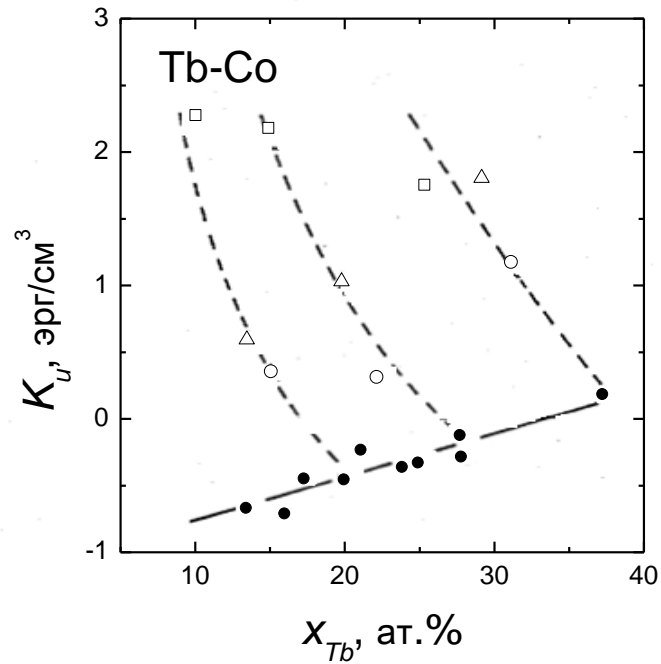


Рисунок 1.8 - Зависимости константы одноосной перпендикулярной магнитной анизотропии от содержания редкоземельного компонента в пленках Tb-Co полученные при различных условиях напыления. Закрашенные круглые точки – пленки полученные без вторичного распыления осажденного материала, полые круглые точки – при распылении с $J_{ions} = 0,10 \text{ mA/cm}^2$ и $E_{ions} = 200 \text{ эВ}$, треугольные точки - $J_{ions} = 0,15 \text{ mA/cm}^2$ и $E_{ions} = 200 \text{ эВ}$, полые квадратные точки - $J_{ions} = 0,15 \text{ mA/cm}^2$ и $E_{ions} = 400 \text{ эВ}$ [4].

Одноосная анизотропия RE

Подробное изучение атомной структуры аморфных пленок RE-TM методами EXAFS [36] и дифракции рентгеновских лучей [37] (на примере $Tb_{20}Fe_{80}$) позволило выявить некоторые особенности формирования анизотропного распределения атомов TM и RE. В частности, измерения поглощения вблизи K линии железа показали однородное распределение ближайших соседей, оказавшееся близким к кристаллическому Fe с объемно-центрированной кубической решеткой (около 2.50 \AA). Спектры поглощения вблизи L линии тербия, показали не только наличие окружения, состоящего преимущественно из атомов Fe, но и относительно широкое распределения межатомных расстояний. Согласно сделанному авторами предположению, эти данные говорят об анизотропном распределении атомов железа с нарушением плотной упаковки (см. двумерную схему на рис. 1.9). Косвенным подтверждением выступили эксперименты по низкотемпературному ($200 \text{ }^\circ\text{C}$) и высокотемпературному ($400 \text{ }^\circ\text{C}$) отжигу. В первом случае наблюдалось значительное снижение константы одноосной анизотропии при одновременном увеличении локальной симметрии и уменьшении напряжений на атомном уровне. Отжиг при более высоких температурах привел к началу рекристаллизации в железной подрешетке и появлению зародышей α -Fe фазы.

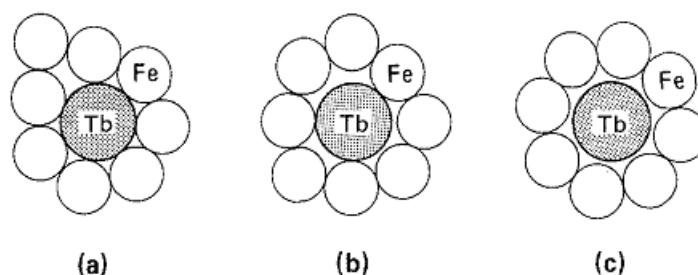


Рисунок 1.9 - Двумерное представление возможных конфигураций окружения Tb атомами железа. Только изображение (b) находится в согласии с экспериментальными данными EXAFS [37].

В случае системы $(\text{Gd}_{0,75}\text{RE}_{0,25})_{19}\text{Co}_{81}$ для исключения вклада от упругих напряжений было выполнено отделение пленки от подложки и сопоставлены соответствующие значения константы одноосной перпендикулярной анизотропии [38]. Кроме того, поскольку для пленок $\text{Gd}_{19}\text{Co}_{81}$ вклада от одноионной составляющей анизотропии быть не должно, из значения оставшегося после учета анизотропии магнитоупругой природы была вычтена константа анизотропии, измеренная на образце $\text{Gd}_{19}\text{Co}_{81}$. Полученные значения энергии магнитной анизотропии были приведены на атом редкоземельного компонента и сопоставлены с соответствующими данными для кристаллических материалов [39] (см. рис. 1.10).

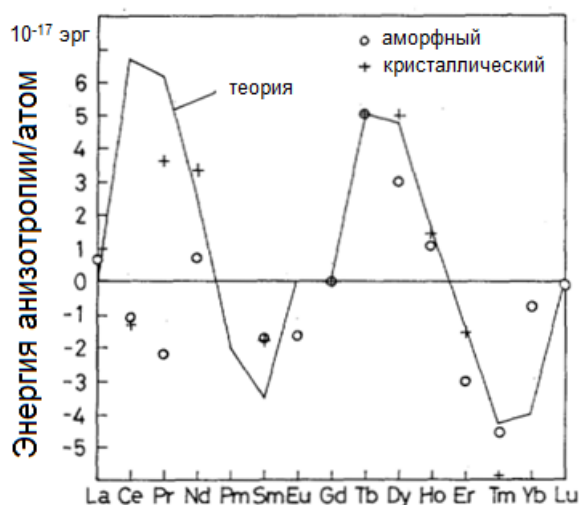


Рисунок 1.10 - Зависимость энергии магнитной анизотропии приведенной на атом RE в пленке $(\text{Gd}_{0,75}\text{RE}_{0,25})_{19}\text{Co}_{81}$ (круглые точки) [38] и в пересчете на соответствующий атом примесного RE в монокристалле Gd уменьшенная в 200 раз (крестообразные точки) [39].

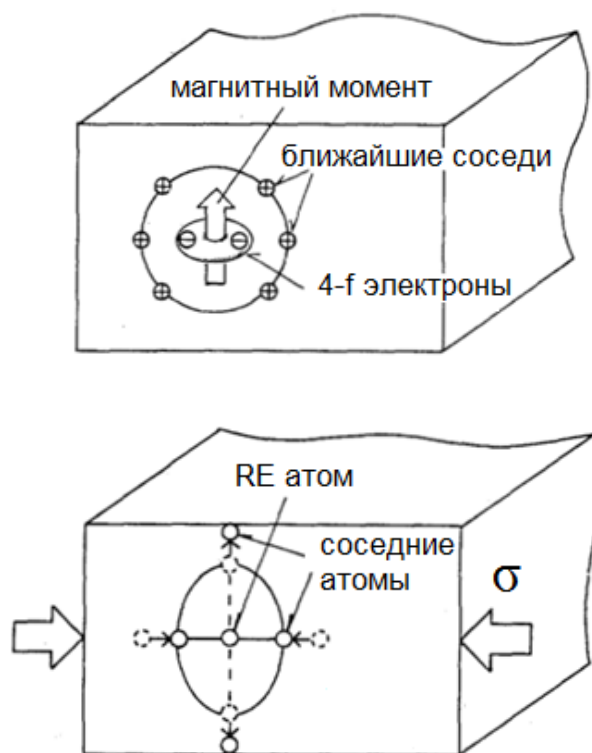


Рисунок 1.11 - Схематичное представление анизотропного распределения атомов в аморфной пленке RE-TM с преобладающей перпендикулярной анизотропией и предположительный механизм создания такого атомного упорядочения путем приложения механических напряжений [38].

Представленные результаты позволяют заключить, что в данном случае в формировании магнитной анизотропии значительную роль играет вклад одноионной анизотропии, что схематично может быть представлено в виде редкоземельного иона с анизотропным относительно плоскости пленки окружением (см. рис. 1.11). Анизотропное распределение атомов было экспериментально подтверждено методами дифференциального аномального рассеяния рентгеновских лучей на примере системы $\text{Fe}_{80}\text{Tb}_{20}$ [37]. Теоретический расчет вклада одноионной анизотропии был выполнен с использованием аппроксимации точечного заряда следуя Хатчингсону [40].

Подводя итог проведенного обзора основных вкладов в магнитную анизотропию тонких аморфных пленок типа RE-TM можно выделить следующие составляющие:

- одноионная анизотропия атомов редкоземельного элемента;
- магнитоупругий вклад обусловленный наличием механических напряжений возникающих в растущей на подложке пленке;
- анизотропия формы;
- наличие интерфейсных областей (как правило, рассматривается в случае сверхтонких пленок или при наличии прилегающих магнитных слоев).
- случайная анизотропия, обусловленная наличием областей с различной ориентацией осей локальной анизотропии.

1.2.2. Магнитоупругие свойства аморфных плёнок

Благодаря повышенному интересу к созданию новых устройств типа сенсоров и микроактюаторов (микроэлектромеханических систем (MEMS) способных конвертировать энергию электрического или магнитного поля в механическую и наоборот) начался активный поиск подходящих материалов. Наряду с пьезокерамиками, в поле зрения исследователей попали и магнитострикционные материалы, которые обладают очень высокой плотностью магнитоупругой энергии и потенциально могут быть эффективно использованы в качестве активного материала микродвигателей и исполнительных механизмов. Однако традиционные и хорошо изученные кристаллические материалы типа Terfenol, обладающие наибольшим магнитострикционным эффектом, плохо подходили на эту роль в силу слабой совместимости с традиционными кремниевыми технологиями микромеханической обработки [41]. В случае кристаллических сплавов типа TbFe₂, которые уже имеют кубическую структуру и малую величину константы анизотропии второго порядка, можно отчасти добиться улучшения указанных характеристик с помощью подавления константы анизотропии четвертого порядка с помощью частичного замещения Tb диспрозием [10].

Переход к аморфному состоянию принципиально является наиболее действенным способом снижения магнитной анизотропии, причем в идеальном случае можно ожидать случайную ориентацию локальных осей легкого намагничивания и минимальную величину макроскопической составляющей. С этой точки зрения наиболее подходящим вариантом оказались аморфные тонкие пленки, которые помимо относительно слабой магнитной анизотропии обладают хорошей совместимостью с имеющимися технологиями микросборки и имеют относительно малое поле магнитного насыщения.

Прежде чем приступить к непосредственному анализу магнитоупругих свойств пленочных систем типа RE-Co, рассмотрим имеющиеся возможности по определению магнитострикционных и магнитоупругих характеристик тонкопленочных объектов.

Методы измерения магнитострикции тонких пленок

Магнитострикционные свойства материала в пленочном состоянии не могут быть напрямую получены из таковых для объемного случая в силу таких важных факторов как поверхностная магнитострикция, наличие текстуры и присутствующих механических напряжений. В то же время, традиционные методы определения констант магнитострикции объемных образцов [42] не могут быть применены к пленочным объектам в силу малого количества материала и наличия подложки.

Используемые в настоящее время методы для измерения магнитоупругого эффекта (ME) можно разделить на две группы: прямые и косвенные. К прямым относятся те из них, в основе которых лежит измерение деформации, возникающей в образце при повороте намагниченности (как правило, на 90°) под действием внешнего магнитного поля. К таковым, в частности, относятся метод кантилевера или емкостной метод. В отличие от прямых методов, косвенные подразумевают детектирование изменения магнитного состояния пленки под действием прикладываемых упругих напряжений (обратный магнитострикционный эффект или эффект Виллари). Наиболее

распространенными способами контроля изменения магнитной анизотропии деформируемого пленочного образца являются ферромагнитный резонанс [43] (изменение сигнала ФМР с изменением деформации или деформационно-модулированный ФМР (SM-FMR)) и так называемые методы изгиба (изменения магнитного состояния часто контролируются магнитооптическими методами). Рассмотрим некоторые из представленных методов более подробно.

Метод кантилевера.

В данном методе подложка прямоугольной формы вместе с осажденной на нее пленкой устанавливается в качестве кантилевера атомного силового или зондового микроскопа. В результате приложения магнитного поля в заданном направлении, пленка стремится увеличить или уменьшить свою длину, что, при условии индуцирования достаточного механического напряжения, приводит к деформации подложки (рис. 1.12). Принципиальным требованием к системе оптического детектирования является высокое угловое разрешение, поскольку типичные значения отклонения свободного конца подложки имеют порядок десятка нанометров.

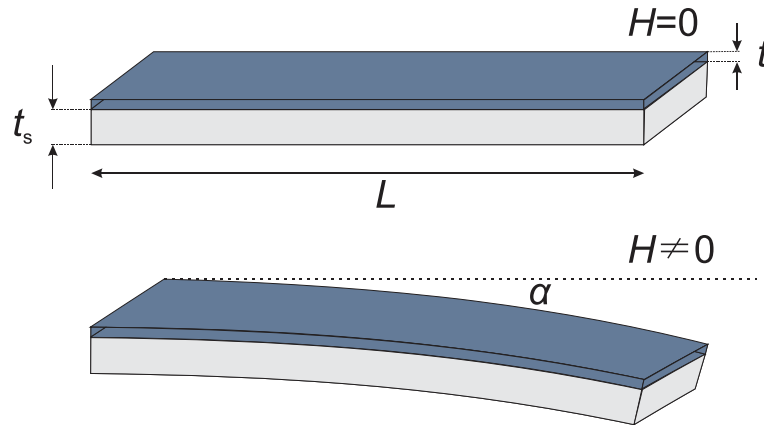


Рисунок 1.12 - Принципиальная схема деформации подложки с осажденной на нее магнитоупругой пленкой.

Для получения количественных результатов указанным методом могут быть использованы следующие выражения [10]:

$$b_j(H) = \frac{E_s}{6(1 + \nu_s)} \frac{\alpha_j(H) t_s^2}{L} \frac{1}{t_f}, \quad \text{где } j = \perp \text{ или } \parallel$$

$$b^{\gamma,2} = b_{\parallel}^{sat} - b_{\perp}^{sat}, \quad (1.17)$$

$$\lambda_s = \frac{2}{3} \lambda^{\gamma,2} = -\frac{2}{3} \frac{b^{\gamma,2} (1 - \nu_f)}{E_f},$$

, где $b_j(H)$ – магнитоупругий коэффициент как функция магнитного поля приложенного в соответствующем направлении, $\lambda^{\gamma,2}$ – коэффициент магнитоупругости, α – угол отклонения свободного края подложки, t_s и L – толщина и длина подложки, t_f – толщина пленки, E_s и E_f – модули Юнга подложки и пленки, ν_s и ν_f – коэффициенты Пуассона подложки и пленки. Более подробное рассмотрение задачи по определению указанных коэффициентов методом кантилевера приведено авторами [44]. Типичные значения толщины пленки – от

десятков до сотен нанометров, подложки – порядка 300-500 мкм (в случае использования кремниевой пластины), ширина подложки – 3-5 мм, длина – 10-30 мм.

Несмотря на то, что метод кантилевера является прямым и при должном подходе обладает высокой прецизионностью, он не лишен и некоторых существенных недостатков. В частности, необходимо располагать точными данными о толщине пленки и подложки, их модулях Юнга и коэффициентах Пуассона. Тем не менее, до настоящего времени именно он является наиболее часто используемым для характеристики магнитоупругих свойств пленочных объектов.

Метод изгиба подложки

В этом случае проводится обратный эксперимент: производится контролируемое растяжение или сжатие пленки (как правило, методом изгиба подложки) и фиксируется изменение ее магнитной анизотропии. Для этого могут быть использованы различные методы, в частности ферромагнитный резонанс, магнитооптический эффект, метод вибрационной магнитометрии, магниторезистивный эффект.

В работе [45] авторами подробно рассмотрена методика, основанная на использовании магнитооптического эффекта Керра. Для деформирования стеклянной подложки использована система представленная на рис. 1.13, а. На иллюстрациях рис. 1.13, b-e приведена картина распределения упругих напряжений по поверхности пленки при различной степени деформации в используемой геометрии эксперимента. Для определения радиуса кривизны использована следующая простая формула:

$$R = \frac{X^2 + 4Y^2}{8Y} \quad (1.18)$$

, где X – длина подложки, Y – величина вертикального отклонения.

Для того чтобы вычислить магнитострикции насыщения λ_s необходимо определить поле магнитной анизотропии, индуцированное путем приложения механических напряжений. Для этого может быть применен любой из доступных магнитометрических методов. В результате получаем следующую простую формулу:

$$\lambda_s = \frac{\mu_0 M_s H_k}{3 \varepsilon Y_m} \quad (1.19)$$

, где M_s – намагниченность насыщения, ε – индуцированные механические напряжения, Y_m – модуль Юнга материала пленки. На рисунке 1.14 приведены примеры петель гистерезиса измеренных при приложении поля в направлении перпендикулярном оси приложения механических напряжений, а так же зависимость определенных из них полей наведенной магнитной анизотропии. Более подробное рассмотрение методики и обработки экспериментальных результатов представлено в работе [46].

Другой интересной возможностью детектирования приложенных механических напряжений является измерение эффекта анизотропного или гигантского магнитосопротивления (AMR и GMR соответственно). Авторами работы [47] была рассмотрена чувствительная многослойная пленочная система типа спинового вентиля на основе магнитоупругих рабочих слоев и FeMn в качестве источника магнитного смещения. Переключение свободного слоя происходило под действием прикладываемых

внешних механических напряжений, максимальное изменение магнитосопротивления было порядка 3%. Для начальной стабилизации намагниченности свободного магнитомягкого слоя использовалось внешнее смещающее магнитное поле. Схема эксперимента и полученные результаты представлены на рисунке 1.15. Из представленных зависимостей магнитосопротивления от величины механических напряжений видно, что при более высокой напряженности внешнего смещающего поля можно достичь более высокой чувствительности системы. Данное обстоятельство может быть объяснено большей однородностью магнитного состояния свободного слоя, что, кроме того, обеспечивает лучшую однородность поворота намагниченности. В работе [48] была показана возможность увеличения чувствительности сенсора механических напряжений путем использования структур с туннельными переходами содержащих слой $\text{Ir}_{23}\text{Mn}_{77}$ в качестве смещающего, CoFe – магнитотвердого слоя, Al – туннельного барьера, $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ – свободного магнитоэлектрического слоя.

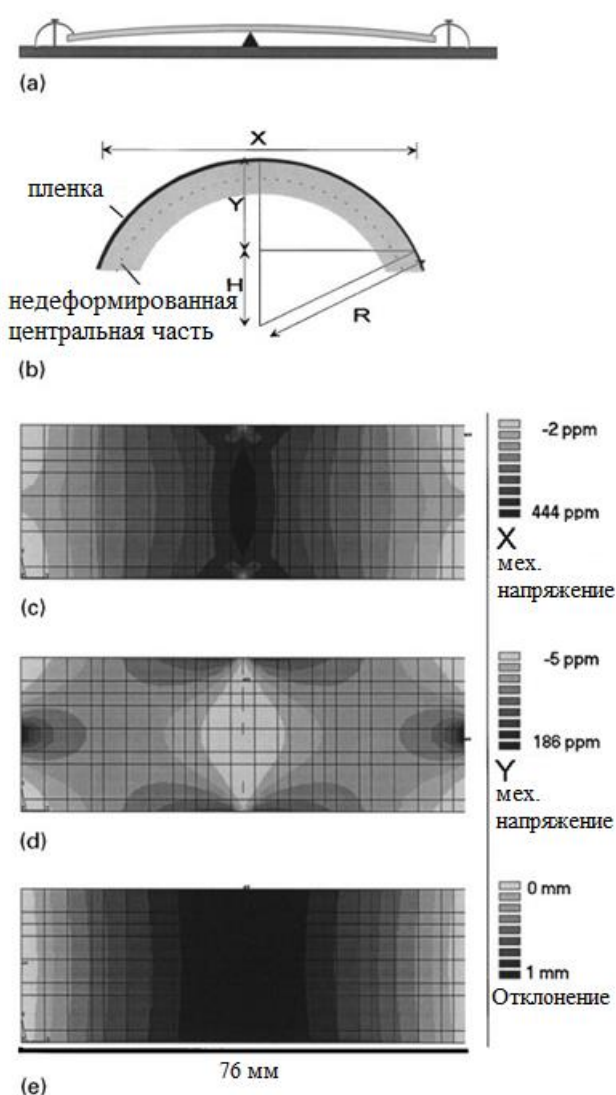
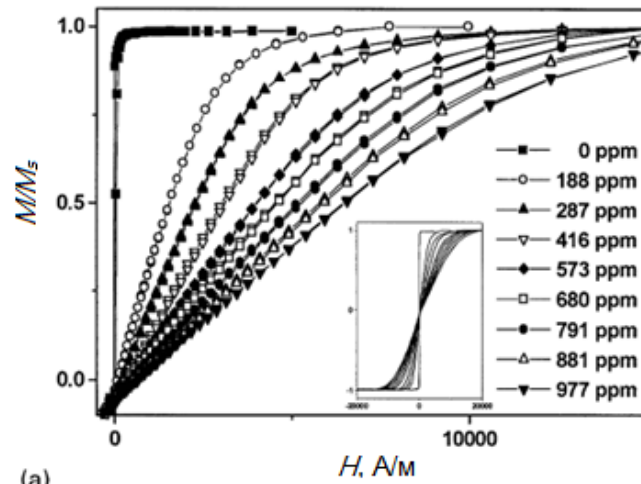
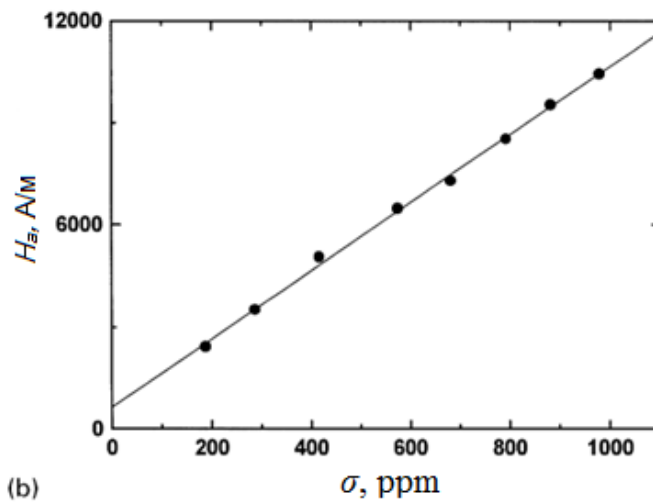


Рисунок 1.13 – (а) Схематичное изображения экспериментальной установки для внесения упругих напряжений. (б) Схема, согласно которой производилось определение радиуса кривизны подложки. Размеры подложки составляли 76 мм × 26 мм × 0,4 мм. На изображениях (с) и (d) показано распределение напряжений по верхней поверхности вдоль направлений x и y соответственно. (е) Показывает отклонение подложки от нулевого положения во время деформации. [45]



(a)



(b)

Рисунок 1.14 – (a) Петли гистерезиса измеренные после приложения различных по величине механических напряжений. (b) Зависимость поля наведенной магнитной анизотропии от приложенных механических напряжений [45].

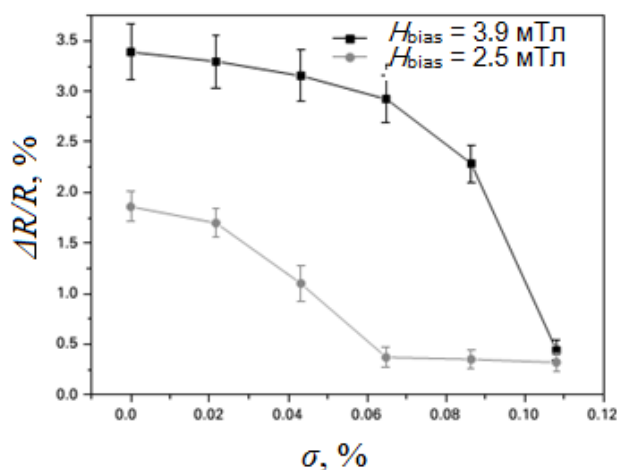
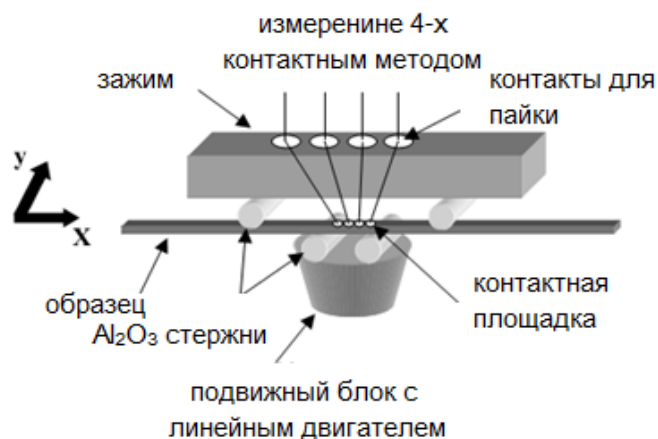


Рисунок 1.15 – Схема эксперимента по определению зависимости между величиной магниторезистивного эффекта и приложенными упругими механическими напряжениями [47].

Магнитоупругие свойства пленок RE-Co

Сплавы типа RE-Co наряду с RE-Fe относятся к материалам с гигантским магнитоупругим эффектом, причем в случае объемных монокристаллов, по совокупности технологических факторов, последние, в частности Tb-Fe, принято считать наиболее производительными [49]. Однако при переходе к аморфному состоянию распределение обменного взаимодействия Fe-Fe приводит к возникновению фрустраций в железной подрешетке и резкому падению температуры магнитного упорядочения с 700 К до 400 К [2]. Интерес представляют и сплавы RECo₂, поскольку в кристаллическом состоянии их температура Кюри лежит ниже комнатной, тогда в состоянии аморфном для составов RE_{1-x}Co_x при $x > 0,68$ она достигает 600 К [10].

В значительной части работ, посвященных аморфным пленкам с гигантской магнитоупругостью, был использован сплав типа Terfenol-D (α -TbDyFe₂), магнитоупругость которого в аморфном состоянии практически на порядок ниже чем в кристаллическом. Несмотря на это обстоятельство, была успешно продемонстрирована возможность создания MEMS с достаточно высоким уровнем надежности. Однако сперимагнитный характер распределения моментов Fe и RE не давал возможности оптимизировать характеристики магнитоупругого материала. В качестве альтернативы было

предложено использовать либо пленки RE-Fe в нанокристаллическом состоянии, либо аморфные пленки RE-Co. Помимо лучшей температурной стабильности последние демонстрировали и более высокие магнитоупругие свойства [50].

На рисунке 1.16 приведены сводные данные по величине магнитоупругого и магнитоотрицательного коэффициентов полученных для пленок типа Tb-Fe и Tb-Co с использованием метода кантилевера [10]. Представленные зависимости по мере уменьшения содержания Tb демонстрируют резкий рост, который наблюдается сразу после перехода к составам с ферромагнитным упорядочением при комнатной температуре, и достигают максимума при $x = 0,71$. Однако стоит отметить, что приведенные результаты были получены в достаточно высоких полях: 1.9 Т для системы Tb-Co и 1.6 Т для системы Tb-Fe.

Для технических приложений одним из наиболее важных параметров является наклон низкополевого участка магнитоотрицательной петли. Анализ этого параметра так же показал наличие резкого максимума в области состава Tb_{0,29}Co_{0,71}. При использовании динамического режима перемагничивания в небольшом диапазоне магнитных полей (по частному циклу) наблюдается дополнительное снижение величины наклона магнитоотрицательной кривой приблизительно на 20% [10].

Другим важным фактором является перпендикулярная анизотропия пленок RE-Co и RE-Fe, появления которой практически невозможно избежать при осаждении пленки. Ее появление в значительной мере связывается с присутствием внутренних механических напряжений, что находит подтверждение в экспериментах по отрыву пленки от подложки, в результате которых наблюдалось исчезновение перпендикулярной анизотропии [33]. Для снятия упругих напряжений был использован температурный отжиг образцов в магнитном поле, что так же привело к исчезновению перпендикулярной анизотропии, подтвердив, таким образом, гипотезу о её магнитоупругом характере.

В целом можно заключить, что в тонкопленочном состоянии аморфные сплавы типа RE-Fe и RE-Co имеют значительно меньшие величины коэффициентов магнитоотрицательности по сравнению с объемными кристаллическими материалами. Более высокие показатели свойственные средам на основе RE-Co могут быть объяснены за счет более высокой температуры Кюри и меньшей склонности к сперимагнетизму. В последнем случае, если предположить коническое распределение магнитных моментов [51], то магнитоупругий коэффициент окажется пропорционален квадрату среднему косинусу угла сперимагнетизма:

$$b^{\gamma,2} = \frac{3}{2} b_{\text{int}}^{\gamma,2} \langle \alpha_z^2 \rangle - \frac{1}{3} \quad (1.20)$$

, где $b_{\text{int}}^{\gamma,2}$ – магнитоупругий коэффициент в предположении коллинеарной структуры, $\langle \alpha_z^2 \rangle$ – среднее значение направляющего косинуса магнитного редкоземельного атома относительно направления внешнего магнитного поля. Таким образом, появление сперимагнитной структуры не только снижает рабочие характеристики среды за счет снижения намагниченности (пропорциональна $\langle \alpha_z \rangle$) но и за счет снижения магнитоупругих характеристик (пропорциональны $\langle \alpha_z^2 \rangle$). В качестве возможного

решения данной проблемы был предложен вариант использования многослойных структур с магнитомягкими слоями обменно-связанными с магнитоотрицательным материалом [52], что позволило снизить поле насыщения путем повышения средней намагниченности насыщения (сравнение однослойных и многослойных структур приведено в работе [50]).

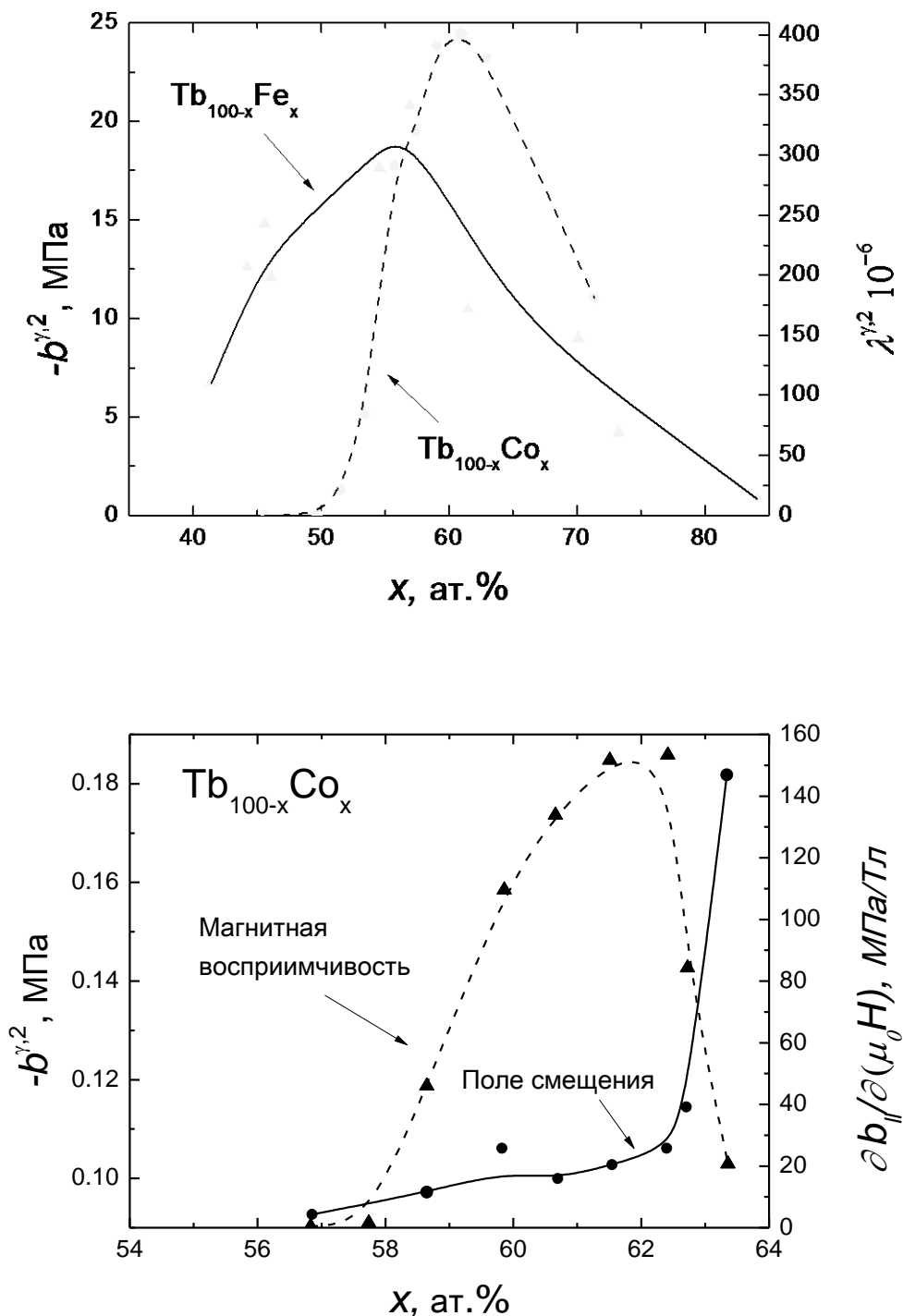


Рисунок 1.16 Зависимость магнитоупругого коэффициента и коэффициента магнитоотрицательности (а), а так же максимальной магнитоотрицательной восприимчивости и значения смещающего поля (б) от содержания тербия x полученные на аморфных пленках $Tb_{1-x}Fe_x$ и $Tb_{1-x}Co_x$ при комнатной температуре. [10]

1.3 Однонаправленная анизотропия и гистерезисные свойства слоистых структур на основе аморфных плёнок RE-Co.

Явление однонаправленной анизотропии известно достаточно давно и впервые наблюдалось Майклдждоном и Бином на примере охлажденных в магнитном поле частиц кобальта покрытых оксидной оболочкой [53]. Проявлялось оно в сдвиге петли гистерезиса ферромагнитного материала – частиц кобальта вдоль оси приложения магнитного поля на некоторую величину названную полем магнитного смещения H_e , а так же приращением его коэрцитивной силы H_c . Причиной появления такого рода анизотропии магнитных свойств образца являлось обменное взаимодействие, возникающее на границе раздела антиферромагнитного слоя оксида кобальта и ферромагнитного кобальтового ядра. Так как рассматриваемое явление носит поверхностный характер, его дальнейшее исследование и практическое применение преимущественно было связано со слоистыми пленочными структурами [54,55], в которых есть возможность прецизионного контроля важнейших влияющих параметров, и в меньшей степени с другими объектами, такими как частицы, нанопроволоки и т.д. [56].

До настоящего времени внимание исследователей было сконцентрировано главным образом на пленочной системе типа антиферромагнетик/ферромагнетик. В качестве наиболее распространенных материалов используемых в такого рода объектах можно привести FeMn/FeNi, IrMn/FeNi, FeF₂/Fe и многие другие. Необходимым условием возникновения обменного смещения является охлаждение системы до температуры T_N антиферромагнитного слоя в магнитном поле позволяющем перевести в состояние насыщения ферромагнитный слой. Очевидно, что при этом T_K ферромагнетика должна превосходить T_N антиферромагнитного материала. Таким образом, согласно простейшей модели в интерфейсной области возникает упорядочение ближайших магнитных моментов атомов ферро- и ферромагнитного слоев соответствующее минимальной энергии. Интенсивность обменной межслойной связи и является фактором, определяющим эффективность однонаправленной анизотропии.

Простейшая модель, позволяющая описать явление обменного смещения между ферромагнитным и антиферромагнитным слоями, была предложена уже в работах Майклдждона и Бина. Для величины поля смещения, возникающего между прилегающими слоями, она дает следующее выражение:

$$H_e = \frac{J_{FM/AF}}{M_s L_{FM}} \quad (1.21)$$

, где $J_{FM/AF}$ - обменный интеграл характеризующий интенсивность межслойного взаимодействия, M_s и L_{FM} намагниченность и толщина ферромагнитного слоя соответственно.

Однако по сравнению со значениями, получаемыми на эксперименте, данная формула даёт существенно завышенные H_e . Для получения более качественной оценки было предложено использовать микромагнитный подход, учитывающий доменную структуру антиферромагнетика [57]. В частности, Маури предположил существование стенки Блоха внутри антиферромагнитного слоя, что существенно снизило ожидаемое

значение поля смещения H_e [58]. Кроме того, наличие доменной стенки позволило создать предел поля обменного смещения вне зависимости от величины межслойного взаимодействия:

$$LH_e = \begin{cases} -[(A_{12} / \xi) / M] \\ -2(\sqrt{AK} / M) \end{cases} \text{ для } \lambda \leq 1 \text{ и } \lambda \geq 1 \text{ соответственно (1.22)}$$

, где L – толщина ферромагнитного слоя, A и K – константа обменного взаимодействия и константа магнитной анизотропии антиферромагнитного слоя соответственно, M – намагниченность ферромагнитного слоя, ξ – расстояние между слоями.

Следующим учтенным в расчетах параметром стала фрустрация магнитного момента в интерфейсной области и статистическая разориентация спинов в антиферромагнитных доменах (Малоземов [59]). Иная модель была предложена Коуном: он ввел перпендикулярное межфазное взаимодействие между спинами ферромагнитного и антиферромагнитного слоёв, аналогичное состоянию спин – флота в антиферромагнетике находящемся в большом магнитном поле. В частности, присутствие атомных ступеней на границах раздела слоев, которые изменяют толщину антиферромагнетика на один моноатомный слой, приводит к возникновению фрустраций взаимодействия в интерфейсе ферромагнетик-антиферромагнетик. В тонких пленках такие фрустрации обуславливают появление доменных стенок, разбивающих поверхность пленки на домены. В пленках большей толщины вблизи границы раздела появляются статические спиновые вихри, тогда как в остальном объеме пленки намагниченность остается неизменной [60].

Перечисленные модели дают более приемлемые значения H_e в системах с однонаправленной анизотропией, но, несмотря на это, универсальной теории способной качественно описывать подобные системы не существует до сих пор [61]. По этой причине структура с обменно-связанными слоями типа FM/AF может быть рассмотрена только с помощью специальных методов для ограниченного числа систем [54]. В силу большого числа влияющих факторов, для наиболее полного описания такого рода объектов принято использовать такую характеристику исследуемого образца как химический состав, методика получения, структура входящих в состав системы слоев, температуры Кюри и Нееля, шероховатость интерфейса, температура блокировки, а так же величины поля обменного смещения и коэрцитивной силы ферромагнитного слоя [62].

Значительно меньшее внимание уделено исследованиям пленочных структур с однонаправленной анизотропией на основе ферромагнитного слоя. Обычно в качестве материала последнего выступает аморфный сплав на основе переходных 3d- и тяжелых 4f-металлов, например Tb-Fe, Tb-Co, Dy-Co и т.д. [63,64]. При этом в подавляющем большинстве работ фигурируют аморфные пленки аналогичные тем, что предлагались в качестве перспективной среды для магнитооптической записи информации – с осью магнитной анизотропии перпендикулярной плоскости образца. С практической точки зрения, в отличие от наиболее популярной системы типа FeNi/FeMn, пленки FeNi/Tb-Co демонстрируют более высокие значения поля обменного смещения, а так же лучшую температурную стабильность магнитных свойств. С точки зрения фундаментальной, появление в прилегающем ферромагнитном слое однонаправленной анизотропии в плоскости образца представляется нетривиальным явлением достойным специального

рассмотрения. В частности, Уильямом и Крюдером была предложена модель, согласно которой в ферромагнитном слое под действием обменного взаимодействия со стороны ферромагнитного слоя происходит упорядочение магнитных моментов в направлении параллельном границе раздела, тогда как при отдалении от него возникает переход к типичной структуре с перпендикулярной анизотропией [63, 65] (рис. 1.17). Аналогичная модель была предложена для схожей системы типа FeNi/Dy-Co, в которой ферромагнитный слой так же обладал перпендикулярной магнитной анизотропией (см. [66]).

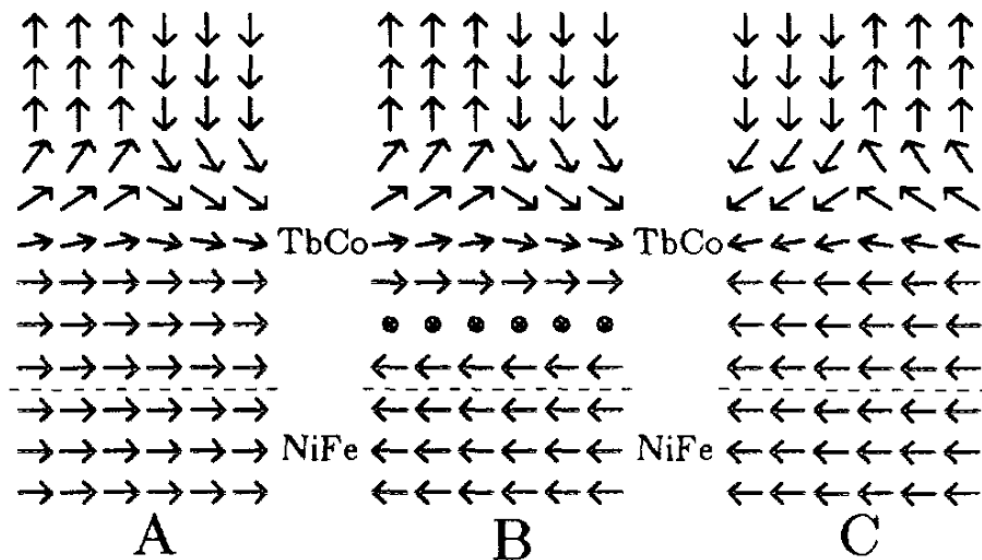


Рисунок 5.17 - Схема распределения магнитных моментов в интерфейсной области пленки $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb-Co}$ при различных стадиях перемагничивания (A, B, C) [63].

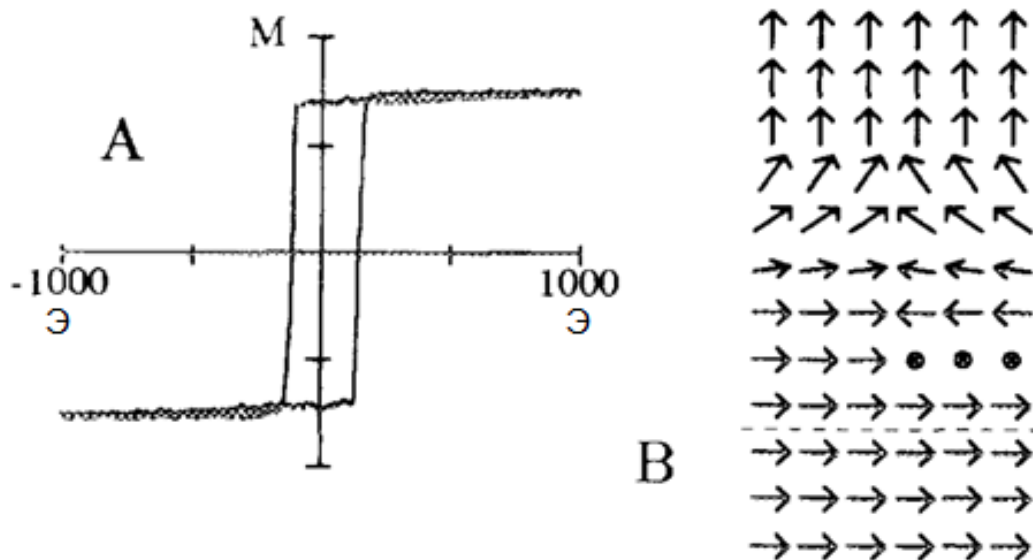


Рисунок 1.18 - Типичная петля гистерезиса слоя $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ в составе пленки $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb-Co}$, наблюдаемая после предварительного намагничивания до насыщения в направлении перпендикулярном плоскости образца (а). На иллюстрации показано схематичное распределение магнитных моментов в околоинтерфейсной области возникшее после намагничивания до насыщения в направлении перпендикулярном плоскости (б) [63].

Интересным следствием данного представления является обращение доменной структуры слоя Tb-Co при перемагничивании прилегающей к пермаллою прослойки под действием магнитного поля достаточной интенсивности приложенного в плоскости образца. Проведенные авторами работы сопоставления доменной структуры до и после перемагничивания действительно подтвердили адекватность использованной модели. Другим косвенным подтверждением является тот факт, что при намагничивании образца до насыщения в поле направленном перпендикулярно плоскости пленки должно возникать соответствующее упорядочение магнитных моментов в аморфном слое (рис. 1.18, b). Приводит оно к исчезновению сдвига петли гистерезиса ферромагнитного слоя, что и наблюдалось на эксперименте (рис. 1.18, a). Возврат к первоначальному состоянию магнитной структуры возможен при намагничивании пленки до насыщения в направлении параллельном плоскости.

С использованием формулы предложенной Маури [58]

$$H_e = 2\sqrt{AK}/M_{FM}L_{FM} \quad (1.23)$$

, где A – константа обменного взаимодействия в Tb-Co, K – константа анизотропии Tb-Co, M_{FM} и L_{FM} – намагниченность и толщина слоя пермаллоя, была сделана оценка величины поля обменного смещения, которая позволила получить близкое к наблюдаемому на эксперименте значение. Кроме того, указанная модель дает близкую к экспериментальной зависимость поля обменного смещения от толщины ферромагнитного слоя. В силу особенностей магнитной структуры аморфного слоя, на эксперименте наблюдается исчезновение смещения петли гистерезиса слоя FeNi при уменьшении толщины Tb-Co ниже критической. В том случае, если не успевает пройти полный переход от плоскостной анизотропии к перпендикулярной, происходит перемагничивание аморфного слоя в относительно небольших полях с присущей околоинтерфейсной части Tb-Co малой коэрцитивной силой.

В последующей работе [65] был проведен подробный количественный анализ системы FeNi/Tb-Co, при этом были рассмотрены случаи “тонкого” и “толстого” аморфного слоя, что соответствовало одновременному и послойному перемагничиванию пленки соответственно. Оказалось, что все основные качественные особенности гистерезисных свойств (асимметричная петля гистерезиса пермаллоя и величина поля обменного смещения) могут с высокой точностью быть объяснены в предположении идеального однородного интерфейса. Тем не менее, был показан и тот факт, что в случае системы FeNi/Tb-Co с сильной межслойной связью часто используемое упрощение, в котором в процессе низкополевого перемагничивания участвует лишь магнитомягкий слой, не позволяет адекватно описать петлю гистерезиса слоя FeNi. Для решения указанной проблемы необходим учет возможности пространственных вариаций распределения намагниченности в ферромагнитном слое, то есть решение микромагнитной задачи.

Несмотря на то, что была показана потенциальная возможность использования аморфного ферромагнетика Tb-Co в качестве источника внутреннего магнитного смещения, рекомендуемая толщина порядка 800 \AA [65] не позволяла рассматривать этот материал для практического применения. Однако Фрейтасом и др. [67] была показана

возможность уменьшения толщины смещающего слоя до 100 Å в случае использования состава Tb₂₈Co₇₂. При этом так же была отмечена возможность тонкой настройки величины поля обменного смещения путем изменения толщины ферромагнитного слоя. В последующих работах было проведено подробное исследование влияния температуры отжига на магнитные свойства и величину магниторезистивного эффекта спиновых вентилей на основе слоев пермаллоя и Tb-Co с использованием вспомогательных медных и кобальтовых прослоек [68-70]. В результате было показано, что температура блокировки для оптимальной конфигурации слоев может быть увеличена до 220 и 270 °C при использовании ферромагнитных слоев толщиной 100 и 150 Å соответственно (в случае использования антиферромагнетика FeMn таковая составляет около 150 °C [71]). Испытания полученных чувствительных элементов выявили существенную деградацию магниторезистивных свойств при температурах отжига порядка температуры блокировки (см. рис. 1.19), что, по мнению авторов, обусловлено изменениями в процессе перемagnичивания закрепленного слоя как следствия ухудшения перпендикулярной анизотропии ферромагнитного слоя.

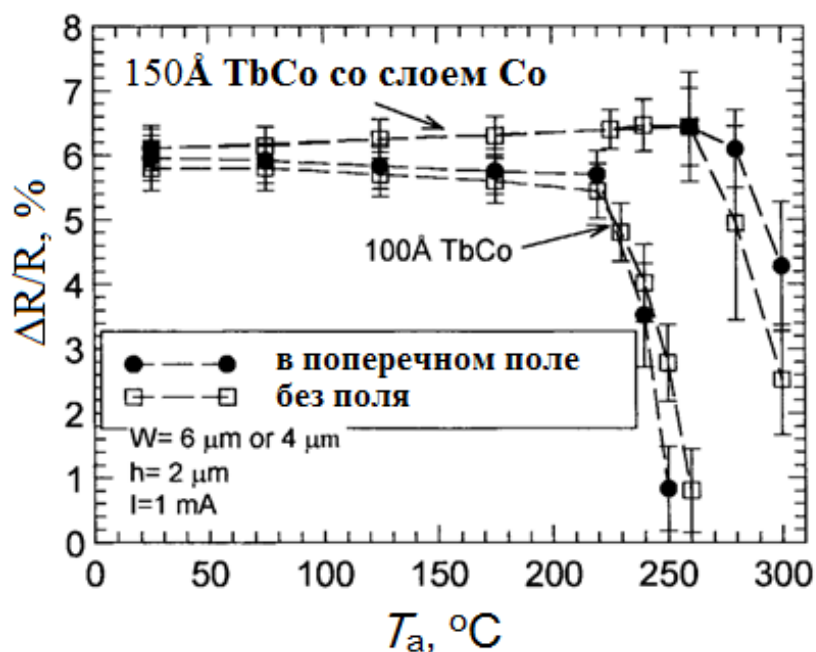


Рисунок 1.19 - Зависимость магниторезистивного эффекта спинвентилей Si/Ta(50Å)NiFe(60Å)/Cu(25Å)/Co(30Å)/TbCo(100Å)/TiW(N₂)(150Å) и Si/Ta(50Å)NiFe(60Å)/Co(2.5Å)/Cu(25Å)/Co(30Å)/TbCo(150Å)/TiW(N₂)(150Å) от температуры ступенчатого отжига проводимого в течение одного часа [69].

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Chaudhari P., Cuomo J.J., Gambino R.J. Amorphous metallic films for magneto-optic applications// *Appl. Phys. Lett.*- 1973.- Vol. 22(7).- P. 337-339.
2. Hansen P., Clausen C., Much G., Rosenkranz M. and Witter K. Magnetic and magneto-optical properties of rare-earth transition-metal alloys containing Gd, Tb, Fe, Co// *J. Appl. Phys.*- 1989.- Vol. 66.- P. 756-767.
3. Mizoguchi T., Cargill G.S. Magnetic anisotropy from dipolar interactions in amorphous ferrimagnetic alloys// *J. Appl. Phys.*- 1979.- Vol. 50(5).- P. 3570 – 3582.
4. Okamine S., Ohta. N., Sugita Y. Perpendicular anisotropy in rare earth-transition metal amorphous films prepared by dual ion beam sputtering// *IEEE Trans. Magn.*- 1985.- Vol. 21(5).- P. 1641-1643.
5. Lin M.-S., Lai C.-H., Liao Y.-Y., Wu Z.-H., Huang S.-H., and Jiang R.-F. Perpendicular giant magnetoresistance composed of CoPt. multilayer and CoFe TbCo// *J. Appl. Phys.*- 2006.- Vol. 99.- P. 08T106.
6. Sun, J.J., Sousa, R.C., Galvao, T.T.P.; Soares, V., Plaskett, T.S., Freitas, P.P. Tunneling magnetoresistance and current distribution effect in spin-dependent tunnel junctions// *J. Appl. Phys.*- 1998.- Vol. 83(11).- P. 6694-6696.
7. Smith N., Cain W.C. Micromagnetic model of an exchange coupled NiFe-TbCo bilayer// *J. Appl. Phys.*- 1991.- Vol. 69(4).- P. 2471-2479.
8. Ducloux O., Park J.W., Tiercelin N., Pernod P., Preobrazhensky V., Hamon M., Sakai Y., Fujita H. MEMS resonators actuated by TbCo/FeCo nanostructured magnetostrictive multilayers in liquid environment// *Transducers 2009, Denver, CO, USA.*- P. 1019-1022.
9. Tiercelin N., Dusch Y., Klimov A., Giordano S., Preobrazhensky V., and Pernod P. Room temperature magnetoelectric memory cell using stress-mediated magnetoelastic switching in nanostructured multilayers// *Appl. Phys. Lett.*- 2011.- Vol. 99.- P. 192507.
10. Betz J., Mackay K., Givord D. Magnetic and magnetostrictive properties of amorphous $Tb_{(1-x)}Co_x$ thin films// *JMMM.*- 1999. Vol. 207.- P. 180-187.
11. Buschow K.H.J. *Ferromagnetic Materials Vol.1*, ed. Wohlfarth E.P. Amsterdam: North-Holland.- 1980.- P. 297–414.
12. Brooks M. and Johansson B. *Handbook of Magnetic Materials Vol.7*, ed. Buschow K.H.J. Amsterdam: North-Holland.- 1993.- P. 139–230.
13. Richter M. Band structure theory of magnetism in 3d–4f compounds// *J. Phys. D: Appl. Phys.*- 1998.- Vol. 31.- P. 1017–1048.
14. Campbell I.A. Indirect exchange for rare earths in metals// *Journal of Physics F: Metal Physics.*- 1972.- Vol. 2(3).- P. 47-50.

15. Brooks M.S.S., Nordstrom L., Johansson B. Origin and ab initio evaluation of magnetic interactions in rare earth intermetallics// *Journal of Physics: Condensed Matter*.- 1991.- Vol. 3(19).- P. 3393-3396.
16. Kakehashi Y. *Modern Theory of Magnetism in Metals and Alloys*. Springer Series in Solid-State Sciences, Vol. 175. Springer.- 2013.- p. 347.
17. Hassanain N., Berrada A., Lassri H., Krishna R. Random anisotropy studies in amorphous Co-Tb ribbons// *JMMM*.- 1995.- Vol. 140-144(95).- P. 337-338.
18. Chudnovsky E.M., Saslow W.M., Serota R.A. Ordering in ferromagnets with random anisotropy// *Phys. Rev. B*.- 1986.- Vol. 33(1).- P. 251-261.
19. Benjelloun J., Baran M., Lassri H., Oukris H., Krishnan R., Omri M., Ayadi M. Magnetic properties of amorphous $\text{Fe}_{100-x}\text{Er}_x$ alloys// *JMMM*.- 1999.- Vol. 204.- P. 68-72.
20. Hasegawa R. Static bubble domain properties of amorphous Gd-Co films// *J. Appl. Phys.*- 1974.- Vol. 45(7).- P. 3109-3112.
21. Hatano T., Park S.-Y., Hanyu T., and Miyahara T. Magnetic circular dichroism of Gd-Co and Gd-Ni alloys in the Gd 3d, 4d and the (Co, Ni) 2p, 3p core excitation regions: Antiferromagnetic coupling between Gd and (Co, Ni) moments// *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*.- 1996.- Vol. 78.- P. 217-220.
22. Chung S. K., Hafner D., and Hoffmann H. Effects of Magnetization Ripple in GdCo Amorphous Films// *IEEE Trans. on Magn.*- 1979.- Vol. 15(5).- P. 1343-1346.
23. Тябликов С.В., Гусев А.А. О зависимости констант магнитной анизотропии кубических кристаллов от температуры и поля// *ФММ*.- 1956.- Т. 2(3).- С. 385-390.
24. Clark A.E., Callen E. Néel Ferrimagnets in Large Magnetic Fields// *J. Appl. Phys.*- 1968.- Vol. 39.- P. 5972-5981.
25. Goranskii B.P., Zvezdin A.K. Temperature dependence of the coercive force of ferrimagnets near the compensation temperature// *Soviet Physics JETP*.- 1970.- Vol. 30(2).- P. 299-301.
26. Alben R. Phase Transitions in the Anisotropic Ferrimagnetic Ytterbium Iron Garnet// *Phys. Rev. B*.- 1970.- Vol. 2.- P. 2767-2784.
27. Харченко Н.Ф., Еременко В.В., Гнатченко С.П. Визуальное наблюдение сосуществования фаз при магнитном фазовом переходе в неколлинеарном GdIG// *Письма в ЖЭТФ*.- 1975.- Т. 68.- С. 1190.
28. Shan Z., Sellmyer D.J. Nanoscale rare earth-transition metal multilayers: magnetic structure and properties// *Handbook on the Physics and Chemistry of Rare Earths*.- 1996.- Vol. 22.- P. 81-142.
29. Sajieddine M., Bauer Rh., Cherifi K., Dufour C., Marchal G., Camley R.E. Experimental and theoretical spin configurations in Fe/Gd multilayers// *Phys. Rev. B*.- 1994.- Vol. 49(13).- P. 8815-8820.
30. Chaudhari P., Cuomo J.J., Gambino R.J. Amorphous metallic films for magneto-optic applications// *IBM J. Res. & Dev.*- 1973.- Vol. 17.- P. 66.

31. Jiang H.C., Zhang W.L., Zhang W.X., Peng B. Effects of argon pressure on magnetic properties and low-fieldmagnetostriction of amorphous TbFe films// *Physica B.*- 2010.- Vol. 405.- P. 834–838.
32. Callaby D.R., Lorentz R.D., and Yatsuya S. Origin of high coercive force in rare-earth-transmission-metal thin film// *J. Appl. Phys.*- 1994.- Vol. 75(10).- P. 6843-6845.
33. Takagi H., Tsunashima S., Uchiyama S., Fujii T. Stress induced anisotropy in amorphous Gd-Fe and Tb-Fe sputtered films// *J. Appl. Phys.*- 1979.- 50(3).- P. 1642-1644.
34. Ohta M., Yamada K., Satake Y., Fujita A. and Fukamichi K. Origin of Perpendicular Magnetic Anisotropy in Tb-Fe Amorphous Alloy// *Materials Transactions.*- 2003.- Vol. 44(12).- P. 2605-2610.
35. Nishihara Y., Katayama T., Yamaguchi Y., Ogawa S. and Tsushima T. Anisotropic Distribution of Atomic Pairs Induced by the Preferential Resputtering Effect in Amorphous Gd-Fe and Gd-Co Films// *Jpn. J. Appl. Phys.*- 1978.- Vol. 17.- P. 1083-1088.
36. Robinson C.J., Samant M.G., and Marinero E.E. EXAFS Study of the Atomic Structure of Amorphous Tb₂₀Fe₈₀// *Appl. Phys. A.*- 1989.- Vol. 49.- P. 619-629.
37. D'Antonio P., Konnert J.H., Rhyne J.J., and Hubbard C.R. Structural ordering in amorphous TbFe₂ and YFe₂// *J. Appl. Cryst.*- 1982.- Vol. 15.- P. 452–460.
38. Suzuki Yo., Takayama S., Kirino F. and Ohta N. Single ion model for perpendicular magnetic anisotropy in RE-TM amorphous films// *IEEE Trans. Magn.*- 1987.- Vol. 23(5).- P. 2275-2277.
39. Tajima K. Magnetocrystalline Anisotropy of Rare Earth Impurities Doped in Gadolinium. I. Heavy Rare Earth// *J. Phys. Soc. Jpn.*- 1971. Vol. 31.- P. 441-451.
40. Hutchings M.T. Point-Charge Calculations of Energy Levels of Magnetic Ions in Crystalline Electric Fields// *Solid State Physics.*- 1964.- Vol. 16.- P. 227-273.
41. E. du TreHmolet de Lacheisserie, K. Mackay, J. Betz, International Conference on f Elements (ICFE) Conference Proceedings. Vol. 7, Paris, France// *J. Alloys Compounds.*- 1997.
42. Ekreem N.B., Olabi A.G., Prescott T., Rafferty A., Hashmi M.S.J. An overview of magnetostriction, its use and methods to measure these properties// *Journal of Materials Processing Technology.*- 2007.- Vol. 191.- P. 96–101.
43. Zuberek R., Fronc K., Szewczyk A., Szymczak H. FMR and SMFMR investigation of epitaxial Fe/GaAs(0 0 1) thin films with Si and Ge overlayer// *JMMM.*- 2003.- Vol. 260.- P. 386-392.
44. Tremolet de Lacheisserie E. du, Peuzin J.C. Magnetostriction and internal stresses in thin films: the cantilever method revisited// *JMMM.*- 1994.- Vol. 136.- P. 189-196.
45. Ali M., Watts R. Measurement of saturation magnetostriction using novel strained substrate techniques and the control of the magnetic anisotropy// *JMMM.*- 1999.- Vol. 202.- P. 85-94.
46. Jay J.-Ph., Le Berre F., Pogossian S.P., Indenbom M.V. Direct and inverse measurement of thin films magnetostriction// *JMMM.*- 2010.- Vol. 322.- P. 2203-2214.

47. Duenas T., Sehrbrock A., Lohndorf M., Ludwig A., Wecker J., Grunberg P., Quandt E. Micro-sensor coupling magnetostriction and magnetoresistive phenomena// *JMMM*.- 2002.- Vol. 242-245.- P. 1132-1135.
48. Lohndorf M., Duenas T., Tewes M., and Quandt E. Highly sensitive strain sensors based on magnetic tunneling junctions// *J. Appl. Phys.*- 2002.- Vol.81(2).- P. 313-315.
49. Cullen J.R. Materials with large magnetostrains// *Scripta Metallurgica et Materialia*.- 1995.- Vol. 33(10/11).- P. 1849-1867.
50. Duc N.H. Development of giant low-field magnetostriction in a-TerfecoHan-based single layer, multilayer and sandwich films// *JMMM*.- 2002.- Vol. 242-245.- P. 1411–1417.
51. Duc N. H., Mackay K., Betz J., and Givord D. Giant magnetostriction in amorphous $(\text{Tb}_{1-x}\text{Dy}_x)(\text{Fe}_{0.45}\text{Co}_{0.55})_y$ films// *J. Appl. Phys.*- 1996.- Vol. 79(2).- P. 973-977.
52. Quandt E., Ludwig A., Betz J., Mackay K., and Givord D. Giant magnetostrictive spring magnet type multilayers// *J. Appl. Phys.*- 1997.- Vol. 81(8).- P. 5420-5422.
53. Meiklejohn W.H., Bean C.P. New Magnetic Anisotropy// *Phys. Rev.*- 1957.- Vol. 105.- P. 904–913.
54. Nogués J., Schuller I.K. Exchange bias// *JMMM*.- 1999.- Vol. 192.- P. 203-232.
55. Berkowitz A.E., Takano K. Exchange anisotropy a review// *JMMM*.- 1999.- Vol. 200.- P. 552-570.
56. J. Nogués, J. Sort, V. Langlais, V. Skumryev, S. Suriñach, J.S. Muñoz, M.D. Baró. Exchange bias in nanostructures// *Physics Reports*.- 2005.- Vol. 422.- P. 65–117.
57. Leung C. W., Blamire M. G. Interaction between exchange-bias systems in Ni80Fe20/Fe50Mn50/Co trilayers// *Phys. Rev.*- 2005.- Vol. 72.- P. 054429.
58. Mauri D., Siegmann H.C., Bagus P.S., Kay E. Simple model for thin ferromagnetic films exchange coupled to an antiferromagnetic substrate// *J. Appl. Phys.*- 1987.- Vol. 62.- P. 3047-3049.
59. Malozemoff A.P., Williams A.R., Terakura K., Moruzia V.L., Fukamichi K. Magnetism of amorphous metal-metal alloys// *JMMM*.- 1983.- Vol. 35(1-3).- P. 192-198.
60. Морозов А.И., Сиго А.С. Однонаправленная анизотропия в системе ферромагнетик–антиферромагнетик// *ФТТ*.- 2002.- Т. 44(11).- С. 2006-2008.
61. O’Grady K., Fernandez-Outon L.E., Vallejo-Fernandez G. A new paradigm for exchange bias in polycrystalline thin films// *JMMM*.- 2010.- Vol. 322.- P. 883-889.
62. Schuller K.I. Unusual Phenomena in Exchange-Biased Nanostructures// *MRS Bulletin*.- 2004.- P. 642-646.
63. William C.C., Kryder M.H. Investigation of the exchange mechanism in NiFe-TbCo bilayers// *J. Appl. Phys.*- 1990.- Vol. 67(9).- P. 5722- 5724.

64. V. A. Seregin, R. S. Iskhakov, V. Yu. Yakovchuk, S. V. Stolyar, and V. G. Myagkov. Unidirectional Anisotropy in (RE-TM)/NiFe Film Systems// *Physics of the Solid State*.- 2003.- Vol. 45(5).- P. 927-931.
65. Smith N., Cain W.C. Micromagnetic model of an exchange coupled NiFe-TbCo bilayer// *J. Appl. Phys.*- 1991.- Vol. 69(4).- P. 2471- 2479.
66. Фролов Г.И., Середкин В.А., Яковчук В.Ю. Исследование механизма обменной связи в ферро-ферритмагнитной пленочной структуре NiFe/DyCo// *Письма в ЖТФ*.- 2010.- Т.36(2).- С. 17-23.
67. Freitas P.P., Leal J.L. , Melo L.V., Oliveira N.J., Rodrigues L., and Sousa A.T. Spin-valve sensors exchange-biased by ultrathin TbCo films// *Appl. Phys. Lett.*- 1994.- Vol. 65(4).- P. 493-495.
68. Redon O., Albuquerque G.B., Rodrigues L.M., Silva F.I., and Freitas P.P. Annealing Effect on Spin-Valve Sensor Transfer Curves// *IEEE Trans. on Magn.*- 1998.- Vol. 34(2).- P. 562-567.
69. Redon O., Freitas P.P. Mechanism of exchange anisotropy and thermal stability of spin valves biased with ultrathin TbCo layers// *J. Appl. Phys.*- 1998.- Vol. 83(5).- P. 2851-2856.
70. Oliveira N.J., Ferreira J.L., Pinheiro J., Fernandes A. M., Redon O., Berge S. X. Li, Plaskett T. S., and Freitas P. P. Improvement of thermal stability and magnetoresistance recovery of Tb₂₅Co₇₅ biased spin-valve heads// *J. Appl. Phys.*- 1997.- Vol. 81(8).- P. 4903-4905.
71. Jungblut R., Coehoorn R., Johnson M.T., Sauer C., Zaag P.J. van der, Ball A.R., Rijks, T.G.S.M., Stegge J. aan de, Reinders A. Exchange biasing in MBE-grown Ni₈₀Fe₂₀/Fe₅₀Mn₅₀ bilayers// *JMMM*.- 1995.- Vol. 148(1-2).- P. 300-306.

ГЛАВА 2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В данном разделе приведено описание методик, использованных для получения и аттестации однослойных и двухслойных пленочных образцов. Однослойными объектами исследования в основном были плёнки бинарных сплавов Co и редкоземельных металлов (RE): Tb_xCo_{100-x} , где x варьировался в пределах от 9 до 38 ат.%; La_xCo_{100-x} , где $x = (5 \div 50)$ ат.%; Gd_xCo_{100-x} , где $x = (7 \div 35)$ ат.%. Двухслойные системы представляли собой пленочные сэндвичи содержащие, слои магнитотвердого ферромагнетика Tb_xCo_{100-x} ($x = 26 \div 30$ ат.%) и магнитомягкого ферромагнитного сплава $Fe_{20}Ni_{80}$ или Co. Для модификации межслойного интерфейса в ряде случаев использовались тонкие немагнитные (Ti) или магнитные (Co) прослойки (последние применялись в случае сред типа Tb-Co/ $Fe_{20}Ni_{80}$). Толщины однослойных пленок составляли около 100 нм. В плёночных сэндвичах слои Tb-Co имели ту же толщину, а толщина слоёв $Fe_{20}Ni_{80}$ составляла около 50 нм. В большинстве случаев, во избежание окисления слоев, содержащих редкоземельные металлы, производилось их покрытие дополнительным финишным слоем Ti толщиной 10 нм.

2.1 Технология получения пленок Tb-Co и Fe-Ni/Tb-Co

Однослойные пленки Tb-Co и двухслойные плёнки $Fe_{20}Ni_{80}/Tb-Co$ в основном были получены по методике ионно-плазменного распыления в диодной схеме на модернизированной установке вакуумного напыления УРМ3.279 с использованием высокочастотного (13,56 МГц) переменного напряжения. Давление остаточных газов в камере составляло 10^{-6} мм.рт.ст. и достигалось с помощью безмасляной системы откачки включающей спиральные форвакуумные насосы и турбомолекулярный насос Turbo-V1001 Navigator. Давление рабочего газа аргона (чистота 99,987 %) при распылении материала составляло порядка 10^{-3} мм.р.с., напряжение на мишени поддерживалось равным 1,5 кВ.

Слои сплавов типа RE-Co были получены путем распыления мозаичной мишени, которая представляла собой диск кобальта (чистота 99,99 %) с размещенными на нем треугольными кусочками редкоземельного металла (La, Gd или Tb чистотой 99,99 %). Соотношение компонентов в пленочных образцах варьировалось путем изменения относительной площади покрытия мишени Co кусочками редкоземельного металла. Для напыления слоев $Fe_{20}Ni_{80}$ использовалась сплавная мишень пермаллоя, а слоев Ti и Co – мишени соответствующих металлов (в каждом случае заявленная чистота составляла 99,99 %). В качестве подложек, как правило, использовались покровные стекла Corning размером $25 \times 25 \times 0,25$ мм. Осаждение пленочных образцов установке УРМ3.279 производилось в присутствии магнитного поля напряженностью около 150 Э, направленного параллельно поверхности подложки. Помимо повышения эффективности процесса распыления оно было использовано для индуцирования в плёнках одноосной магнитной анизотропии.

Часть образцов однослойных пленок Tb-Co и Gd-Co была получена методом магнетронного распыления с использованием установки ORION-8. В этом случае плёнки сплавов RE-Co формировались путём сораспыления однокомпонентных мишеней Tb или Gd и Co. Кроме специально оговоренных случаев напыление производилось в присутствии на подложке магнитного поля напряженностью 250 Ое, а так же при приложении высокочастотного электрического поля. Давление остаточных газов составляло не более $5 \cdot 10^{-7}$ Торр, рабочее давление аргона $1,6 \cdot 10^{-3}$ Торр. Для всех образцов использовалось защитное покрытие Ti толщиной 15 нм и подслоя толщиной 5 нм. Расчетная толщина основного слоя RE-Co во всех случаях составляла 100 нм.

Толщины слоев задавались временем осаждения материала по предварительно определенным скоростям, которые для разных методик напыления и мишеней варьировались от 0,4 до 1 Å/с. Толщины тестовых однослойных образцов определялись прямым методом с использованием контактного профилометра Dektak-150. Согласно техническим характеристикам прибора, в используемом рабочем диапазоне максимальное вертикальное разрешение составляло 1 Å, повторяемость результатов – 6 Å.

В ряде случаев плёночные образцы подвергались вакуумной термообработке. Отжиг производился в той же камере, в которой получались плёнки, при давлении остаточных газов $\sim 10^{-6}$ мм.р.с. Для нагрева использовалась инфракрасная лампа, температура измерялась непосредственно на поверхности плёнок с использованием термопары. Также применялся «селективный» отжиг слоя пермаллоя в составе пленок Fe₂₀Ni₈₀/Tb-Co. При этом проводилась следующая последовательность операций:

- осаждение слоя Fe₂₀Ni₈₀;
- проведение отжига в течение одного часа;
- охлаждение подложки до комнатной температуры;
- напыление слоев Tb-Co и Ti.

2.2 Методики аттестации структурного состояния и магнитных свойств

Структурное состояние однослойных плёночных образцов и плёночных сэндвичей анализировалось выборочно. Для этого использовалась стандартная методика рентгеновского дифракционного анализа, выполнявшаяся с помощью рентгеновского дифрактометра PHILIPS X'PERT PRO.

Магнитные свойства исследуемых объектов измерялись с помощью высокочувствительного вибромагнитометра и СКВИД-магнитометра. Для проведения измерений из полученных пластин вырезались прямоугольные образцы размером 4×5 мм. Использованный вибрационный магнитометр позволял производить измерения при комнатной температуре в диапазоне полей ± 19 кЭ. Точность измерения абсолютных значений магнитного момента была не хуже 10 %, соотношение сигнал/шум для магнитных моментов $\sim 10^{-4}$ Гс*см³ было не хуже 5.

СКВИД магнитометр модели MPMSXL7 (QuantumDesign) использовался для проведения температурных измерений в области от 5 до 350 К в диапазоне полей ± 70 кЭ. Номинальная чувствительность прибора при измерении магнитного момента составляла 10^{-8} Гс*см³. При этом было установлено, что для получения адекватной информации о магнитных свойствах плёнок необходимы тщательный анализ и учёт магнитных свойств подложек. Очевидно, что необходимость данной процедуры обусловлена малым объемом магнитного материала (толщина плёнок $\sim 10^{-4}$ мм) по сравнению с объемом подложки (толщина стекол $\sim 0,2$ мм), что приводит к сопоставимым по величине сигналам от этих элементов образца. Но главным является то, что магнитный вклад от подложки сильно и нелинейно зависит от напряжённости магнитного поля. Причём на ход этой зависимости кардинальным образом влияет температура. В частности, вблизи комнатной температуры она имеет выраженный диамагнитный характер, а при низких температурах (< 50 К) трансформируется в синусоподобную кривую (см. пример на рис. 2.1).

Измерения магниторезистивных свойств плёнок были выполнены с использованием стандартной четырехзондовой методики на автоматизированной установке, включающей катушки Гельмгольца, источники питания образца и катушек и три универсальных вольтметра В7-78. Максимальная напряженность магнитного поля составляла 200 Э, погрешность при измерении электросопротивления не превышала 0,4%.

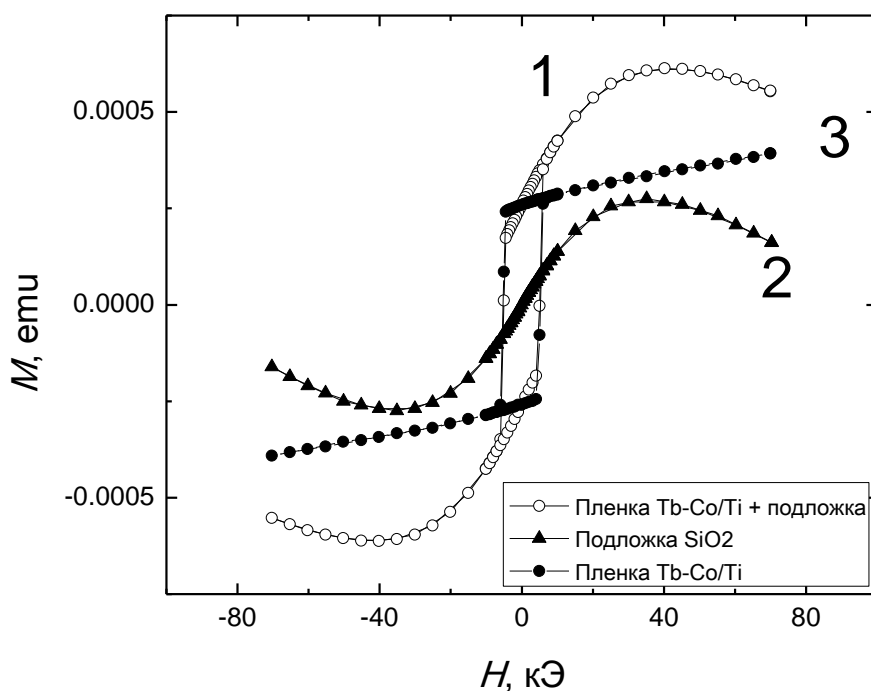


Рисунок 2.1 - Петли гистерезиса, полученные при температуре 5 К на образце SiO₂/Tb-Co/Ti (кривая 1), на стеклянной подложке после стравливания магнитной пленки (кривая 2) и на плёнке Tb-Co/Ti после учета вклада от подложки (кривая 3).

2.3 Неразрушающий контроль элементного состава пленочных образцов методами TXRF и GIXRF

Исследованные в работе однослойные и многослойные пленочные среды на основе аморфного ферритмагнетика Tb-Co, а так же пленки La-Co и Gd-Co демонстрируют сильные зависимости магнитных свойств от соотношения компонентов сплава. Это обстоятельство обуславливает достаточно высокие требования к точности определения элементного состава плёнок типа RE-Co.

Нами были опробованы два современных метода высокоточного химического анализа малых количеств вещества. Один из них – атомно-эмиссионная спектроскопия с индукционно-связанной плазмой (ICP-AES) – был реализован на спектрометре iCAP-6500 Duo, ThermoScientific, который обладал достаточно высокой заявленной относительной чувствительностью ($\sim 10^{-9}$). Однако соответствующая методика пробоподготовки, предполагающая растворение исследуемых объектов, оказалась недостаточно эффективной для случая тонких плёнок, содержащих малое количества материала. Результаты анализов часто содержали явные промахи (до нескольких атомных процентов) и в целом характеризовались высоким уровнем среднеквадратического отклонения (~ 1 ат.%). Кроме того, по условиям эксперимента часто необходимо было выполнять контроль состава непосредственно тех образцов, которые используются для измерений магнитных свойств. В условиях разрушающего химического анализа это практически невозможно. Поэтому в качестве альтернативного метода определения элементного состава был использован рентгенофлуоресцентный анализ.

2.3.1 Общие принципы элементного анализа с помощью прибора Nanohunter

В техническом и методическом отношении нами был освоен рентгенофлуоресцентный спектрометр на полном внешнем отражении (TXRF) Nanohunter производства компании Rigaku. Он является наиболее функциональным в своем классе прибором, характеризуется простотой и удобством эксплуатации (воздушное охлаждение рентгеновских трубок, малая потребляемая мощность, высокая экспрессность измерений), высоким уровнем автоматизации (все управление процессом юстировки, настройки угла и вертикального положения образца осуществляется через управляющую программу).

В классическом рентгенофлуоресцентном (XRF) анализе первичный пучок, как правило, падает под углом к поверхности образца превышающим 45 градусов, что обеспечивает значительную глубину проникновения луча и высокую интенсивность флуоресцентного излучения. Однако у такой геометрии эксперимента есть существенные недостатки, к которым относятся высокий уровень фона, обусловленный наличием комптоновского (неупругого) рассеяния в веществе, и присутствие так называемых «матричных эффектов», влияющих на соотношение между амплитудой сигнала и концентрацией элемента в образце.

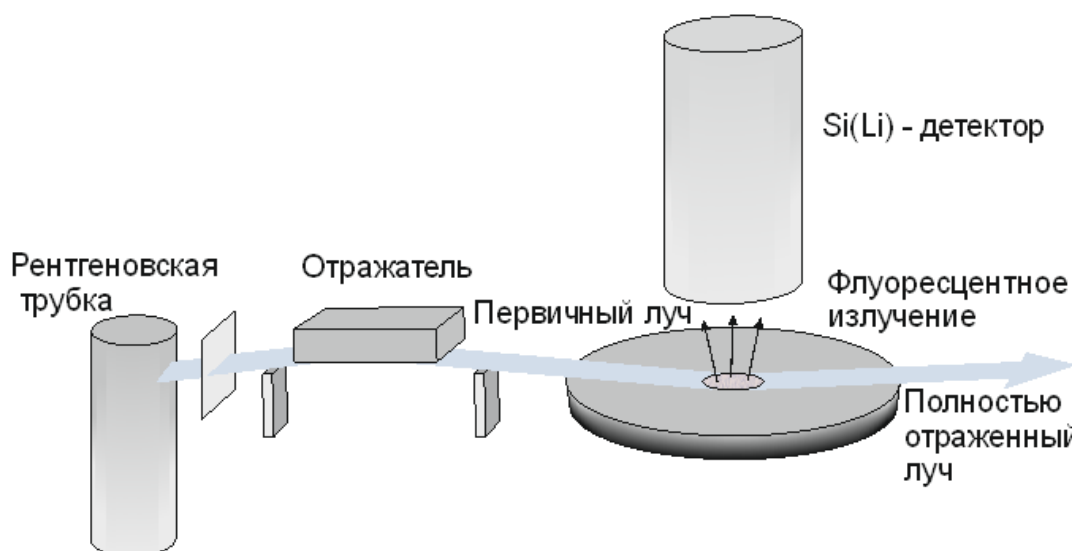


Рисунок 2.2 – Принципиальная схема расположения основных функциональных элементов TXRF спектрометра Nanohunter.

В случае TXRF анализа первичный пучок падает под углом меньшим критического угла полного внешнего отражения на гладкую поверхность подложки с нанесенным на нее тонким слоем исследуемого вещества. Таким образом, если соблюдается условие малого количества вещества пробы, влияние матричных эффектов, как и повышение уровня фона за счет комптоновского рассеяния, сводится к минимуму и, как правило, не требуют учета при количественном элементном анализе. Критические толщина и масса исследуемого слоя, при которых учёт побочных эффектов не требуется, существенно зависят от элементов присутствующих в матрице.

В случае выполнения условия «тонкого слоя» для проведения количественного элементного анализа используется метод внутреннего стандарта. Концентрацию интересующего элемента можно определить, используя следующее соотношение:

$$C_x = \frac{k_{ст}}{k_x} \times \frac{I_x}{I_{ст}} \times C_{ст}, \quad (2.1)$$

, где C – концентрации элементов, I – интенсивности излучения, k – коэффициенты, характеризующие соотношения между интенсивностями излучения и концентрациями соответствующих элементов в образце (x и $ст$ – индексы для обозначения стандартного образца и интересующего элемента).

Метод внутреннего стандарта может быть применен как для количественного анализа с использованием внутреннего стандарта известной концентрации, так и для определения соотношения имеющихся в образце элементов и представления состава в виде массовых или атомных процентов.

Для выполнения условия «тонкого слоя» толщина пленки, состоящей из тяжелых элементов, не должна превышать нескольких нанометров [1]. В нашем случае была поставлена задача определения элементного состава плёнок RE-Co (где RE = La, Gd, Tb) толщиной около 100 нм, причем неразрушающим методом. Для этого нами было проведено специальное исследование, включавшее сопоставление результатов анализа состава пленочных объектов без предварительной пробоподготовки с данными

разрушающего анализа по методу внутреннего стандарта. Кроме того, для сравнения были привлечены результаты определения состава этих же плёнок по методу ICP-AES. Ниже приведены полученные результаты, причём наиболее подробно для системы Tb_xCo_{100-x} (x варьировался от 8 до 43 ат.% по данным ICP-AES), которая представляла наибольший интерес в плане изучения магнитных свойств.

2.3.2 Система Tb-Co

На первом этапе нами были определены оптимальные условия измерений, проводимых на пленочных образцах неразрушающим методом. В данном случае наиболее важными параметрами являются время экспозиции t и угол падения первичного рентгеновского пучка φ . Для их оптимизации был выбран типичный образец Tb-Co/Ti, использовавшийся для измерения магнитных свойств. Он был осаждён на стеклянную подложку, имел суммарную толщину 110 нм и площадь 4×5 мм². В результате многократного углового сканирования и анализа зависимости погрешности измерений от времени экспозиции в диапазоне 5 до 1000 секунд, были выбраны следующие значения вышеуказанных параметров: $\varphi = 0,6^\circ$, $t = 500$ с.

На рисунке 2.3 представлен типичный спектр рентгеновского флуоресцентного излучения, который получен при выбранных условиях на однослойной пленке в диапазоне энергий, содержащем линии Co K_α и Tb L_α . Как можно видеть, спектральные линии имеют значительную ширину, и для определения интенсивностей соответствующих излучений необходимо вычисление соотношения их площадей. Однако из-за перекрытия линий Tb $L_{\beta 1}$ и Co K_α действительная площадь Co K_α вычислялась как разность между площадями результирующей линии и линией Tb $L_{\beta 1}$. Последняя, в свою очередь, определялась по линии Tb L_α с использованием коэффициента, учитывающего соотношение между площадями под пиками соответствующими линиям Tb L_α и Tb $L_{\beta 1}$. Значение этого коэффициента было найдено экспериментально на массивном образце Tb (99,99%) и составило 0,4985.

Для проведения разрушающего анализа элементного состава была подготовлена серия растворов пленочных образцов Tb-Co/Ti. Тип растворителя был выбран в результате специально проведенного исследования и представлял собой 10%-ый раствор химически чистой азотной кислоты в дистиллированной воде. Для приготовления пробы пленка на подложке помещалась в пробирку, содержащую определенное количество растворителя (1-2 миллилитра). Далее при помощи дозатора полученный раствор в необходимом объеме наносился на подложку-рефлектор и высушивался в специализированной камере Rigaku UltraDry при 50 °C. Для получения результатов с наилучшей воспроизводимостью, и в этом случае была проведена оптимизация условий проведения измерений, в том числе по углу падения первичного рентгеновского пучка, времени экспозиции и объёму капли.

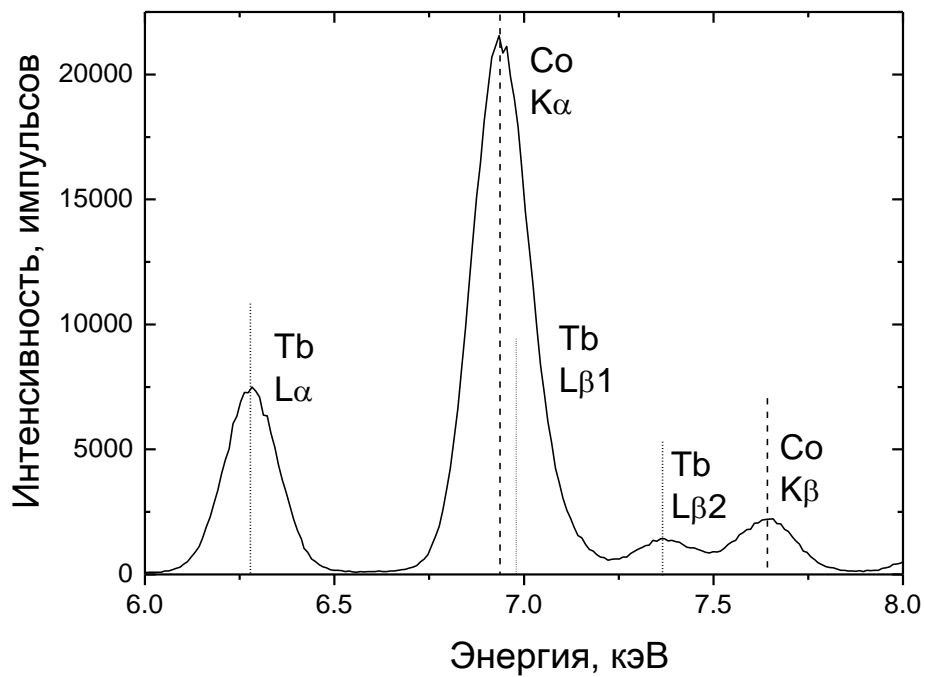


Рисунок 2.3 – Типичный спектр рентгенофлуоресцентного излучения, полученный на пленочном образце Tb-Co(100нм)/Ti(10нм).

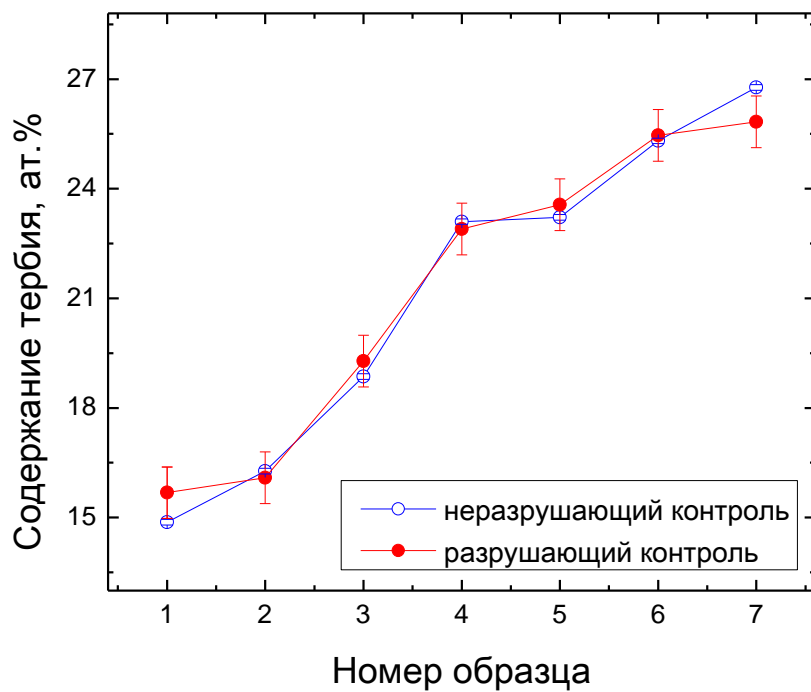


Рисунок 2.4 – Сводные результаты элементного анализа плёнок Tb-Co, полученные разрушающим и неразрушающим методами на образцах Tb-Co/Ti разных составов.

Результаты элементного анализа, проведенного разрушающим и неразрушающим методами на серии образцов Tb_xCo_{100-x} , представлены на рисунке 2.4. Как видно, в большинстве случаев наблюдается хорошее совпадение значений x , полученных с использованием разных методик. Отклонения результатов при максимальном и минимальном содержаниях тербия, вероятно, обусловлены низкой прецизионностью разрушающего метода. Опыт показывает, что повторяемость результатов для разрушающего метода значительно уступает аналогичному показателю неразрушающего метода. Основной причиной этого является слабая интенсивность основных линий Tb и Co на спектрах, полученных на высушенных пробах, что обусловлено малым количеством и неоптимальным распределением вещества. По этой же причине изменение размера капли в диапазоне от 10 до 50 мкл не привело к видимым изменениям в повторяемости результатов элементного анализа. В целом представленные результаты показывают адекватность разработанной методики неразрушающего элементного анализа плёнок Tb-Co и позволяют сделать вывод о незначительной роли матричных эффектов в формировании флуоресцентного излучения на данных пленочных объектах.

В заключение нами была проведена независимая косвенная проверка адекватности методов TXRF и ICP-AES при определении элементного состава плёнок типа Tb-Co. Тем самым решалась задача выявления возможных систематических погрешностей как на этапе пробоподготовки, так и при трактовке полученных результатов. В качестве физической основы для такой проверки был использован тот факт, что аморфная система Tb_xCo_{100-x} является ферромагнитной в области $x = 23$ ат.% и при комнатной температуре обнаруживает магнитную компенсацию [2]. В состоянии компенсации намагниченности подрешеток Tb и Co оказываются противоположенными и равными по абсолютной величине, что приводит к снижению суммарной намагниченности системы до нуля и одновременному росту коэрцитивной силы. Таким образом, в исследуемом диапазоне составов можно ожидать появления указанных особенностей магнитных свойств, что должно служить индикатором определённого соотношения Tb и Co.

На рисунке 2.5 приведены зависимости коэрцитивной силы H_c и спонтанной намагниченности M_s плёнок Tb_xCo_{100-x} от состава, измеренные при комнатной температуре. При этом состав образцов определен двумя методами. Если опираться на данные рентгенофлуоресцентного анализа, можно заключить что точка компенсации находится вблизи $x = 23$ ат.% (отмечено пунктирной линией на рисунке). Этот результат находится в хорошем согласии с литературными данными [2]. Кроме того, стоит отметить отсутствие явных выбросов на зависимостях $M_s(x)$ и $H_c(x)$ и их относительно плавный ход.

При использовании данных ICP-AES зависимости $M_s(x)$ и $H_c(x)$ представляются менее регулярными. На них присутствуют явные выбросы, а экстремумы плохо выражены, что можно трактовать как наличие промахов возникших, по всей видимости, в процессе пробоподготовки. Данный факт согласуется с высказанным ранее предположением о важной роли пробоподготовки при проведении анализов разрушающими методами (см. рисунок 2.4). Кроме того, для ICP-AES метода имеет место тенденция к некоторому завышению концентрации тербия по сравнению с данными TXRF метода и данными, которые даёт анализ магнитных свойств плёнок.

Таким образом, по результатам косвенной проверки можно сделать вывод об адекватности результатов элементного анализа, выполненного методом рентгенофлуоресцентного анализа непосредственно на пленках Tb-Co/Ti.

2.3.3 Системы La-Co и Gd-Co

В случаях пленок La-Co и Gd-Co было решено ограничиться сопоставлением данных неразрушающего TXRF анализа с данными, полученными методом ICP-AES. Кроме того, для этих систем, как и для плёнок Tb-Co, при обработке спектров использовались основные линии L_{α} , энергии которых ниже энергии K_{α} кобальта – 6,926 кэВ (L_{α} гадолия - 6,057 кэВ, лантана - 4,650 кэВ, тербия - 6,273 кэВ), что предопределяет схожие условия выхода флуоресцентного излучения. В силу пересечения части основных линий La, Gd и Co нами была применена методика определения их интенсивностей, аналогичная описанной для системы Tb-Co.

На рисунке 2.6 приведены сравнительные данные, полученные для системы $La_xCo_{100-x}(100 \text{ нм})/Ti(50 \text{ нм})$ методами TXRF и ICP-AES. Представленные результаты показывают хорошее согласие между значениями концентрации La полученными двумя методами. Таким образом, можно заключить, что метод неразрушающего рентгенофлуоресцентного анализа применим и для пленок типа La-Co.

Для плёнок системы Gd_xCo_{100-x} , которые в данной работе играли вспомогательную роль, специального исследования применимости неразрушающего метода TXRF для определения элементного состава не проводилось. Полагалось, что они по своим структурно-химическим свойствам подобны исследованным плёнкам с другими редкоземельными элементами. Поэтому для них метод TXRF также является адекватным способом химического анализа. Полученные результаты рентгенофлуоресцентного анализа находились в хорошем согласии с литературными данными и были использованы в дальнейшей части работы.

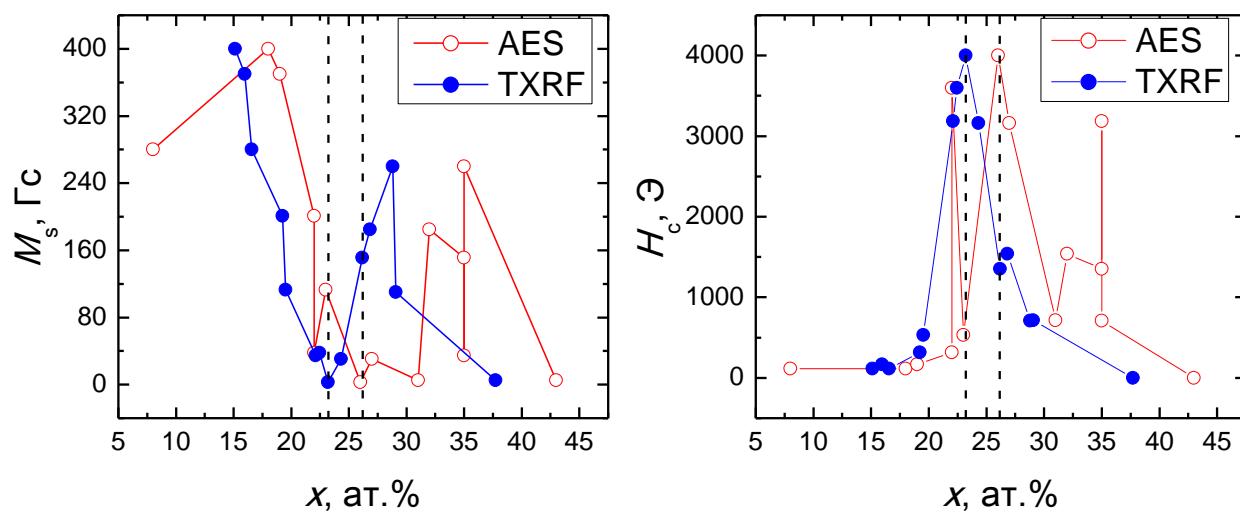


Рисунок 2.5 – Концентрационные зависимости спонтанной намагниченности M_s и коэрцитивной силы H_c пленок Tb_xCo_{100-x} . Состав образцов определен методами рентгенофлуоресцентной (TXRF) и атомно-эмиссионной (ICP-AES) спектроскопии.

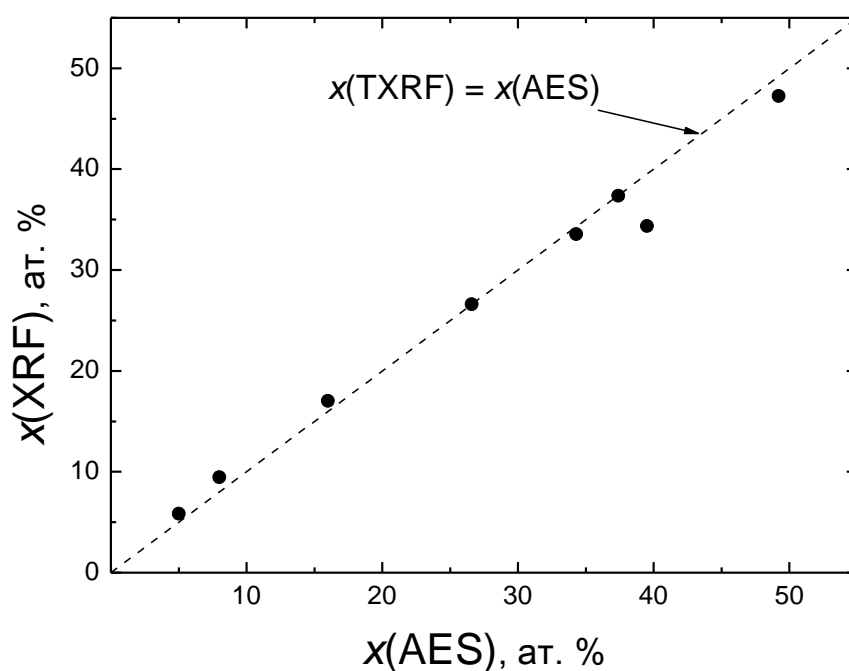


Рисунок 2.6 – Сравнительная диаграмма данных элементного анализа плёнок системы La_xCo_{100-x} , полученных методами рентгенофлуоресцентной (TXRF) и атомно-эмиссионной (ICP-AES) спектроскопии (точки). Пунктирная линия определяет расположение точек, соответствующее совпадению результатов двух методов.

2.3.4 Плёнки типа $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb-Co}$

Наибольший интерес с точки зрения неразрушающего определения элементного состава представляли неоднородные пленки, содержащие слои аморфной системы Tb-Co и магнитомягкого сплава $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$. Однако с точки зрения рентгенофлуоресцентного анализа на приборе Nanohunter данная задача оказалась нетривиальной, поскольку разрешение используемого детектора было недостаточным для разделения как основных линий Fe K_{α} (6,400 кэВ) и Tb L_{α} (6,273 кэВ), так и второстепенных линий Fe K_{β} (7,058 кэВ) и Tb $L_{\beta 1}$ (6,978 кэВ). Это, в частности, видно из рисунка 2.7, на котором приведен пример спектра, полученного на пленочном образце $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(50\text{нм})/\text{Tb-Co}(100\text{нм})/\text{Ti}(10\text{нм})$.

Нами был применён относительно простой способ обхода проблемы перекрытия основных линий железа и тербия. Он заключается в использовании для анализа удвоенной площади левой половины линии Tb L_{α} и левой половины линии Co K_{α} за вычетом вклада в неё от Tb $L_{\beta 1}$. Данные, полученные на трехслойных образцах FeNi/Tb-Co/Ti, осажденных при тех же условиях непосредственно после пленок Tb-Co/Ti, показали хорошую корреляцию составов с двухслойными пленками (в большинстве случаев разница не превышала 0,1 ат.%).

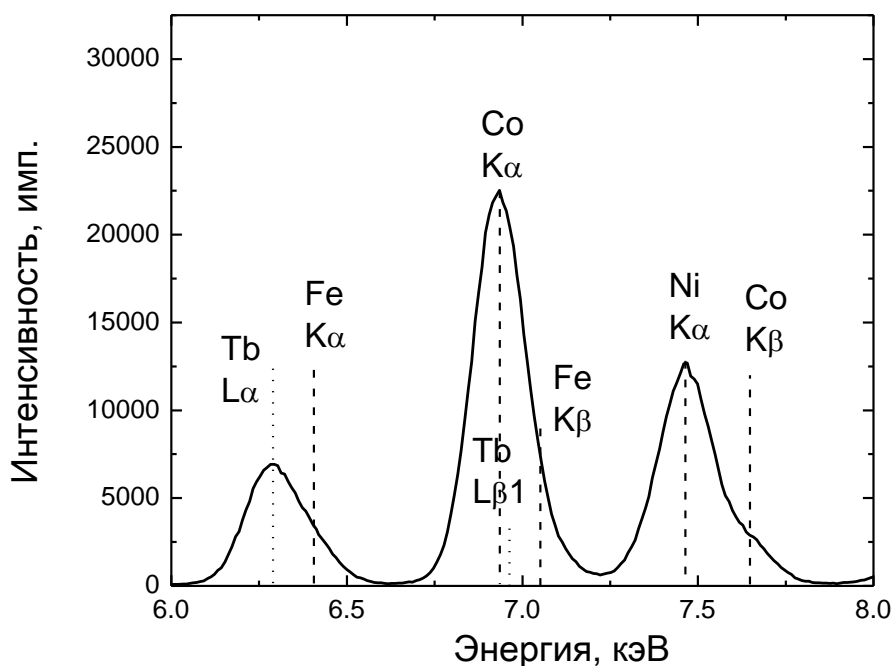


Рисунок 2.7 - Типичный спектр рентгенофлуоресцентного излучения полученный на пленочном образце $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(50\text{нм})/\text{Tb-Co}(100\text{нм})/\text{Ti}(10\text{нм})$.

2.3.5 Применение прибора Nanohunter для изучения межслойных интерфейсов

Одним из достоинств прибора Nanohunter является опция варьирования угла падения первичного рентгеновского пучка вблизи угла полного внешнего отражения – GIXRF (grazing-incidence x-ray fluorescence). Принципиально данный метод, особенно в сочетании с рентгеновской рефлектометрией, позволяет получить многие параметры слоистых структур, в том числе шероховатость интерфейсов, толщины слоев, степень взаимной диффузии [3-5]. Такой анализ является весьма полезным при изучении роли межслойных интерфейсов в формировании магнитных свойств многослойных плёнок типа $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb-Co}$, которому посвящена значительная часть данной работы. Для оценки реальных возможностей метода GIXRF нами был проведён соответствующий эксперимент на модельной среде $\text{Fe}_{50}\text{Mn}_{50}$. Поскольку данная среда широко используется в качестве источника магнитного смещения в функциональных плёночных структурах, имеется значительное количество литературных данных по её структурно-химическому состоянию. В частности, было установлено [6], что под влиянием кислородсодержащей атмосферы происходит расслоение непассивированной плёнки $\text{Fe}_{50}\text{Mn}_{50}$, сопровождающееся миграцией атомов Mn к поверхности.

В ходе нашего эксперимента был проведен анализ угловых зависимостей интенсивностей флуоресцентного излучения $I(\varphi)$ линий Fe K_{α} и Mn K_{α} на плёночных образцах $\text{Si}/\text{Fe}_{50}\text{Mn}_{50}(12\text{нм})$ и $\text{Si}/\text{Fe}_{50}\text{Mn}_{50}(12\text{нм})/\text{Ta}(2\text{нм})$. В данном случае для исключения сложного спектрального фона от стеклянной подложки плёнки были осаждены на монокристаллические пластины кремния, которые обезгаживались путём предварительного отжига в вакуумной камере. Для изменения структурно-химического состояния плёнок был использован ступенчатый одночасовой отжиг при температурах $T_a = 100, 200$ и 300 °C, проводившийся в вакуумной камере при давлении остаточных газов 10^{-6} мм.рт.ст.

Наиболее характерные зависимости $I(\varphi)$, полученные до и после отжига плёнок со свободной поверхностью и плёнок, покрытых слоем Ta, показаны на рис. 2.8. Естественно полагать, что в однородной плёнке нормированные зависимости $I(\varphi)$ линий Fe K_{α} и Mn K_{α} должны совпадать. Это и наблюдается для образца $\text{Si}/\text{Fe}_{50}\text{Mn}_{50}(12\text{нм})/\text{Ta}(2\text{нм})$ как в исходном состоянии, так и после отжига. Однако нетрудно видеть, что уже для свежесаженной пленки без защитного покрытия присутствует некоторое несовпадение зависимостей $I(\varphi)$ для разных элементов, которое возрастает при отжиге. Это можно трактовать как свидетельство химического расслоения пленки. Атомы Mn мигрируют в направлении внешней поверхности, что приводит к сдвигу соответствующей зависимости $I(\varphi)$ в сторону больших углов.

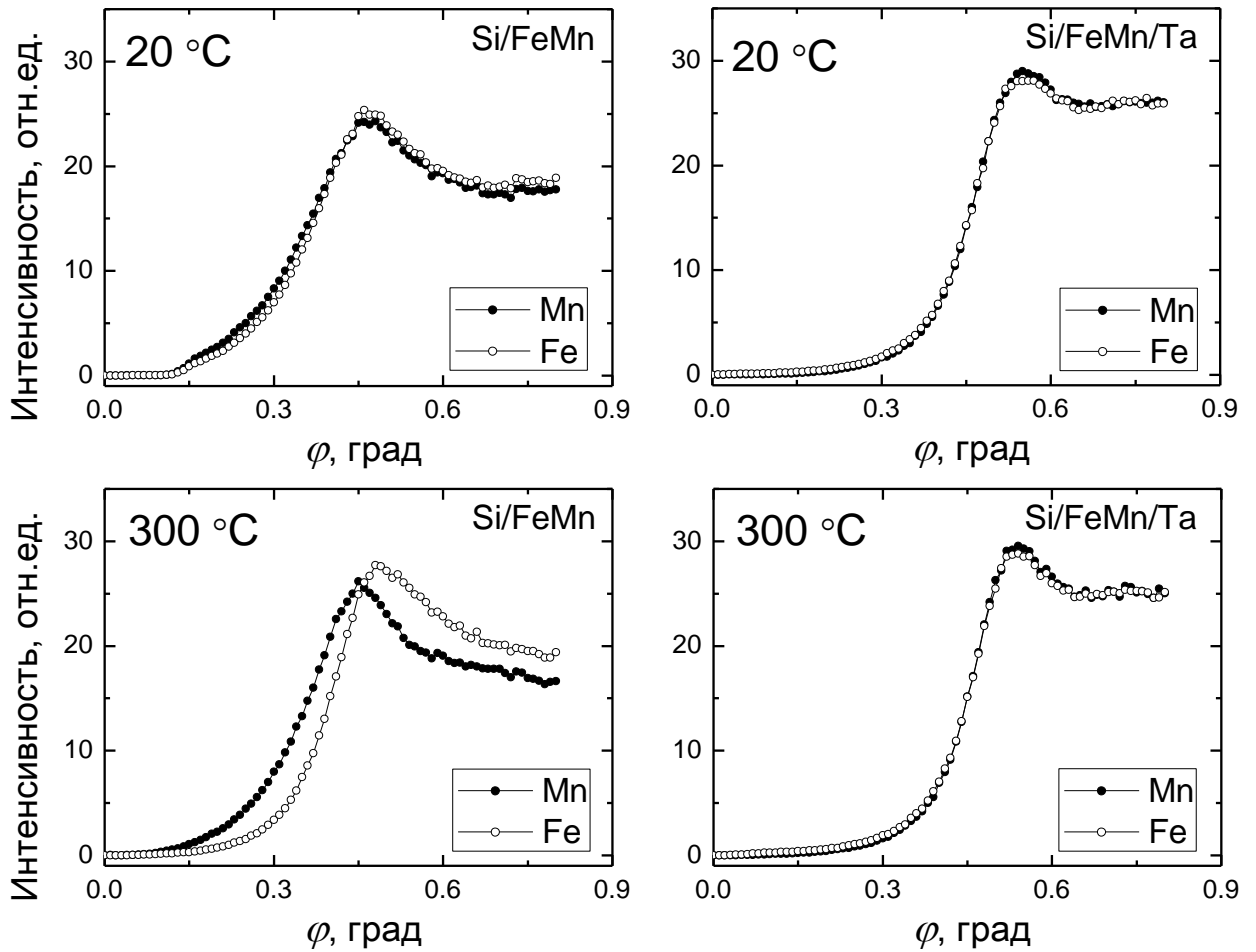


Рисунок 2.8 – Угловые зависимости интенсивности линий FeK_{α} и MnK_{α} , полученные на пленках $Si/Fe_{50}Mn_{50}(12\text{нм})$ и $Si/Fe_{50}Mn_{50}(12\text{нм})/Ta(2\text{нм})$ до и после отжига при температуре 300 °C.

Прямое количественное описание установленной закономерности затруднено в силу сложности точного определения положения максимумов на зависимостях $I(\varphi)$. Поэтому для определения углового сдвига $\Delta\varphi$ была использована специальная методика усреднения разности между угловыми зависимостями приведенных интенсивностей линий $Fe K_{\alpha}$ и $Mn K_{\alpha}$. Так, для свежесажженной пленки $Si/Fe_{50}Mn_{50}(12\text{ нм})$ величина сдвига $\Delta\varphi$ составила 0.01° , тогда как для пленки с покрытием она оказалась близкой к нулю. В целом зависимости $\Delta\varphi$ от температуры отжига для двух типов плёнок приведены на рис. 2.9.

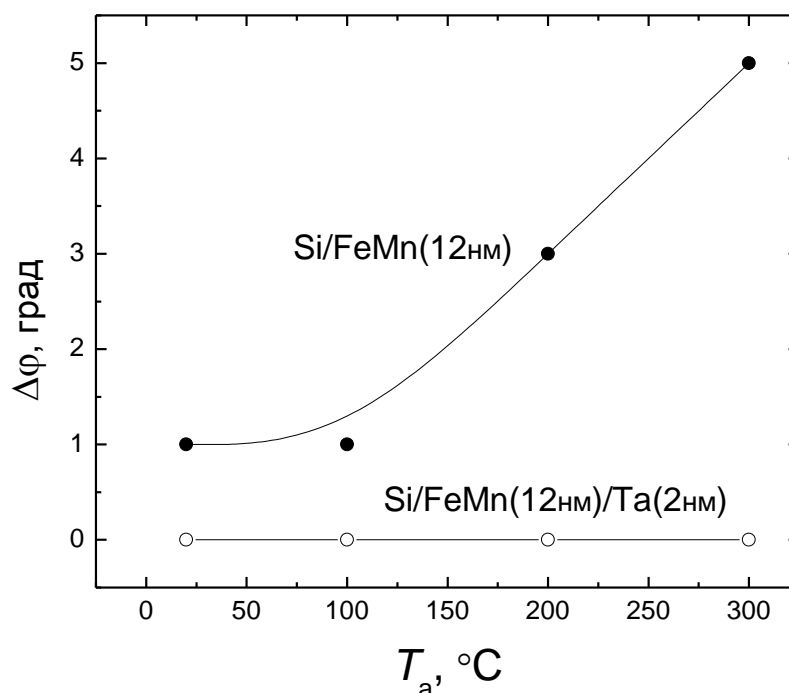


Рисунок 2.9 – Зависимости углового сдвига интенсивностей линий Fe K_α и Mn K_α от температуры отжига для образцов: 1 - Si/Fe₅₀Mn₅₀(12нм); 2 – и Si/Fe₅₀Mn₅₀(12нм)/Ta(2нм).

Таким образом, на модельной плёночной среде показано, что метод GIXRF, реализованный на спектрометре Nanohunter, позволяет получать информацию о распределении химических элементов в тонких слоях. В частности, полученная зависимость углового сдвига от температуры отжига для плёнки Fe₅₀Mn₅₀ без покрытия позволяет сделать заключение об усилении миграции атомов Mn в направлении внешней поверхности образца по мере роста температуры ступенчатого отжига. Заметим, что на последнем этапе отжига данная плёнка стала неотличимой от двухслойной структуры типа Fe/Mn. В ходе дальнейшей работы методика аналогичная описанной была успешно применена для анализа термоинициированной диффузии между слоями Fe₂₀Ni₈₀ и Tb-Co для сред типа Tb-Co/Fe₂₀Ni₈₀ и Tb-Co/Ti/Fe₂₀Ni₈₀.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Yoneda Y. and Horiuchi T., Optical Flats for Use in X-Ray Spectrochemical Microanalysis// Rev. Sci. Instrum.- 1971.- Vol. 33.- P. 1069.
2. J. Betz, K. Mackay, D. Givord. Magnetic and magnetostrictive properties of amorphous $Tb_{(1-x)}Co_x$ thin films// J. Magn. Magn. Mater.- 1999.- Vol. 207.- P. 180-187.
3. de Boer D.K.G., Glancing-incidence x-ray fluorescence of layered materials// Phys. Rev. B.- 1991.- Vol. 44(2).- P. 498-511.
4. Tiwari M.K., Lodha G.S. and Sawhney K.J.S., Applications of the 'CATGIXRF' computer program to the grazing incidence X-ray fluorescence and X-ray reflectivity characterization of thin films and surfaces// X-ray Spectrom.- 2010.- Vol. 39.- P. 127-134.
5. Schwenke H., Gutschke R., Knoth J., and Kock M. Treatment of Roughness and Concentration Gradients in Total Reflection X-Ray Fluorescence Analysis of Surfaces// Appl. Phys. A.- 1992.- Vol. 54.- P. 460-465.
6. Lefakis H., Huang T. C., and Alexopoulos P. Surface-oxidation-induced phase separation in FeMn thin films// J. Appl. Phys.- 1988.- Vol. 64(10).- P. 5667-5669.

ГЛАВА 3. МАГНИТНЫЕ И МАГНИТОУПРУГИЕ СВОЙСТВА АМОΡФНЫХ ПЛЁНОК RE-Co (RE = La, Gd, Tb)

Как показано в обзоре литературы, магнетизм аморфных плёнок сплавов кобальта с тяжёлыми редкоземельными элементами (RE) достаточно хорошо описывается в модели ферримагнитной связи между двумя типами магнитных ионов. При этом в случае RE=Gd, имеющего сферическую электронную оболочку, такая связь приводит к коллинеарной магнитной структуре, а в случае анизотропных редкоземельных ионов (RE = Dy, Tb) формирует более сложное – сперимагнитное – упорядочение. Сперимагнитная структура характеризуется однородным распределением магнитных моментов Co-подсистемы и веерообразной магнитной структурой RE-подсистемы. Угол раствора веера определяется конкуренцией разориентирующего действия случайной локальной анизотропии и упорядочивающего влияния обменного взаимодействия, в первую очередь в парах RE-Co.

В нашей работе значительное внимание уделяется аморфным плёнкам Tb-Co, как источникам определённой функциональности многослойных плёночных структур. При этом важным является понимание того, каковы магнитная структура и закономерности перемагничивания аморфного слоя Tb-Co, который находится в обменном контакте с прилегающими ферромагнитными слоями. Указанные выше принципы формирования магнитной структуры аморфных плёнок типа Tb-Co весьма схематичны. Они требуют уточнения по вопросам соотношения между локальной и макроскопической составляющими магнитной анизотропии, роли магнитоупругих взаимодействий в формировании магнитной анизотропии, влияния технологических факторов на параметры магнитной структуры реальных плёнок. Результаты соответствующего исследования изложены в данной главе.

3.1 Магнитные свойства аморфных плёнок системы La-Co

Характеристика магнитной структуры аморфных плёнок типа RE-Co в первую очередь основывается на понимании атомного магнетизма данной системы. Принято считать, что магнитные моменты RE-атомов, формируемые внутренней 4f электронной оболочкой, являются локализованными и не подвержены влиянию ближайшего окружения. В противоположность этому магнетизм атомов Co, носящий коллективизированный характер, в большой степени зависит от электронного состояния среды в целом. В силу этого средний магнитный момент, приходящийся на атом Co (μ_{Co}), является функцией состава аморфных плёнок (RE)_xCo_{100-x}. В литературе имеются данные по зависимости $\mu_{Co}(x)$, полученные при исследовании системы Gd_xCo_{100-x} или La_xCo_{100-x} [1]. Однако их нельзя считать исчерпывающими. В первом случае авторы исходили из равенства магнитного момента атомов Gd в свободном состоянии и в составе аморфной плёнки, что само по себе нуждается в проверке. Во втором случае подход был более последовательным, но и его результаты могут уточняться в связи с вероятностью

погрешностей, обусловленных прецизионностью решаемых измерительных задач, в том числе в части определения элементного состава плёнок (см., например, параграф 2.3).

В нашей работе задача определения зависимости $\mu_{\text{Co}}(x)$ также решалась на основе изучения магнитных свойств системы $\text{La}_x\text{Co}_{100-x}$. Лантан – редкоземельный элемент, атомы которого не несут магнитного момента. Поскольку внешние электронные уровни La и других элементов из ряда переходных 4f-металлов практически одинаковы, аморфные пленки La-Co рассматриваются как удобная модель для изучения влияния редкоземельного окружения на магнетизм кобальтовой подсистемы, в частности, на среднее значение атомного магнитного момента и магнитную анизотропию. Таким образом, данные полученные на системе La-Co могут быть использованы для анализа систем, содержащих магнитные редкоземельные элементы, в частности, Gd-Co и Tb-Co. Явление «лантаноидного сжатия» при этом во внимание не принимается.

С использованием методики, описанной в предыдущем разделе, нами была получена серия плёнок $\text{La}_x\text{Co}_{100-x}$, где x изменялся в диапазоне от 0 до 50 ат.%. Толщина плёнок составляла 100 нм, и, как и все образцы, содержащие редкоземельные компоненты, они были покрыты слоем Ti толщиной 15 нм. Структурное состояние образцов нескольких составов было определено методом рентгеновской дифракции. Анализ концентрационной зависимости среднего атомного магнитного момента в Co-подсистеме был выполнен на основе магнитометрических данных, полученных для плёнок $\text{La}_x\text{Co}_{100-x}$ при температуре 5 К. Предполагалось, что при такой температуре магнитное состояние всех образцов близко к основному.

Свойства однокомпонентных плёнок Co описывает рисунок 3.1. На нём для одного из полученных нами образцов представлены дифрактограмма и петли гистерезиса. Они позволяют заключить следующее. Плёнка Co находится в поликристаллическом состоянии и характеризуется г.п.у. кристаллической решёткой. Однако размер кристаллитов очень мал (согласно оценке по формуле Шерера, менее 5 нм). Спонтанная намагниченность плёнки близка к табличному значению намагниченности металлического Co в основном состоянии (1440 Гс). Образец имеет выраженную магнитную анизотропию в геометрии плоскость – нормаль. Поле насыщения вдоль нормали, которая является осью трудного намагничивания, составляет около 17 кЭ. Оно практически совпадает с величиной $4\pi M_s$, показывая тем самым, что преобладающим источником магнитной анизотропии является анизотропия формы образца. В плоскости плёнки также имеется некоторая магнитная анизотропия (поле анизотропии ~ 30 Э), свидетельствующая о преимущественной ориентации намагниченности вдоль оси приложения технологического поля, которую можно считать осью лёгкого намагничивания (ОЛН). Однако на фоне относительно высокого магнитного гистерезиса (коэрцитивная сила вдоль ОЛН составляет ~ 100 Э) эта анизотропия выражена слабо.

В целом плёнки Co можно рассматривать как относительно простую магнитной среду, на примере которой нами выполнено определённое тестирование основных методических составляющих данной работы. Представленные данные показывают, что полученные образцы обладают типичными структурными и магнитными свойствами. Это можно рассматривать как свидетельство достаточно высокого методического обеспечения проводимых исследований.

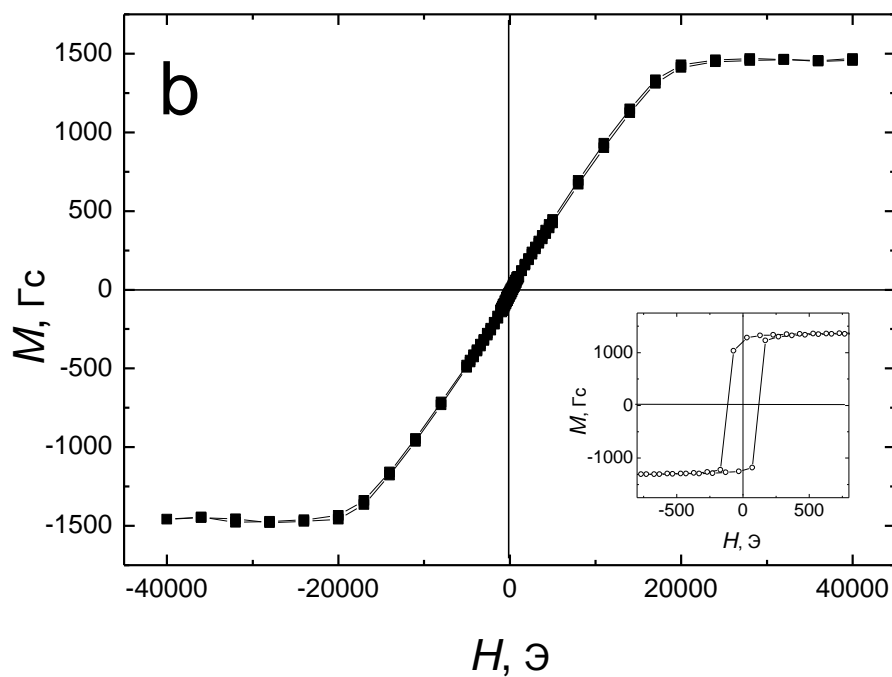
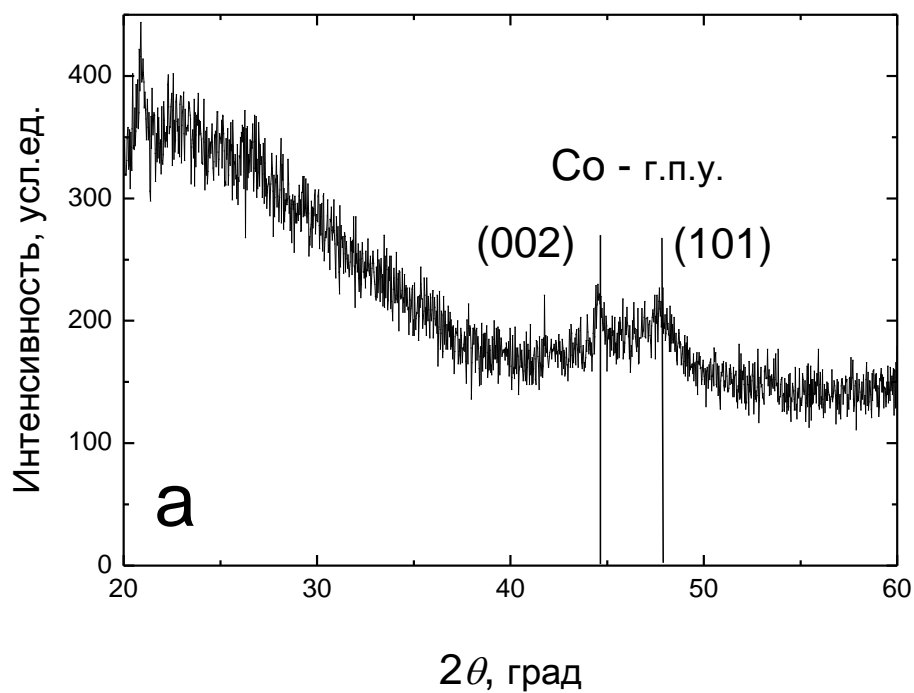


Рисунок 3.1 – Дифрактограмма (a) и петли гистерезиса (b) плёнки Co. Зависимости $M(H)$ измерены в плоскости плёнки (вставка) и вдоль нормали к плоскости плёнки при температуре 5 K

На рисунке 3.2 представлены дифрактограммы двухкомпонентных образцов La-Co. В большинстве случаев они имеют гладкий вид, характеризующий тем самым рентгеноаморфное состояние. Исключение составила плёнка $\text{La}_{50}\text{Co}_{50}$, в которой была обнаружена кристаллическая фаза La_4Co_3 .

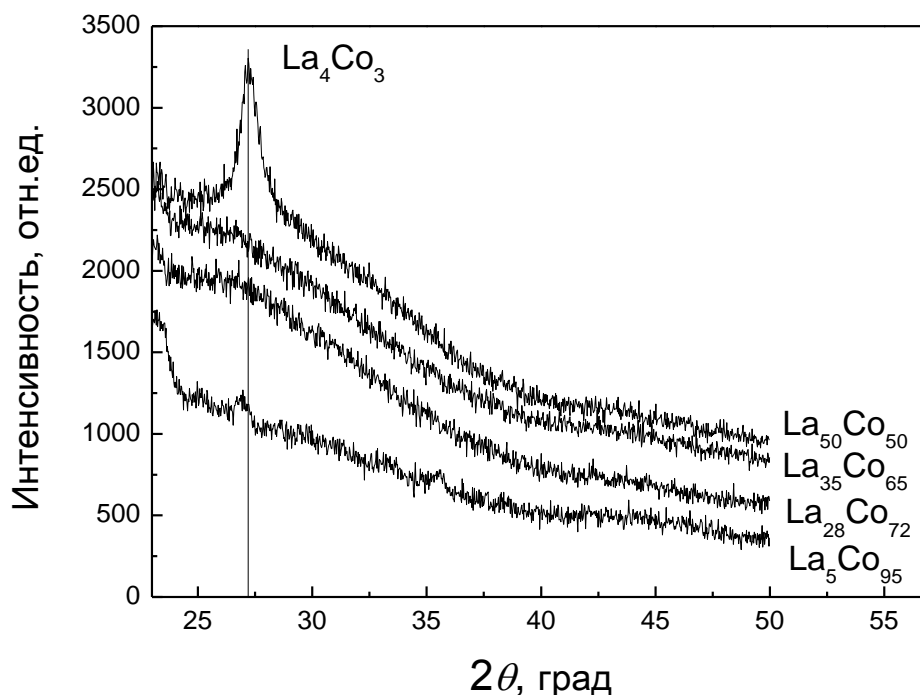


Рисунок 3.2 – Дифрактограммы пленочных образцов системы $\text{La}_x\text{Co}_{100-x}$.

На рисунке 3.3 приведены нисходящие ветви петель гистерезиса плёнок разных составов, измеренные в плоскости образцов. Как видно, ход кривых $M(H)$ для них несколько различается, но при $H > 2$ кЭ во всех образцах реализуется магнитное насыщение. На рисунке 3.4 представлена сводная зависимость спонтанной намагниченности M_s плёнок La-Co от содержания La. Точки на ней определены путем экстраполяции высокополевых участков кривых $M(H)$ к $H = 0$.

Приведённые данные показывают, что спонтанная намагниченность монотонно уменьшается с ростом концентрации La. Как и следовало ожидать, указанное изменение выходит за рамки простого разбавления Co немагнитным элементом (пунктирная линия на рисунке 3.4). Наряду с ним имеет место так называемое «явление переноса заряда», которое заключается в заполнении 3d- зоны атомов Co электронами внешних оболочек La. Именно поэтому при $x > 50$ ат.% Co становится фактически немагнитным. Ещё раз заметим, что спонтанная намагниченность плёнки чистого Co близка к табличному значению соответствующей характеристики данного металла. Это косвенным образом указывает на то, что плотность исследуемых образцов мало отличается от плотности массивного материала.

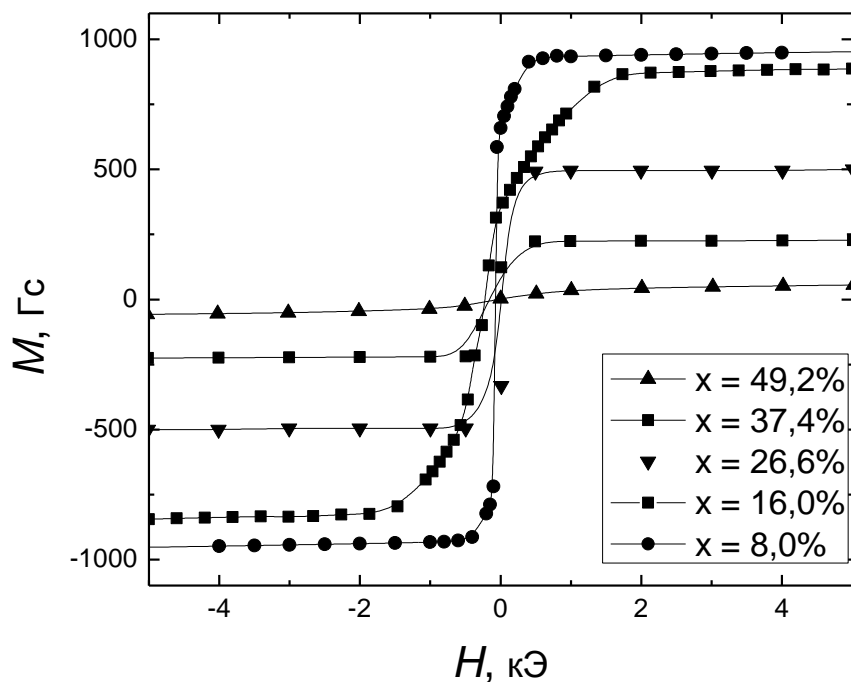


Рисунок 3.3 – Нисходящие ветви петель гистерезиса плёнок $\text{La}_x\text{Co}_{100-x}$ при температуре 5 К (а).

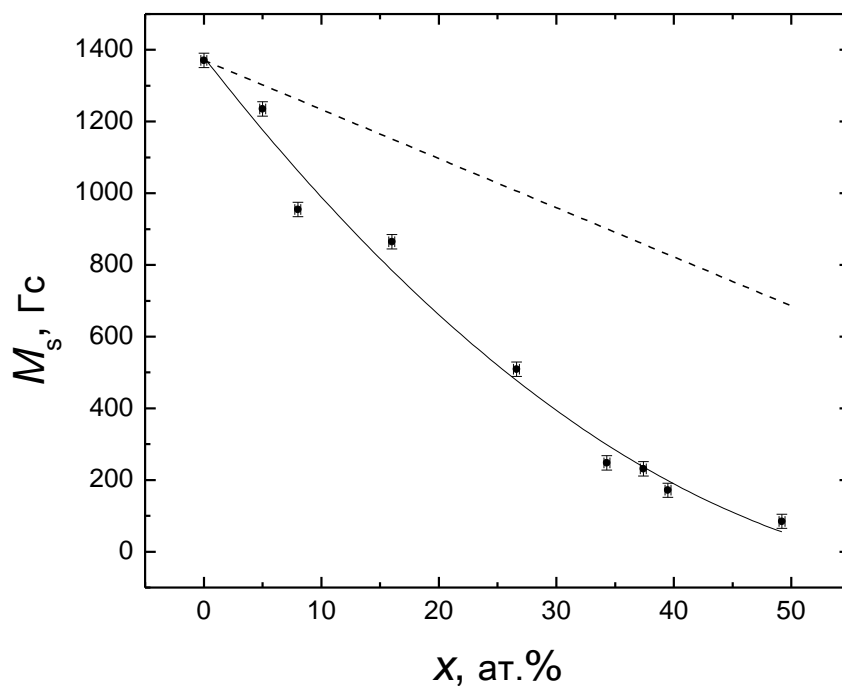


Рисунок 3.4 – Зависимости спонтанной намагниченности пленок $\text{La}_x\text{Co}_{100-x}$ от содержания La. Пунктирная линия демонстрирует снижение намагниченности, соответствующее простому разбавлению Co немагнитной примесью. Вертикальными и горизонтальными отрезками на рисунке показаны оценки погрешности определения M_s и x соответственно.

Полученная зависимость $M_s(x)$ была использована для количественной оценки атомного магнитного момента Co в плёнках La-Co разного состава. Она была сделана в предположении линейного концентрационного изменения плотности плёнок между значениями, свойственными чистым металлам. В расчете была заложена модель одноподрешеточного ферромагнетика с коллинеарным упорядочением магнитных моментов Co. В соответствии с этим магнитный момент, приходящийся на атом Co, в единицах μ_B определяется по формуле:

$$\mu_{Co} = \frac{M_{Co}}{N_{Co}\mu_B} \quad (3.1)$$

, где M_{Co} – величина спонтанной намагниченности Co в пленках La_xCo_{100-x} , N_{Co} – количество атомов кобальта в единице объёма, μ_B – магнетон Бора ($927,4 \times 10^{-23}$ эрг/Гс). Величина N_{Co} рассчитывалась следующим образом:

$$N_{Co} = \frac{(100-x)\rho_{Co} + x\rho_{La}}{100(A_{Co} + \frac{x}{100-x}A_{La})} N_A \quad (3.2)$$

, где x – концентрация редкоземельного элемента в образце ρ_{Co} – табличное значение плотности кобальта ($8,9$ г/см³), ρ_R – табличное значение плотности лантана ($6,16$ г/см³), A_{Co} – атомная масса кобальта ($58,9$ г/моль), A_R – атомная масса лантана ($138,9$ г/моль), N_A – число Авогадро ($6,022 \times 10^{23}$ моль⁻¹).

Значения μ_{Co} , рассчитанные для каждой плёнки серии La_xCo_{100-x} , показаны на рисунке 3.5 точками. Как и следовало ожидать, полученная таким образом зависимость $\mu_{Co}(x)$ качественно воспроизводит концентрационное изменение спонтанной намагниченности $M_s(x)$ и отражает явление «переноса заряда», упоминавшееся выше. На этом же рисунке пунктирной линией приведена зависимость $\mu_{Co}(x)$, задаваемая эмпирической формулой (3.3):

$$\mu_{Co} / \mu_B = (1,9 - 40x) / (100 - x) \quad (3.3)$$

Данная формула была предложена Малоземовым и др. [1,2] как некое обобщение опытных данных по концентрационным зависимостям магнитного момента атомов Co в аморфных плёнках RE-Co. Как видно, наши данные достаточно хорошо коррелируют с результатами других авторов.

Наряду с решением основной задачи – определением зависимости $\mu_{Co}(x)$, образцы плёнок La-Co были использованы для более детальной аттестации магнитных свойств данного магнетика, который слабо освещен в литературе. На рисунке 3.6 для нескольких образцов La-Co показаны зависимости спонтанной намагниченности от температуры в диапазоне от 5 до 350 К. Как видно, для всех составов наблюдается ожидаемое монотонное уменьшение M_s с ростом температуры T . По мере увеличения x зависимости $M_s(T)$ становятся более крутыми, и при $x > 37$ ат.% температура Кюри опускается ниже комнатной температуры.

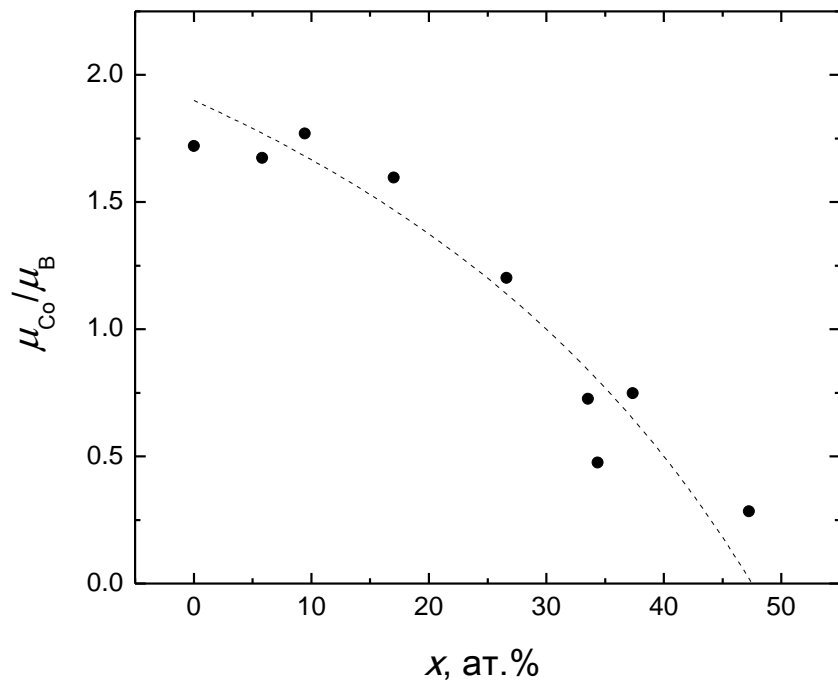


Рисунок 3.5 – Зависимости среднего магнитного момента атомов Co от состава плёнок La_xCo_{100-x} : точки – наши данные; пунктирная линия – соответствует формуле (3).

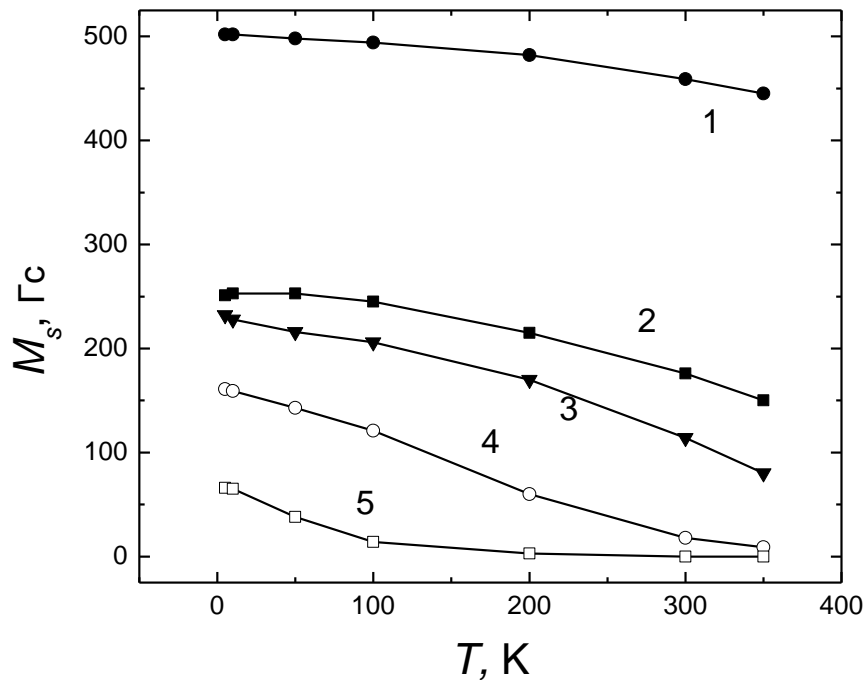


Рисунок 3.6 – Температурные зависимости спонтанной намагниченности, измеренные на плёночных образцах $La_{26,6}Co_{73,4}$ (кривая 1), $La_{33,6}Co_{66,4}$ (кривая 2), $La_{34,4}Co_{65,6}$ (кривая 3), $La_{37,3}Co_{62,7}$ (кривая 4), $La_{47,2}Co_{52,8}$ (кривая 5).

Более детальный анализ петель гистерезиса, фрагменты которых показаны на рисунке 3.3, говорит о том, что состав влияет на характер перемагничивания плёнок $\text{La}_x\text{Co}_{100-x}$. Измерения зависимостей $M(H)$ выполнены в плоскости плёнок, то есть в геометрии с малым размагничивающим фактором. Тем не менее, остаточная намагниченность во всех случаях значительно ниже намагниченности насыщения. Это указывает на наличие в плёнках так называемой перпендикулярной магнитной анизотропии. Под этим термином понимается одноосная анизотропия с осью лёгкого намагничивания (ОЛН) ориентированной перпендикулярно поверхности плёнки. По-видимому, эта анизотропия превалирует в образцах с $x > 26$ ат.%, а в плёнках с меньшим содержанием La приводит к возникновению так называемого «закритического состояния» [3]. Оно характеризуется наличием специфически скошенных петель гистерезиса, подобных тем, которые наблюдаются в плёнках с $x = 8$ и $x = 16$ ат.%

Мы не проводили подробного изучения магнитной анизотропии плёнок La-Co. Тем не менее, можно отметить, что «закритическое состояние» присутствует и при комнатной температуре, однако не во всех образцах. Это, в частности, можно заключить из зависимости коэрцитивной силы H_c от состава, показанной на рисунке 3.7. Значительное увеличение H_c на образцах с относительно небольшим содержанием La (от 25 Э при $x = 25$ до 220 Э при $x = 8$) связано именно с наличием «закритического состояния».

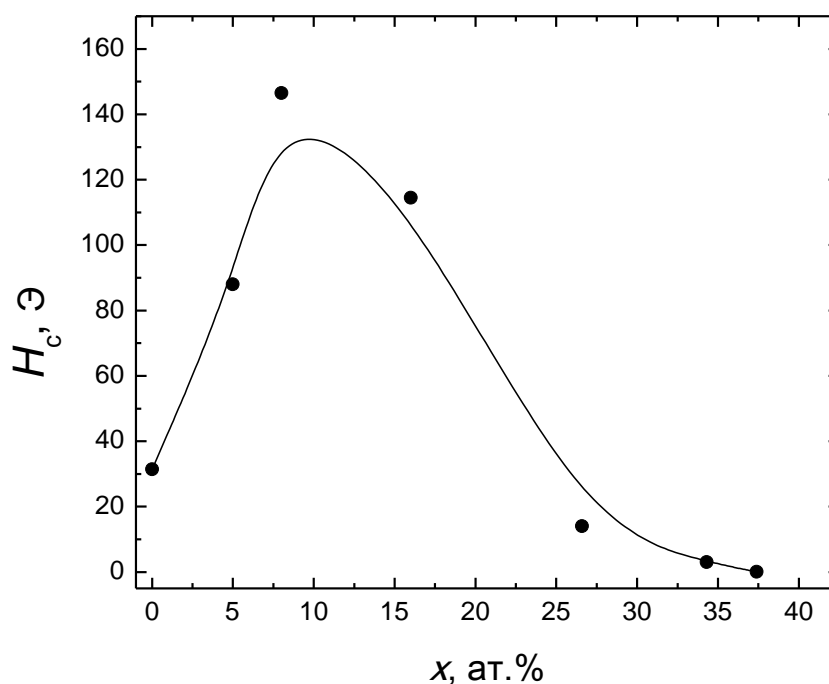


Рисунок 3.7— Зависимость коэрцитивной силы пленок $\text{La}_x\text{Co}_{100-x}$ от содержания редкоземельного компонента, полученная при температуре 300 К.

В качестве основного источника перпендикулярной анизотропии в аморфных плёнках рассматривается анизотропия микроструктуры (столбчатая микроструктура). Немонотонное концентрационное изменение этой составляющей может быть следствием

активной роли La в формировании микроструктуры, например, как немагнитного элемента, способствующего локализации столбиков обогащенных Co.

Резюмируя содержание данного параграфа можно отметить, что для системы La-Co получены данные о влиянии редкоземельного окружения на магнитный момент кобальта, которые могут быть использованы при дальнейшем анализе систем Tb-Co и Gd-Co. Кроме того, установлено, что аморфные плёнки La-Co при концентрациях La до 50 ат.% являются ферромагнетиками, для которых характерно наличие перпендикулярной составляющей магнитной анизотропии, наиболее эффективно проявляющейся в области составов $5 < x < 16$.

3.2 Особенности магнитной структуры аморфных плёнок Gd-Co, Tb-Co

Данный параграф посвящён изучению концентрационных изменений средних значений атомных магнитных моментов RE и магнитной структуры аморфных плёнок, содержащих магнитные редкоземельные элементы, и в первую очередь плёнок Tb-Co. Отраженные в литературе результаты подобных исследований на плёнках Gd-Co несколько разнятся [4,5], но в целом не вызывают серьёзных сомнений. Нами данная система была выбрана в большей мере как тестовая, позволяющая косвенным образом оценить качество получаемых объектов, а также адекватность использованных модельных и методических аспектов исследования. Её относительная простота обусловлена отсутствием орбитального момента у Gd, что при анализе магнитной структуры исключает необходимость учёта одноионной локальной анизотропии и магнитоупругих эффектов. Принято считать, что в аморфных плёнках Gd-Co имеет место коллинеарное магнитное упорядочение в составе магнитных подрешёток Co и Gd [1]. Для плёнок Tb-Co, в которых Tb обладает большим орбитальным моментом, условия формирования магнитной структуры являются более сложными. Как указывалось выше, конкуренция обменного взаимодействия и локальной анизотропии в такого рода средах приводит к сперимагнитной структуре, определение параметров которой и являлось главной задачей нашего исследования.

3.2.1 Атомные магнитные моменты в системе Gd-Co

При интерпретации свойств аморфных плёнок с магнитными редкоземельными элементами были применены те же подходы, которые использовались при изучении системы La-Co и достаточно подробно описаны в параграфе 3.1. Отличие состояло в том, что спонтанная намагниченность плёнок M_s рассматривается как разность намагниченностей кобальтовой M_{Co} и редкоземельной M_R подрешёток:

$$M_s = |M_R - M_{Co}| \quad (3.4)$$

Это приводит к следующей формуле для определения среднего значения атомного магнитного момента редкоземельного иона:

$$\mu_R = \frac{M_{Co} + M_s}{N_R \mu_B} \quad (3.5)$$

, где N_R – концентрация редкоземельного элемента в образце. Она определяется по формуле аналогичной (3.2):

$$N_R = \frac{(100-x)\rho_{Co} + x\rho_R}{A_R + \frac{100-x}{x}A_{Co}} N_A \quad (3.6)$$

, где x – содержание редкоземельного элемента в плёнке, ρ_{Co} – значение плотности металлического кобальта (8,9 г/см³), A_{Co} – атомная масса кобальта (58,933 г/моль), ρ_R – плотность редкоземельного металла, A_R – атомная масса редкоземельных металлов, N_A – число Авогадро (6,022×10²³ моль⁻¹). В частности, для гадолиния были использованы следующие характеристики $\rho_{Gd} = 7,9$ г/см³ и $A_R = 157$ г/моль. Кроме того, влияние окружения на магнитный момент Co считалось независимым от сорта редкоземельных элементов. Это давало возможность применять в анализе концентрационную зависимость магнитного момента Co, полученную для системы La-Co. В соответствии с этим намагниченность подрешётки Co, фигурирующая в формуле (3.5), определялась как:

$$M_{Co} = \mu_{Co} N_{Co} \quad (3.7)$$

, где N_{Co} для каждой концентрации вычислялось по формуле (3.2).

Эксперимент проводился на образцах Gd_xCo_{100-x}, полученных методом магнетронного распыления на установке Ogiон-8 и имевшим стандартную толщину (100 нм) и двухстороннее защитное покрытие. Толщина приподложечного слоя Ti составляла 5 нм, а поверхностного – 15 нм. На рисунке 3.8 для примера показана рентгеновская дифрактограмма образца с минимальным содержанием Gd ($x = 8$ ат.%). Как и в случае плёнок La-Co, пик вблизи угла 37° отражает наличие поликристаллического защитного покрытия (Ti), в остальном же дифрактограмма свидетельствует о рентгеноаморфном состоянии плёнки. Аналогичный результат дал выборочный анализ структурного состояния других образцов.

На рисунке 3.9 показаны фрагменты петель гистерезиса плёнок разного состава, полученные после намагничивания образцов в поле $H = 70$ кЭ и последующем монотонном уменьшении напряжённости магнитного поля. Они измерены при 5 К вдоль оси приложения технологического магнитного поля, то есть поля, действовавшего во время получения плёночных образцов. Как и ожидалось, большинство из них демонстрируют магнитное насыщение уже в относительно слабых магнитных полях, что обусловлено отсутствием выраженной перпендикулярной магнитной анизотропии. Её присутствие заметно только в образцах, находящихся в состоянии близком к магнитной компенсации. Они имеют низкую спонтанную намагниченность, в силу чего анизотропия формы в них не носит доминирующего характера.

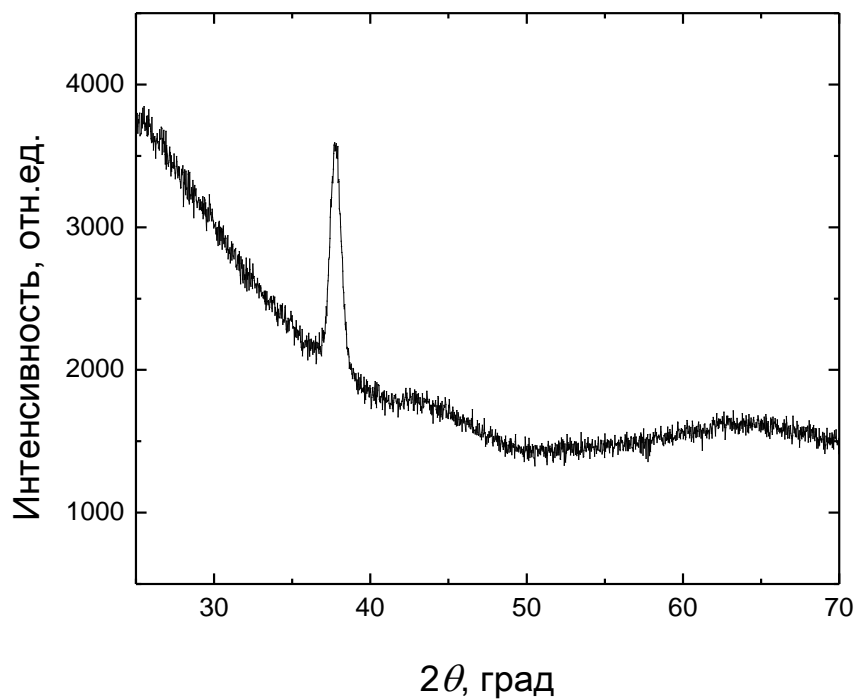


Рисунок 3.8 – Дифрактограмма пленочного образца Gd₈Co₉₂.

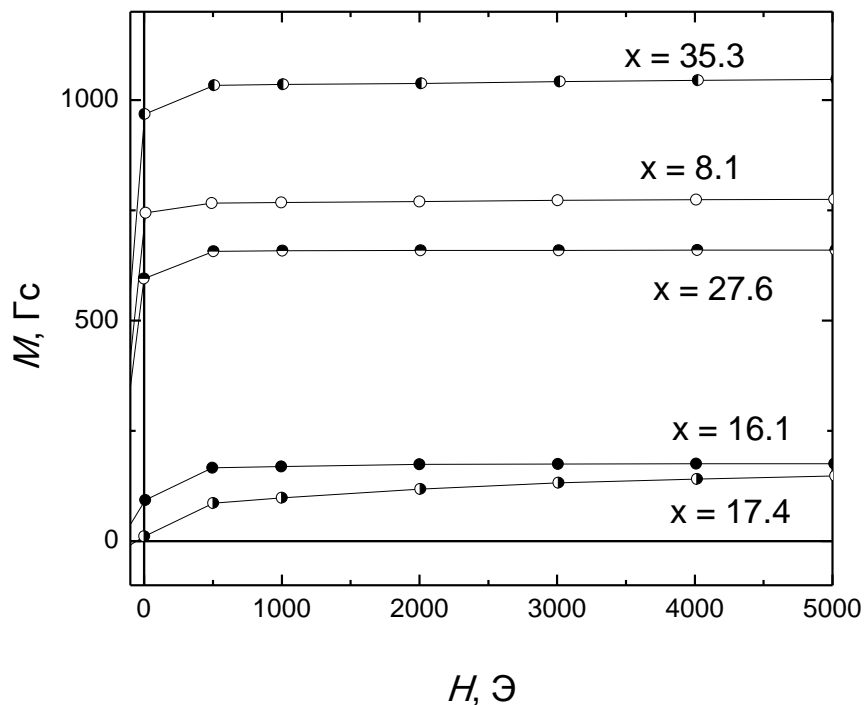


Рисунок 3.9– Нисходящие ветви петель гистерезиса, измеренные на плёнках Gd_xCo_{100-x} при температуре 5 К вдоль оси приложения технологического поля.

Представленные зависимости $M(H)$ были использованы для определения значений спонтанной намагниченности основного состояния, которые получались путём

экстраполяции линейных участков кривых на $H = 0$. По ним в соответствии с методикой, описанной выше, найдены величины атомных моментов Gd для каждого образца. Они показаны на рисунке 3.10 точками. Как отмечалось выше, магнитный момент атома Gd формируется электронами 4f-оболочки, которая экранирована внешними электронными орбиталями. Атомы Gd имеют сферическую конфигурацию электронной оболочки (орбитальный момент Gd равен нулю), что исключает вклад в результирующий магнитный момент орбитальной составляющей. Таким образом, атомный магнитный момент Gd, который имеет в 4f-оболочке 7 неспаренных электронов, должен составлять $7 \mu_B$. На рисунке 3.10 соответствующий уровень показан пунктиром. Видно, что найденные нами значения μ_{Gd} не имеют регулярной зависимости от состава и в большинстве случаев близки к величине магнитного момента свободного иона. Существенное отклонение показал только образец с $x = 17,4$ ат.%. Но это объяснимо, поскольку его состояние при $T = 5$ К наиболее близко к компенсационному, и результаты магнитных измерений на нём имеют значительную погрешность в силу малости магнитного момента.

В целом, полученные на пленках Gd-Co данные ещё раз показывают адекватность модели коллинеарного ферромагнетизма, используемую для описания магнитных свойств аморфных плёнок Gd-Co в довольно широкой области составов (15 - 35 ат.% Gd), а также являются подтверждением эффективности применяемых методик магнитных измерений и определения химического состава.

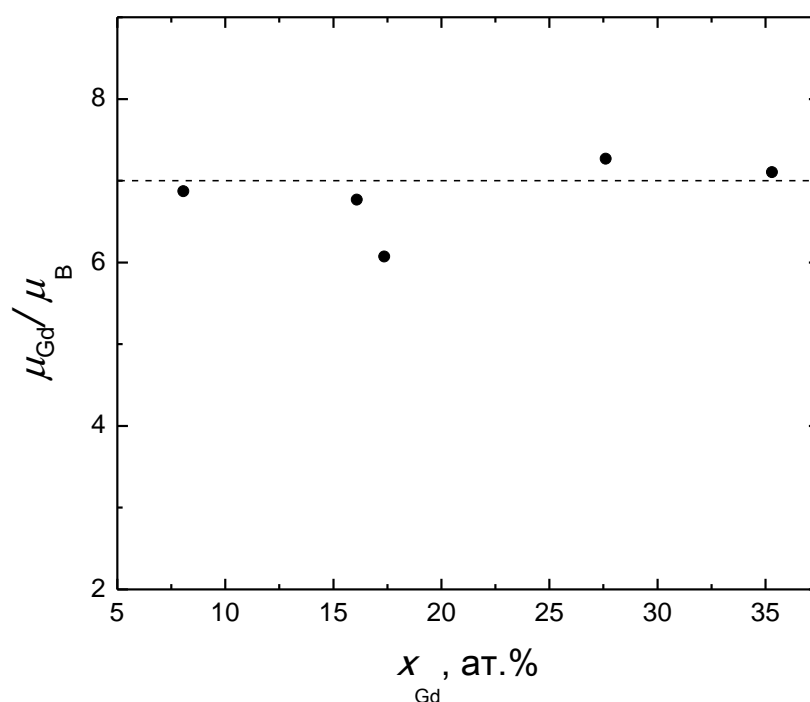


Рисунок 3.10 – Значения среднего атомного магнитного момента Gd (точки) для пленок Gd_xCo_{100-x} . Пунктирная линия показывает уровень $7 \mu_B$, который соответствует магнитному моменту свободного иона Gd. Данные получены для температуры 5 К.

3.2.2 Атомные магнитные моменты в системе Tb-Co

В эксперименте на системе Tb_xCo_{100-x} исследовались две серии образцов. Одна из них (А) со структурой $SiO_2/Ti(5)/Tb-Co(100)/Ti(15)$ была получена методом магнетронного распыления (здесь и далее в скобках приводятся толщины слоёв в нм). Для получения другой (В), которая имела структуру $SiO_2/Tb-Co(100)/Ti(15)$, использовался метод высокочастотного ионного распыления. В том и другом случаях плёнки были рентгеноаморфными, о чём свидетельствуют примеры дифрактограмм, представленные на рисунке 3.11.

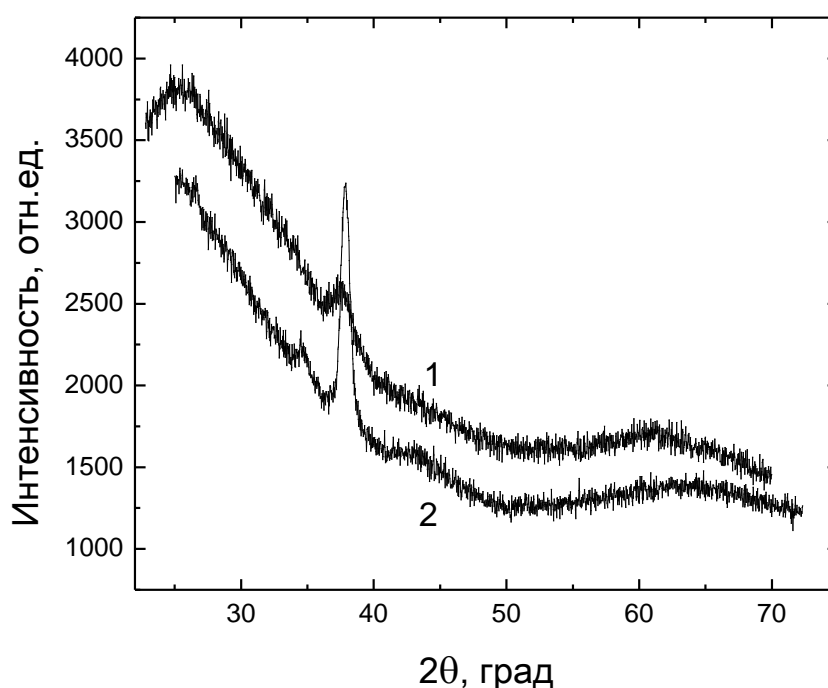


Рисунок 3.11 – Дифрактограммы образцов: 1 – $Tb_{32}Co_{68}$ (серия В); 2 – $Tb_{15}Co_{85}$ (серия А).

На рисунке 3.12 приведены примеры низкотемпературных кривых намагничивания плёнок Tb_xCo_{100-x} серии А. Все они, в отличие от аналогичных кривых для плёнок типа Gd-Co, имеют тенденцию к монотонному возрастанию. Поскольку парапроцесс в этих объектах при $T = 5$ К ничтожен, наблюдающееся изменение намагниченности можно связать с определённой перестройкой магнитной структуры плёнок. Подробнее данный вопрос будет рассмотрен в следующем параграфе.

Тем не менее, для определения атомных моментов тербия μ_{Tb} в пленках Tb-Co разного состава нами была использована методика аналогичная той, которая описана выше для системы Gd-Co. По зависимостям $M(H)$, экстраполированным из области больших полей на $H = 0$, были определены величины спонтанной намагниченности и по ним вычислены значения μ_{Tb} . На рисунке 3.13 (кривая 1) приведены полученные результаты. Они показывают, что для всех образцов μ_{Tb} меньше величины магнитного

момента свободного иона тербия ($9 \mu_B$). Причём по мере увеличения содержания Tb происходит монотонное снижение среднего атомного магнитного момента. Принимая во внимание положительную магнитную восприимчивость, наблюдаемую на кривых размагничивания (рис. 3.12), а также результаты, полученные на системе Gd-Co, можно полагать, что отмеченные особенности связаны со сперимагнитным характером упорядочения в аморфной системе Tb-Co. Вероятное пространственное распределение магнитных моментов в подрешётке Tb приводит к тому, что вдоль оси анитиферромагнетизма ориентирована только их усреднённая проекция. Фактически магнитометрический эксперимент позволяет получить информацию только о некотором эффективном значении атомного магнитного момента. Тот факт, что μ_{Tb} уменьшается с ростом концентрации редкоземельного элемента, по-видимому, является следствием увеличения угла раствора веера.

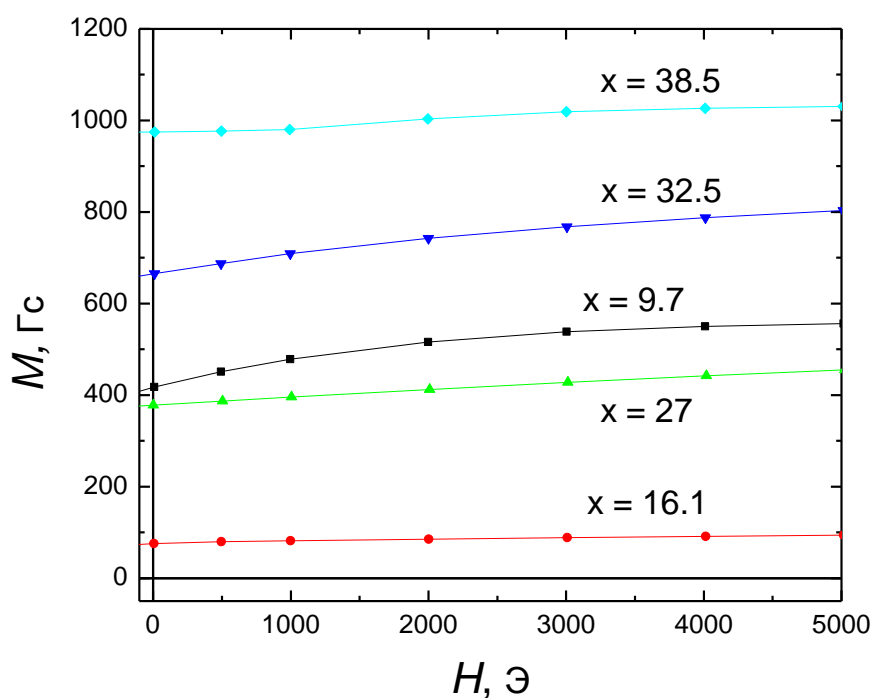


Рисунок 3.12 – Нисходящие ветви петель гистерезиса плёнок Tb_xCo_{100-x} серии А, измеренные при температуре 5 К вдоль оси приложения технологического поля.

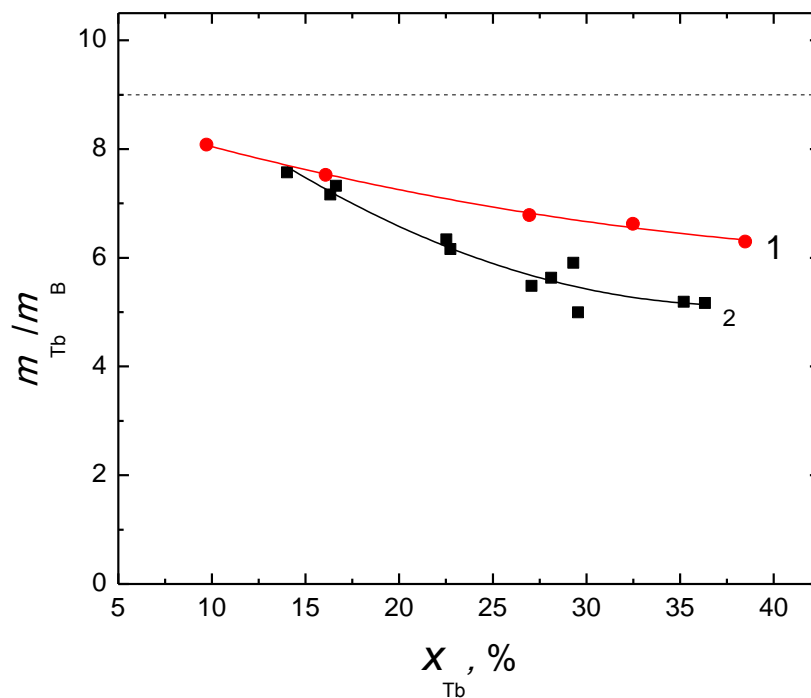


Рисунок 3.13 – Концентрационные зависимости среднего атомного магнитного момента тербия в пленках Tb_xCo_{100-x} : 1 – серия А; 2 – серия В. Пунктирная линия показывает уровень $9 \mu_B$, который соответствует магнитному моменту свободного иона Tb.

В предположении изотропного распределения магнитных моментов и равенстве их длины величине магнитного момента свободного иона ($9 \mu_{Tb}$) можно найти угол раствора веера α . Соответствующие вычисления приводят к зависимости $\alpha(x_{Tb})$, которая показана на рисунке 3.14 (кривая 1). Как видно, даже при малых концентрациях редкоземельного элемента угол раствора веера весьма значителен. Таким образом, можно заключить, что локальная магнитная анизотропия сравнима по эффективности с обменным взаимодействием, в котором находится редкоземельный ион даже при практически полном его окружении ионами кобальта. Кроме того, относительно быстрое нарастание α с увеличением x отражает тот факт, что в плёнках с большим содержанием редкоземельного элемента имеет место ослабление обменного взаимодействия. Оно, в частности, связано с увеличением вероятности образования ближайших соседств типа Tb-Tb.

Флуктуирующая одноионная анизотропия редкоземельных ионов является естественным отражением флуктуаций кристаллического поля, имеющего место в аморфной структуре. Поскольку параметры этой структуры несут на себе определённый технологический отпечаток, можно полагать, что эффективный атомный магнитный момент Tb будет в какой-то мере зависеть от способа получения плёнок. В этой связи магнитные измерения и анализ, подобные описанным выше, были проведены на плёнках Tb_xCo_{100-x} , полученных несколько иным способом – методом ионного высокочастотного распыления (серия В).

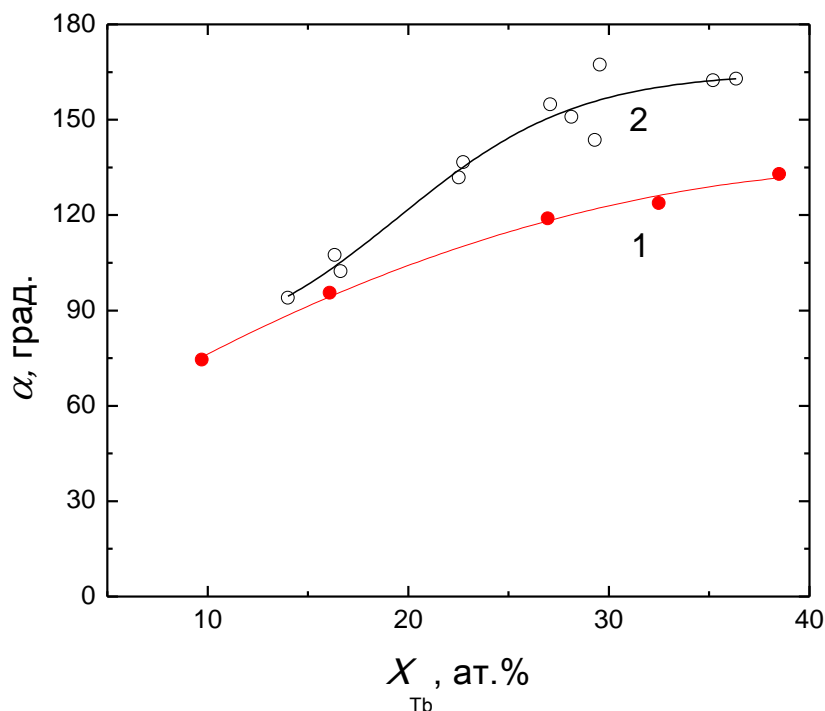


Рисунок 3.14 – Концентрационные зависимости угла раствора вектора магнитных моментов тербия в пленках Tb_xCo_{100-x} : 1 – серия А; 2 – серия В.

На рисунке 3.15 показаны типичные нисходящие ветви петель гистерезиса образцов серии В. Качественно они подобны соответствующим зависимостям $M(H)$ образцов серии А. Однако количественное сравнение зависимостей спонтанной намагниченности от состава образцов двух серий (рисунок 3.16) указывает на различие их свойств. Видно, что при относительно малых концентрациях Tb, когда превалирующую роль в ферромагнитной структуре играет подрешётка Co, эти зависимости практически совпадают. Но при составах обогащённых Tb по сравнению с компенсационным составом ($x > 20$ ат.%), когда превалирующим становится магнитный момент подрешётки Tb, кривые $M_s(x)$ идут различным образом. Фактически оказывается, что при одинаковых составах образцы, полученные магнетронным распылением, обладают большей спонтанной намагниченностью, чем плёнки, приготовленные высокочастотным распылением. Если исходить из того, что магнитная подрешётка Co коллинеарна, то обнаруженное отличие можно отнести только к подрешётке Tb. Таким образом, высказанное выше предположение о чувствительности эффективного магнитного момента Tb к технологическим условиям находит подтверждение.

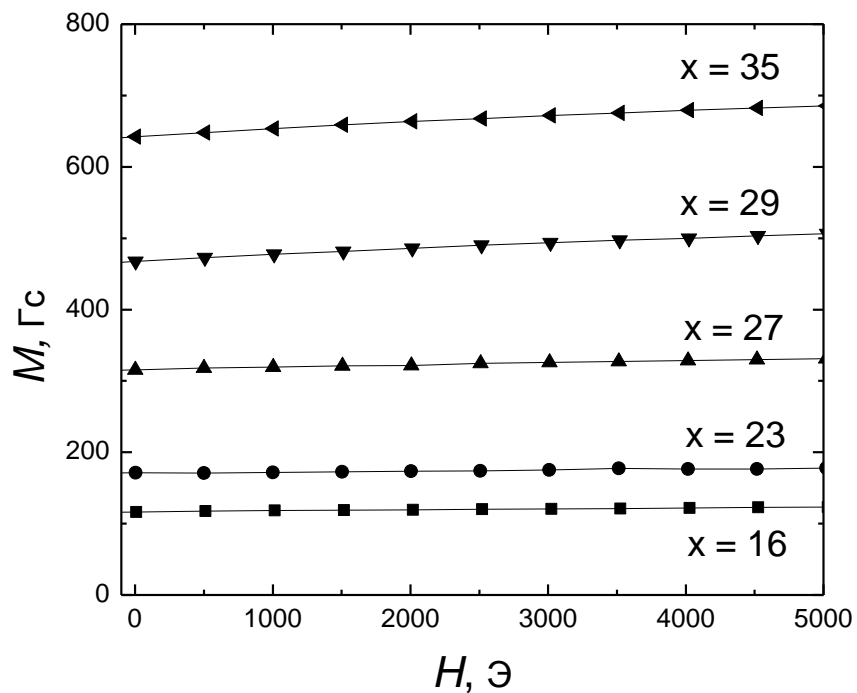


Рисунок 3.15 – Нисходящие ветви петель гистерезиса плёнок Tb_xCo_{100-x} серии В, измеренные при температуре 5 К вдоль оси приложения технологического поля.

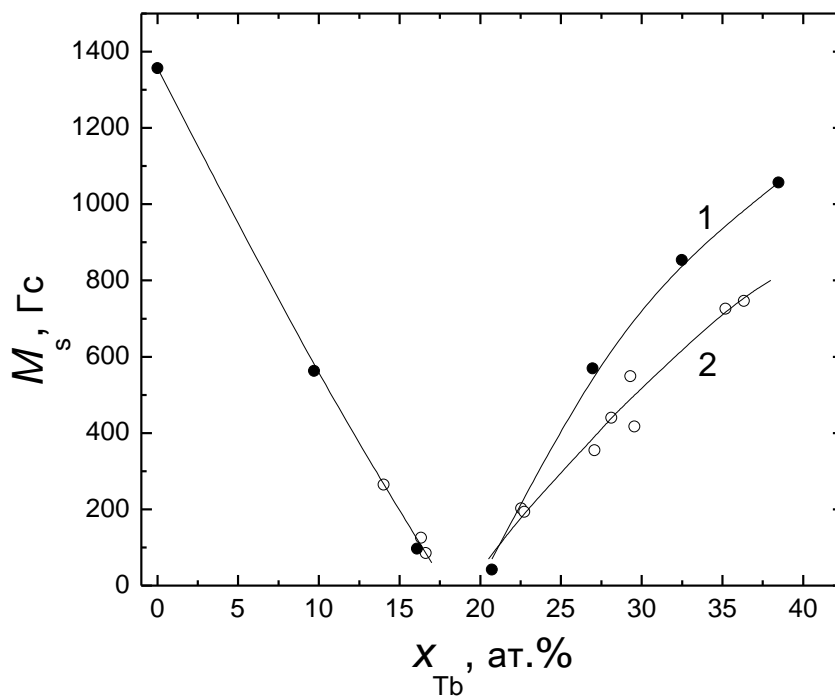


Рисунок 3.16 – Зависимости спонтанной намагниченности от состава плёнок Tb_xCo_{100-x} при $T=5$ К: 1 – серия А; 2 – серия В.

Для образцов серии В мы также провели вычисление зависимости $\mu_{Tb}(x)$, которая показана на рисунке 3.13 (кривая 2). Как и следовало ожидать, она имеет более резкий характер. Соответствующим образом это отразилось и на зависимости $\alpha(x_{Tb})$, которая представлена на рисунке 3.14 (кривая 2). Примечательно, что в образцах серии В с большим содержанием Tb угол раствора веера возрастает почти до 180° , то есть занимает почти половину всего телесного угла.

В заключение можно отметить, что имеющее место различие между образцами, полученными разными методами, можно рассматривать как подтверждение предположения о чувствительности локальной магнитной анизотропии к технологическим условиям, реализуемым при получении образцов. Возможно, в этом проявляются особенности распределения магнитного поля или локализации плазмы относительно мишени при магнетронном и высокочастотном диодном методах получения. Нельзя исключать и возможного различия в концентрации инертного газа содержащегося в пленках разных серий, что оказывает влияние как на плотность вещества, так и на параметры атомной структуры в целом.

3.2.3 Особенности высокополевого намагничивания аморфных плёнок вдоль ОЛН

В свете описанных в предыдущем пункте закономерностей формирования магнитной структуры плёнок системы Tb-Co представляет интерес изучение её трансформации в магнитном поле. В конечном счёте, это может дать дополнительную информацию об эффективности основных взаимодействий в сперимагнитной среде. Однако во избежание методических просчётов целесообразно проводить такое исследование в сравнении с аналогичным анализом свойств систем La-Co и Gd-Co.

На рисунке 3.17 приведены типичные нисходящие ветви петель гистерезиса аморфных плёнок, содержащих La и Gd, измеренные при 5 К в полях до 70 кЭ. Как видно, высокополевые участки этих кривых близки к горизонтальным линиям. При более детальном рассмотрении можно заметить небольшие отклонения от горизонтальности как в сторону положительных, так в сторону отрицательных углов наклона. Случайный характер этих отклонений указывает на их обусловленность погрешностями, вероятно, вносимыми стеклянными подложками. В параграфе 2.2 было показано, что при низких температурах сигнал от подложки зависит от напряжённости магнитного поля и в больших полях по порядку величины может быть сравним с общим сигналом от образца. При обработке исходных данных выделение полезного сигнала осуществлялось нами путём учёта вклада от некой образцовой подложки. В такой методике возможные вариации в толщине и химическом составе конкретных подложек одной марки и даже в пределах одной партии могут вносить определённую погрешность в конечный результат.

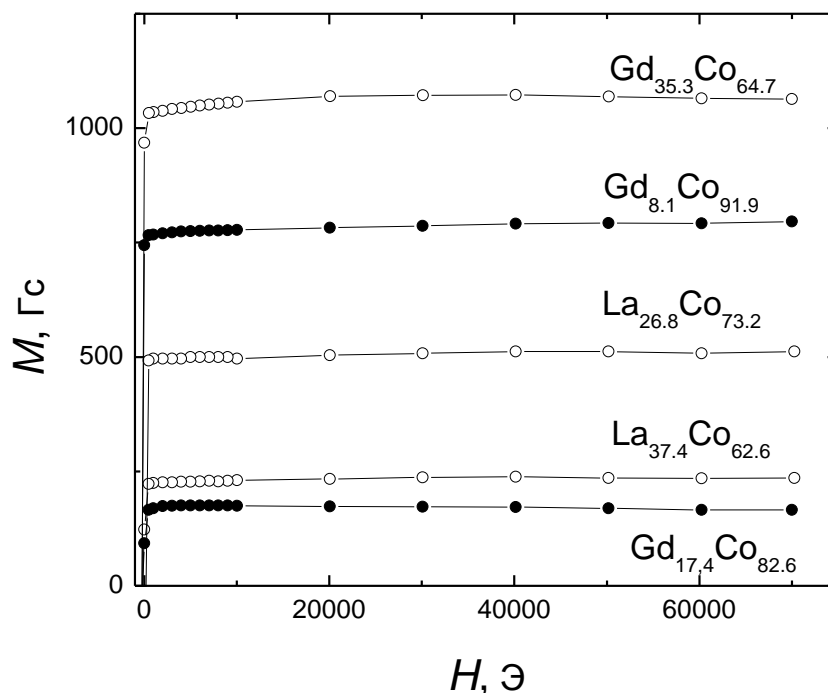


Рисунок 3.17 – Нисходящие ветви петель гистерезиса плёнок систем $\text{La}_x\text{Co}_{100-x}$ и $\text{Gd}_x\text{Co}_{100-x}$ разного состава, измеренные при 5 К.

Таким образом, приведённые данные позволяют заключить, что намагниченность плёнок La-Co и Gd-Co в широком интервале магнитных полей остаётся неизменной. Это указывает на отсутствие сколько-нибудь заметного парапроцесса в аморфных плёнках RE-Co выбранных составов в области гелиевых температур, и сохранение коллинеарности в ферромагнитной структуре плёнок Gd-Co.

Существенно иная ситуация наблюдается в плёнках системы Tb-Co. Это видно из рисунка 3.18, на котором приведены нисходящие ветви петель гистерезиса, измеренные в области высоких полей на нескольких образцах серий А и В с разным содержанием Tb. С ростом напряжённости магнитного поля для них характерно значительное возрастание намагниченности. Причём в ряде случаев, когда уровень спонтанной намагниченности относительно велик, на зависимости $M(H)$ можно выделить два участка, отличающихся по величине и характеру полевой зависимости магнитной восприимчивости. При $H < 20$ кЭ намагниченность увеличивается относительно быстро и нелинейно. В полях большей напряжённости рост замедляется и становится близким к линейному. В образцах с невысокой спонтанной намагниченностью полученные полевые зависимости намагниченности практически линейны во всём использованном диапазоне магнитных полей.

Само по себе наличие значительной магнитной восприимчивости в больших полях для плёнок Tb-Co вполне ожидаемо. Поскольку парапроцесс в них, как и в рассмотренных выше RE-Co аморфных плёнках, должен быть минимальным, наблюдаемое увеличение намагниченности естественно связать с изменением угла раствора веера в сперимагнитной структуре. Однако различный характер поведения $M(H)$ на начальном этапе процесса намагничивания для образцов разного состава свидетельствует о более сложной ситуации.

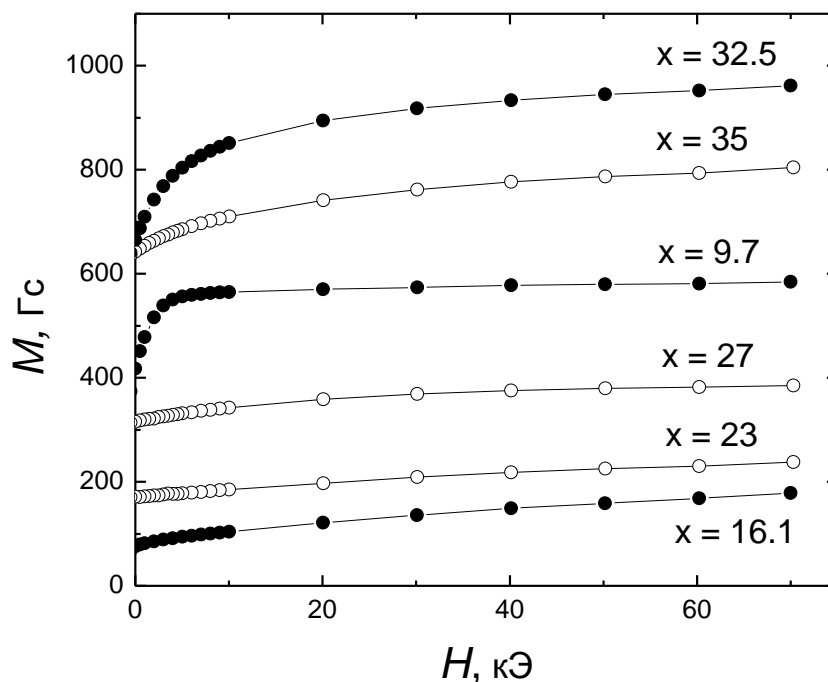


Рисунок 3.18 – Нисходящие ветви петель гистерезиса плёнок Tb_xCo_{100-x} серий А (тёмные точки) и В (светлые точки) измеренные при 5 К.

Для получения дополнительной информации о распределении намагниченности в плёнках Tb-Co было проведено их выборочное исследование с помощью атомного силового микроскопа. На рисунке 3.19 показаны фотографии поверхности плёнки $Tb_{35}Co_{65}$, полученные в контактной и магнитной модах при комнатной температуре в отсутствии магнитного поля. Их сравнение определённо указывает на наличие в плёнках магнитной неоднородности с характерным размером элементов $\sim 0,5$ мкм. Вероятно, она является аналогом стохастической магнитной структуры, которая свойственна аморфным или нанокристаллическим ферромагнетикам с относительно невысокой магнитной анизотропией [6,7]. Считается, что в рамках такой структуры формируется система областей (стохастические домены), внутри которых имеет место достаточно высокая скоррелированность в ориентации локальных магнитных моментов, а между доменами она нарушается. Таким образом, благодаря подавлению локальной анизотропии внутри стохастических доменов, минимизируется энергия обменного взаимодействия. При этом эффективная магнитная анизотропия, определяющая ориентацию намагниченности в стохастических доменах оказывается меньше локальной анизотропии, что облегчает ход процессов намагничивания и перемагничивания.

Однако в аморфных ферромагнетиках Tb-Co ситуация оказывается более сложной. С одной стороны, как было показано выше, для них свойственна сперимагнитная структура, то есть наличие локальных флуктуаций в ориентации магнитных моментов. С другой стороны, наличие стохастических доменов должно свидетельствовать о подавлении локальной анизотропии. Это заставляет склониться к компромиссному варианту, а именно, предположить, что внутри доменов локальная анизотропия подавляется лишь частично. Таким образом, имеет место суперпозиция сперимагнитной

локальной структуры и стохастической магнитной структуры. Тогда можно считать, что низкополевой участок на зависимостях $M(H)$ (рисунок 3.18) в основном обусловлен изменениями в структуре стохастических доменов, а высокополевой – в структуре локальных магнитных моментов. При этом эффективность воздействия магнитного поля на стохастическую структуру зависит от величины спонтанной намагниченности. Вблизи магнитной компенсации она низка, что приводит к растягиванию соответствующего процесса намагничивания (размагничивания) на широкий интервал полей. В результате на зависимостях $M(H)$ вклады от него и от трансформации сперимагнитной структуры становятся практически неразличимыми. По нашим сведениям теоретического описания предложенная качественная модель на сегодняшний день не имеет. Поэтому количественное описание кривых $M(H)$ не представляется возможным.

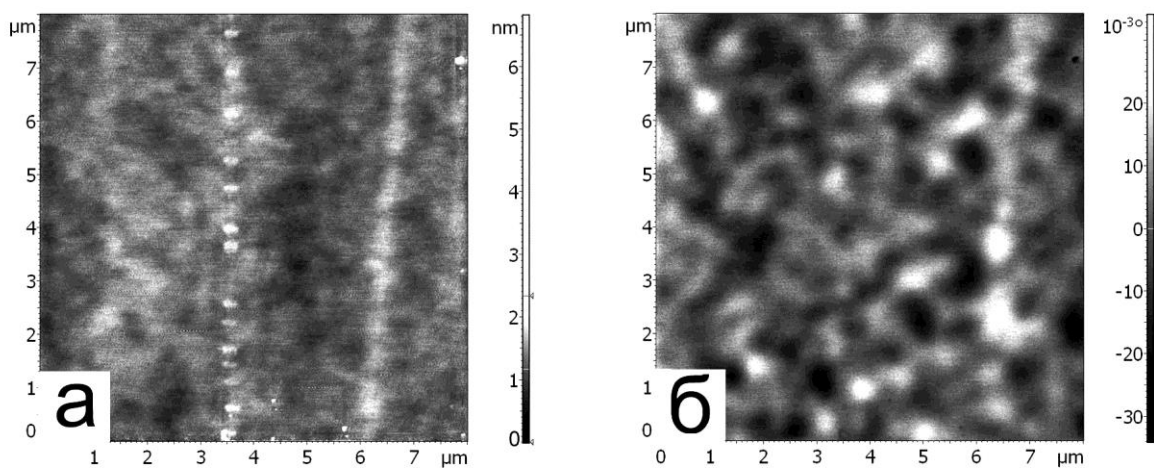


Рисунок 3.19 – Изображения поверхности плёнки $Tb_{35}Co_{65}$, полученные на атомном силовом микроскопе в УКЦП «Современные нанотехнологии» (УрФУ): а – контактная мода; б – магнитная мода.

3.2.4 Деформация магнитной структуры в плёнках Gd-Co с перпендикулярной анизотропией

Изложенные в данном пункте результаты показывают, что аморфные плёнки Gd-Co и Tb-Co имеют разную магнитную структуру, которая различным образом реагирует на воздействие со стороны магнитного поля. В частности, для плёнок Gd-Co характерен коллинеарный ферромагнетизм и отсутствие выраженных трансформаций в магнитной структуре при намагничивании вдоль ОЛН до полей напряжённостью 70 кЭ (рисунок 3.17). Однако для полноты картины целесообразно указать и на возможность иного поведения плёнок типа Gd-Co в магнитном поле. Это относится к плёнкам с перпендикулярной анизотропией. В нашем распоряжении оказались образцы, которые были получены ранее (более 10 лет назад) методом высокочастотного ионного распыления на установке УРМЗ при использовании парамасляного способа создания высокого вакуума. Они были рентгеноаморфны, имели толщину 100 нм и двухсторонние изолирующие покрытия из различных материалов (Ti, Cu, Si) толщиной около 50 нм. В силу большой толщины защитных покрытий их состав был определён не рентгенофлуоресцентным, а химическим анализом.

На рисунке 3.20 представлены нисходящие ветви петель гистерезиса для трёх образцов, измеренные при различных температурах вдоль оси приложения технологического поля (в плоскости образца). Как видно, для двух образцов (рисунок 3.20, а, б) они отличаются от зависимостей $M(H)$, приведённых на рисунке 3.17, по крайней мере, по двум признакам. Во-первых, они показывают отсутствие остаточной намагниченности, что говорит о наличии в этих плёнках перпендикулярной магнитной анизотропии. Как правило, такого рода анизотропию в аморфных плёнках RE-Co связывают с характерной столбчатой микроструктурой [8]. Причём важным фактором, влияющим на микроструктуру, является газовая атмосфера в зоне разряда. В частности, наличие в ней малых примесей активных элементов (углерод, кислород) усиливает магнитное обособление столбчатых образований и, соответственно, способствует формированию перпендикулярной анизотропии. Вероятно, в рассматриваемом случае роль активатора такой анизотропии сыграли пары масла, проникающие в вакуумную камеру при использовании парамасляного насоса.

Во-вторых, все петли гистерезиса (в том числе при $T = 10$ К), подобно тому, как это наблюдалось в плёнках Tb-Co, демонстрируют значительный рост намагниченности в сильных полях. Это обстоятельство является нетривиальным и заставляет ещё раз обратиться к методике определения зависимостей $M(H)$ и, в частности, к анализу роли подложки. В этой связи был поставлен специальный эксперимент, в ходе которого после измерения петли гистерезиса на образце $\text{SiO}_2/\text{Cu}/\text{Gd}_{24}\text{Co}_{76}/\text{Cu}$ плёнка была удалена с подложки, и на свободной подложке вновь измерена зависимость сигнала от поля. Результаты измерений показаны на рисунке 3.21 (кривые 1 и 2). Петля гистерезиса плёнки, полученная после учёта вклада от конкретной подложки, представлена на рисунке 3.21 (кривая 3). Сравнение этой зависимости $M(H)$ с петлями гистерезиса на рисунке 3.20 ещё раз указывает на корректность методики, которая в обработке результатов измерений основывается на учёте образцовой подложки.

В третьем образце ($\text{Si}/\text{Gd}_{36}\text{Co}_{64}/\text{Si}$) с относительно высоким содержанием Gd петли гистерезиса близки к прямоугольным, что говорит об отсутствии результирующей перпендикулярной анизотропии. Это может быть обусловлено высокой спонтанной намагниченностью данной плёнки, которая предопределяет доминирующую роль анизотропии формы. Интересно, что в этом случае и процесс намагничивания имеет иные характеристики. Рост намагниченности в сильных полях выражен намного слабее, а при $T = 10$ К он практически отсутствует. Это даёт основание считать, что наблюдающаяся высокополевая магнитная восприимчивость, скорее всего, обусловлена парапроцессом.

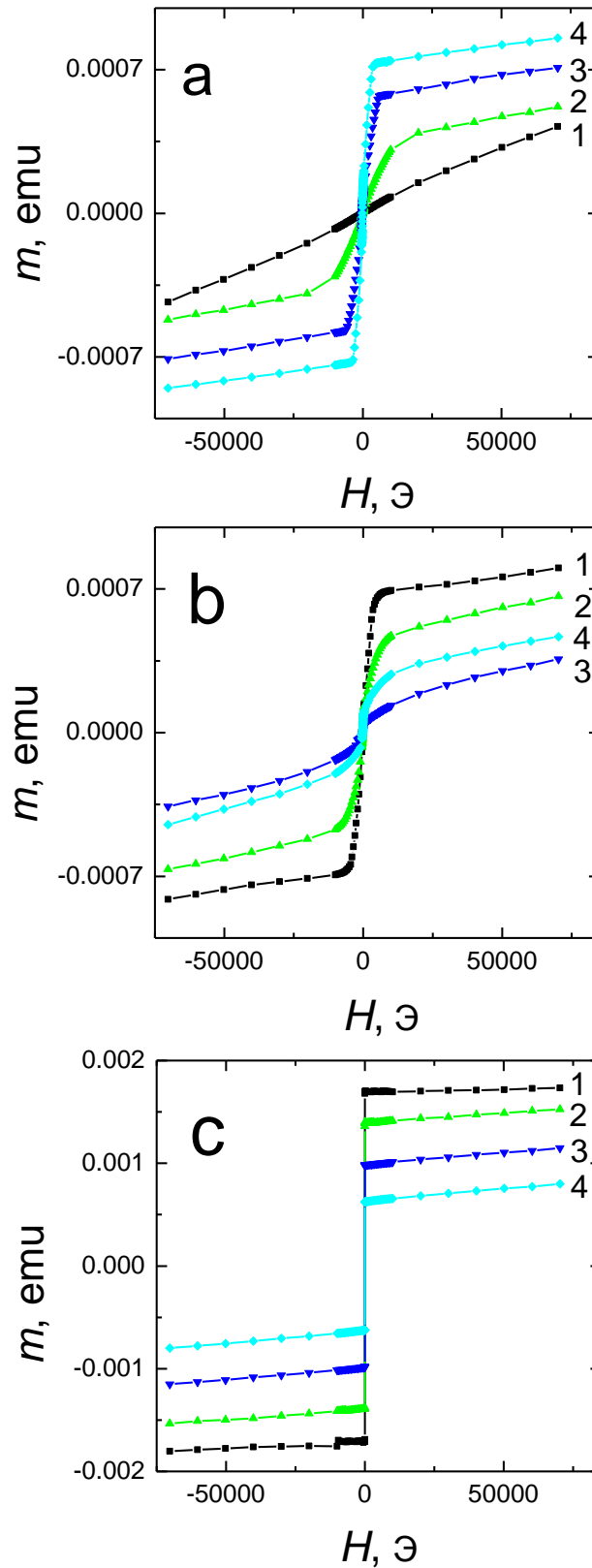


Рисунок 3.20 – Петли гистерезиса образцов $\text{Ti}/\text{Gd}_{14}\text{Co}_{86}/\text{Ti}$ (a), $\text{Cu}/\text{Gd}_{19}\text{Co}_{81}/\text{Cu}$ (b), $\text{Si}/\text{Gd}_{36}\text{Co}_{64}/\text{Si}$ (c) измеренные при температурах: 1 – 10; 2 – 100; 3 – 200; 4 – 300 К.

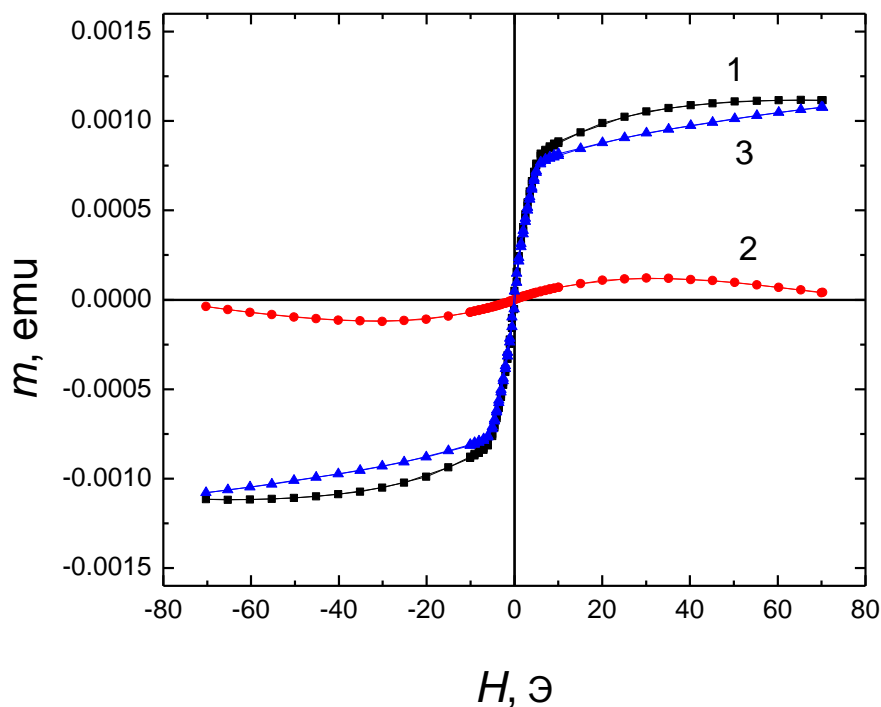


Рисунок 3.21 – Петли гистерезиса, измеренные при 5 К на образце $\text{SiO}_2/\text{Cu}/\text{Gd}_{19}\text{Co}_{81}/\text{Cu}$ (кривая 1) и на подложке SiO_2 от данного образца (кривая 2). Кривая 3 получена путём вычитания кривой 2 из кривой 1.

В совокупности представленные данные позволяют заключить, что обнаруженная в плёнках $\text{Ti}/\text{Gd}_{14}\text{Co}_{86}/\text{Ti}$ и $\text{Cu}/\text{Gd}_{19}\text{Co}_{81}/\text{Cu}$ аномально высокая магнитная восприимчивость в области сильных полей связана с характером их магнитной анизотропии и обусловлена деформацией ферромагнитной структуры. В области относительно малых полей деформация «маскируется» за счёт роста намагниченности, обусловленного поворотом результирующего магнитного момента. Поворот заканчивается в поле порядка поля анизотропии. В таком состоянии магнитная структура уже заметно отличается от коллинеарной, и дальнейшее увеличение напряжённости магнитного поля приводит к усилению уже сформировавшейся «угловой» структуры.

Сделанное заключение даёт основу для количественной оценки эффективности межподрешёточного обменного взаимодействия в плёнках Gd-Co. Наиболее удобно сделать это на примере образца $\text{Ti}/\text{Gd}_{14}\text{Co}_{86}/\text{Ti}$, для которого вблизи гелиевой температуры наблюдается магнитная компенсация (рисунок 3.21, а). В этом случае можно воспользоваться теоретическим описанием намагничивания одноосного антиферромагнетика, предложенным в [10]. В указанной работе, в частности, найдено, что восприимчивость магнитоодноосного антиферромагнетика, намагничиваемого перпендикулярно ОЛН, определяется выражением:

$$\chi_{\perp} = \frac{M_p^2}{2\lambda M_p^2 + K}, \quad (3.8)$$

, где M_p и $K/2$ намагниченность и константа анизотропии каждой из подрешёток соответственно; λ – константа молекулярного поля, описывающая межподрешёточный обмен в антиферромагнетике.

Из формулы (3.8) следует, что для оценки λ необходимо знать несколько параметров – M_p , χ , K . Для нахождения подрешёточной намагниченности можно воспользоваться зависимостью $M_s(x)$, полученной на системе $\text{La}_x\text{Co}_{100-x}$ (рисунок 3.4). Из неё следует, что при $x = 14$ ат.% величина спонтанной намагниченности, которая определяется только кобальтовой подсистемой, составляет 850 Гс. Можно полагать, что такое же значение намагниченности будет иметь подрешётка Co и в плёнке системы $\text{Gd}_x\text{Co}_{100-x}$ аналогичного состава. Очевидно, что в состоянии магнитной компенсации она будет совпадать с намагниченностью подрешётки Gd.

Для оценки константы анизотропии можно воспользоваться соотношением $H_a = 2K_1/M_s$, где H_a – поле анизотропии, а M_s – спонтанная намагниченность. Поскольку спонтанная намагниченность в состоянии магнитной компенсации отсутствует, и поле анизотропии найти нельзя, то для определения соответствующего значения K мы воспользовались экстраполяцией зависимости $K(T)$ на $T = 0$. Сама зависимость $K(T)$ была получена путём обработки кривых намагничивания, измеренных на образце $\text{Ti}/\text{Gd}_{14}\text{Co}_{86}/\text{Ti}$ при разных температурах, и подобных той, которая показана на рисунке 3.22 (кривая 2). Как можно заключить из рисунка 3.23, точки, отражающие зависимость $K(T)$, имеют значительный разброс, и наиболее рациональной их аппроксимацией является линейная функция. В итоге для состояния магнитной компенсации данного образца ($T \approx 10$ К) было получено значение $K = 9 \cdot 10^5$ эрг/см³.

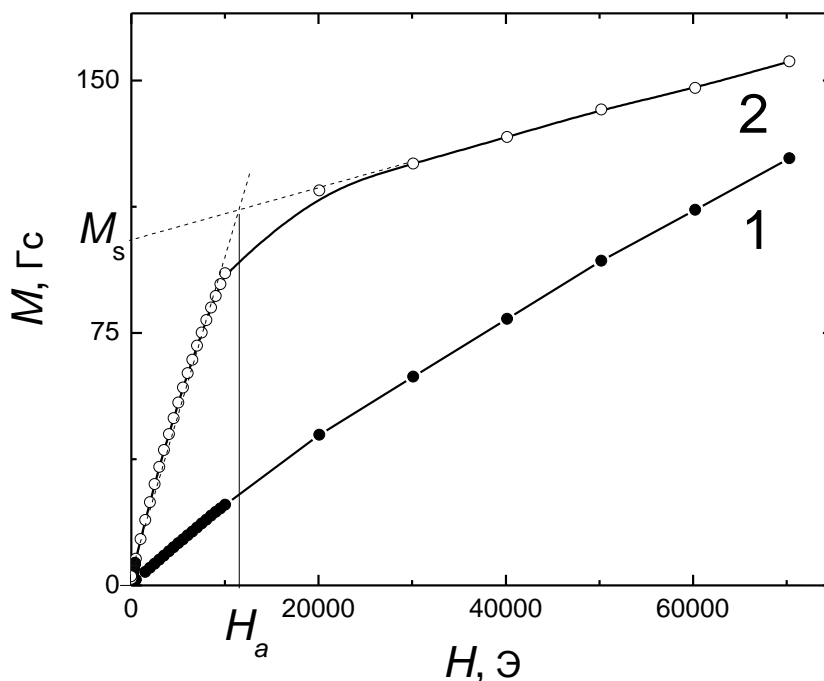


Рисунок 3.22 – Кривые намагничивания образца $\text{Ti}/\text{Gd}_{14}\text{Co}_{86}/\text{Ti}$ при температурах : 1 – 10 К; 2 – 100 К.

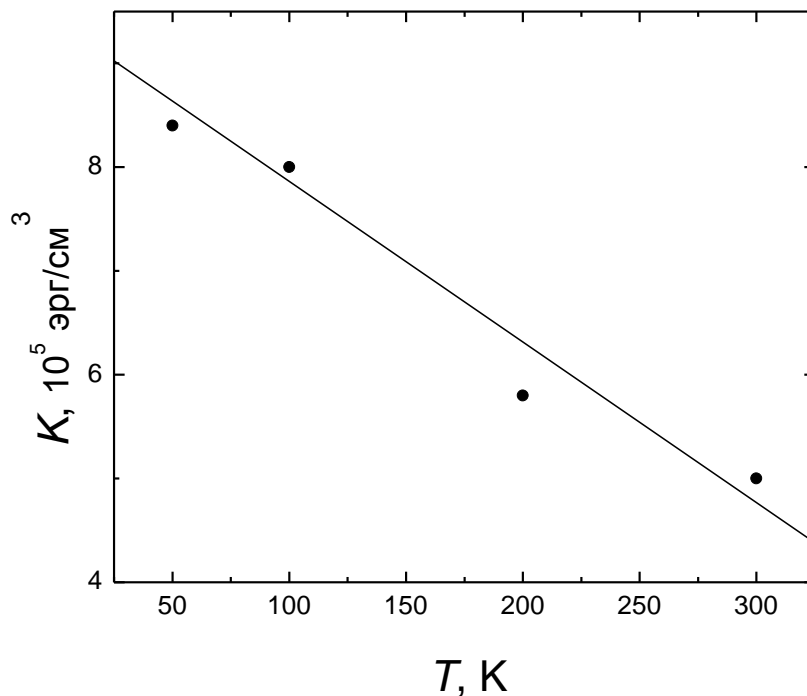


Рисунок 3.23 – Зависимость константы перпендикулярной анизотропии плёнки Ti/Gd₁₄Co₈₆/Ti от температуры.

Из рисунка 3.22 (кривая 1) также видно, что зависимость $M(H)$ при $T = 10$ К близка к линейной во всём использованном интервале магнитных полей. Это позволяет расценивать соответствующее магнитное состояние как компенсационное и определить магнитную восприимчивость $\chi_{\perp} = 18 \cdot 10^{-4}$. Исходя из формулы (3.8), по полученным данным может быть определена константа междоузельного обменного взаимодействия. Конкретное выражение для λ содержит два слагаемых:

$$\lambda = \frac{1}{2\chi_{\perp}} - \frac{K}{2M_s^2} \quad (3.9)$$

Причём в нашем случае, как показывают соответствующие вычисления, второе слагаемое пренебрежимо мало. Отсюда следует, что возможные неточности в определении константы анизотропии и спонтанной намагниченности в условиях деформации магнитной структуры практически не влияют на конечный результат. По нашим данным величина λ составила 280.

В литературе имеются данные по количественному описанию обменных взаимодействий в аморфных плёнках типа Gd-Co, которые получены на основе анализа температурных зависимостей спонтанной намагниченности. В частности, в [10] получено значения интеграла междоузельного обмена $J = 14 \cdot 10^{-16}$. На языке константы молекулярного поля по [11] это соответствует $\lambda = 134$. Наш результат имеет такой же порядок величины, но представляется более адекватным в силу отсутствия многопараметровых подгоночных процедур.

3.3 Наведённая магнитная анизотропия в аморфных плёнках Tb-Co

Средние значения атомных магнитных моментов и особенности магнитной структуры аморфных плёнок RE-Co, рассмотренные выше, в первую очередь задают величину и температурную зависимость спонтанной намагниченности. Не менее важным свойством аморфных сред, во многом определяющим их функциональную эффективность, является магнитная анизотропия. Причём отсутствие кристаллической структуры выводит на первый план альтернативные источники магнитной анизотропии, к которым относят анизотропию упругих напряжений, анизотропию в упорядочении пар атомов, анизотропию микроструктуры. Во многих случаях важным «инструментом» создания структурной анизотропии является спонтанная намагниченность M , управление которой осуществляется путем приложения внешнего магнитного поля. В таком случае говорят об M -наведённой анизотропии [12].

Главным объектом нашего исследования являются плёнки Tb-Co, в которых, как показано ранее [13] также может наблюдаться M -наведённая магнитная анизотропия, причём не в пример другим магнетикам очень сильная. Однако факторы, определяющие эту анизотропию, и механизмы её образования остаются невыясненными. Соответствующее исследование проведено нами. Его результаты изложены в данном параграфе.

3.3.1 Общая характеристика анизотропии магнитных свойств плёнок Tb-Co

Для исследования магнитной анизотропии однослойных плёнок Tb_xCo_{100-x} нами использовались плёночные образцы разного состава ($4 < x < 45$) полученные как методом магнетронного, так и высокочастотного ионно-плазменного распыления. Они находились в аморфном состоянии, что было подтверждено выборочным рентгеноструктурным анализом. В указанную выше область составов входит так называемый компенсационный состав ($x \sim 23$ ат. %), для которого при комнатной температуре намагниченности подрешеток Co и Tb оказываются равными, а спонтанная намагниченность, соответственно, равна нулю. Компенсационный состав условно делит все образцы на две группы с докомпенсационным и послекомпенсационным составом, то есть с относительно малым и относительно большим содержанием Tb. Такое деление можно использовать для анализа основных особенностей свойств, присущих систем Tb-Co

В качестве примера рассмотрим свойства образцов $Tb_{17}Co_{83}$ и $Tb_{29}Co_{71}$, полученных высокочастотным распылением и относящихся к докомпенсационной и послекомпенсационной областям составов соответственно. Для них на рисунке 3.24 представлены полевые зависимости намагниченности $M(H)$, измеренные при $T = 300$ К в трех разных направлениях: вдоль и перпендикулярно оси приложения технологического магнитного поля (ОТМП) в плоскости, а так же перпендикулярно плоскости образца.

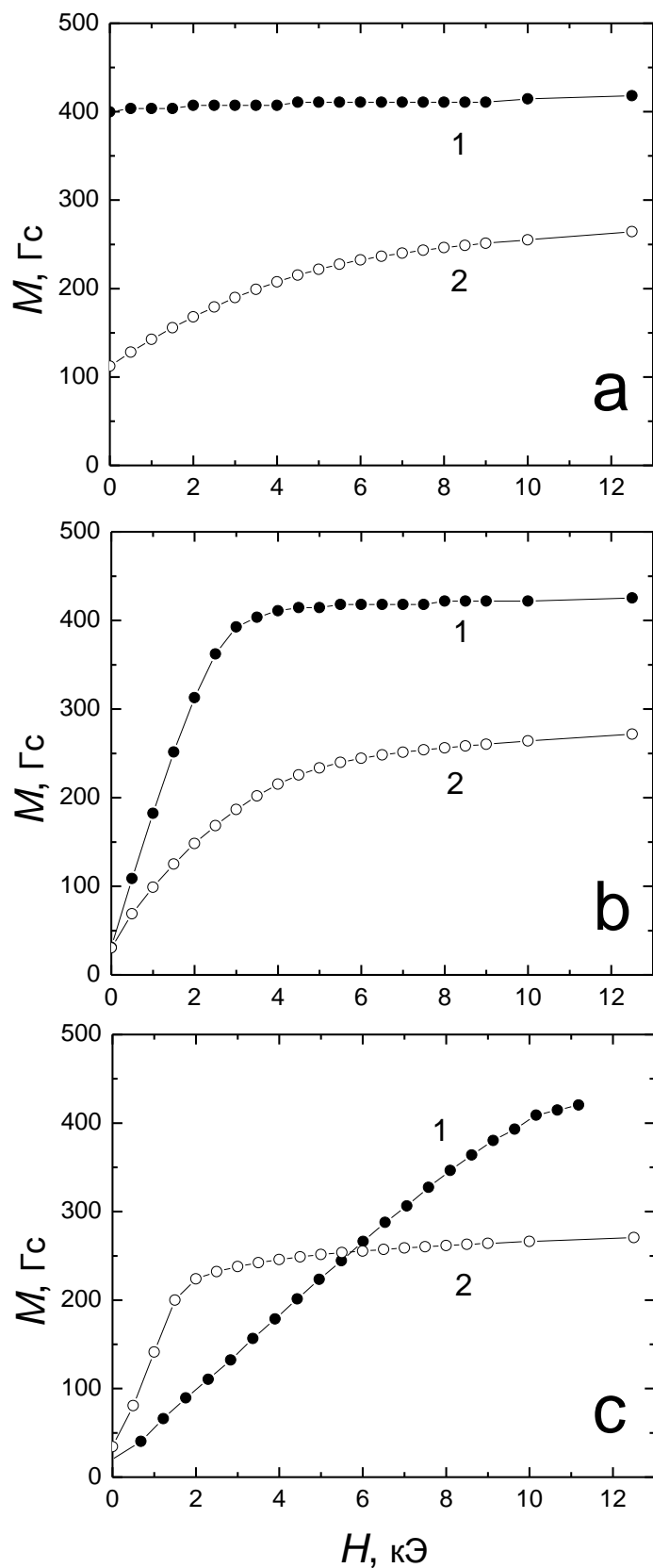


Рисунок 3.24 – Нисходящие ветви петель гистерезиса, полученные на пленочных образцах состава $Tb_{17}Co_{63}$ (кривые 1) и $Tb_{29}Co_{71}$ (кривые 2) при температуре 293 К вдоль различных направлений приложения внешнего магнитного поля: а – вдоль ОТМП; б - ОТМП; с – перпендикулярно плоскости.

Характер зависимостей $M(H)$, полученных на образце с докомпенсационным составом свидетельствует о наличии ярко выраженных направлений легкого, среднего и трудного намагничивания (кривые 1 на рисунках 3.24, a,b,c). Причем ось легкого намагничивания оказалась параллельной ОТМП, а ось трудного намагничивания перпендикулярной плоскости образца. Проведенный учет размагничивающего фактора не позволил воспроизвести вид нисходящих ветвей петель гистерезиса, измеренных в плоскости образца, что говорит о присутствии дополнительных вкладов в магнитную анизотропию, возникающих, например, за счет механических напряжений.

В случае послекомпенсационного состава наблюдается несколько иной характер магнитной анизотропии (кривые 2 на рисунках 3.24, a,b,c). В частности, появляется существенная дисперсия анизотропии, что находит отражение в менее выраженных направлениях легкого, среднего и трудного намагничивания, а так же в относительно слабой наведенной анизотропии в плоскости образца (сравни кривые 2 на рисунках 3.24, a и 3.24, b). Наиболее вероятными причинами наблюдаемых изменений являются сильная локальная анизотропия ионов тербия и значительная перпендикулярная составляющая магнитной анизотропии, обусловленная появлением, так называемой, столбчатой микроструктуры.

В качестве подтверждения приведенных выше предположений на рисунке 3.25 приведены изображения поверхности пленок соответствующих составов, полученные методом магнитосиловой микроскопии. Магнитный рельеф образца с докомпенсационным составом характеризуется слабым контрастом и отсутствием ярко выраженных особенностей, что свидетельствует об однородном распределении намагниченности. Для пленки с превалирующей тербиевой магнитной подрешеткой напротив, наблюдается сильный магнитный контраст. Он показывает присутствие в образце существенной магнитной неоднородности с характерным размером элементов не превышающим одного микрометра. Её можно трактовать как стохастическую магнитную структуру, свойственную многим аморфным и нанокристаллическим магнетикам [14], которая приводит к значительной дисперсии намагниченности образца в целом.

Для более полного описания магнитной анизотропии были проведены измерения магнитных свойств исследуемых образцов при различных температурах. На рисунке 3.26 приведены нисходящие ветви петель гистерезиса, измеренные вдоль разных направлений при 100 К. Нужно отметить, что понижение температуры рассмотренных выше образцов $Tb_{17}Co_{83}$ и $Tb_{29}Co_{71}$ привело, в первую очередь, к количественным изменениям, слабо повлияв на качественный ход кривых. В целом полученные данные наглядно демонстрируют общую тенденцию изменения магнитной анизотропии с составом: от ярко выраженного преобладания наведенной анизотропии в плоскости плёнки $Tb_{17}Co_{83}$ до практически полного ее отсутствия в плёнке $Tb_{38}Co_{62}$. Последний образец с максимальным содержанием тербия представляет особый интерес, поскольку при комнатной температуре он немагнитен, что не позволяет использовать технологическое магнитное поле для индуцирования магнитной анизотропии. И действительно, как показывают низкотемпературные измерения, анизотропия в плоскости такого образца отсутствует (сравни кривые 3 рис. 3.26, a,b). Количественная оценка показала, что его эффективная анизотропии практически полностью обусловлена анизотропией формы плёнки.

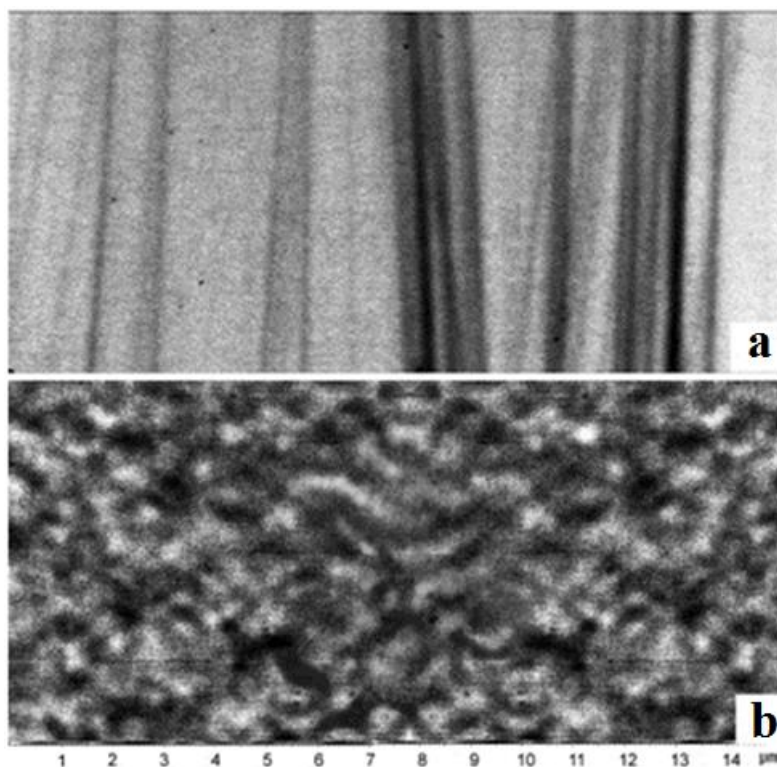


Рисунок 3.25 – Изображения поверхности образцов $Tb_{17}Co_{63}$ (a) и $Tb_{29}Co_{71}$ (b), полученные методом магнитосиловой микроскопии. (Исследование выполнено в УЦКП «Современные нанотехнологии»).

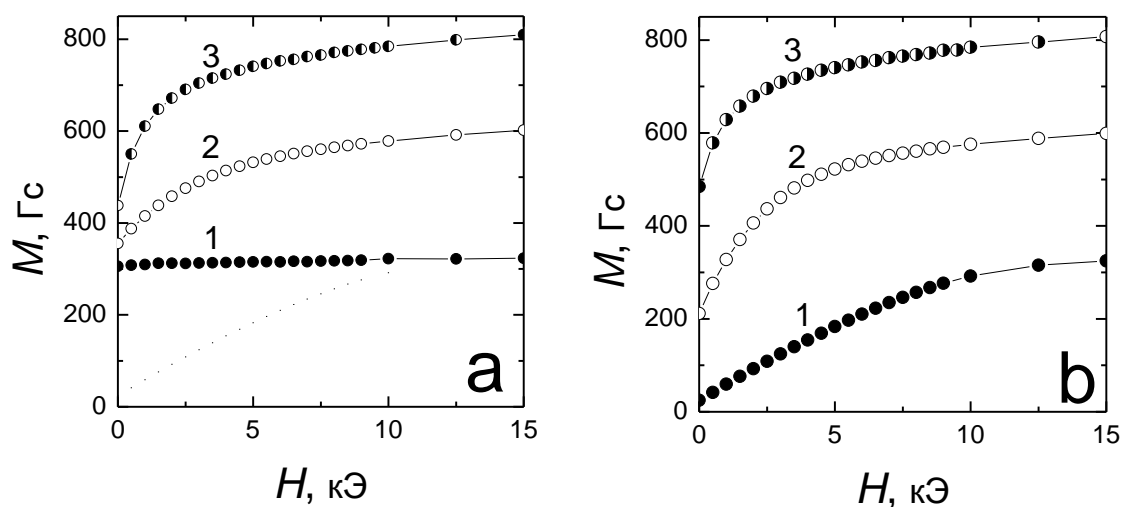


Рисунок 3.26 – Нисходящие ветви петель гистерезиса, полученные при температуре 100 К на образцах $Tb_{17}Co_{73}$ (кривые 1), $Tb_{29}Co_{71}$ (кривые 2), $Tb_{38}Co_{62}$ (кривые 3) вдоль ОТМП (a) и перпендикулярно ОТМП (б).

В качестве обобщающей иллюстрации изменения магнитной анизотропии образцов разных составов с температурой на рисунке 3.27 приведены температурные зависимости удельной остаточной намагниченности, полученные после приложения сильного магнитного поля (70 кЭ) в плоскости образца вдоль и перпендикулярно ОТМП. За нормирующее значение была принята величина спонтанной намагниченности, полученная путем линейной экстраполяции кривой $M(H)$ на значение $H = 0$. На всем интервале температур пленка с минимальным содержанием тербия (рис. 3.27.a) демонстрирует

сильную наведенную анизотропию, тогда как образец с максимальным содержанием тербия (рис. 3.27, с) в плоскости оказался практически анизотропным. Образцы с промежуточными составами имеют переходный характер анизотропии, при этом в области низких температур наблюдается усиление дисперсии магнитной анизотропии, что приводит к увеличению остаточной намагниченности как вдоль ОЛН, так вдоль перпендикулярной к ней оси.

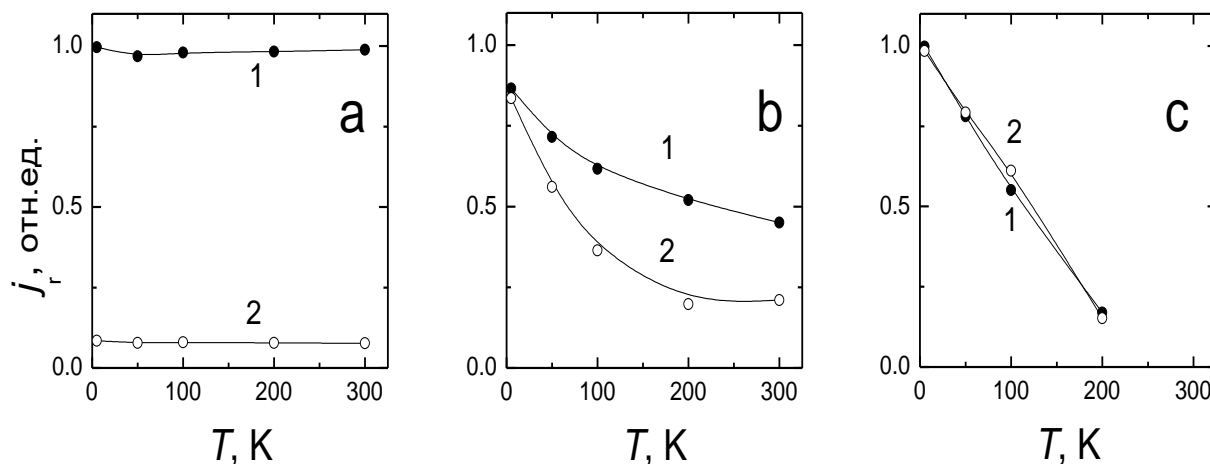


Рисунок 3.27 – Температурные зависимости приведенной остаточной намагниченности пленок состава Tb₁₇Co₇₃ (a), Tb₂₉Co₇₁ (b), Tb₃₈Co₆₂ (c). Значения j_r определены после намагничивания в поле напряжённостью 70 кЭ вдоль ОТМП (кривые 1) и перпендикулярно ОТМП (кривые 2).

Принимая во внимание результаты, полученные на образцах Tb-Co разного состава при различных температурах можно заключить, что магнитная анизотропия этих объектов имеет комплексный характер и включает в себя несколько основных составляющих: анизотропию формы, перпендикулярную анизотропию, обусловленную столбчатой микроструктурой, флуктуирующую локальную анизотропию ионов тербия и *M*-наведённую анизотропию. Последняя представляется наиболее интересной как с точки зрения механизма образования, так и в плане формирования функциональных свойств плёночных сред. В этой связи нами было проведено специальное исследование, направленное на выявление факторов, оказывающих существенное влияние на наведённую анизотропию. При этом мы исходили из двух наиболее вероятных источников анизотропии: одноосные растягивающие напряжения в плоскости плёнок; текстура в ориентации локальных ОЛН атомов тербия.

3.3.2 Влияние условий получения на наведённую магнитную анизотропию

Для определения условий возникновения магнитной анизотропии в плоскости образца и установления ее природы нами была произведена вариация некоторых технологических условий при получении образцов. В частности были рассмотрены следующие возможности влияния на анизотропию рассматриваемых плёночных объектов:

- снятие упругих напряжений путем использования специального типа подложки;
- искусственное создание дополнительных механических напряжений путем осаждения пленки на деформированную подложку с последующим её распрямлением;

- осаждение материала в отсутствие внешнего технологического магнитного поля;
- осаждение пленки в присутствии и высокочастотного электрического смещения на подложке.

Для получения образцов, свойства которых представлены в данном пункте, как правило, использовалась установка магнетронного распыления Ogiou-8, поскольку она обеспечивала наибольшую гибкость в выборе технологических параметров и лучший их контроль.

Снятие упругих напряжений путем использования подложки с полимерным покрытием.

При формировании плёнок методом ионного распыления происходит естественный нагрев осадка за счёт кинетической энергии падающих атомов. В нашем случае в рамках одного технологического цикла температура подложки поднималась до ~ 100 °С. В этой связи осаждение металлической пленки на диэлектрическую подложку может сопровождаться возникновением упругих растягивающих напряжений из-за разницы коэффициентов теплового расширения пленки и подложки. В присутствии магнитного поля не исключено также образование анизотропных механических напряжений. Их причиной может быть магнитострикционная деформация, которая фиксируется в процессе наращивания плёнки за счет её адгезионной связи с подложкой. Имея в виду положительный характер магнитострикции плёнок Tb-Co [15], в первом случае можно ожидать возникновения магнитной анизотропии типа плоскость лёгкого намагничивания, а во втором – ось лёгкого намагничивания.

Поэтому для проверки гипотезы о присутствии вклада упругих напряжений в формировании оси или плоскости лёгкого намагничивания нами были специально получены два образца одинакового состава ($Tb_{13}Co_{87}$). Один из них был осаждён непосредственно на стеклянную подложку (стандартный вариант), другой – на аналогичную подложку с полимерным покрытием. Выбор докомпенсационной области составов обусловлен тем, что для плёнок из этой области мала дисперсия ОЛН, и наблюдается яркая одноосная магнитная анизотропия. Прочие технологические параметры, такие как давление инертного газа, ускоряющее напряжение, напряженность магнитного поля, время осаждения и др., при получении обоих образцов были идентичны. Толщина полимерного покрытия составляла несколько микрометров, а тип полимера был выбран таким образом, чтобы обеспечить возможность релаксации упругих напряжений, появление которых возможно при осаждении пленки, без разрушения полимерных связей под действием температуры и ионного пучка. На рисунке 3.28 приведены нисходящие ветви петель гистерезиса, измеренные на полученных образцах в различных направлениях при комнатной температуре.

Из представленных данных можно заключить следующее. Во-первых, образцы, полученные на стандартной подложке методом магнетронного распыления обладают менее выраженной наведённой анизотропией, чем рассмотренные выше плёнки, полученные высокочастотным ионным распылением (сравни рисунки 3.28, а и 3.24). Во-вторых, наличие полимерного подслоя не привело к изменению типа магнитной анизотропии. Напротив, в образце с подслоем одноосная анизотропия в плоскости представляется даже более яркой. В-третьих, намагничивание вдоль нормали к плоскости стало более трудным (рисунок 3.28, б). Таким образом, все зависимости $M(H)$ на образце с

подслоем больше напоминают таковые для пленок, полученных высокочастотным ионным распылением. Иными словами, образец с подслоем имеет более выраженную ОЛН и минимальную перпендикулярную составляющую анизотропии. Последнее, в частности, может быть связано с отсутствием благоприятных условий для образования зародышей столбчатой микроструктуры на полимерном покрытии.

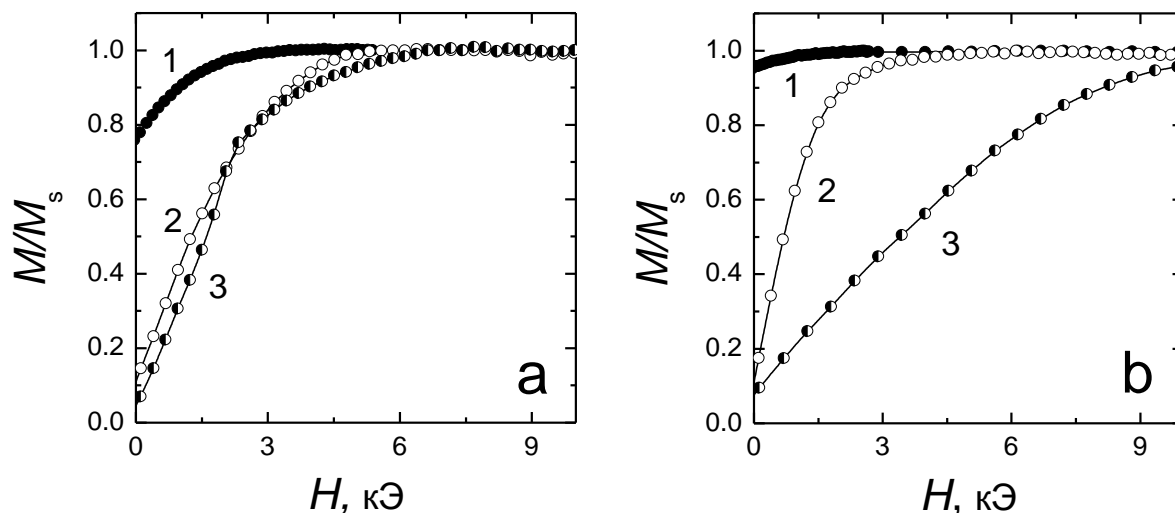


Рисунок 3.28 - Нисходящие ветви петель гистерезиса образцов $Ti/Tb_{13}Co_{87}/Ti$ осажденных на стеклянную подложку без покрытия (а) и с полимерным покрытием (б), измененные при температуре 293 К при различных ориентациях внешнего магнитного поля: 1 – вдоль ОТМП, 2 – перпендикулярно ОТМП, 3 – перпендикулярно плоскости образца.

В целом приведённые результаты нельзя считать исчерпывающими, поскольку они получены на единичных образцах. Тем не менее, в предварительном плане их можно рассматривать как косвенное указание на отсутствие в плёнках упругих механических напряжений, ответственных за наведённую одноосную магнитную анизотропию. Кроме того, полимерное покрытие, по-видимому, можно расценивать как фактор, влияющий на указанную анизотропию через механизмы уменьшения дисперсии анизотропии и ослабления перпендикулярной анизотропии.

Эффект повторного распыления осаждаемого материала.

Другая рассмотренная нами возможность влияния на магнитную анизотропию аморфных пленок Tb-Co состояла в модификации условий получения образцов. Как было отмечено в предыдущих разделах, часть описанных ранее пленок получена с использованием установки ионно-плазменного распыления УРМ3.279, особенностью которой является малое расстояние между распыляемой мишенью и подложкой, что приводит к горению плазмы в непосредственной близости от осаждаемой пленки. Эта технологическая особенность, в силу частичного повторного распыления (рераспыления) осажденного материала и потенциально большей концентрации атомов инертного газа может определённым образом отражаться на микроструктуре пленочных объектов. Можно ожидать, что она будет отличаться от микроструктуры плёнок, получаемых с использованием установок другого типа (например, магнетронного распыления), в которых горение плазмы происходит на некотором удалении от подложки.

Для того чтобы получить образцы Tb-Co в условиях, отличающихся лишь наличием или отсутствием эффекта рераспыления, нами была использована установка магнетронного напыления Orion-8. На ней были приготовлены два одинаковых по составу образца (Ti/Tb₁₅Co₈₅/Ti). При получении одного из них применялось высокочастотное электрическое смещение на подложке, другой был получен при отсутствии электрического смещения. Анализ магнитной анизотропии данных образцов, как и в предыдущих случаях, осуществлялся по кривым размагничивания при приложении поля вдоль трех основных осей. Соответствующие зависимости $M(H)$ представлены на рисунке 3.29.

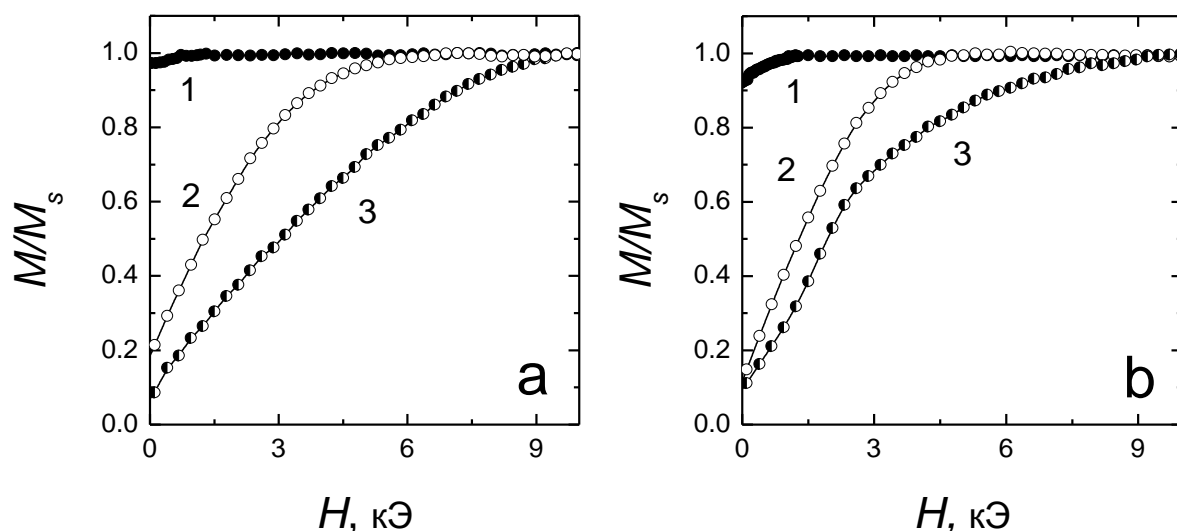


Рисунок 3.29 – Нисходящие ветви петель гистерезиса образцов Tb₁₅Co₈₅, полученных в разных условиях: а - высокочастотное электрическое смещение подложки; б – нейтральная подложка. Измерения выполнены в разных ориентациях намагничивающего поля: 1 – вдоль ОТМП, 2 – перпендикулярно ОТМП, 3 – перпендикулярно плоскости образца.

Несмотря на схожий характер полученных зависимостей, можно отметить, что наличие электрического смещения подложки приводит к некоторым изменениям в кривых размагничивания. Как и в случае использования полимерного подслоя, они относятся, главным образом, к кривым размагничивания, полученным вдоль ОТМП и вдоль нормали к плоскости образца. В частности, кривая 3 на рисунке 3.29, а имеет заметно меньший прогиб по сравнению с аналогичной кривой на рисунке 3.29, б, что можно рассматривать как проявление перпендикулярной составляющей магнитной анизотропии в плёнках, осаждённых на нейтральную подложку. Возможно, при формировании пленки в присутствии электрического смещения, вызывающего увеличение подвижности атомов осаждаемого вещества, происходит частичное разрушение столбчатых образований, ответственных за перпендикулярную анизотропию. В то же время, наблюдаемая особенность может быть связана и с различной дисперсией анизотропии в целом. Принимая во внимание различную концентрацию атомов инертного газа вблизи подложки при разных технологических условиях, нельзя исключать вариацию ближайшего окружения вокруг высокоанизотропных ионов, что неизбежно отразится на локальной одноионной анизотропии.

Влияние магнитного поля на наведённую магнитную анизотропию.

Магнитное поле естественно причислить к числу факторов, влияющих на M -наведённую анизотропию. Для оценки степени такого влияния было проведено сравнительное исследование образцов, осажденных по стандартной технологии, а также в отсутствии технологического магнитного поля. Плёнки имели докомпенсационный состав $Tb_{15}Co_{85}$, для которого, как отмечалось выше, характерна наиболее выраженная одноосная магнитная анизотропия в плоскости.

На рисунке 3.30 показаны нисходящие ветви петель гистерезиса, измеренные при комнатной температуре вдоль двух взаимно перпендикулярных осей в плоскости образцов, которые получены при наличии технологического магнитного поля напряженностью 250 Э (а) и в его отсутствии (б). Видно, что эти две плёнки кардинально различаются по характеру магнитной анизотропии. Если в первом случае анизотропия в плоскости присутствует и имеет ярко выраженный одноосный характер, то во втором – её просто нет, о чем говорит практически полное совпадение зависимостей $M(H)$, измеренных вдоль взаимноперпендикулярных направлений. Однако анализ кривых размагничивания, измеренных перпендикулярно плоскости данных образцов (рисунок 3.31), показал, что отсутствие технологического магнитного поля не устранило анизотропию в целом, но создало условия для реализации перпендикулярной анизотропии. Зависимость $M(H)$ для образца полученного без поля (кривая 2) имеет характерный вид, свидетельствующий о том, что нормаль является осью лёгкого намагничивания. Низкая остаточная намагниченность в данном случае обусловлена высоким размагничивающим фактором плёнки вдоль нормали к поверхности.

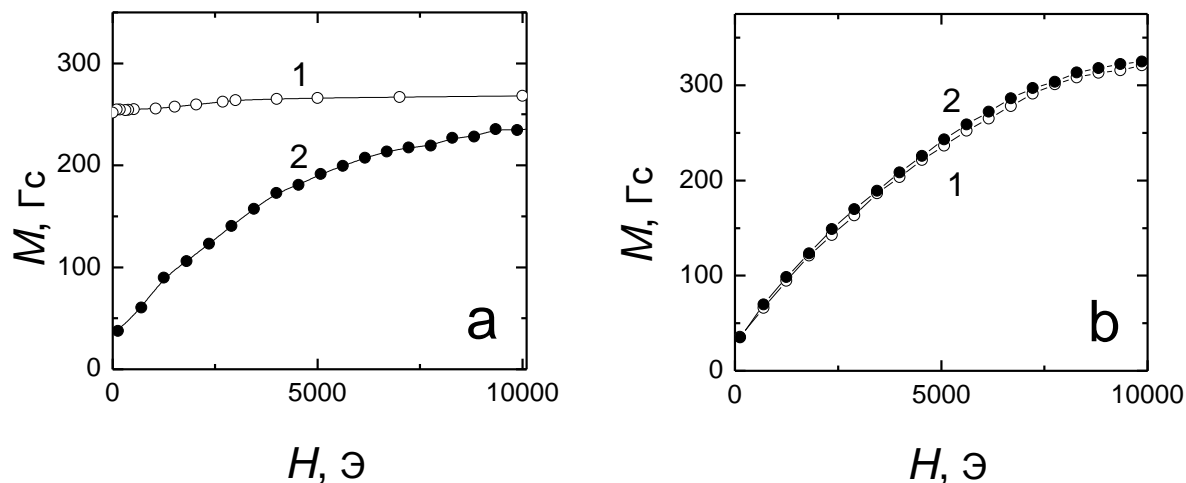


Рисунок 3.30 – Нисходящие ветви петель гистерезиса, измеренные в плоскости образцов $Ti/Tb_{15}Co_{85}/Ti$ полученных при температуре 293 К по стандартной технологии (а) и в отсутствии технологического магнитного поля (б) вдоль (кривая 1) и перпендикулярно (кривая 2) ОТМП.

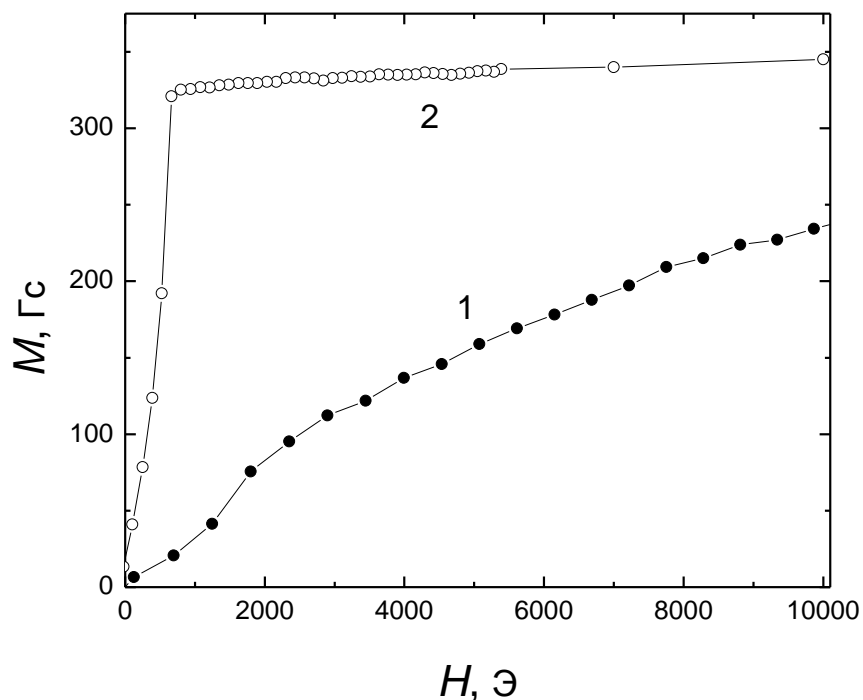


Рисунок 3.31 – Нисходящие ветви петель гистерезиса, измеренные в направлении перпендикулярном плоскости образцов $Ti/Tb_{15}Co_{85}/Ti$ полученных при температуре 293 К по стандартной технологии (кривая 1) и в отсутствии технологического магнитного поля (кривая 2).

Таким образом, полученные данные позволяют заключить, что присутствие магнитного поля в процессе формирования аморфных плёнок Tb-Co является определяющим условием образования наведённой одноосной магнитной анизотропии. Это свидетельствует о связи ОЛН с ориентацией намагниченности в растущей плёнке, но не решает вопрос о конкретном механизме анизотропии. Отметим также, что данный эксперимент явно указывает на присутствие в исследуемых объектах структурных элементов, задающих перпендикулярную анизотропию. Вероятно, одноосная анизотропия, формируемая в присутствии магнитного поля, является более сильной и подавляет перпендикулярную анизотропию. Но в случае, когда M -наведённая анизотропия отсутствует, перпендикулярная анизотропия становится определяющей.

Влияние упругих напряжений на наведённую магнитную анизотропию.

В средах с высокой магнитострикцией, к которым относятся аморфные плёнки Tb-Co [15], важную роль в формировании анизотропии могут играть внешние упругие напряжения. Для изучения этого вопроса был поставлен соответствующий эксперимент. Его суть состояла в осаждении плёнки на упруго деформированную стеклянную подложку. Деформация осуществлялась так, что поверхность подложки принимала форму близкую к цилиндрической, а осаждение плёнки проводилось на её внешнюю сторону. Стрела прогиба подложки на длине 2,5 см составляла 0,1 мм. Считалось, что распрямление подложки после окончания процесса напыления приведёт к возникновению в плёнке одноосных сжимающих напряжений. При положительной магнитострикции это должно выделять в плоскости плёнки ось лёгкого намагничивания, которая

перпендикулярна оси действия механических напряжений. Для исключения M -наведённой анизотропии эксперимент проводился на плёнках, полученных в отсутствие технологического магнитного поля.

На рисунке 3.32 для сравнения приведены нисходящие ветви петель гистерезиса двух плёнок, имеющих близкий состав ($Tb_{15}Co_{85}$) и осаждённых на свободную (а) и деформированную (б) подложки. Как видно, они имеют одинаковые по характеру зависимости $M(H)$, которые свидетельствуют о преобладании в плёнках перпендикулярной анизотропии. Более того, в образце, подвергнутом деформации, полевые зависимости намагниченности, измеренные вдоль различных осей в плоскости, практически неразличимы. Отсюда следует, что эффект магнитоупругой анизотропии в данном случае не имеет места.

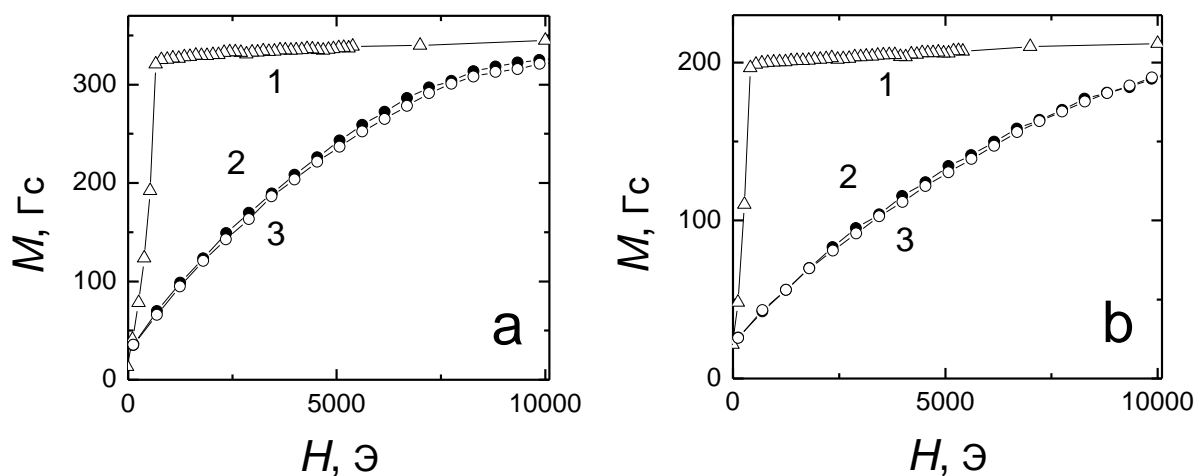


Рисунок 3.32 – Нисходящие ветви петель гистерезиса, измеренные вдоль нормали (кривые 1) и в плоскости вдоль двух взаимно перпендикулярных осей (кривые 2,3) на образцах $Ti/Tb_{15}Co_{85}/Ti$, осаждённых в отсутствие технологического магнитного поля на свободную (а) и деформированную (б) подложки.

Мы выполнили оценку величины магнитной анизотропии, которая должна была возникнуть в плёнке, деформированной в соответствии с условиями выполненного эксперимента. Для этого использовалось выражение:

$$K = \frac{8\lambda E \delta d}{L^2} \quad (3.10)$$

, где K – константа анизотропии; λ – коэффициент магнитоупругости (для состава $Tb_{15}Co_{85}$ был принят приблизительно равным $2 \cdot 10^{-4}$ [15]), E – модуль Юнга (был принят равным 10^{12} дин/см² [16]), δ – стрела прогиба, d – толщина подложки (0,2 мм), L – расстояние между деформирующими опорами. Соответствующие вычисления дали $K \sim 8 \cdot 10^4$ эрг/см³. В то же время константа перпендикулярной анизотропии в этих образцах оценивается на уровне 10^6 эрг/см³. Таким образом, отсутствие в эксперименте анизотропии, индуцированной упругими напряжениями, вероятно обусловлено подавляющим действием перпендикулярной анизотропии.

Резюме

В рамках данного раздела представлены результаты экспериментальной работы, направленной на изучение концентрационных зависимостей атомных магнитных моментов, магнитной структуры и наведённой магнитной анизотропии аморфных плёнок Tb-Co и выполненной с привлечением результатов исследования аморфных систем Gd-Co и La-Co.

На основе данных низкотемпературных магнитных измерений и прецизионного элементного анализа отработана методика определения атомных магнитных моментов редкоземельных металлов μ_R в составе бинарных аморфных композиций с кобальтом. Адекватность применённой методики подтверждена на примере коллинеарной ферромагнитной системы Gd-Co, для которой определённая величина μ_{Gd} оказалась независимой от состава и близкой к теоретическому значению для свободного атома. Аналогичный анализ системы Tb-Co показал снижение среднего (эффективного) значения атомного магнитного момента μ_{Tb} по мере увеличения содержания редкоземельного компонента. Это соответствует представлениям о сперимагнитном характере упорядочения в аморфных плёнках Tb-Co и связывается с увеличением угла разориентации локальных магнитных моментов в редкоземельной подрешётке. Установлено, что величина μ_{Tb} является технологически чувствительной характеристикой. В частности, для плёнок, полученных методом магнетронного распыления общий уровень значений μ_{Tb} оказался выше, чем для плёнок осажденных методом высокочастотного ионного распыления. Данное различие связывается с особенностями атомной структуры, влияющими на раствор конуса магнитных моментов в редкоземельной подрешётке.

Определены особенности магнитной структуры и закономерности высокополевого намагничивания аморфных плёнок Tb-Co и Gd-Co в основном состоянии. Показано, что для системы Tb-Co характерно наличие стохастической магнитной структуры со средним размером магнитных элементов ~ 1 мкм. Её образование является результатом конкуренции упорядочивающего действия обменной связи и разупорядочивающего действия флуктуирующей локальной анизотропии в системе магнитных моментов редкоземельных ионов. Процесс высокополевого намагничивания в этих плёнках имеет двухстадийный характер. Он включает вращение результирующих магнитных моментов в элементах стохастической структуры в области средних магнитных полей (до 20 кЭ) и изменение μ_{Tb} за счёт деформации (изменения угла раскрытия подрешётки Tb) сперимагнитной структуры в области высоких полей. Для плёнок Gd-Co характерна коллинеарная магнитная структура. При приложении магнитного поля перпендикулярно оси антиферромагнетизма она испытывает деформацию, обеспечивающую относительно высокую магнитную восприимчивость во всём использованном интервале магнитных полей (до 70 кЭ). На основе этих данных определена константа молекулярного поля, характеризующая обменное взаимодействие между подрешётками гадолиния и кобальта.

Выполнен поиск физико-технологических факторов, позволяющих реализовать и варьировать наведённую магнитную анизотропию в аморфных плёнках Tb-Co. Найдено, что критическую роль в формировании магнитоодноосной анизотропии в плоскости образцов играет магнитное поле, присутствующее при получении плёночных осадков. Тем

самым, показано, что эта анизотропия является *M*-наведенной. Эксперименты по использованию подложек с полимерным покрытием и деформации плёнок позволили заключить, что наведённая анизотропия имеет немагнитострикционное происхождение. Вероятно, определяющий вклад в неё вносит одноионная анизотропия Tb, которая тем самым демонстрирует наличие некоторого атомного упорядочения в аморфных плёнках. Такое упорядочение может возникнуть, в частности, за счёт обменной связи осаждающихся атомов Tb с уже сформированный и намагниченной плёнкой.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Uchiyama S. Magnetic properties of rare earth-cobalt amorphous films // *Materials Chemistry and Physics*.- 1995.- Vol. 42.- P. 38-44.
2. Malozemoff A.P., Williams A.R., Terakura K., Moruzzi V.L., Fukamichi K. Magnetism of amorphous metal-metal alloys // *JMMM*.- 1983.- Vol. 35(1-3).- P. 192-198.
3. Fujiwara H., Sugita Y., Saito N. Mechanism of rotatable anisotropy in thin magnetic films of Ni, Fe, and Ni-Fe // *Appl. Phys. Lett.*- 1964.- Vol. 4(12).- P. 199-200.
4. Hansen P., Clausen C., Much G., Rosenkranz M. and Witter K. Magnetic and magneto-optical properties of rare-earth transition-metal alloys containing Gd, Tb, Fe, Co // *J. Appl. Phys.*- 1989.- Vol. 66.- P. 756-767.
5. Taylor R.C., Gangulee A. Magnetization and magnetic anisotropy in evaporated GdCo amorphous films // *J. Appl. Phys.* – 1976.– Vol. 47(10).- P. 4666-4668.
6. Herzer G. Modern soft magnets: Amorphous and nanocrystalline materials // *Acta Materialia*.- 2013.- Vol. 61.- P. 718-734.
7. Iskhakov R.S., Komogortsev S.V. Magnetic Microstructure of Amorphous, Nanocrystalline, and Nanophase Ferromagnets // *Physics of Metals and Metallography*.- 2011.- Vol. 112.- P. 666–681.
8. Leamy H.J., Dirks A.G. Microstructure and magnetism in amorphous rare-earth–transition-metal thin films. II. Magnetic anisotropy // *J. Appl. Phys.*- 1979.- Vol. 50.- P. 2871-2882.
9. Белов К.П., Звездин А.К., Кадомцева А.М., Левитин Р.З. Ориентационные переходы в редкоземельных магнетиках.- М.: Наука. 1979.- 320 с.
10. Gangulee A., Kobliska N.J. Magnetic properties of amorphous Co-Gd-Mo-Ar thin films // *J. Appl. Phys.*- 1978.- Vol. 49(7).- P. 4169-4173.
11. Hasegawa R. Static bubble domain properties of amorphous Gd-Co films // *J. Appl. Phys.*- 1974.- Vol. 45(7).- P. 3109-3112.
12. Лесник А.Г. Наведённая магнитная анизотропия.- Киев: Наукова думка. 1975.- 163 с.
13. Балымов К.Г. Магнитные свойства аморфных пленок Gd-Co, Tb-Co и многослойных обменносвязанных пленочных структур на их основе: дисс. канд. физ.-мат. наук: 01.04.11 / Балымов Константин Геннадьевич.- Екатеринбург, 2011.- 158 с.
14. Harris R., Plischke M., and Zuckermann M.J. New Model for Amorphous Magnetism // *Phys. Rev. Lett.*- Vol. 31.- P. 160-163.
15. Betz J., Mackay K., Givord D. Magnetic and magnetostrictive properties of amorphous Tb_(1-x)Co_x thin films // *JMMM*.- 1999.- Vol. 207.- P. 180-187.
16. Wang W.H. The elastic properties, elastic models and elastic perspectives of metallic glasses // *Progress in Materials Science*.- 2012.- Vol. 57.- P. 487–656.

4 МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ПЛЁНОЧНЫХ СТРУКТУР, СОДЕРЖАЩИХ АМОРФНЫЕ СЛОИ Tb-Co

Согласно литературным данным, представленным в работах, выполненных, в частности, с нашим участием [1], аморфные плёнки Tb-Co могут быть использованы в качестве эффективных закрепляющих слоёв в структурах с однонаправленной анизотропией. Это физическое явление наблюдается в слоистых плёнках и состоит в смещении петли гистерезиса магнитомягкого слоя по оси полей, благодаря его поверхностной обменной связи с антиферромагнитным или магнитотвёрдым слоями. На практике однонаправленная анизотропия применяется для обеспечения однородно намагниченного состояния или магнитного закрепления магнитомягкого слоя в плёночных средах, функционирующих на основе эффектов анизотропного магнитосопротивления [2], гигантского магнитосопротивления [3], гигантского магнитного импеданса [4].

По своей природе однонаправленная анизотропия является многофакторным явлением. Она реализуется как определённая суперпозиция индивидуальных свойств закрепляющего и закреплённого магнитных слоёв, а также в условиях их активного, в первую очередь, обменного взаимодействия. Закрепляющий слой должен обладать повышенной устойчивостью магнитного состояния к внешнему магнитному полю. Она обеспечивается антиферромагнетизмом или высококоэрцитивным состоянием этого слоя. Аморфные плёнки Tb-Co обладают достаточно высокой коэрцитивной силой, особенно вблизи состояния магнитной компенсации, и по данному критерию вполне подходят для использования в составе структур с однонаправленной анизотропией. Этому способствует и высокая одноосная магнитная анизотропия, которая, как показано в разделе 3, может целенаправленно индуцироваться в плоскости плёнок, не смотря на отсутствие в них дальнего структурного порядка. В то же время сперимагнитный характер упорядочения и наличие стохастической магнитной структуры слоёв Tb-Co могут приводить к особенностям в формировании обменной связи с прилегающими магнитомягкими слоями и тем самым отражаться на свойствах последних. В данном разделе представлены результаты исследования таких особенностей применительно к магнитомягким слоям некоторых 3d-металлов и их сплавов.

4.1 Общая характеристика свойств плёнок T/Tb-Co ($T=Fe_{20}Ni_{80}$, Co)

Общая характеристика технологии получения плёнок и слоистых плёночных структур описана в разделе 2. Здесь лишь отметим, что при выполнении разных экспериментов, в том числе направленных на оптимизацию свойств двухслойных плёнок как функциональной среды, применялся различный порядок следования магнитных слоёв. В ряде случаев непосредственно на стеклянную подложку осаждался слой Tb-Co, а затем магнитомягкий слой. При этом защитное покрытие не наносилось. В других образцах реализовывался обратный порядок формирования магнитных слоёв, и тогда защитный

слой присутствовал. Как показал опыт, структурные и магнитные свойства плёнок при этом практически не различались.

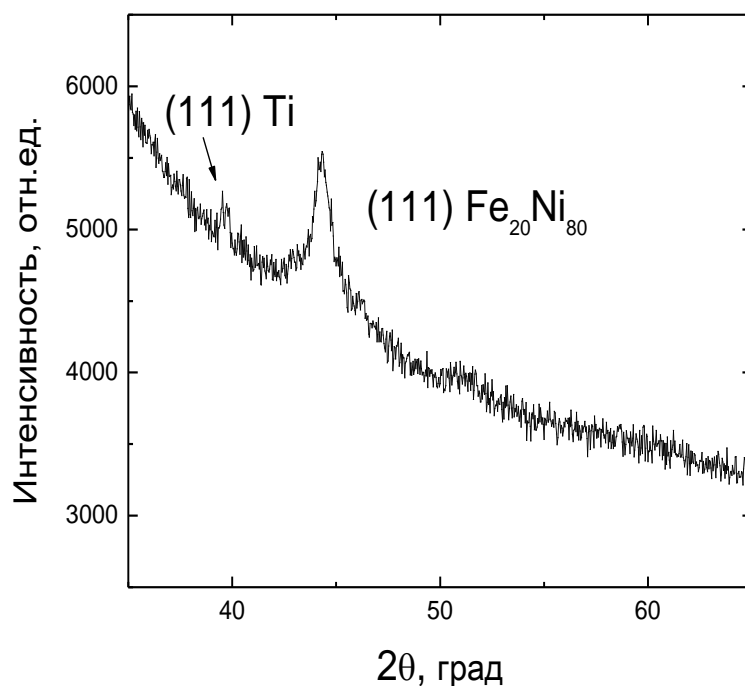


Рисунок 4.1 – Дифрактограмма образца $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(40\text{нм})/\text{Tb}_{35}\text{Co}_{65}(100\text{нм})/\text{Ti}(10\text{нм})$.

В качестве примера рисунке 4.1 для показана рентгеновская дифрактограмма образца $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(40\text{нм})/\text{Tb}_{35}\text{Co}_{65}(100\text{нм})/\text{Ti}(10\text{нм})$. Как видно, на ней выявляется только два рефлекса. Более интенсивный можно идентифицировать как линию (111) г.ц.к. решётки пермаллоя. Оценка по формуле Шерера приводит к среднему размеру соответствующих кристаллитов ~ 12 нм. Второй рефлекс относится к слою Ti. Слой Tb-Co не даёт дифракционных пиков, что говорит о его рентгеноаморфном состоянии.

4.1.1 Особенности однонаправленной анизотропии и гистерезисных свойств плёнок ТМ/Tb-Co

Для создания однонаправленной магнитной анизотропии в прилегающем магнитомягком слое аморфный ферромагнетик Tb-Co должен иметь состав, у которого в рабочем диапазоне температур будет преобладать намагниченность редкоземельной подрешетки. В противном случае возникнет система из двух магнитных слоев с сонаправленными намагниченностями. Как показывает опыт, её перемагничивание, не смотря на большую разницу в коэрцитивной силе слоёв, осуществляется по единой петле гистерезиса. Главной причиной этого является сильная обменная связь, которая устанавливается между слоем 3d-металла и аморфным слоем. Для иллюстрации на рисунке 4.2 показана петля гистерезиса плёнки $\text{Tb}_{19}\text{Co}_{81}(110\text{нм})/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(40\text{нм})$. В данном случае величина коэрцитивной силы H_c оказалась на порядок меньше, чем в однослойных пленках $\text{Tb}_{19}\text{Co}_{81}$, но значительно выше значений H_c , характерных для пермаллоя. Реальная величина коэрцитивной силы представляет собой некий компромисс между H_c пермаллоя и Tb-Co.

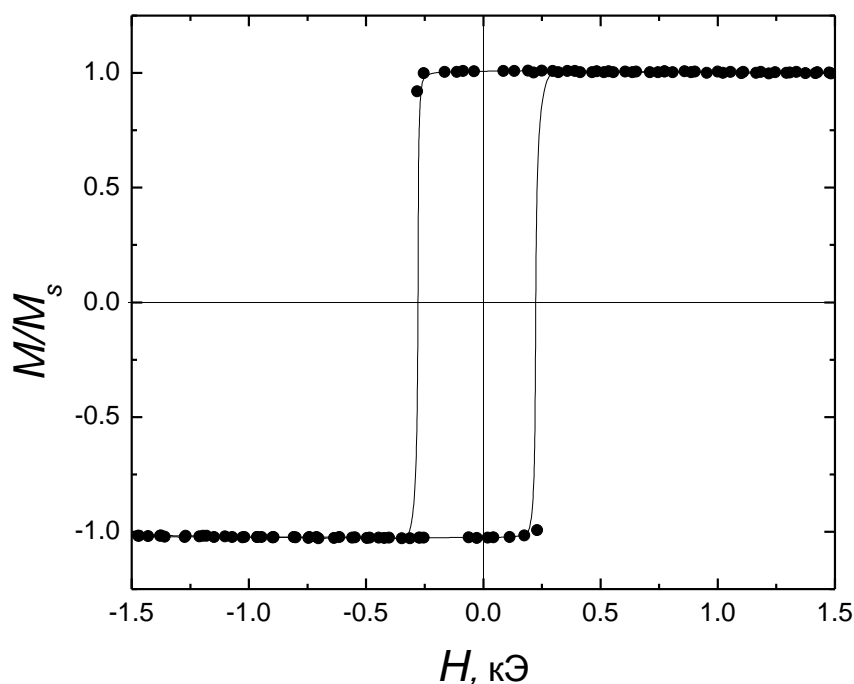


Рисунок 4.2 – Петля гистерезиса пленки $\text{Ti/Tb}_{19}\text{Co}_{81}(110\text{nm})/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(40\text{nm})/\text{Ti}$, измеренная в плоскости плёнки вдоль оси приложения технологического поля при температуре 300 К.

Альтернативой являются двухслойные структуры с так называемой отрицательной межслойной связью, которая обеспечивает антипараллельную ориентацию векторов спонтанной намагниченности в прилегающих слоях. В плёночных структурах T/Tb-Co такая связь возникает в случае, когда в аморфном слое превалирует намагниченность редкоземельной подрешётки. Заметим, что в рассматриваемой ситуации термин «отрицательная связь» носит несколько формальный характер. Реально между слоем 3d-металла и магнитной подрешёткой Co в ферритмагнитном слое Tb-Co действует положительное обменное взаимодействие. Считается, что оно играет главную роль в межслойном обмене и обеспечивает сонаправленную ориентацию намагниченностей указанных подсистем [5]. Тербиевая подсистема также участвует в межслойном обмене. Именно она находится в отрицательной обменной связи со слоем 3d-металла. Известно, что обмен между 3d- и 4f-ионами в силу своего косвенного характера является менее сильным, чем 3d-3d. Но, учитывая его дальнедействующий характер, нельзя исключить того, что именно в обеспечении межслойной связи значение взаимодействия между тербиевой подсистемой и 3d-слоем достаточно велико.

На рисунке 4.3 показаны петли гистерезиса, измеренные вдоль различных направлений на образце, содержащем ферритмагнитный слой, в котором преобладают магнитные моменты тербиевой подрешетки. Ступенчатый характер петли, полученной при приложении поля вдоль ОТМП (ось технологического магнитного поля), указывает на послойное перемагничивание, а возникающий «перехлест» восходящей и нисходящей ветвей обусловлен тем, что при температуре выполнения измерений намагниченность слоя пермаллоя превышает намагниченность аморфного слоя. Благодаря «отрицательной» межслойной связи, перемагничивание $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ происходит в положительных полях путем

постепенного разворота намагниченности и сопровождается исчезновением межслойной квазидоменной стенки, которая образуется в состоянии технического насыщения образца (см. схему на рисунке 4.3, а). Высокополевое изменение намагниченности относится к слою Tb-Co, перемагничивание которого происходит скачком, что выражается в более резком характере соответствующей ступеньки на петле гистерезиса.

Перемагничивание плёнки в плоскости перпендикулярно ОТМП также происходит поэтапно (рисунок 4.3, б). Изменение намагниченности в относительно слабых полях ($H < \pm 0,3$ кЭ) происходит практически безгистерезисно и отражает поворот намагниченности в слое пермаллоя. В более сильных полях ($H < \pm 5$ кЭ) происходит поворот намагниченности и в аморфном слое. Небольшой гистерезис, наблюдающийся при этом, является естественным следствием дисперсии магнитной анизотропии, свойственной плёнкам Tb-Co. Петля гистерезиса, измеренная вдоль нормали к поверхности плёнки, имеет качественно подобный характер. Однако в более слабых полях в данном случае, по-видимому, намагничивается аморфный слой, который обладает меньшей спонтанной намагниченностью и соответственно характеризуется меньшим размагничивающим полем, наличие которого и затрудняет процесс намагничивания вдоль нормали. Таким образом, можно констатировать, что в рассматриваемой структуре оба слоя проявляют одноосную магнитную анизотропию в плоскости с ОЛН параллельной ОТМП. Задающим здесь выступает слой Tb-Co, в котором, как показано в предыдущем разделе, присутствует сильная M -наведённая анизотропия. Благодаря межслойной связи, она в определённой мере транслируется и в слой пермаллоя.

При выполнении измерений зависимости $M(H)$ вдоль и перпендикулярно ОЛН в диапазоне полей не превышающих H_c слоя Tb-Co можно получить частные петли гистерезиса, соответствующие перемагничиванию слоя пермаллоя (рисунок 4.4). Из представленных данных видно, что вдоль ОЛН (рисунок 4.4, а) петля слоя $Fe_{20}Ni_{80}$ оказывается смещённой по оси магнитных полей в направлении намагниченности аморфного слоя. Кроме того, благодаря особенностям магнитной структуры в интерфейсной области (неоднородность типа доменной стенки), петля имеет асимметричную форму. Это вносит некоторую неоднозначность в количественное описание процесса перемагничивания слоя пермаллоя. Для её устранения мы использовали следующую методику.

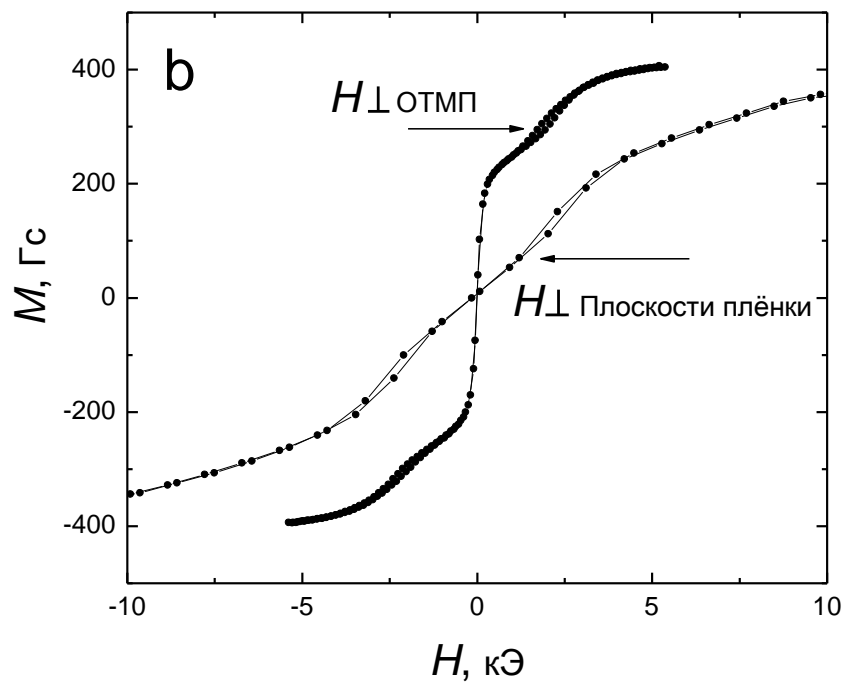
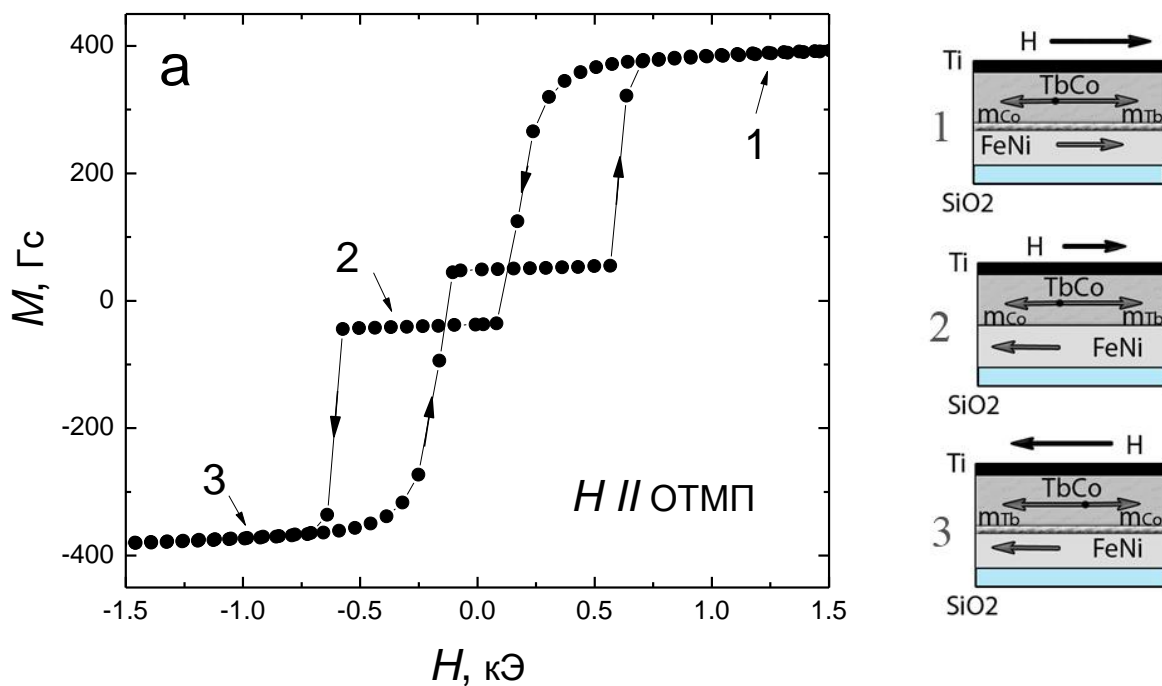


Рисунок 4.3 – Полная петля гистерезиса, измеренная на образце $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(50\text{nm})/\text{Tb}_{28}\text{Co}_{72}(110\text{nm})/\text{Ti}(11\text{nm})$ вдоль ОТМП (а), перпендикулярно ОТМП и перпендикулярно плоскости пленки (б) при комнатной температуре. Схемы 1, 2, 3 на рисунке (а) иллюстрируют основные магнитные состояния слоистой структуры, отмеченные на петле гистерезиса соответствующими цифрами.

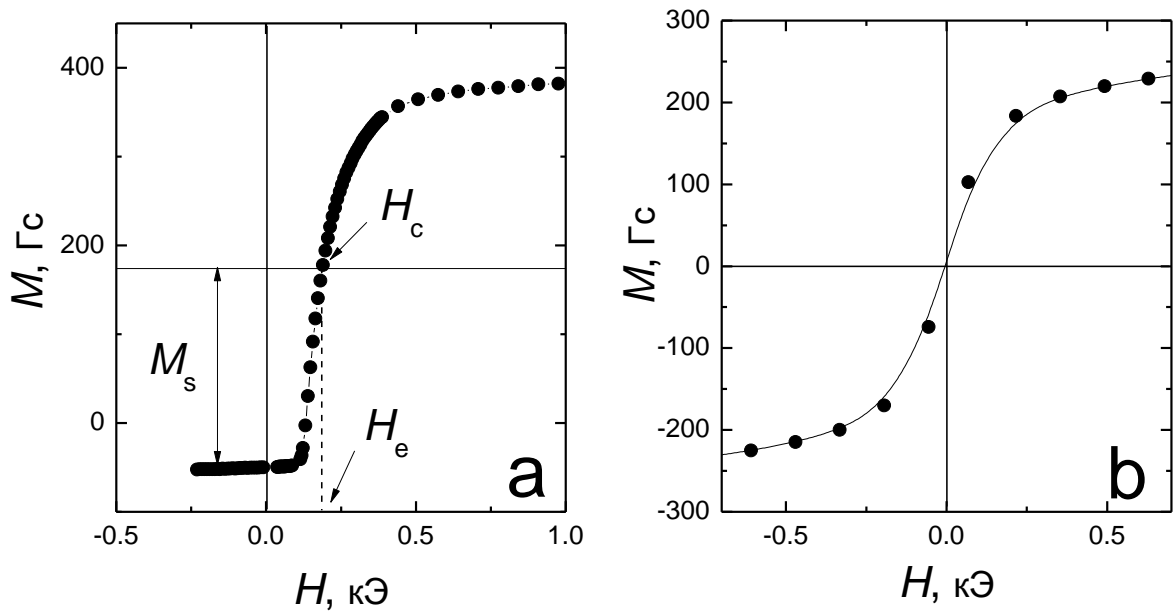


Рисунок 4.4 – Частные петли гистерезиса, измеренные при температуре 293 К на образце $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(50\text{нм})/\text{Tb}_{28}\text{Co}_{72}(110\text{нм})/\text{Ti}(11\text{нм})$ вдоль (а) и перпендикулярно (б) ОЛН.

Считалось, что в отсутствии поля намагниченности слоев в плёночной структуре антипараллельны, и неоднородности типа доменной стенки в ней отсутствуют. Этот уровень принимался соответствующим состоянию магнитного насыщения пермаллоя. Для определения положения середины петли он смещался по оси намагниченностей на величину намагниченности насыщения пермаллоя в плёночном состоянии (определялась на однослойной пленке $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$). Определённые на этом уровне смещение центра частной петли по оси полей принималось за поле однонаправленной анизотропии (поле обменного смещения) H_e , а полуширина петли – за коэрцитивную силу H_c слоя пермаллоя. Данная процедура позволяла исключить неопределённость при идентификации состояния магнитного насыщения образцов в области больших полей, вносимую межслойным магнитным интерфейсом и высокополевой восприимчивостью аморфного слоя.

Интересно отметить, что при определенных условиях в плёнках типа $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb-Co}$ наблюдается практически безгистерезисное перемагничивание магнитомягкого слоя. Это указывает на то, что данный процесс осуществляется за счёт вращения намагниченности, при котором в области межслойного структурного интерфейса образуется магнитный интерфейс. В нём намагниченность распределяется в виде спирали, которую можно рассматривать как некое подобие доменной границы. Данное обстоятельство позволило предположить, что и для других Т-металлов, имеющих относительно высокую H_c в свободном состоянии, в составе структуры Т/Тб-Со будет наблюдаться аномально низкий магнитный гистерезис.

Перпендикулярно ОЛН (рисунок 4.4, б) перемагничивание также происходит практически безгистерезисно, но петля гистерезиса является симметричной. В отличие от случая обычной одноосной магнитной анизотропии данная зависимость $M(H)$ существенно нелинейна, поскольку её формирование происходит путём некогерентного вращения намагниченности. Грубая оценка поля анизотропии даёт величину ~ 200 Э, что

почти на два порядка превышает типичные значения поля наведённой анизотропии в плёнках пермаллоя. Это ещё раз указывает на наличие сильной межслойной связи слоя пермаллоя с аморфным слоем Tb-Co, обладающим большой наведённой анизотропией.

В другом варианте материалом T-слоя был выбран Co. При этом ожидалось, что в силу высокой намагниченности и интенсивности обменного взаимодействия в слое Co, а также идентичности 3d-металла в закреплённом и закрепляющем слоях, однонаправленная анизотропия в плёнках типа Co/Tb-Co будет существенно выше. На рисунке 4.5 показаны полные петли гистерезиса образца Co(50нм)/Tb₂₇Co₇₃(110нм)/Ti(1нм), измеренные при температуре 293 К вдоль различных осей. Заметим, что в данном случае состав аморфного слоя не мог быть определён непосредственно из-за присутствия слоя кобальта. Поэтому он указан на основании косвенных данных по известным концентрационным зависимостям спонтанной намагниченности системы Tb-Co (см. параграф 3.2). В целом они подобны вышеописанным петлям плёнок Fe₂₀Ni₈₀/Tb-Co/Ti и показывают, что вдоль ОТМП имеет место ступенчатое изменение намагниченности, а перпендикулярно ОТМП перемагничивание происходит достаточно плавно и практически безгистерезисно. Таким образом, можно заключить, что в плёночной структуре данного типа между слоями Co и Tb-Co имеется достаточно сильная связь, и ОТМП является осью лёгкого намагничивания для обоих слоёв.

Однако плёночные структуры, содержащие слой Co, обнаружили и определённую специфику в формировании слоистой магнитной структуры. Это проявилось в некоторой неоднозначности зависимостей $m(H)$. Как видно из рисунка 4.5, а, уровень одной из «ступенек» изменяется в зависимости от величины максимального магнитного поля H_{\max} , в котором происходит измерение петли гистерезиса. По всей видимости, между слоями Co и Tb-Co присутствует относительно протяжённая переходная область переменного состава. Поскольку в использованном ферромагнитном слое Tb-Co превалирует намагниченность Tb, то эта область должна захватывать и компенсационный состав, которому соответствует высокая устойчивость к внешнему магнитному полю. Другими словами часть межслойного интерфейса вблизи компенсационного состава, по-видимому, образует субслой, который обладает повышенной коэрцитивной силой и в определённых условиях выступает третьим магнитным элементом, определяющим специфику перемагничивания. Однако конкретный механизм, ответственный за появление дополнительной ступеньки на кривой $m(H)$ с зависящей от амплитуды внешнего магнитного поля высотой, на данный момент окончательно не выяснен. Работа в этом направлении будет продолжена.

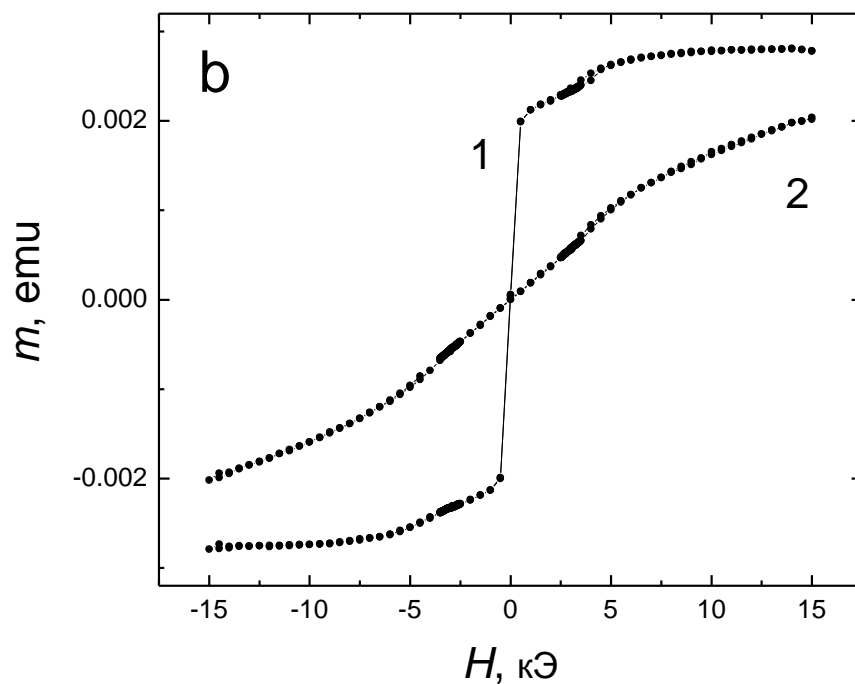
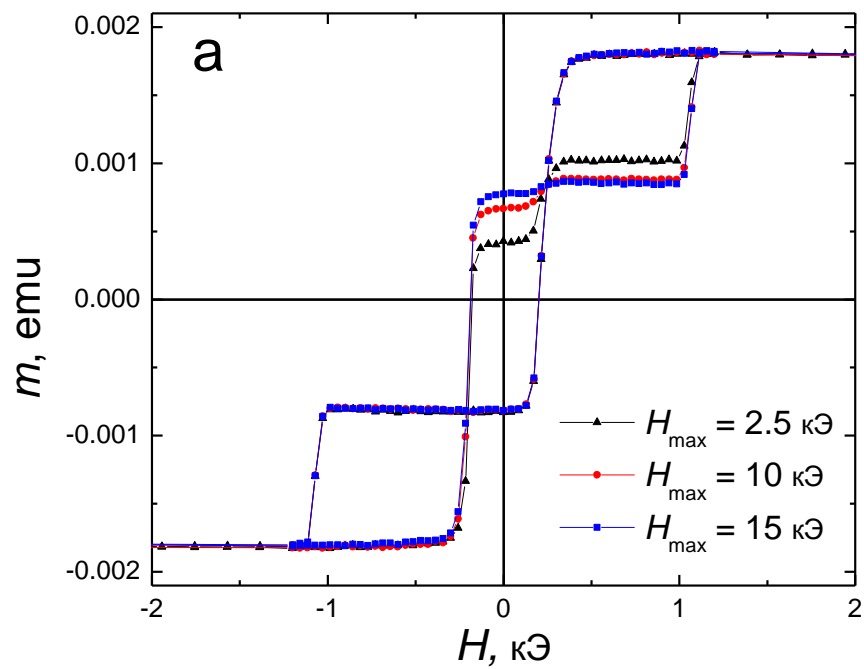


Рисунок 4.5 – Полные петли гистерезиса пленки $\text{Co}(50\text{nm})\text{Tb}_{27}\text{Co}_{73}(110\text{nm})/\text{Ti}(11\text{nm})$, измеренные при температуре 293 К вдоль (а) и перпендикулярно (б) ОТМП. Различные кривые на рисунке (а) соответствуют разной амплитуде перемагничивающего поля H_{max} , на рисунке (б) - разной ориентации перемагничивающего поля: 1 – в плоскости плёнки; 2 – перпендикулярно плоскости плёнки.

Частная петля гистерезиса, соответствующая перемагничиванию слоя Co , показана на рисунке 4.6. Как видно, она смещена по оси полей и имеет малую ширину. Полученный

результат подтвердил высказанное ранее предположение о возможности реализации низкого гистерезиса в ферромагнитном слое с однонаправленной анизотропией. Коэрцитивная сила слоя Co оказалась менее 1 Э, тогда как для свободной плёнки соответствующей толщины она составляет около 40 Э. Отметим также более резкий характер перемагничивания слоя Co по сравнению со слоем пермаллоя, Это можно связать с более высокой спонтанной намагниченностью Co, что должно приводить к уменьшению толщины магнитного интерфейса (квазидоменной стенки). Не исключено также, что в этом проявляется специфика магнитной структуры межслойной области, отмеченная выше.

Анализ эффективности межслойного взаимодействия в структурах, содержащих закреплённые слои разного состава нужно проводить с учётом их спонтанной намагниченности, например, на основе выражения [6]:

$$H_e = K_{CB} / (LM_s) \quad (4.1)$$

, где K_{CB} - константа поверхностного межслойного взаимодействия, L и M_s – закреплённого магнитомягкого слоя. Типичные значение H_e для слоя пермаллоя толщиной 50 нм составляет 180 Э. При $M_s = 810$ Гс Это даёт $K_{CB} = 0,73$ эрг/см². Для слоя Co аналогичной толщины, который имеет $M_s = 1420$ Гс и показал $H_e = 220$ Э, $K_{CB} = 1,56$ эрг/см². Таким образом, не смотря на сопоставимые значения H_e , межслойный обмен в структуре типа Co/Tb-Co осуществляется значительно интенсивней, чем в структурах со слоями пермаллоя.

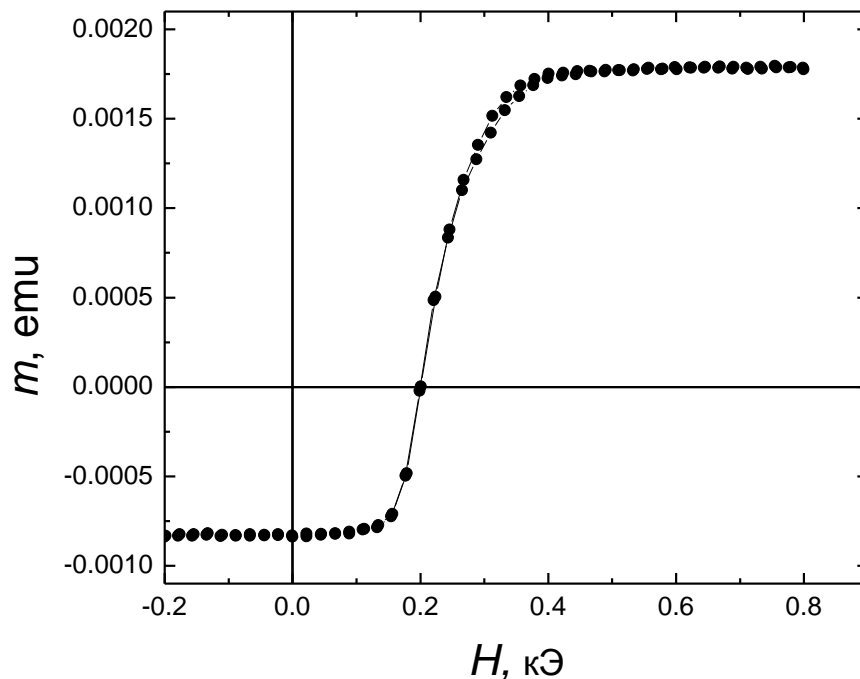


Рисунок 4.6 – Частная петля гистерезиса пленки Co(50нм)Tb₂₇Co₇₃(110нм)/Ti(11нм), измеренная вдоль ОЛН.

4.1.2 Влияние упругой деформации на свойства плёнок Fe₂₀Ni₈₀/Tb-Co

В рамках исследования магнитных свойств плёночных структур Fe₂₀Ni₈₀/Tb-Co мы предприняли попытку оценить вклад упругих напряжений в наведённую магнитную анизотропию аморфных слоёв, от которой, в частности, зависит и характер перемагничивания слоистых плёнок. Исходная посылка состояла в том, что одноосное растяжение или сжатие плёнки Tb-Co вдоль ОЛН должно отразиться на величине наведённой анизотропии, если в её формировании важную роль играют механические напряжения. Однако магнитометрия образцов, подвергнутых деформации, представляет определённые технические трудности. Для регистрации изменений в магнитном состоянии плёнок в принципе можно использовать эффект анизотропии магнитосопротивления. Однако он очень мал в аморфных плёнках и труден для измерения. Этот недостаток может быть преодолен на двухслойных образцах типа Fe₂₀Ni₈₀/Tb-Co с сильной межслойной связью. В этом случае слой пермаллоя, имеющий высокий магниторезистивный эффект и низкую магнитострикцию, может служить магниторезистивным индикатором изменений магнитного состояния аморфного слоя.

Для реализации изложенной идеи была использована специальная установка, позволяющая производить контролируемую деформацию плёночных образцов и измерение их магниторезистивных свойств. Отработка соответствующей методики, общие принципы которой заимствованы из работы [7], была выполнена на однослойной плёнке Fe₁₀Ni₉₀, обладающей отрицательной магнитострикцией и достаточно большой анизотропией магнитосопротивления. Результаты измерения магниторезистивных кривых перпендикулярно ОЛН на образце в форме полоски приведены на рисунке 4.7, где кривая 1 соответствует свободному, а кривая 2 – деформированному состояниям. Деформация достигалась за счёт прогиба подложки с плёнкой с помощью специального устройства. В данном случае она соответствовала одноосному сжатию плёнки вдоль ОЛН. Для магнетика с отрицательной магнитострикцией, которая свойственна сплаву Fe₁₀Ni₉₀, это должно приводить к индуцированию одноосной магнитной анизотропии с ОЛН параллельной оси приложения напряжений. Это и наблюдалось на эксперименте. Как видно, поле анизотропии деформированного образца значительно возросло. По изменению поля анизотропии с использованием формул, приведённых в [7], была оценена константа магнитострикции материала. Она составила $-5 \cdot 10^{-6}$, что по порядку величины соответствует литературным данным.

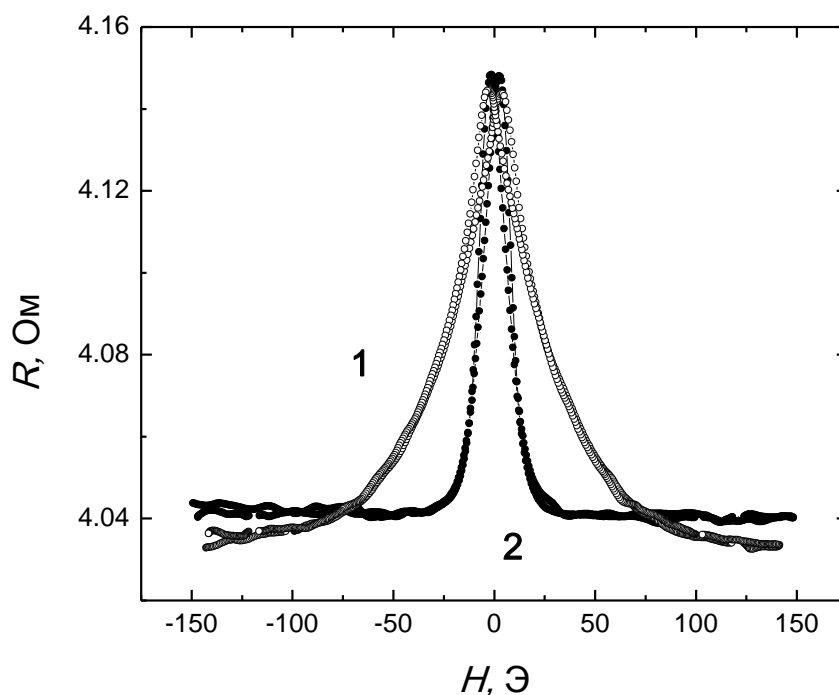


Рисунок 4.7 – Магниторезистивные кривые плёнки $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$, измеренные перпендикулярно ОЛН в исходном (1) и деформированном (2) состояниях.

Полученный результат был расценен нами как свидетельство пригодности данной методики для анализа магнитоупругих характеристик плёночных объектов. В этой связи был поставлен аналогичный эксперимент на плёнке $\text{Tb}_{24}\text{Co}_{76}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ с верхним расположением слоя пермаллоя. Последнее позволяло не наносить защитное покрытие Ti , и соответственно устранить его шунтирующее действие, а также более качественно осуществить точечную пайку подводящих электрических контактов.

Магниторезистивные кривые, измеренные на двухслойном образце вдоль и перпендикулярно ОЛН, приведены на рисунке 4.8. В целом они отражают наличие однонаправленной анизотропии, что, в частности, представляется в смещении зависимостей $R(H)$, измеренных вдоль ОЛН, по оси полей. Однако деформация одноосного сжатия фактически не отразилась на характеристиках процесса намагничивания, описываемого этими зависимостями. Минимальные изменения, которые можно найти при внимательном анализе представленных кривых, не позволяют сделать какие-нибудь количественные оценки.

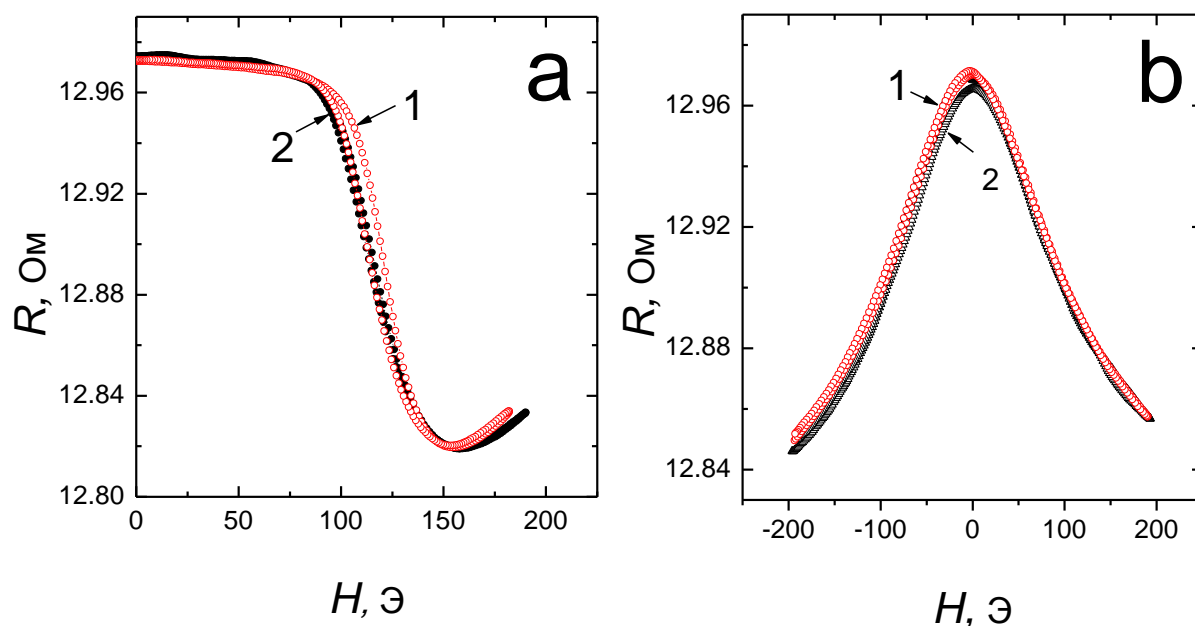


Рисунок 4.8 – Магниторезистивные кривые, измененные на образце $Tb_{24}Co_{76}/Fe_{20}Ni_{80}$ вдоль (а) и перпендикулярно (б) ОЛН в исходном (1) и деформированном (2) состояниях.

Основываясь на литературных данных по магнитострикции плёнок Tb-Co [8], мы провели оценку изменения в поле анизотропии аморфного слоя, которую должна была бы вызвать деформация, применённая в нашем эксперименте. Она дала величину 150 Э, что, по-видимому, недостаточно для экспериментальной регистрации с помощью использованной методики. В целом результаты проведённого эксперимента и расчётные оценки подтверждают сделанный выше вывод о том, что наведённая магнитная анизотропия в аморфных плёнках Tb-Co имеет немагнитострикционную природу.

4.2 Роль межслойных интерфейсов в формировании магнитных свойств плёнок T/Tb-Co

Как было показано ранее [9] и продемонстрировано в предыдущем параграфе, в плёночных структурах типа T/Tb-Co ($T = Fe_{20}Ni_{80}, Co$) имеет место сильная межслойная обменная связь, которая может приводить к однонаправленной анизотропии в магнитомягких слоях. Очевидно, что решающим фактором, определяющим закономерности перемагничивания магнитомягкого слоя, является структурно-химическое состояние межслойного интерфейса. Определённую роль в этом может играть и сложная магнитная структура закрепляющего слоя, которая свойственна плёнкам Tb-Co послекомпенсационных составов (см. параграф 3.2). Результаты экспериментального изучения и конкретизации указанных положений представлены в данном параграфе.

Поскольку магнитные свойства слоя Tb-Co существенно зависят от температуры T , ее изменение в диапазоне $T < 300$ К является наиболее простым способом обратимого влияния на магнитный межслойный интерфейс и, как следствие, на величину поля обменного смещения и коэрцитивную силу магнитомягкого ферромагнитного слоя.

Важной также является область температур выше комнатной. Выдержка при повышенной температуре (отжиг) может приводить к необратимым изменениям, как в самих магнитных слоях, так и в интерфейсной области. В первом случае, главным образом, речь идет о частичном изменении атомного порядка, кристаллизации и рекристаллизации. Во втором случае возможна модификация интерфейсной области в виде изменения шероховатости интерфейса или инициации межслойной диффузии. С одной стороны, это можно рассматривать как негативный эффект, который может возникнуть в процессе эксплуатации плёночной структуры как функциональной среды. С другой стороны, термообработка имеет и положительный потенциал, как способ оптимизации свойств таких сред. В данной работе применялся накопительный отжиг, который проводился в вакууме ступенчатым образом до температур, при которых однонаправленная анизотропия разрушалась.

Ещё одним способом контролируемой модификации интерфейсной области является введение ультратонких прослоек из магнитного или немагнитного материалов. Представляется, что такого рода прослойки могут влиять на эффективность межслойного обменного взаимодействия, причём как в сторону его усиления, так и в сторону уменьшения. Нами использовались прослойки Ti и Co. Немагнитный Ti зарекомендовал себя как подходящий материал для защитного покрытия, что говорит о хорошей сплошности такого слоя. Кобальт интересен как магнетик с очень высокой эффективностью собственного магнитного упорядочения и как элемент, входящий в состав аморфного слоя.

Наряду с изложением результатов экспериментального исследования по направлениям, указанным выше, в данном параграфе дан сравнительный анализ изменений свойств плёночных структур, возникающих при различных модификациях интерфейса.

4.2.1 Влияние температуры на магнитные свойства плёнок с однонаправленной анизотропией

В параграфе 4.1 было показано, что в рамках структуры $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb}-\text{Co}$ значительная однонаправленная анизотропия реализуется, когда концентрация Tb в аморфном слое составляет $26 \div 30$ ат.%. В этом случае в намагниченность ферримагнитной системы преобладающий вклад вносит тербиевая магнитная подрешетка, а константа одноосной магнитной анизотропии в плоскости слоя при комнатной температуре превышает 10^5 эрг/см³. Варьирование состава аморфного слоя в указанном диапазоне влияет на температуру магнитного упорядочения и коэрцитивную силу закрепляющего слоя при комнатной температуре. Однако на закономерностях перемагничивания слоя пермаллоя это практически не отражается.

На рисунке 4.9 приведены полные петли гистерезиса, измеренные на образце $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb}_{27}\text{Co}_{73}$ при температурах 300 К и 100 К. Видно, что в области низких температур происходит значительное повышение коэрцитивной силы и намагниченности аморфного слоя, что приводит к трансформации петли. В частности, за счет изменения

соотношения между намагниченностями пермаллоя и Tb-Co при $T = 100$ К исчезает “перехлест” кривых прямого и обратного хода на зависимости $M(H)$, который имел место при 300 К. Кроме того, при низкой температуре становится более пологим участок, соответствующий перемагничиванию слоя $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$, что свидетельствует об изменениях в магнитном межслойном интерфейсе, который схематически показан на рисунке 4.9, а).

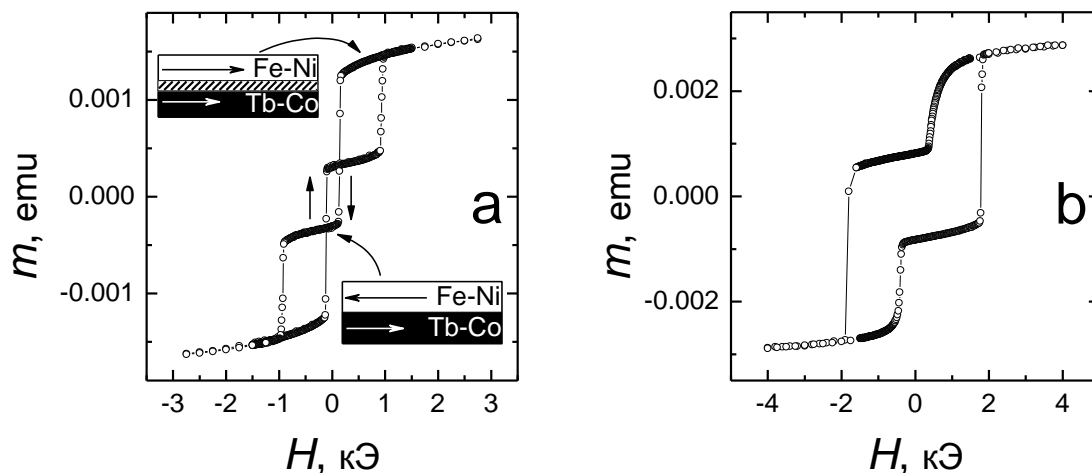


Рисунок 4.9 – Петли гистерезиса, измеренные на образце $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb}_{27}\text{Co}_{73}$ при температурах 300 К (а) и 100 К (б). На вставке рисунка (а) приведены схемы магнитной структуры на разных этапах перемагничивания.

На рисунке 4.10, а (кривая 1) показана частная петля гистерезиса двухслойной пленки $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb}_{29}\text{Co}_{71}$, измеренная при комнатной температуре. Как видно, она имеет практически прямоугольный характер и смещена по оси полей. Поле однонаправленной анизотропии (поле обменного смещения) H_e превышает 200 Э, а коэрцитивная сила H_c составляет около 70 Э, что почти на два порядка больше значений, типичных для плёнок $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ такой же толщины. Сам вид петли и высокая H_c могут свидетельствовать о том, что в перемагничивании слоя пермаллоя существенную роль играет смещение доменных границ, а в формирующийся при этом межслойный магнитный интерфейс частично вовлекается магнитотвёрдый слой. Заметим, что частная петля гистерезиса не всегда при комнатной температуре имеет форму близкую к прямоугольной. Некоторые образцы $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb-Co}$ показывают другой характерный тип петли (см., например, рисунок 4.4), свидетельствующий об асимптотическом изменении намагниченности при минимальном гистерезисе. Нам не удалось установить точных причин реализации при комнатной температуре того или иного механизма перемагничивания слоя пермаллоя. По-видимому, они кроются в неконтролируемых нюансах технологии получения плёночных структур, приводящих к некоторому варьированию эффективности межслойной связи от образца к образцу. То, что имеет место именно количественная разница в межслойном взаимодействии, а не качественное структурно-химическое различие слоистых плёнок, подтверждается наличием обратимого перехода между двумя типами петель по температуре, о котором речь пойдёт ниже.

Наличие однонаправленной анизотропии (смещение частной петли гистерезиса) можно рассматривать как результат того, что при намагничивании магнитомягкого слоя в

одном из направлений со стороны внешнего магнитного поля затрачивается определённая энергия на создание магнитной неоднородности типа доменной стенки (магнитного интерфейса). На основе этой посылки в работе [10] дано некое количественное описание однонаправленной анизотропии для случая, когда в качестве источника магнитного смещения выступает антиферромагнитный слой. В указанной работе предложены два предельных варианта, соответствующих слабой или сильной межслойной связи (верхнее и нижнее выражение соответственно):

$$LH_e = \frac{-[(A_{12}/\xi)/M]}{-2(\sqrt{AK}/M)} \quad (4.2)$$

, где L – толщина ферромагнитного слоя, H_e – величина поля обменного смещения, A_{12} – константа обменного взаимодействия между слоями, ξ – параметр решетки, M_s – намагниченность ферромагнитного слоя, A и K – константы обменного взаимодействия и магнитной анизотропии антиферромагнитного слоя. Фактически это соответствует некоторому возмущению в магнитной структуре ферромагнитного слоя или формированию межслойного интерфейса в антиферромагнитном слое.

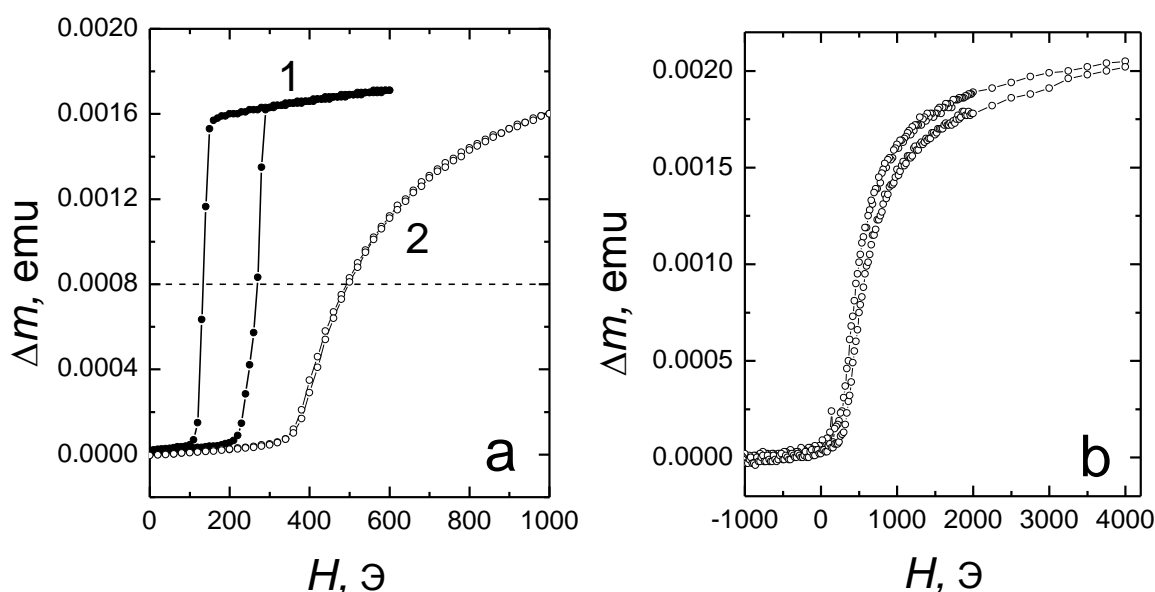


Рисунок 4.10 – Петли гистерезиса слоя пермаллоя (зависимости разницы магнитных моментов пленки и слоя Tb-Co от внешнего магнитного поля), измеренные вдоль ОЛН на плёнке $Fe_{20}Ni_{80}/Tb_{29}Co_{71}$ при разных температурах: а(кривая 1) – 293 К; а(кривая 2) – 100 К; б – 5 К. Пунктирной линией обозначен уровень, на котором определялось поле смещения петель гистерезиса.

Однако в случае магнитотвёрдого (в частности, ферромагнитного) закрепляющего слоя константа обменного взаимодействия, как правило, больше, чем в антиферромагнетике. Высоким может быть и межслойный обмен. Всё это приводит к частичной (или полной) локализации магнитного интерфейса в ферромагнитном слое, а при соответствующем моделировании к необходимости учёта энергетического вклада от той части интерфейсной доменной стенки, которая выходит в ферромагнитный слой.

Поэтому прямое использование формул (4.1) не представляется продуктивным, но, вытекающая из них идея о зависимости положения магнитного интерфейса от магнитных характеристик контактирующих слоёв, может быть использована при обсуждении результатов наших экспериментов.

В нашем случае роль закрепляющего слоя выполняет ферримагнетик, характеризующийся сильной зависимостью магнитных параметров от температуры. Имея в виду, что с этим может быть связано варьирование положения межслойного интерфейса, следует ожидать высокой чувствительности гистерезисных свойств закреплённого (ферромагнитного) слоя к изменениям температуры. [11]. Действительно, как показал эксперимент, понижение температуры до 100 К приводит к радикальной трансформации частной петли гистерезиса (рис. 4.10, а кривая 2). Данная петля гистерезиса обнаружила большее магнитное смещение, что можно было прогнозировать в связи с имеющим место увеличением константы магнитной анизотропии и спонтанной намагниченности аморфного слоя. Но главное, она приобрела иной (наклонный) вид и показала резкое уменьшение магнитного гистерезиса – коэрцитивная сила упала приблизительно в 30 раз. Таким образом, имеет место температурный переход от одного типа петли гистерезиса к другому, о чём упоминалось выше.

Чрезвычайно сильное изменение магнитного гистерезиса, скорее всего, указывает на изменение характера перемагничивания слоя пермаллоя. По-видимому, с понижением температуры происходит переход от смещения доменных границ к неоднородному вращению намагниченности с образованием неколлинеарной магнитной структуры типа квазидоменной стенки Блоха [12]. Можно полагать, что причиной наблюдаемых изменений является существенное увеличение магнитной анизотропии и эффективности обменного взаимодействия, происходящие в плёнках Tb-Co в области низких температур [11]. Оно приводит к выходу из процесса перемагничивания элементов магнитотвёрдого слоя, то есть к перемещению межслойного магнитного интерфейса в магнитомягкий слой. В этой связи интересным является сравнение действия температуры и эффекта от разделения магнитных слоёв тонкой немагнитной прослойкой. Опережая подробное изложение результатов исследования роли немагнитной прослойки (пункт 4.2.2), отметим, что её введение также приводит к смене типа частной петли гистерезиса подобно тому, как это происходит при понижении температуры.

На рисунке 4.11 (кривые 1, 2) показана приведённая зависимость поля обменного смещения от температуры. Поскольку величина H_e отражает эффективность межслойного взаимодействия, то её увеличение с понижением T в интервале 100 - 300 К показывает, что межслойная связь действительно растёт, причём весьма интенсивно. На этом же рисунке в относительных единицах представлена зависимость спонтанной намагниченности аморфного слоя от температуры. Сравнение показывает неплохую корреляцию этих кривых в указанном температурном интервале. В плёнках Tb-Co основной вклад в температурную зависимость спонтанной намагниченности даёт подрешётка Tb. Это позволяет считать, что наблюдающееся увеличение межслойной связи в первую очередь связано с ростом эффективности обменного взаимодействия пермаллоя с ртбиевой подсистемой.

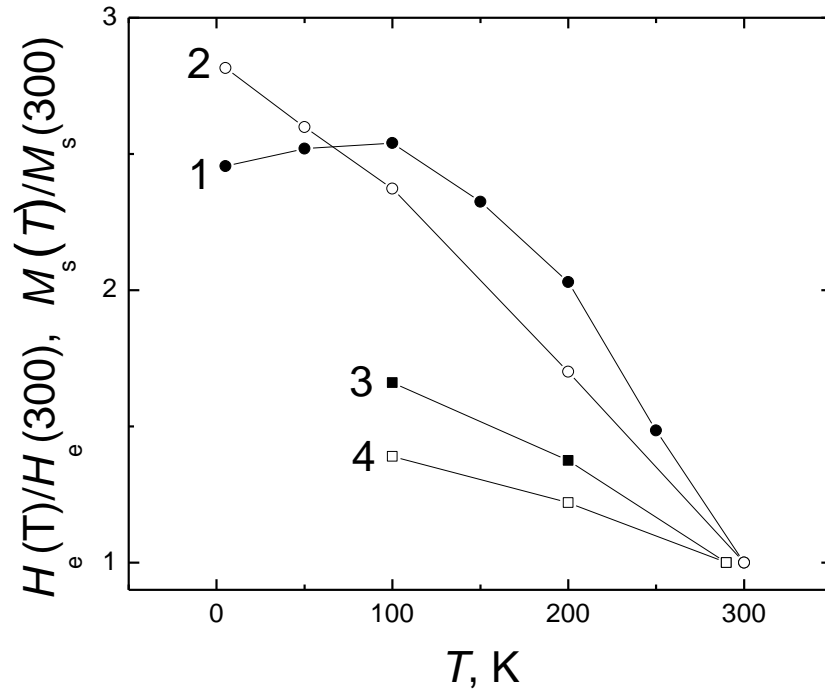


Рисунок 4.11 – Температурные зависимости приведённых величин поля обменного смещения (1,3) и спонтанной намагниченности (2,4) для плёнок $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb}_{29}\text{Co}_{71}/\text{Ti}$ (1,2) и $\text{Co}/\text{Tb}_{27}\text{Co}_{73}/\text{Ti}$ (3,4).

Однако при температурах ниже 100 К отмеченная корреляция нарушается. Если M_s продолжает увеличиваться с понижением температуры, то поле однонаправленной анизотропии не только не растёт, но и обнаруживает тенденцию к снижению. Наряду с этим происходит увеличение коэрцитивной силы, которая при 5 К достигает 40 Э. В то же время, тип петли гистерезиса не меняется, она остаётся наклонной (рисунок 4.10, б). Последнее свидетельствует о том, что низкотемпературное поведение H_e и H_c не связано с изменением локализации магнитного интерфейса и соответственно с изменением характера перемагничивания. На наш взгляд межслойная связь становится настолько сильной, что стохастическая магнитная структура, присутствующая в слое Tb-Co в какой-то мере транслируется в слой пермаллоя, вызывая определённую дисперсию намагниченности. Именно она и является причиной роста H_c . Кроме того, наличие дисперсии, вероятно, уменьшает энергетические затраты на образование межслойной квазидоменной стенки, что в конечном счёте приводит к уменьшению H_e .

Аналогичные исследования, но в несколько меньшем объёме были выполнены нами на плёнках, в которых вместо слоя пермаллоя присутствовал слой Co. На рисунке 4.12, а показаны полные и частные петли гистерезиса образца $\text{Co}/\text{Tb}_{27}\text{Co}_{73}/\text{Ti}$ при разных температурах. Главный вывод, который следует из их анализа – основные закономерности температурного изменения свойств, установленные для плёнок типа $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb-Co}$, имеют место и в плёнках Co/Tb-Co. В частности, при понижении температуры уменьшается и, в конечном счёте, исчезает «перехлест» восходящей и нисходящей ветвей полной петли гистерезиса, а также растёт поле перемагничивания слоя Tb-Co.

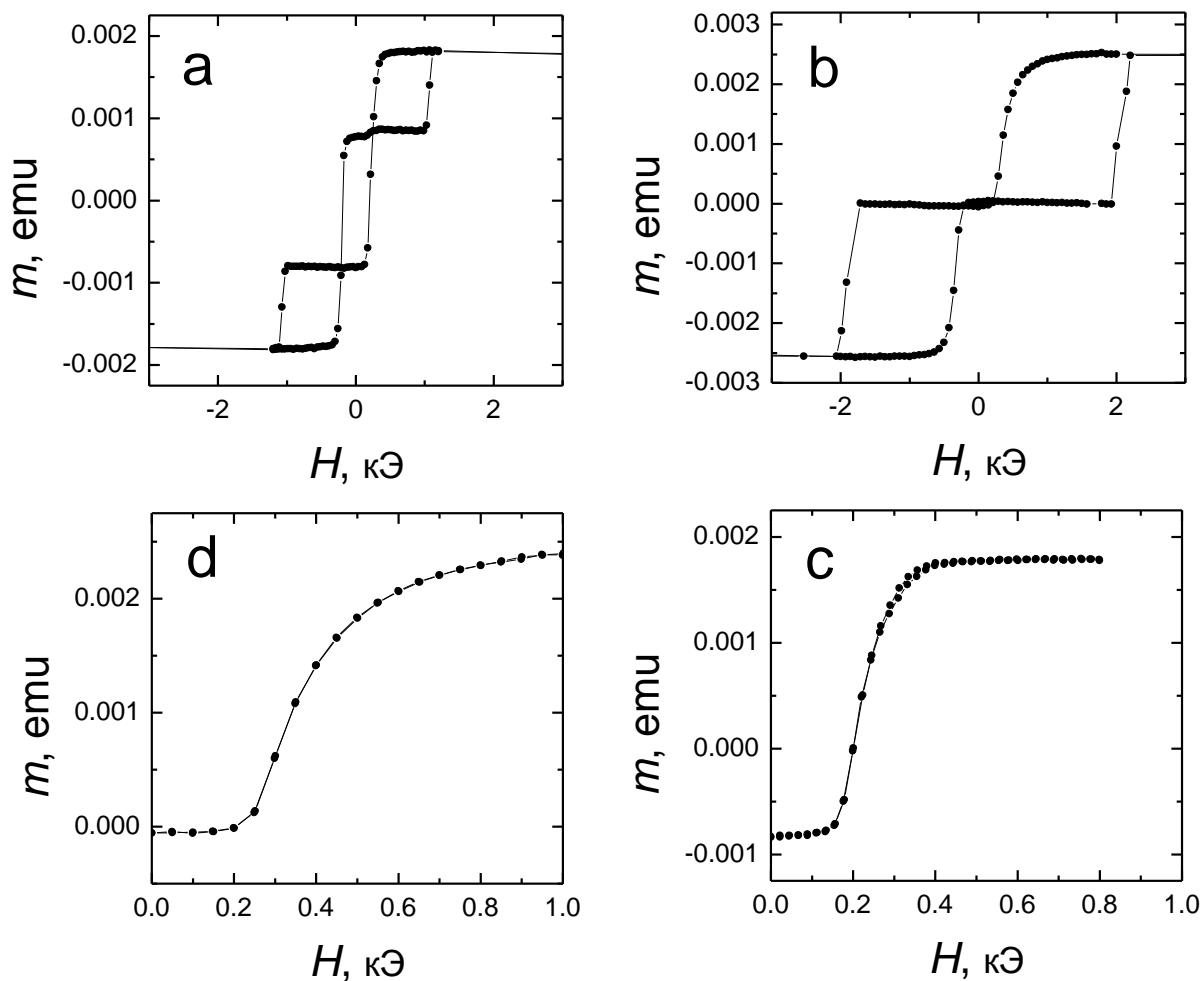


Рисунок 4.12 – Полные (a, b) и частные (c, d) петли гистерезиса плёнки $\text{Co/Tb}_{27}\text{Co}_{73}/\text{Ti}$, измеренные вдоль ОЛН при разных температурах: a, d – 290 К; b, c – 100 К.

Следует отметить, что в области низких температур не выявлено изменений параметров полной петли в зависимости от амплитуды внешнего поля, как это наблюдалось при комнатной температуре (см. пункт 4.1.1). Вероятно, с ростом намагниченности тербиевой подрешётки изменилась магнитная структура переходной межслойной области, с которой по нашему мнению связана неоднозначность зависимости $M(H)$. Это может выражаться в изменении положения уровня компенсационного состава, приводящем к уменьшению объёма области с повышенным гистерезисом.

Частные петли гистерезиса также демонстрируют закономерное температурное изменение. Оно выражается в увеличении наклона и магнитного смещения при понижении T . На рисунке 4.11 (кривые 3, 4) показаны температурные зависимости нормированных поля обменной связи и спонтанной намагниченности плёнки $\text{Co/Tb}_{27}\text{Co}_{73}/\text{Ti}$. Как и в случае, рассмотренном выше, между этими величинами прослеживается определённая корреляция. Это указывает на важную роль тербиевой подсистемы в межслойном обмене.

4.2.2 Влияние прослоек на магнитные свойства плёнок с однонаправленной анизотропией

Одним из эффективных способов модификации межслойного интерфейса является разделение магнитных слоёв ультратонкой немагнитной прослойкой. В нашем случае использовалась прослойка Ti с номинальной толщиной L_{Ti} от 0 до 2 нм. Толщина задавалась временем распыления мишени по предварительно определённой скорости осаждения материала.

На рисунке 4.13 показаны частные петли гистерезиса, измеренные вдоль ОЛН на образцах без прослойки (кривая 1) и с прослойкой разной толщины (кривые 2, 3). Как можно видеть, введение относительно тонкой прослойки изменяет тип петли гистерезиса. Как и при температурном воздействии (рисунок 4.10, а) петля из прямоугольной превращается в наклонную и практически безгистерезисную, а также происходит некоторое возрастание H_c . Однако при $L_{Ti} = 1$ нм петля гистерезиса по виду вновь становится близкой к прямоугольной, увеличивается H_c и пропадает смещение.

В целом зависимости $H_c(L_{Ti})$ и $H_e(L_{Ti})$ представлены на рисунке 4.14. Из этих данных следует, что введение прослойки любой толщины в интервале от 0,2 нм до 0,7 нм переводит слой пермаллоя в состояние с низким магнитным гистерезисом и соответственно реализует наклонный тип петли гистерезиса. Как обсуждалось выше (см. пункт 4.2.1), это может быть связано с вытеснением магнитного интерфейса в слой пермаллоя. Но, если при температурном воздействии оно связывалось с изменением магнитных характеристик слоя Tb-Co, то в данном случае может быть результатом ослабления межслойной связи.

При L_{Ti} более 0,7 нм, по-видимому, происходит обратное изменение механизма перемагничивания слоя пермаллоя, то есть переход от «упругого» вращения намагниченности к процессу, включающему смещение доменных границ. При этом повышенный уровень H_c по сравнению с однослойной плёнкой может быть следствием толщиной неоднородности прослойки, в результате которой межслойная обменная связь не пропадает полностью, а флуктуирует по поверхности сопряжения слоёв, как по величине, так и по знаку. Другое возможное объяснение заключается в изменении шероховатости интерфейса и, как следствие, создании дополнительных энергетических барьеров для движущейся в пермаллое доменной стенки. Наиболее вероятной причиной изменения шероховатости является достижение критической толщины слоя Ti, при которой начинает происходить его кристаллизация. Попытка более подробного исследования морфологии прослойки с привлечением методов прямого наблюдения, в частности, сканирующей электронной микроскопии на поперечном срезе пленки, не дала результатов в силу недостаточного разрешения методики.

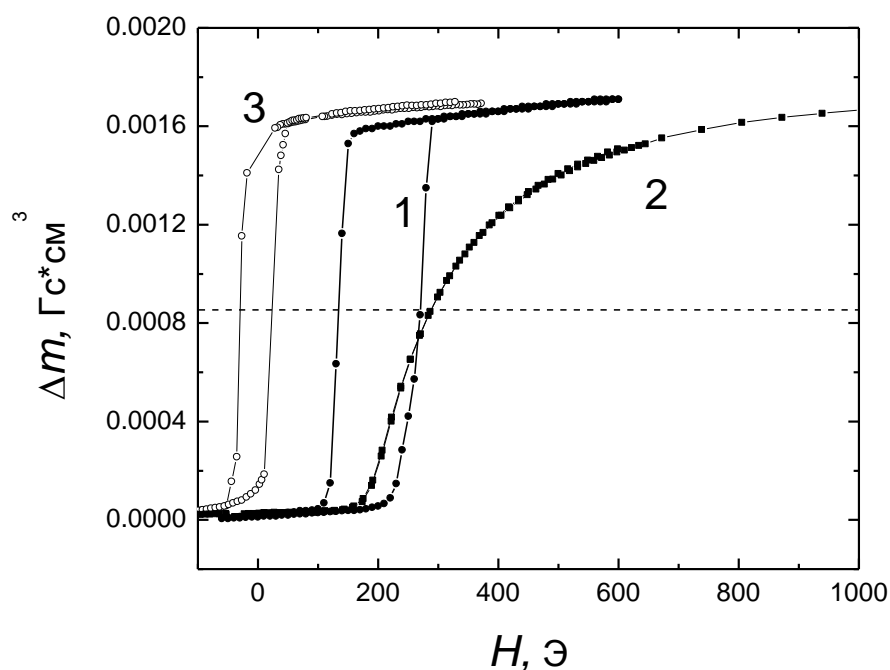


Рисунок 4.13 – Петли гистерезиса слоя пермаллоя (зависимости разницы магнитных моментов пленки и слоя Tb-Co от внешнего магнитного поля), измеренные вдоль ОЛН при комнатной температуре на образцах с разной толщиной прослойки: 1 – $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb}_{29}\text{Co}_{71}$; 2 – $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ti}(0,7\text{нм})/\text{Tb}_{29}\text{Co}_{71}$; 3 – $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ti}(1,0\text{нм})/\text{Tb}_{26}\text{Co}_{74}$. Пунктирной линией обозначен уровень, на котором определялось поле смещение петель гистерезиса.

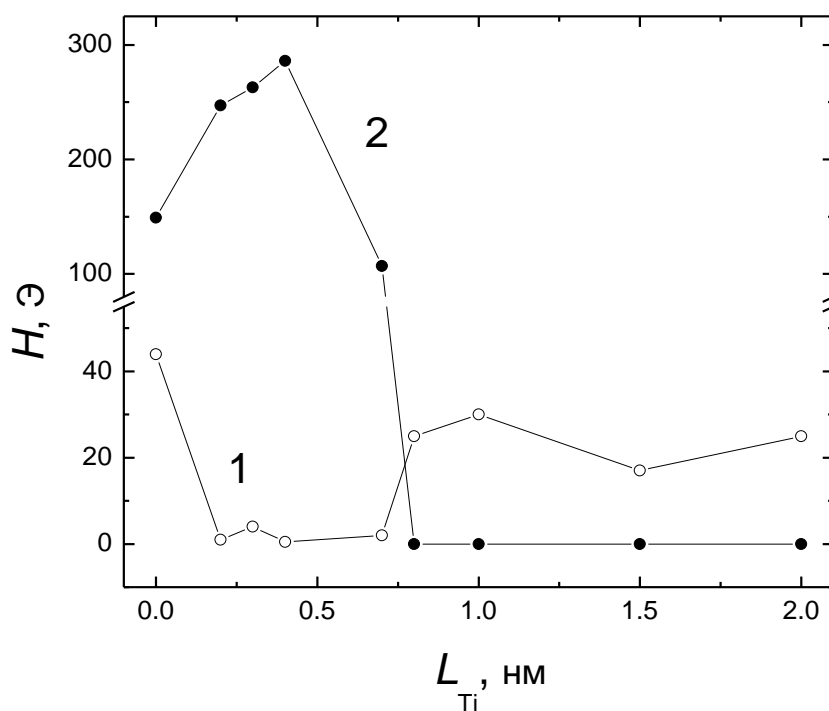


Рисунок 4.14 – Зависимости коэрцитивной силы (кривая 1) и поля однонаправленной анизотропии (кривая 2) слоя пермаллоя от толщины немагнитной прослойки L_{Ti} , полученные при температуре 293 К.

Несколько неожиданным образом ведёт себя поле однонаправленной анизотропии, показывая немонокотное изменение в зависимости от L_{Ti} (рисунок 4.14, кривая 2). Впервые такая особенность была отмечена в работе [9] и нашла подтверждение в наших исследованиях. Если предположить, что H_e зависит только от величины прямого обменного взаимодействия между магнитными слоями, то их разделение (уменьшение площади прямого сопряжения) должно приводить к монотонному уменьшению магнитного смещения. В действительности же при увеличении L_{Ti} до 0,4 нм H_e не только не снижается, но и существенно возрастает. Такой эффект можно объяснить, если предположить, что введение прослойки действительно даёт некоторое ослабление локальной межслойной связи. Но при этом становится менее значимой и её неоднородность, обусловленная наличием стохастической магнитной структуры в аморфном слое [11]. Таким образом, появляется тенденция к эффективному увеличению интегрального поля однонаправленной анизотропии. И только при $L_{Ti} > 0,4$ нм она сменяется резким падением H_e , которое свидетельствует о преобладании естественного ослабления межслойного взаимодействия по мере роста толщины немагнитной прослойки. Нельзя исключить и того, что рост H_e является следствием определённых изменений структуры межслойного интерфейса, к которым могут приводить ультратонкие прослойки.

На рисунке 4.15 показаны температурные зависимости гистерезисных свойств слоя пермаллоя для плёнок с разной толщиной немагнитной прослойки (кривые 2, 3). В отличие от образца без прослойки они имеют монотонный вид, и H_c и H_e увеличиваются с понижением температуры. То и другое, вероятно, связано с увеличением эффективности межслойной связи за счёт роста магнитного момента аморфного слоя и в первую очередь его тербиевой составляющей (см. пункт 4.2.1). Отдельно следует отметить отсутствие резкого увеличения коэрцитивной силы для образца с относительно толстой прослойкой в области гелиевых температур. Выше было высказано предположение, что низкотемпературный рост H_c (как и снижение H_e) возникает из-за сильной межслойной связи, транслирующей неоднородность магнитной структуры аморфного слоя в слой пермаллоя. То, что в образце с $L_{Ti} = 0,7$ нм таких изменений нет, можно рассматривать как косвенное подтверждение предложенной трактовки.

Описанные выше закономерности варьирования гистерезисных свойств плёнок с однонаправленной анизотропией, так или иначе, связаны с ослаблением обменного взаимодействия между закрепляющим и закреплённым магнитными слоями за счёт введения немагнитной прослойки. Мы проанализировали и альтернативную возможность влияния на свойства исследуемых плёночных структур, которая состояла в попытке усиления межслойной связи за счёт введения тонкой сильномагнитной прослойки. В качестве материала прослойки был выбран Co. При этом также преследовалась цель повышения устойчивости гистерезисных свойств слоя пермаллоя к высокотемпературной термообработке (см., например, [13]). Отметим, что при получении данных образцов был изменён порядок осаждения слоёв. Непосредственно на подложку наносился слой Tb-Co, затем – прослойка Co, и последним – слой пермаллоя. Это было обусловлено ограниченностью количества мишеней, распыляемых в одном цикле (три) и невозможностью сформировать немагнитное защитное покрытие при верхнем расположении аморфного слоя. Но, как показали эксперименты на плёночных структурах

без прослоек, порядок осаждения слоёв практически не сказывается на эффективности межслойной связи.

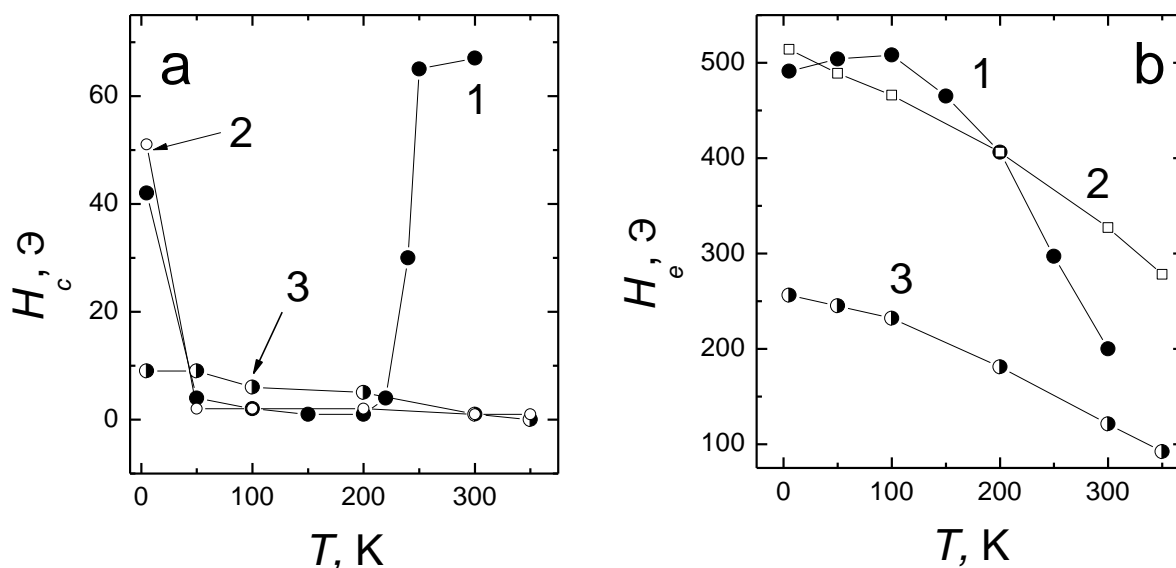


Рисунок 4.15 – Температурные зависимости коэрцитивной силы (а) и поля односторонней анизотропии (б) плёнок $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ti}(L_{\text{Ti}})/\text{Tb-Co}$ с разной толщиной прослойки Ti: 1 – 0; 2 – 0,3; 3 – 0,7 нм.

На рисунке 4.16 показаны полная и частная петли гистерезиса плёнки $\text{Tb}_{26}\text{Co}_{74}/\text{Co}(0,8\text{нм})/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$. Видно, что полная петля имеет ступенчатый характер, который типичен для слоистых плёночных структур, обсуждавшихся выше (см. рисунок 4.3). Частная петля также похожа на аналогичные петли плёнок с прослойками Ti, то есть относится к наклонному типу. Подобные свойства демонстрировали и другие образцы, в которых $L_{\text{Co}} \leq 0,8$ нм. При этом сколько-нибудь заметного роста поля обменного смещения не наблюдалось. Более того, увеличение толщины прослойки Co в указанном диапазоне привело только к уменьшению H_e . То, что прослойка Co даёт эффект подобный немагнитной прослойке Ti наталкивает на мысль, что в ультратонком состоянии Co не усиливает, а ослабляет межслойную связь. Возможно, кобальт в определённой степени блокирует участие в межслойном обмене тербиевой подсистемы, роль которой, как показали температурные исследования плёнок $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb-Co}$ (см. пункт 4.2.1), весьма важна.

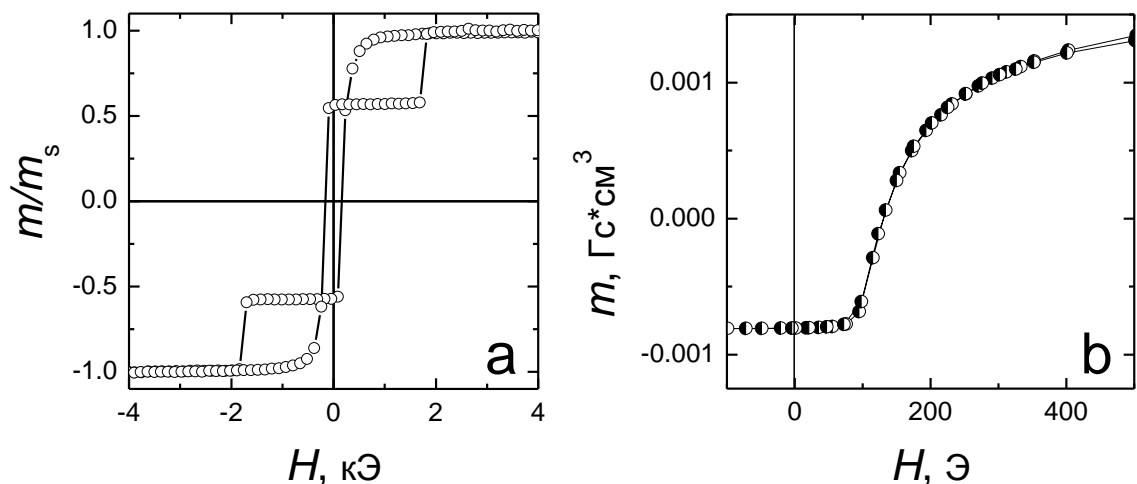


Рисунок 4.16 – Полная (а) и частная (б) петли гистерезиса образца $Tb_{26}Co_{74}/Co(0,8nm)/Fe_{20}Ni_{80}$, измеренные вдоль ОЛН при температуре 300 К.

Интересным образом формируются гистерезисные свойства слоя пермаллоя в образцах с повышенной толщиной прослойки Co. На рисунке 4.17, а, б показаны петли гистерезиса образца с $L_{Co} = 1,5$ нм, измеренные при $T = 300$ К в разных по амплитуде магнитных полях, которые обычно применялись для перемагничивания всей структуры и отдельно слоя пермаллоя. Их вид позволяет констатировать, что полная и частная петли практически совпадают. Иными словами послойное перемагничивание и однонаправленная анизотропия отсутствуют. Из вида частной петли можно было бы предположить, что межслойная связь, как и в случае с относительно толстой прослойкой Ti (рисунок 4.13, кривая 3) разрушена. Но в таком случае полная петля должна сохранить ступенчатый вид, описывая независимое перемагничивание слоёв с разной коэрцитивной силой. Дополнительную информацию на этот счёт дают результаты температурных исследований. Как оказалось, при понижении температуры ступенчатый характер полной и смещение частных петель гистерезиса всё же возникают. Это, в частности, иллюстрирует рисунок 4.17, с, д, на котором приведены результаты соответствующих измерений при $T = 5$ К.

На наш взгляд, представленные данные можно интерпретировать следующим образом. Состав слоя Tb-Co, использованного в эксперименте, являлся послекомпенсационным, но превышение магнитного момента тербиевой подрешётки над кобальтовой было невелико. Осаждаясь на ферромагнитный слой, кобальт прослойки встроился в магнитную структуру Tb-Co и тем самым усилил его Co-подсистему. Толщинные характеристики полученной структуры Tb-Co/Co оказались таковы, что её результирующий магнитный момент стал близок к нулю, то есть возникло состояние магнитной компенсации. В такой ситуации использованное технологическое поле не обеспечивало намагничивание системы Tb-Co/Co, и осаждение слоя пермаллоя происходило на поверхность, имевшую существенную магнитную неоднородность. В результате обменная связь слоя $Fe_{20}Ni_{80}$ с закрепляющим слоем тоже оказалось неоднородной. Это и привело к отсутствию результирующей однонаправленной анизотропии и относительно высокому магнитному гистерезису в слое пермаллоя. Заметим, что величина его H_c близка к типичным значениям поля обменной связи,

свойственным подобным структурам (см. рисунок 4.16, b). При понижении температуры система Tb-Co/Co выходит из состояния магнитной компенсации и поддается намагничиванию в сильном поле (до 70 кЭ). Это приводит к устранению поверхностной неоднородности межслойной связи и возникновению результирующей однонаправленной анизотропии.

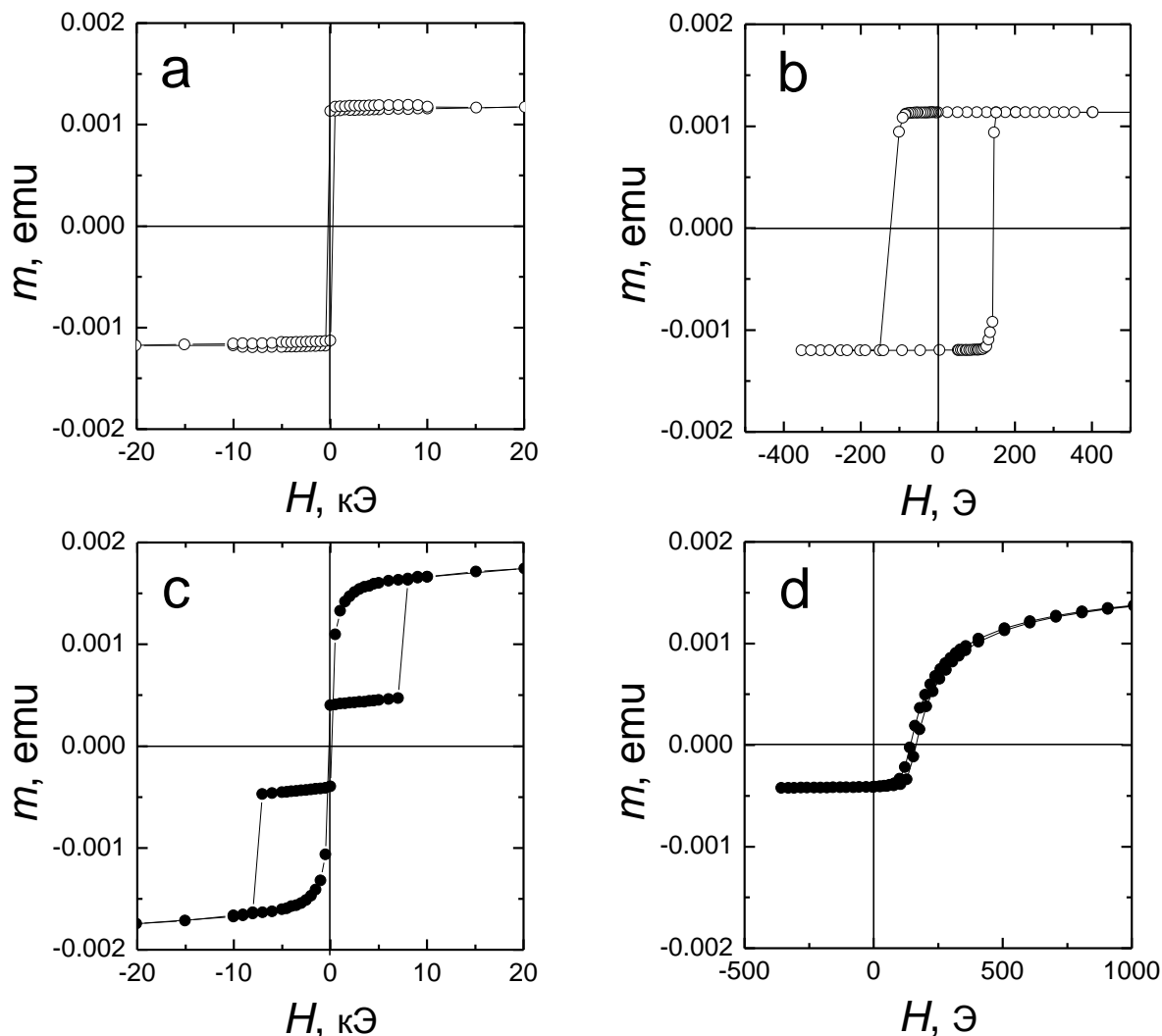


Рисунок 4.17 – Полные (а, с) и частные (b, d) петли гистерезиса образца $\text{Tb}_{26}\text{Co}_{74}/\text{Co}(1,5\text{нм})/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$, измеренные вдоль ОЛН при температурах 300 К (а, b) и 5 К (с, d).

В целом температурные зависимости гистерезисных свойств слоя пермаллоя в образцах с прослойками Co разной толщины приведены на рисунке 4.18. Ход кривых $H_c(T)$ и $H_e(T)$ для образцов с $L_{\text{Co}} = 0,3$ и $0,8$ нм во многом совпадает с аналогичными зависимостями для плёнок с немагнитными прослойками. Тем не менее, некоторые отличия есть. Во-первых, увеличение H_e с понижением температуры в плёнках $\text{Tb}_{26}\text{Co}_{74}/\text{Co}(L_{\text{Co}})/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ происходит менее интенсивно, чем в плёнках $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ti}(L_{\text{Ti}})/\text{Tb}_{26}\text{Co}_{74}/\text{Ti}$. Во-вторых, введение прослойки Co не устраняет немонотонности в изменении H_e с температурой, как это наблюдалось в случае прослойки Ti (см. рисунок 4.15). Последнее характеризует обменную связь при наличии прослойки Ti

Со как достаточно сильную, чтобы отражать в пермаллое неоднородность магнитной структуры аморфного слоя.

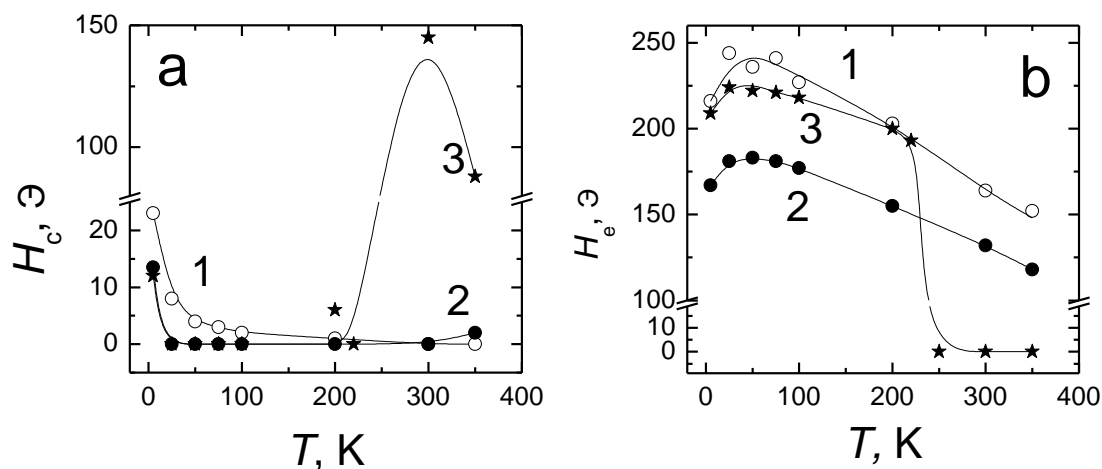


Рисунок 4.18 – Температурные зависимости коэрцитивной силы (а) и поля однонаправленной анизотропии (б) плёнок Tb₂₉Co₇₁/Co(L_{Co})/Fe₂₀Ni₈₀ с различной толщиной прослойки Со: 1 – 0,3; 2 – 0,8; 3 – 1,5 нм.

В плёнке с $L_{Co} = 1,5$ нм при $T > 200$ К происходит существенная температурная трансформация гистерезисных свойств слоя пермаллоя, которая обсуждалась выше. В области низких температур этот образец ведёт себя подобно плёнкам с прослойками меньшей толщины. Но представляет интерес тот факт, что с увеличением толщины прослойки общий уровень поля обменного смещения меняется немонотонно. Так, в области температур, не превышающих 100 К, наибольшее значение H_e соответствует образцу с $L_{Co} = 0,3$ нм, далее в порядке убывания величины H_e следуют образцы с $L_{Co} = 1,5$ нм и $L_{Co} = 0,8$ нм. Для выяснения причин отмеченной особенности нужны дополнительные целенаправленные исследования. При этом не исключено, что определённую роль в этом играют небольшие вариации состава аморфного слоя, которые могут иметь место от образца к образцу. К сожалению, использовать разработанную методику неразрушающего контроля элементного состава каждого образца в данном случае затруднительно из-за присутствия Со не только в аморфном слое, но и в прослойке.

4.2.3 Влияние термообработки на магнитные свойства плёнок с однонаправленной анизотропией

Выдержка слоистых плёночных структур при повышенной температуре (термообработка) априори может рассматриваться как один из способов влияния на параметры однонаправленной магнитной анизотропии. Оно может осуществляться через термически индуцированные структурно-химические изменения, как в основных слоях, так и в межслойных интерфейсах. Если иметь в виду возможность практического использования плёнок типа Fe-Ni/Tb-Co в качестве чувствительной среды для датчиков магнитного поля, то воздействие высоких температур нужно рассматривать и в аспекте

термической устойчивости её функциональных параметров. В этой связи отдельный интерес представляет сравнительный анализ поведения магнитных характеристик (в первую очередь гистерезисных свойств магнитомягкого слоя) пленок с неразделенными слоями и с внесенными магнитными и немагнитными прослойками.

Термообработка плёнок $Fe_{20}Ni_{80}/Tb-Co/Ti$.

В нашей работе главным образом производилась вакуумная термическая обработка плёнок типа $Fe_{20}Ni_{80}/Tb-Co/Ti$. Давление остаточных газов в вакуумной камере при отжиге составляло $\sim 10^{-6}$ мм рт.ст. Термообработка проводилась в присутствии технологического магнитного поля по схеме накопительного ступенчатого отжига при последовательно увеличивающейся на каждом этапе температуре T_a . После каждой выдержки при определённой T_a в течение одного часа, образец проходил аттестацию свойств при комнатной температуре. Эксперимент, результаты которого частично представлялись ранее [9], показал, что уже первоначальный отжиг ($T_a = 75$ °С) приводит к резким изменениям в характере перемагничивания слоя пермаллоя, подобным тем, которые наблюдались при введении немагнитной прослойки – петля гистерезиса становится наклонной и демонстрирует малый гистерезис. Соответствующие полевые зависимости приведённого магнитного момента слоя пермаллоя $m(H)/m_s$, иллюстрирующие этот результат, приведены на рисунке 4.19. При последующем увеличении температуры отжига магнитные свойства слоя пермаллоя меняются слабо вплоть до 250 °С, после чего происходит резкое падение поля обменного смещения и рост коэрцитивной силы.

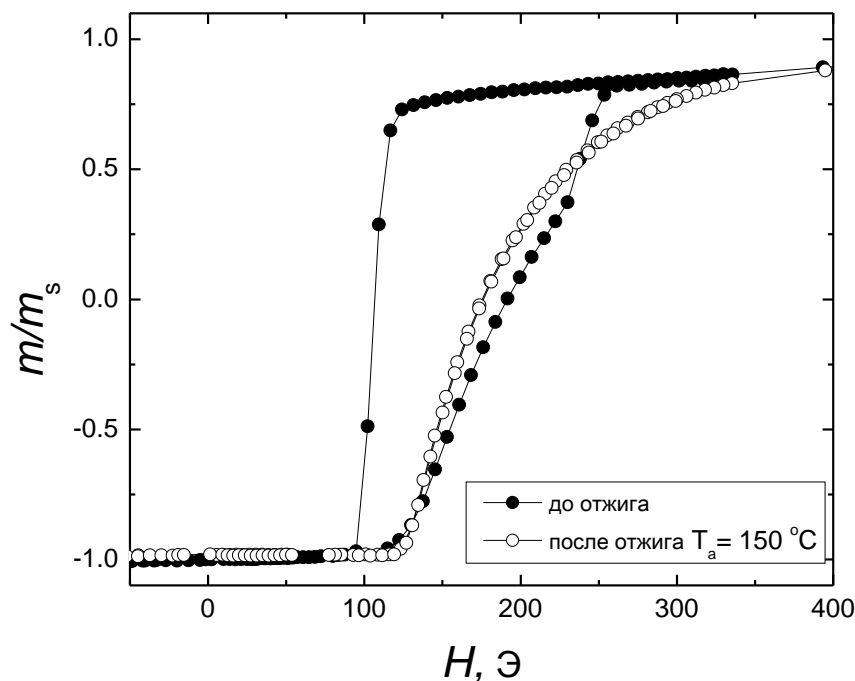


Рисунок 4.19 – Петли гистерезиса, измеренные на образце $Fe_{20}Ni_{80}/Tb_{30}Co_{70}/Ti$ при комнатной температуре до и после термообработки при температуре 150 °С.

Полученные в результате ступенчатой термообработки зависимости $H_c(T_a)$ и $H_e(T_a)$, представлены на рисунке 4.20, а, б (кривые 1). Можно видеть, что они оказались подобными уже обсуждавшимся выше зависимостям $H_c(L_{Ti})$ и $H_e(L_{Ti})$ (см. рисунок 4.14). Схожий результат действия таких различных факторов как немагнитная прослойка и отжиг даёт повод искать и общие причины наблюдаемых изменений гистерезисных свойств. В частности, можно предположить, что отжиг приводит к формированию ультратонкой немагнитной или слабомагнитной прослойки, например, за счёт коротких миграций атомов 3d-элементов. Возможно, это происходит на поверхности аморфного слоя путём частичного замещения атомов Co на атомы Ni. Интенсивность обменного взаимодействия в системе Tb-Ni существенно ниже, чем в системе Tb-Co. Поэтому поверхностное образование на её основе может быть слабомагнитным.

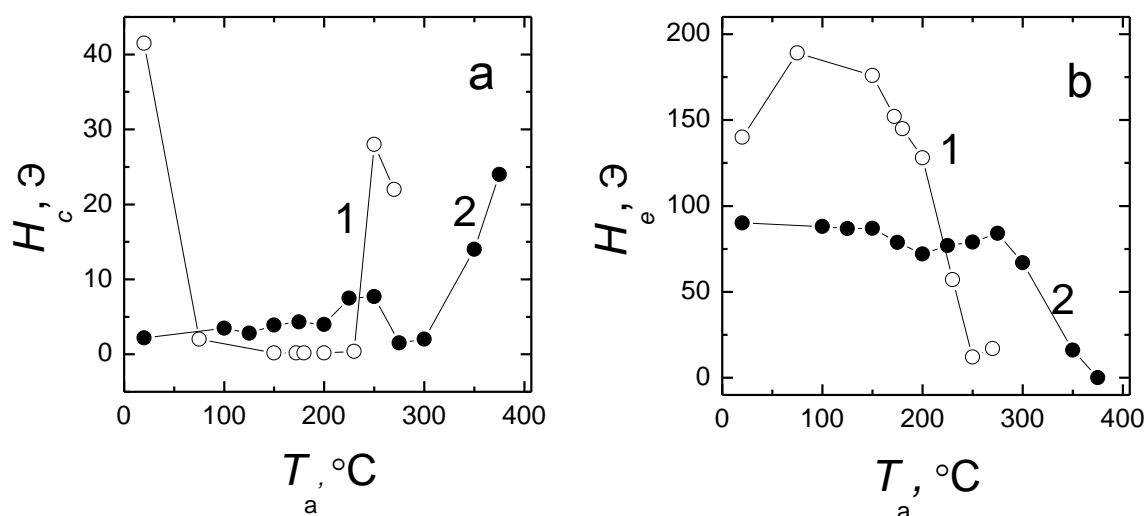


Рисунок 4.20 – Зависимости коэрцитивной силы (а) и поля однонаправленной анизотропии (б) слоя пермаллоя в составе плёнок $Fe_{20}Ni_{80}/Tb_{30}Co_{70}/Ti$ (кривые 1) и $Fe_{20}Ni_{80}/Ti(0,7nm)/Tb_{27}Co_{73}/Ti$ (кривые 2), от температуры отжига. Измерения магнитных свойств выполнялись при комнатной температуре.

В развитие указанной модели можно предположить, что по мере увеличения температуры отжига толщина межслойного немагнитного образования увеличивается. Это, как и в случае с искусственной прослойкой Ti, приводит сначала к возрастанию, а затем к уменьшению магнитного смещения. С использованием той же аналогии можно объяснить и резкий рост H_c при $T_a > 230$ °C, который предположительно связан с разрушением эффективной межслойной связи и переходом при перемагничивании от вращения намагниченности к смещению доменных границ. Отметим также, что методами рентгеновской дифрактометрии (рисунок 4.21, кривые 1, 2) каких-либо структурных изменений в плёнках в указанной области T_a не зафиксировано. Сохраняется как мелкокристаллическое состояние слоя пермаллоя, так и аморфное состояние ферримагнитного слоя. На отсутствие структурных изменений в последнем до температуры отжига 400 °C указывают также результаты работ [14,15], в которых проводились соответствующие исследования на однослойных пленочных образцах $Tb_{35}Co_{65}$.

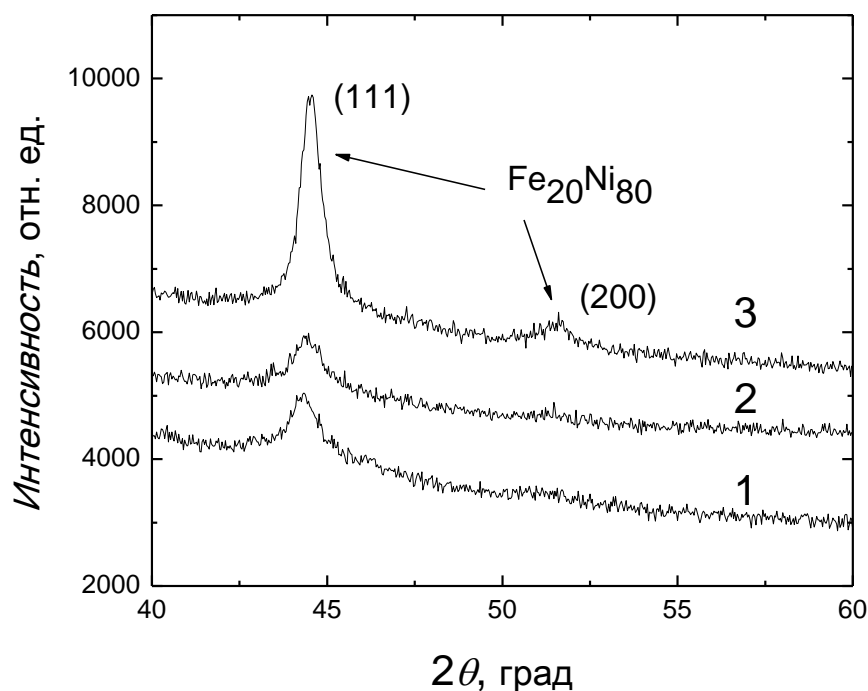


Рисунок 4.21 – Фрагменты дифрактограмм плёнки $Fe_{20}Ni_{80}/Tb_{30}Co_{70}/Ti$ в исходном состоянии (кривая 1) и после отжига при температурах $250^{\circ}C$ (кривая 2) и $400^{\circ}C$ (кривая 3).

Термообработка плёнок $Fe_{20}Ni_{80}/Ti/Tb_{35}Co_{65}/Ti$.

Очевидно, что на возможную диффузию между магнитными слоями должна оказывать влияние искусственная немагнитная прослойка. Поэтому для получения дополнительных сведений о механизме трансформации межслойного интерфейса при отжиге была выполнена процедура ступенчатой термообработки для образца $Fe_{20}Ni_{80}/Ti(0.7\text{нм})/Tb_{35}Co_{65}/Ti$. Соответствующие зависимости $H_c(T_a)$ и $H_e(T_a)$ показаны на рисунке 4.20, а, б (кривые 2). Как видно, наличие немагнитной прослойки задало не только иные исходные параметры образца, но и изменило закономерности их преобразования при отжиге. Наиболее существенным явилось то, что значительно (на $100^{\circ}C$) повысилась критическая температура, при которой происходит необратимое разрушение однонаправленной анизотропии. Вероятно, прослойка Ti затруднила взаимодиффузию магнитных слоёв. Тем самым затруднилось образование интерфейса переменного состава, который, по-видимому, и является элементом, блокирующим межслойное обменное взаимодействие. Кроме того, существенно уменьшилась чувствительность магнитного смещения к температуре отжига. Из рисунка 4.20, а, б (кривые 2) видно, что вплоть до $T_a = 280^{\circ}C$ величина H_e сохраняется на неизменном уровне.

Наличие немагнитной прослойки изменило и зависимость $H_c(T_a)$. Во-первых, несколько повысился общий уровень коэрцитивной силы. Во-вторых, с увеличением температуры отжига в интервале $20 \div 220^{\circ}C$ обозначилась тенденция к росту H_c . Интересно, что при большей T_a он сменяется локальным спадом, который сопровождается

и незначительным повышением H_c . Подобное поведение оказывается схожим с тем, что наблюдается на начальной стадии отжига для образцов без прослойки. Возможно, это является следствием начала диффузии атомов 3d-металлов через прослойку Ti. В результате происходит несколько запоздалое формирование дополнительной немагнитной (или слабомагнитной) переходной области между основными слоями. Она в силу своей большей однородности по сравнению с прослойкой Ti обеспечивает более однородный магнитный интерфейс и соответственно понижает H_c .

Сильный рост коэрцитивной силы наблюдается в области $T_a \sim 320$ °C. Примерно при этих же температурах отжига начинается интенсивная рекристаллизация в слое пермаллоя, на которую указывает локализация соответствующих линий на дифрактограмме (рисунок 4.21, кривая 3). Это свидетельствует об интенсификации диффузионных процессов в плёночной структуре. В результате, по-видимому, происходит разрушение прослойки Ti и эффективно увеличивается толщина переходной области между магнитными слоями. Следствием этого становится разрыв обменной связи между слоями и, как уже отмечалось выше, изменение механизма перемагничивания слоя пермаллоя.

Исследование межслойной диффузии, вызванной отжигом.

Прямое доказательство наличия межслойной диффузии при термообработке является нетривиальной задачей, поскольку существует весьма ограниченное число методов способных дать столь прецизионную информацию. Среди них просвечивающая электронная микроскопия высокого разрешения на поперечном срезе плёнки [16]. Это достаточно тонкий и трудоемкий эксперимент, требующий специального оборудования, которого в нашем распоряжении не было. Кроме того, указанный метод имеет свои размерные ограничения, которые не гарантируют решения нашей задачи на образцах с эффективной толщиной прослойки менее 1 нм. В связи с этим нами была использована методика рентгенофлуоресцентного анализа в режиме сканирования по углам падения первичного пучка (GIXRF). Её конкретный вариант был разработан и реализован нами с использованием прибора Nanohunter (см. параграф 2.2).

Исследование выполнялось на специальных образцах, осаждённых на стеклянные и кремниевые подложки. Часть из них была приготовлена методом высокочастотного ионного распыления. Для изготовления других был применен метод магнетронного распыления. В обоих вариантах они имели структуру с верхним расположением слоя пермаллоя, позволяющим избежать нанесения защитного покрытия: $Tb_{27}Co_{73}(5\text{нм})/Fe_{20}Ni_{80}(5\text{нм})$; $Tb_{27}Co_{73}(5\text{нм})/Ti(0,7\text{нм})/Fe_{20}Ni_{80}(5\text{нм})$. Привлечение двух методов получения образцов было обусловлено желанием провести сравнение свойств интерфейсов в слоистых пленках, изготовленных в различных технологических условиях. Напомним, что согласно нашим результатам особенности технологии получения сказываются, в частности, на магнитной структуре аморфных плёнок Tb-Co (см. параграф 3.2).

На рисунке 4.22 приведены экспериментальные данные, полученные на образце $Tb_{27}Co_{73}(5\text{нм})/Fe_{20}Ni_{80}(5\text{нм})$, осажденном методом высокочастотного ионного распыления на кремниевую подложку до и после проведения отжига при температуре 70 °C. Нужно подчеркнуть, что каждая из представленных угловых зависимостей интенсивности

флуоресцентных линий $I(\theta)$ есть результат усреднения по пяти сканированиям. Причём после каждого из них образец вынимался из турели, чтобы учесть возможные погрешности, обусловленные неидентичностью расположения образцов в разных экспериментах. Но, как оказалось, форма кривых и уровни сигналов от сканирования к сканированию оставались одинаковыми.

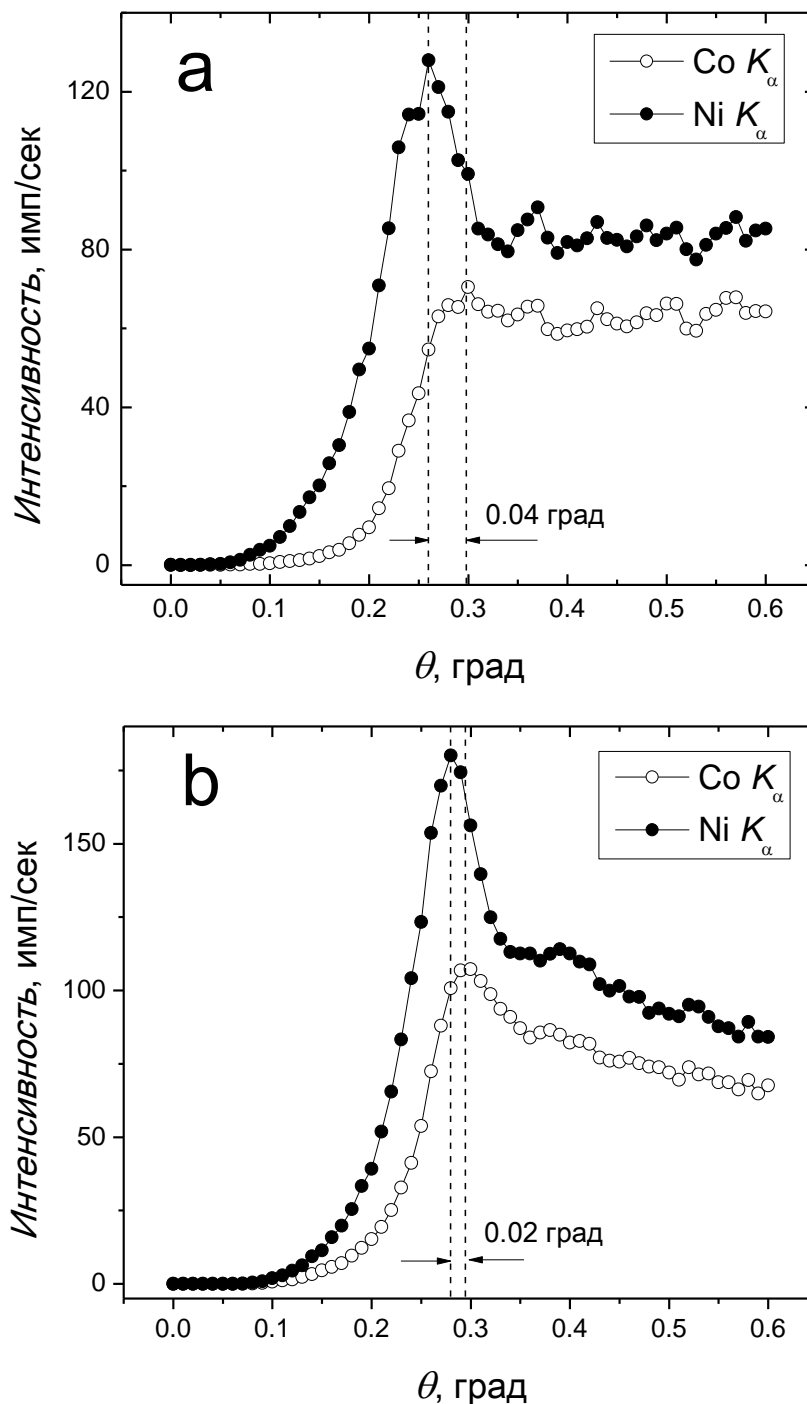


Рисунок 4.22 – Угловые зависимости интенсивностей флуоресцентных линий $\text{Co-}K_\alpha$ и $\text{Ni-}K_\alpha$, полученные на образце $\text{Tb}_{27}\text{Co}_{73}(5\text{нм})/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(5\text{нм})$ до (а) и после (б) отжига при $T_a=70^\circ\text{C}$.

Важной содержательной информацией, которую дают зависимости $I(\theta)$, является угловой сдвиг этих кривых $\Delta\theta$. Именно он указывает на различие в пространственном распределении элементов, входящих в разные слои (Co – в аморфный слой и Ni – в слой пермаллоя). Представленные данные показывают, что в результате низкотемпературного отжига произошло изменение положения пиков Ni и Co. А именно произошло уменьшение $\Delta\theta$, что может быть трактовано как проявление взаимодиффузии основных слоев. Такой результат в целом согласуется с изменениями магнитных свойств магнитомягкого слоя, происходящими при отжиге (см. рисунок 4.20). При этом стоит отметить некоторое изменение характера зависимостей $I(\theta)$ после отжига, что может быть связано с выравниванием поверхности слоёв в результате термообработки. Данные, полученные на аналогичном образце, осажденном на стеклянную подложку, показали схожий результат ($\Delta\theta$ изменился от $0,04^\circ$ до $0,02^\circ$).

Добавление прослойки Ti толщиной 0,7 нм, которая по нашему предположению могла бы препятствовать перемешиванию слоев, привело к уменьшению $\Delta\theta$ в исходном образце до $0,02^\circ$. На первый взгляд может показаться, что это свидетельствует о худшей локализации магнитных слоёв в данном образце по сравнению с образцом, использованном в первом эксперименте. Однако это не так, поскольку формирование флуоресцентных сигналов довольно сложный интерференционный процесс, который не позволяет проводить прямое сравнение результатов флуоресценции на образцах разной толщины и с разной слоистой структурой. Главный результат данного эксперимента заключался в том, что отжиг при температуре 250°C не изменил взаимного положения кривых $I(\theta)$. Отсюда можно сделать вывод, что межслойная диффузия при термообработке не имела места.

На образцах, осажденных на кремниевые пластины методом магнетронного распыления, был проведен подобный, но более тщательный эксперимент, включающий GIXRF анализ образцов на разных стадиях ступенчатого отжига. На рисунке 4.23 приведены зависимости $\Delta\theta(T_a)$ для двухслойного образца и образца с прослойкой Ti. Можно констатировать, что в количественном отношении эти данные заметно отличаются от результатов, полученных на пленках осажденных методом высокочастотного ионного распыления. В частности, в образце без прослойки явное уменьшение $\Delta\theta$ было зафиксировано только после отжига при $T_a = 220^\circ\text{C}$. Данное обстоятельство может быть объяснено особенностями роста пленок в различных условиях. Не исключено, что пленки, осажденные методом магнетронного распыления, имеют большую плотность за счет меньшего содержания атомов инертного газа, что и может являться основной причиной наблюдаемого различия. Важно отметить, что, как следует из рисунка 4.23, в образце с прослойкой изменение $\Delta\theta$ начинается при больших температурах отжига. Этот результат, как и данные вышеописанного эксперимента, подтверждают предположение о том, что наличие немагнитной прослойки является сдерживающим фактором для взаимодиффузии слоёв при повышенных температурах.

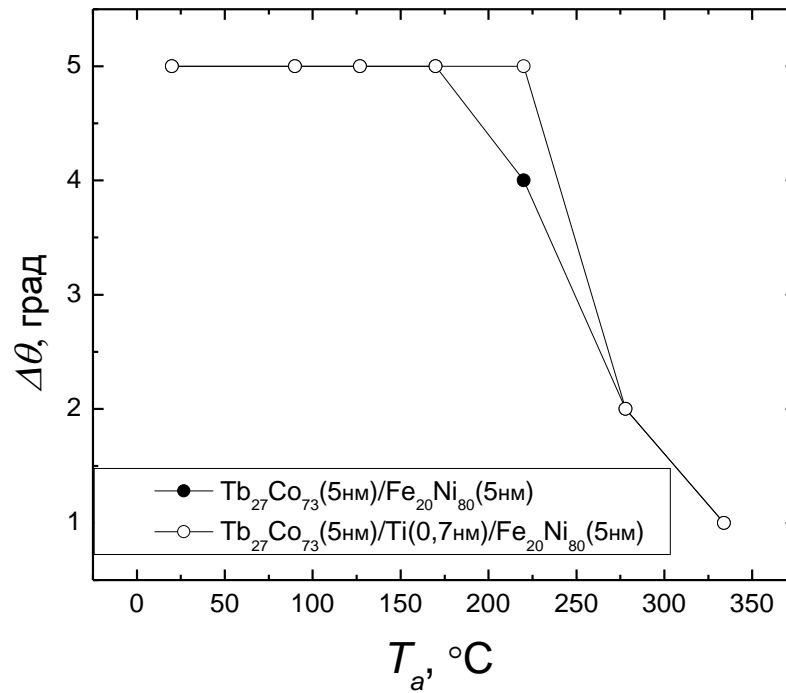


Рисунок 4.23 – Зависимости углового сдвига между нормированными кривыми $I(\theta)$ для линий Co-K_α и Ni-K_α от температуры ступенчатого накопительного отжига для образцов $\text{Tb}_{27}\text{Co}_{73}(5\text{нм})/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(5\text{нм})$ и $\text{Tb}_{27}\text{Co}_{73}(5\text{нм})/\text{Ti}(0,7\text{нм})/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(5\text{нм})$.

Термообработка плёнок $\text{Co}/\text{Tb}_{28}\text{Co}_{72}/\text{Ti}$.

Представленные выше результаты исследования профиля элементного состава показывают, что термическая обработка плёнок, включающих слои пермаллоя и Tb-Co, вызывает межслойную диффузию. Выше было высказано предположение о том, что в результате межслойной диффузии в плёнках типа $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb-Co}$ на границе раздела слоёв могут возникать ультратонкие слабомагнитные образования системы Tb-Ni, которые играют роль своеобразной немагнитной прослойки. Для косвенной проверки этого предположения был поставлен эксперимент по термообработке плёнок $\text{Co}/\text{Tb-Co}/\text{Ti}$. Расчёт был на то, что отсутствие Ni в элементах плёночной структуры внесёт своеобразие в изменение гистерезисных свойств магнитомягкого слоя с отжигом.

На рисунке 4.24 представлены частные петли гистерезиса образца $\text{Co}(50\text{нм})/\text{Tb}_{28}\text{Co}_{72}(110\text{нм})/\text{Ti}(15\text{нм})$, измеренные вдоль ОЛН в исходном состоянии и после первого отжига. Как видно, термообработка привела к существенным и более сложным, чем в плёнках с пермаллоем, изменениям в характере перемагничивания. Во-первых, частная петля приобрела ступенчатый вид, который свидетельствует о дополнительном магнитном расслоении всей структуры. Вероятно, в результате некоторого перемешивания основных слоёв в приконтактной области выделился дополнительный слой Tb-Co докомпенсационного состава, который также обладает однонаправленной анизотропией, но другого знака по сравнению с основным слоем Co. Во-вторых, перемагничивание по частной петле гистерезиса, как и в рассмотренных выше случаях, стало низкогистерезисным. Не давая подробного анализа возникшей магнитной структуры, можно констатировать, что сам факт её усложнения после термообработки можно рассматривать как ещё одно свидетельство межслойной диффузии. По-видимому,

она присуща всему классу слоистых плёнок типа T/Tb-Co. Но магнитные свойства межслойного интерфейса могут существенно варьироваться в зависимости от состава T-слоя.

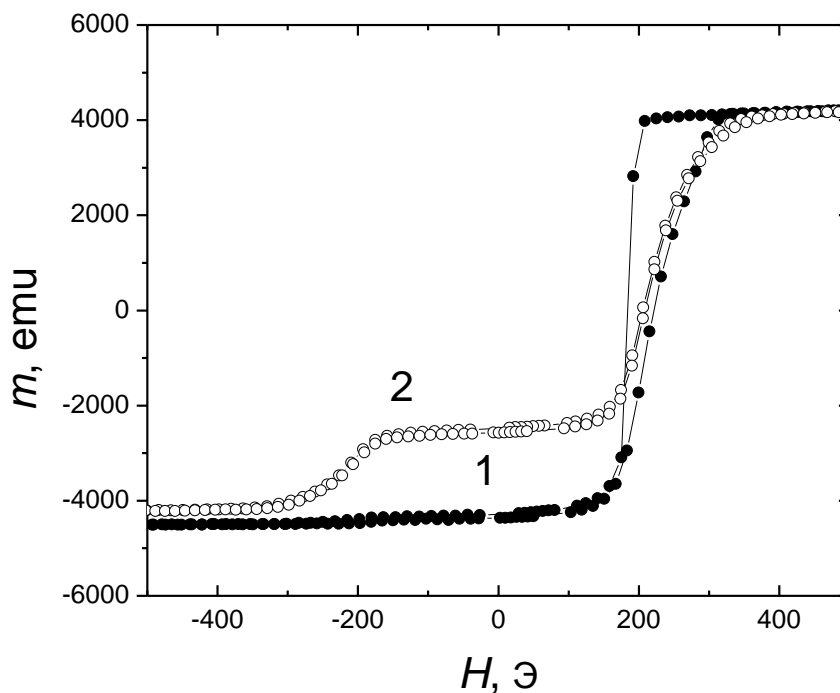


Рисунок 4.24 – Частные петли гистерезиса образца Co(50нм)/Tb₂₈Co₇₂(110нм)/Ti(15нм) в исходном состоянии (1) и после отжига при $T_a = 85$ °C (2).

Исходя из ступенчатой частной петли, показанной на рисунке 4.24, можно принять, что большее изменение магнитного момента магнитомягкого слоя обусловлено перемагничиванием внешней (основной) части Co, не затронутой межслойной диффузией. На рисунке 4.25 представлены зависимости гистерезисных свойств этого субслоя Co от температуры отжига. Видно, что они в определённой мере коррелируют с аналогичными зависимостями, характерными для плёнок Fe₂₀Ni₈₀/Tb-Co. Это относится к резкому снижению H_c и тенденции немоного изменения H_e на начальных стадиях отжига. В то же время в данном эксперименте не обнаружилось резкого падения H_e при $T_a > 200$ °C (сравни с рисунком 4.20). Определённая стабилизация поля однонаправленной анизотропии, по-видимому, отражает специфику магнитного состояния межслойного интерфейса, возникающего в плёнках, содержащих слой Co.

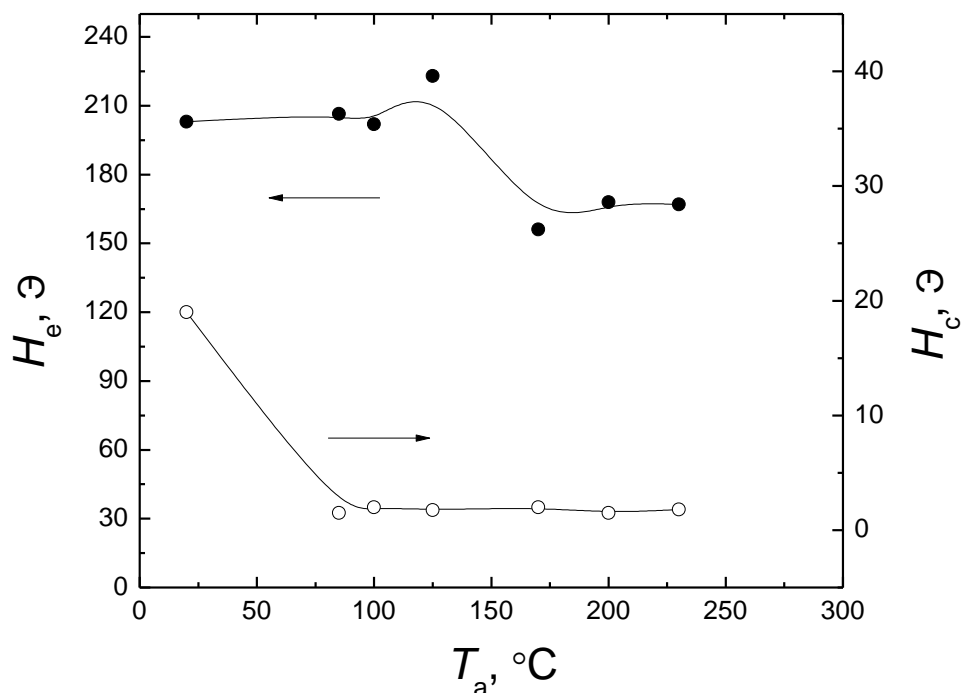


Рисунок 4.25 – Зависимости поля обменного смещения H_e и коэрцитивной силы H_c слоя Co от температуры отжига, полученные на образце Co(50нм)/Tb₂₈Co₇₂(110нм)/Ti(15нм).

Термообработка плёнок Fe₂₀Ni₈₀/Tb-Co/Ti, содержащих предварительно отожжённый слой пермаллоя.

В продолжение экспериментов по влиянию термообработки на свойства плёнок с однонаправленной анизотропией был опробован вариант, в котором ступенчатому отжигу подвергались образцы со слоем пермаллоя, подвергнутым селективному отжигу. Суть обработки, названной нами селективным отжигом, состояла в том, что после нанесения слоя пермаллоя образец отжигался при 400 °С в течение 1 часа, а только затем на него наносился аморфный слой. Такой технологический прием интересен в практическом аспекте. Он позволяет существенно повысить величину магниторезистивного эффекта в пермаллоевом слое и, как следствие, чувствительность среды в целом к внешнему магнитному полю.

В работе [9] было обнаружено, что эффект от селективного отжига во многом аналогичен изменению свойств плёнок с однонаправленной анизотропией, возникающих при введении немагнитной прослойки. Такая псевдопрослойка может образовываться при отжиге слоя пермаллоя, поскольку он производится в недостаточно глубоком вакууме (остаточное давление $\sim 10^{-6}$ мм р.с.), а нагрев осуществляется с помощью близко расположенной лампы, имеющей достаточно высокую температуру корпуса. Дополнительные исследования, выполненные в данной работе, в целом подтвердили этот вывод. В частности, на рисунке 4.26 показаны температурные зависимости коэрцитивной силы и поля однонаправленной анизотропии плёнки (Fe₂₀Ni₈₀)_a/Tb₂₉Co₇₁/Ti, подвергнутой селективному отжигу, в диапазоне 5 - 350 К. Как видно, с понижением температуры происходит монотонный рост поля H_e , а коэрцитивная сила имеет малые значения в интервале температур $100 < T < 350$ °С и резко возрастает при более низких температурах.

Характер поведения и общий уровень этих свойств позволяют заключить, что изменения в межслойном интерфейсе, производимые селективным отжигом, эквивалентны введению прослойки Ti толщиной около 0,4 нм (см. пункт 4.2.2).

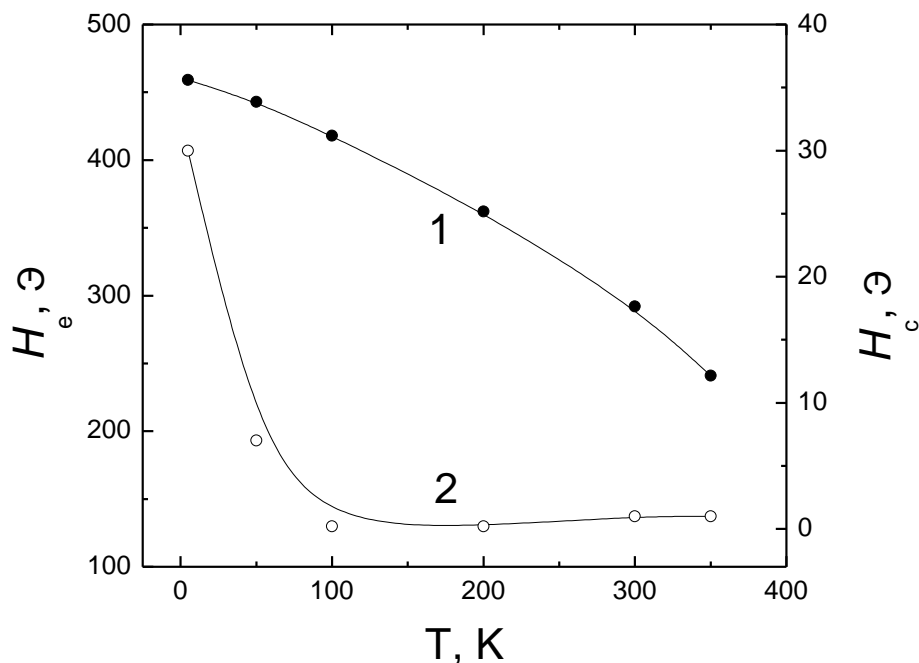


Рисунок 4.26 – Температурные зависимости гистерезисных свойств слоя пермаллоя в образце $(\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80})_a/\text{Tb}_{29}\text{Co}_{71}/\text{Ti}$.

Данные, полученные в результате ступенчатой термообработки образцов типа $(\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80})_a/\text{Tb-Co}/\text{Ti}$, также не противоречат сделанному выводу. Их свойства изменяются подобно тому, как это происходит для образцов с немагнитными прослойками (рисунок 4.27). Поле однонаправленной анизотропии монотонно падает с увеличением температуры отжига, причём наиболее резко при $T_a > 150$ °С. Коэрцитивная сила проявляет большую термическую стабильность. Она остаётся на низком уровне до тех пор, пока в структуре присутствует однонаправленная анизотропия и резко возрастает при разрушении последней при $T_a > 250$ °С.

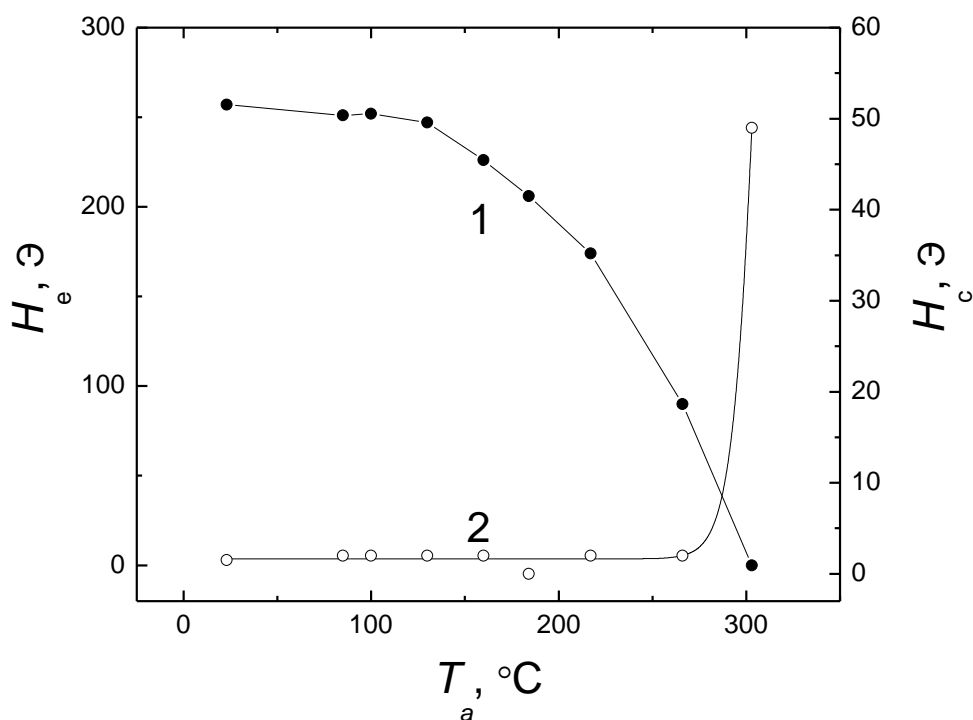


Рисунок 4.27 – Зависимости гистерезисных свойств слоя пермаллоя в образце $(\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80})_a/\text{Tb}_{29}\text{Co}_{71}/\text{Ti}$ от температуры ступенчатого отжига

Сопоставление результатов термообработки различных плёночных структур, содержащих слои пермаллоя.

В целом результаты исследования, представленные в пункте 4.2.3, показывают, что термообработка приводит к существенным необратимым изменениям свойств плёнок с однонаправленной анизотропией. Рассматривая такие плёнки как среды, обладающие потенциалом практического применения, целесообразно провести сопоставление термической устойчивости плёночных структур различных типов. На рисунке 4.28 приведены зависимости $H_c(T_a)$ и $H_e(T_a)$ для плёнок, особенности свойств которых обсуждались выше. К ним также добавлены результаты, полученные на плёнке с прослойкой кобальта ($\text{Tb}_{27}\text{Co}_{73}/\text{Co}(0,8\text{нм})/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$).

Анализ представленных зависимостей показывает, что исходная величина поля обменного смещения достаточно широко варьируется в образцах разных типов. В то же время для большинства из них характер изменения $H_c(T_a)$ оказывается одинаковым: обменная связь остается стабильной до температур отжига $T_a \sim 150$ °C и полностью разрушается после отжига при температуре около 300 °C. Исключение составляет образец с прослойкой Ti. Для него H_e практически не изменяется вплоть до $T_a = 250$ °C. То есть однонаправленная анизотропия данного типа плёнок проявляет наибольшую термоустойчивость. Однако для них свойственен более высокий уровень магнитного гистерезиса и более интенсивное его нарастание по мере отжига по сравнению с образцами других типов.

Возвращаясь к вопросу потенциального технического применения подобных плёночных сред, можно отметить, что представленные результаты показывают

возможность целенаправленного варьирования их свойств в соответствии с условиями конкретных практических задач.

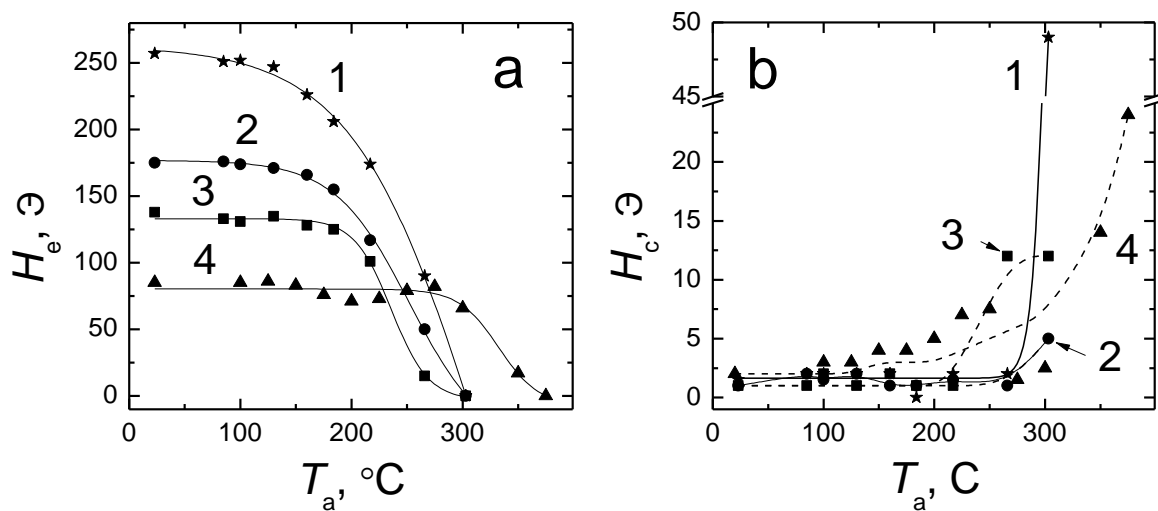


Рисунок 4.28 – Зависимости поля обменного смещения H_e (a) и коэрцитивной силы H_c (b) слоя пермаллоя от температуры ступенчатого отжига, полученные на пленках следующих типов:

1 – $(\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80})_a/\text{Tb}_{28}\text{Co}_{72}/\text{Ti}$; 2 - $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Co}(0,8\text{нм})/\text{Tb}_{27}\text{Co}_{73}/\text{Ti}$; 3 - $\text{Tb}_{27}\text{Co}_{73}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ti}$; 4 - $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ti}(0,7\text{нм})/\text{Tb}_{29}\text{Co}_{71}/\text{Ti}$.

Резюме

Данный раздел посвящён изучению однонаправленной анизотропии в плёночных системах на основе обменно-связанных слоёв T/Tb-Co ($T = \text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$, Co) и закономерностей варьирования гистерезисных свойств таких систем под воздействием различных физических факторов.

Получены дополнительные экспериментальные данные, подтверждающие наличие в плёнках T/Tb-Co сильного межслойного взаимодействия, которое проявляется в форме однонаправленной анизотропии слоёв 3d-металлов при условии, что аморфный слой имеет послекомпенсационный состав. Найдено, что плёнки Co/Tb-Co характеризуются значительно более сильной межслойной связью по сравнению с плёнками $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb-Co}$ и наличием определённой зависимости гистерезисных свойств от амплитуды перемещающего поля. Полученные данные в совокупности с результатами температурных исследований гистерезисных свойств двухслойных плёнок, указывающих на корреляцию между величиной поля обменной связи и магнитным моментом тербиевой подсистемы аморфного слоя, позволяют заключить, что в межслойном обмене важная (если не главная) роль принадлежит взаимодействию 3d-Tb. Причиной этого может быть косвенный характер указанного взаимодействия, которое в слоистой структуре может быть более эффективным, чем прямой обмен 3d-3d.

На основе систематического исследования гистерезисных свойств плёнок типа $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb-Co}$ установлено, что их модификация за счёт введения магнитных и немагнитных прослоек или селективного отжига, оказывает схожее влияние на температурное поведение коэрцитивной силы слоя пермаллоя. Оно выражается в устранении немоного хода зависимости $H_c(T)$, свойственное немодифицированным плёнкам, и может быть обусловлено ослаблением межслойной связи и исключением из процесса низкосолевого перемещения элементов магнитотвёрдого слоя Tb-Co. Определённую специфику в формировании гистерезисных свойств имеют плёнки с магнитной прослойкой ($\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Co/Tb-Co}$), в которых в зависимости от температуры и толщины прослойки могли реализовываться трёхступенчатые петли гистерезиса. Это позволяет предположить, что в случае относительно толстой прослойки реализуется неоднородная по толщине обменная связь, а именно, на интерфейсе Co/Tb-Co она выше, чем на интерфейсе $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Co}$. Как уже указывалось выше, причиной этого может быть различие в эффективности прямого и косвенного обменных взаимодействий контактирующих слоистых элементов.

Установлены закономерности необратимого изменения поля однонаправленной анизотропии и коэрцитивной силы двухслойных и модифицированных плёнок типа $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb-Co}$ под действием термической обработки. Анализ полученных результатов и данные прямого измерения профилей элементного состава, выполненного методом рентгеновской флуоресцентной микроскопии (GIXRF), показали, что главной причиной изменений магнитных свойств является взаимодиффузия материала контактирующих слоёв плёночных структур. Показано, что прослойка Ti толщиной $\sim 0,7$ нм является эффективным барьером для термоиницированной межслойной диффузии и обеспечивает расширение интервала термической устойчивости поля обменного смещения с 200 до 300 °C.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Васьковский В.О., Балымов К.Г., Ювченко А.А., Свалов А.В., Сорокин А.Н., Кулеш Н.А., Магниторезистивная среда $\text{Fe}_{19}\text{Ni}_{81}/\text{Tb-Co}$ с внутренним магнитным смещением// ЖТФ.- 2011.- Т.81(7).- С. 83-87.
2. Lin T., Mauri D., Staud N., Hwang C., Howard J.K., Gorman G.L. Improved exchange coupling between ferromagnetic Ni-Fe and antiferromagnetic Ni-Mn-based films// Appl. Phys. Lett.- 1994.- Vol. 65(9).- P. 1183-1185.
3. Spong J.K., Speriosu V.S., Fontana Jr. R.E., Dovek M.M., Hylton T.L. Giant magnetoresistive spin valve bridge sensor// IEEE Trans. on Magn.- 1996.- Vol. 32(2).- P. 366-371.
4. García C., Florez J.M., Vargas P., Ross C.A. Effect of the exchange bias coupling strength on the magnetoimpedance of IrMn/NiFe films// J. Appl. Phys.- 2011.- Vol. 109(7).- P. 070735.
5. Berkowitz A.E., Takano K. Exchange anisotropy- a review// JMMM.- 1999.- Vol. 200.- P. 552-570.
6. Nogués J., Schuller I.K. Exchange bias// JMMM.- 1999.- Vol. 192.- P. 203-232.
7. Саланский Н.М. и др. Физика магнитных пленок: сборник. Вып. 1 / Саланский Н.М.- Иркутск: Иркутский государственный педагогический институт. Проблемная лаборатория по физике магнитных явлений, 1967.- 303 с.
8. Betz J., Mackay K., Givord D. Magnetic and magnetostrictive properties of amorphous $\text{Tb}_{(1-x)}\text{Co}_x$ thin films// JMMM.- 1999.- Vol. 207.- P. 180-187.
9. Балымов К.Г. Магнитные свойства аморфных пленок Gd-Co, Tb-Co и многослойных обменносвязанных пленочных структур на их основе: дисс. канд. физ.-мат. наук: 01.04.11 / Балымов Константин Геннадьевич.- Екатеринбург, 2011.- 158 с.
10. Mauri D., Siegmann H.C., Bagus P.S., Kay E. Simple model for thin ferromagnetic films exchange coupled to an antiferromagnetic substrate// J. Appl. Phys.- 1987.- Vol. 62.- P. 3047-3049.
11. Васьковский В.О., Балымов К.Г., Свалов А.В., Кулеш Н.А., Степанова Е.А., Сорокин А.Н. Магнитная анизотропия аморфных пленок Tb-Co// ФТТ.- 2011.- Т. 53(11).- С. 2161-2168.
12. Fullerton E.E., Jiang J.S., Bader S.D. Hard/soft magnetic heterostructures: model exchange-spring magnets// JMMM.- 1999.- Vol. 200.- P. 392-404.
13. Redon O., Freitas P.P. Mechanism of exchange anisotropy and thermal stability of spin valves biased with ultrathin TbCo layers// J. Appl. Phys.- 1998.- Vol. 83(5).- P. 2851-2856.
14. Soltani M.L., Chakri N., Lahoubi M. Composition and annealing dependence of magnetic properties in amorphous Tb-Co based alloys// Journal of Alloys and Compounds.- 2001.- Vol. 323-324.- P. 422-426.

15. Soltani M. Structural, compositional and annealing effects on magnetic properties in $R_{1-x}Co_x$ ($R = Er, Tb, Sm$) amorphous thin film alloys// Journal of Non-Crystalline Solids.- 2007.- Vol. 353.- P. 2074-2078.
16. Martins R.M.S., Beckers M., Mücklich A., Schell N., Silva R.J.C., Mahesh K.K., Fernandes F.M.B. The interfacial diffusion zone in magnetron sputtered Ni-Ti thin films deposited on different Si substrates studied by HR-TEM// Materials Science Forum.- 2008.- Vol. 587-588.- P. 820-823.

ВЫВОДЫ

1. Оработана методика определения концентрационных зависимостей атомных магнитных моментов в аморфных плёнках бинарных сплавов редкоземельных элементов с Co. Показано, что в системе Tb-Co имеет место эффективное уменьшение атомного магнитного момента Tb с увеличением содержания редкоземельного элемента. Его интенсивность зависит от способа получения плёнок, что связывается с особенностями концентрационного изменения дисперсии локальных моментов Tb в рамках сперимагнитной структуры.

2. Показано, что аморфные плёнки RE-Co (RE=Gd, Tb) в основном состоянии обладают значительной магнитной восприимчивостью в высоких полях. В плёнках Gd-Co, обладающих перпендикулярной анизотропией, она обусловлена деформацией коллинеарной ферромагнитной структуры. В плёнках Tb-Co независимо от характера анизотропии восприимчивость формируется за счёт вращения результирующих магнитных моментов в элементах стохастической структуры в области средних магнитных полей (до 20 кЭ) и деформации сперимагнитной структуры в области более высоких полей.

3. Установлено, что наведённая магнитная анизотропия аморфных плёнок Tb-Co имеет немагнитострикционное происхождение, и критическую роль в её формировании играет технологическое магнитное поле. Предполагается, что определяющий вклад в наведённую анизотропию вносит одноионная анизотропия Tb, которая возникает из-за определённого атомного упорядочения, инициируемого обменным взаимодействием свежесаждённых атомов Tb с уже сформировавшейся и намагниченной плёнкой.

4. Установлена однозначная корреляция между величиной поля обменной связи и магнитным моментом тербиевой подсистемы аморфного слоя в плёночных структурах Fe₂₀Ni₈₀/Tb-Co и Co/Tb-Co, что указывает на определяющую роль взаимодействия 3d-Tb в межслойном обмене. Причиной этого может быть косвенный характер указанного взаимодействия, которое на межслойных интерфейсах, вероятно, является более эффективным, чем прямой 3d-3d обмен.

5. Установлены закономерности необратимого изменения поля однонаправленной анизотропии и коэрцитивной силы плёнок типа Fe₂₀Ni₈₀/Tb-Co под действием термической обработки. С привлечением данных прямого измерения профилей элементного состава, выполненного методом GIXRF, показано, что главной причиной указанных изменений является взаимодиффузия контактирующих слоёв. Найдено, что ультратонкая прослойка Ti является эффективным барьером для термоиницированной межслойной диффузии и обеспечивает значительное расширение интервала термической устойчивости поля обменного смещения.

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ АВТОРА

1. Балымов К.Г., Васьковский В.О., Свалов А.В., Степанова Е.А., Кулеш Н.А.. Особенности перемагничивания пленок Tb-Co/Fe₁₉Ni₈₁ с однонаправленной анизотропией// ФММ.- 2010.- Т. 110(6).- С. 550–555.
2. Васьковский В.О., Балымов К.Г., Ювченко А.А., Свалов А.В., Сорокин А.Н., Кулеш Н.А., Магниторезистивная среда Fe₁₉Ni₈₁/Tb-Co с внутренним магнитным смещением// ЖТФ.- 2011.- Т.81(7).- С.83-87.
3. Васьковский В.О., Балымов К.Г., Свалов А.В., Кулеш Н.А., Степанова Е.А., Сорокин А.Н. Магнитная анизотропия аморфных пленок Tb–Co// ФТТ.- 2011.- Т.53(11).- С. 2161-2168.
4. Собина Е.П., Васьковский В.О., Медведевских С.В., Цай И.С., Степанова Е.А., Лепаловский В.Н., Балымов К.Г., Кулеш Н.А., Ювченко А.А. Создание стандартных образцов электрических и магнитных характеристик нанопокровтий пермаллоя на кремнии// Стандартные образцы.- 2012.- №1.- С. 33-42.
5. Kulesh N.A., Balymov K.G., Sorokin A.N., Vas'kovskiy V.O. Influence of permalloy layer and Ti spacer thicknesses on magnetic and magnetoresistive properties of Fe₁₉Ni₈₁/Ti/Tb-Co films// Solid State Phenomena.- 2012.- Vol. 190.- P. 451-454.
6. Васьковский В. О., Свалов А. В., Балымов К. Г., Кулеш Н.А. Влияние отжига на магнитную анизотропию и гистерезисные свойства пленочных структур, содержащих аморфные слои Tb-Co// ФММ.- 2012.- Т. 113(9).- С. 908-912.
7. Собина Е.П., Медведевских С.В., Казанцев В.В., Васильев А.С., Васьковский В.О., Лепаловский В.Н., Кулеш Н.А., Неудачина Л.К., Морозова М.В., Ювченко А.А. Создание стандартных образцов состава, толщины и поверхностной плотности нанопокровтий на кремнии// Заводская лаборатория. Диагностика материалов.- 2012.- Т. 78(8).- С. 64-68.
8. Villar Alzola N., Svalov A.V., Kulesh N.A., Mayura N.S., Larrañaga A., Kurlyandskaya G.V. Structure and magnetic properties of FeNi/Ti sputtered multilayers// European Physical Journal Web of Conferences.- 2013.- Vol. 40.- P. 17002(4).
9. Попов А.Г., Герасимов Е.Г., Терентьев П.Б., Гавико В.С., Шуняев К.Ю., Михайлова Т.Л., Васьковский В.О., Кулеш Н.А. Влияние добавки стеарата цинка на свойства спеченных магнитов Nd–Fe–B// ФММ.- 2013.- Т. 114(4).- С. 314-324.
10. Кулеш Н.А., Собина Е.П., Васьковский В.О., Коротнев М.О. Особенности градуировки рентгенофлуоресцентного спектрометра с полным внешним отражением “Nanohunter” с использованием стандартных образцов растворов элементов // Стандартные образцы.- 2013.- № 4.- С. 25-29.
11. Васьковский В.О., Лепаловский В.Н., Горьковенко А.Н., Кулеш Н.А., Савин П.А., Свалов А.В., Степанова Е.А., Щеголева Н.Н., Ювченко А.А. Магниторезистивная среда на основе пленочной структуры Fe₂₀Ni₈₀/Fe₅₀Mn₅₀// ЖТФ.- 2015.- Т. 85(1).- С. 118-125.

12. Vaskovskiy V.O., Lepalovskij V.N., Gor'kovenko A.N., Savin P.A., Kulesh N.A., and Shchegoleva N.N. Influence of Interlayer Interfaces on Exchange Coupling in Multilayer Magnetoresistive Films with Fe₅₀Mn₅₀ Layers// IEEE Trans. Magn.- 2014.- (в печати).
13. Balymov K.G., Kulesh N.A., Stepanova E.A., Vas'kovskiy V.O., SVALOV A.V. Influence of temperature on magnetic properties of Tb₂₆Co₇₄/Co/Fe₂₀Ni₈₀ films with exchange bias// Physica Acta Polonica A.- 2014.- (в печати).
14. Kulesh N.A., Balymov K.G., Vas'kovskiy V.O. Influence of the interface quality on magnetic properties of Fe₂₀Ni₈₀/Tb-Co films with unidirectional anisotropy// Physica Acta Polonica A.- 2014.- (в печати).
15. Балымов К.Г., Кулеш Н.А., Савин П.А., Васьковский В.О.. Влияние рельефа поверхности подложки на гистерезисные и магниторезистивные свойства плёнок пермаллоя // Тез докл. Пятой Российской научно-практической конференции «Физические свойства металлов и сплавов», Ноябрь 16-18.- 2009, Екатеринбург.- С. 25.
16. Кулеш Н.А., Балымов К.Г., Васьковский В.О. Эффект магнитного смещения и анизотропия магнитосопротивления в пленках Tb-Co/Fe₁₉Ni₈₁// Тез. докл. X-й Всероссийской молодежной школы-семинара по проблемам физики конденсированного состояния вещества, Ноябрь 9-15.- 2009, Екатеринбург.- С. 30.
17. Кулеш Н.А., Балымов К.Г., Васьковский В.О., Влияние прослойки Ti на магнитные и магниторезистивные свойства двухслойных пленок Fe₁₉Ni₈₁/Tb-Co// Тез. докл. XI-й Всероссийской молодежной школы-семинара по проблемам физики конденсированного состояния вещества, Ноябрь 15 – 21.- 2010, Екатеринбург.- С. 49.
18. Маюра Н.С., Кулеш Н.А., Балымов К.Г., Васьковский В.О., Влияние отжига слоя пермаллоя на магнитные и магниторезистивные свойства пленок Fe₁₉Ni₈₁/Tb₃₅Co₆₅// Тез. докл. XI-й Всероссийской молодежной школы-семинара по проблемам физики конденсированного состояния вещества.- 2010, Екатеринбург.- С. 50.
19. Balymov K.G., Vas'kovskiy V.O., Svalov A.V., and Kulesh N.A., Unidirectional anisotropy and magnetoresistance of Tb-Co/Fe₁₉Ni₈₁ films// Trends in MAGnetism (EASTMAG): book of abstr. IV Euro-Asian Symp. Yekaterinburg, 2010.- P. 203.
20. Kulesh N.A., Balymov K.G., Sorokin A.N., Vas'kovskiy V.O. Magnetic anisotropy and magnetostriction of amorphous TbCo films// Moscow International Symposium on Magnetism: book of abstr. M.: Moscow State University, 2011.- P. 426-427.
21. Vas'kovskiy V.O., Svalov A.V., Balymov K.G., Kulesh N.A. Influence of the heat treatment on magnetic properties of Tb-Co films and Tb-Co/Fe₁₉Ni₈₁ bilayers// Moscow International Symposium on Magnetism: book of abstr. M.: Moscow State University, 2011.- P. 134.
22. Аниховская С.С., Кулеш Н.А., Васьковский В.О. Применение рентгенофлуоресцентного спектрометра на полном отражении Nano-hunter для исследования тонких магнитных плёнок// Тез. докл. XII-й Всероссийской молодежной школы-семинара по проблемам физики конденсированного состояния вещества.- 2011, Екатеринбург.- С. 133.

23. Балымов К.Г., Кулеш Н.А., Васьковский В.О. Однонаправленная анизотропия, гистерезисные свойства и анизотропия магнитосопротивления пленочных структур $\text{Fe}_{19}\text{Ni}_{81}/\text{Ti}/\text{Tb-Co}$ // Физические свойства металлов и сплавов: тез. докл. VI Рос. конф. Екатеринбург: ИПХФ РАН, 2011.- С. 27.
24. Кулеш Н.А., Васьковский В.О., Свалов А.В., Балымов К.Г., Урусова Н.В. Магнетизм Co в аморфных пленках La-Co// XXXVI совещание по физике низких температур: тез. докл. СПб.: ПИЯФ, 2012.- С. 97.
25. Балымов К.Г., Кулеш Н.А., Васьковский В.О., Свалов А.В., Степанова Е.А. Влияние немагнитной прослойки и температуры на гистерезисные свойства пленок $\text{Fe}_{19}\text{Ni}_{81}/\text{Tb-Co}$ с однонаправленной анизотропией// XXXVI совещание по физике низких температур: тез. докл. СПб.: ПИЯФ, 2012.- С. 112.
26. Васьковский В.О., Балымов К.Г., Кулеш Н.А., Свалов А.В. Однонаправленная анизотропия и гистерезисные свойства двухслойных плёнок $\text{Fe}_{19}\text{Ni}_{81}/\text{Tb-Co}$ и $\text{Co}/\text{Tb-Co}$ // Новое в магнетизме и магнитных материалах: сб. тр. XXII Междунар. конф. Астрахань: Астраханский государственный университет, 2012.- С. 526-527.
27. Kulesh N.A., Vas'kovskiy V.O., Balymov K.G., Svalov A.V. Influence of temperature, annealing, and nonmagnetic spacer on interlayer coupling in $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb-Co}$ films// Joint European Magnetic Symposia 2012: book of abstr. Parma, Italy.- P. 173.
28. Villar Alzola N., Svalov A.V., Kulesh N.A., Mayura N., Larranaga A., Kurlyandskaya G.V. Structure and magnetic properties of FeNi/Ti sputtered multilayers// Joint European Magnetic Symposia 2012: book of abstr. Parma, Italy.- P. 103.
29. Аниховская С.С., Кулеш Н.А., Васьковский В.О. Метод рентгенофлуоресцентного анализа с полным отражением для неразрушающего контроля тонких металлических пленок// Физика и химия наноразмерных систем: сб. тез. докл. Всерос. молодежной конф. Екатеринбург: ИПЦ УрФУ, 2012.- С. 82.
30. Кулеш Н.А., Васьковский В.О., Балымов К.Г., Свалов А.В. Влияние температуры отжига на гистерезисные свойства пленок $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb-Co}$ и $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ti}/\text{Tb-Co}$ с однонаправленной магнитной анизотропией// XIII Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества: тез. докл. Екатеринбург: УрО РАН, 2012.- С. 53.
31. Степанова Е.А., Балымов К.Г., Васьковский В.О., Кулеш Н.А., Лепаловский В.Н., Собина Е.П., Аниховская С.С. Получение наноразмерных пленочных структур методом магнетронного напыления и аттестация их свойств// 6-я школа «Метрология и стандартизация в нанотехнологиях и nanoиндустрии», Сборник тезисов, 2013.- С. 40.
32. Кулеш Н.А., Новоселова Ю.П., Лейман Д.В., Сафронов А.П., Курляндская Г.В. Применение метода рентгенофлуоресцентного анализа на полном внешнем отражении для измерения концентрации железа в суспензии наночастиц маггемита// 6-я школа «Метрология и стандартизация в нанотехнологиях и nanoиндустрии», Сборник тезисов, 2013.- С. 57.

33. Kulesh N.A., Balymov K.G., Vas'kovskiy V.O., Svalov A.V., Stepanova E.A., Sorokin A.N. Influence of temperature on the interlayer exchange coupling in Fe-Ni/Tb-Co and Co/Tb-Co bilayers// Joint European Magnetic Symposia 2013: Book of abstr. Rhodes, Greece.- P. 351.
34. Balymov K.G., Kulesh N.A., Stepanova E.A., Vas'kovskiy V.O., Svalov A.V. Influence of interlayer interfaces on the magnetic properties of exchange-coupled Tb-Co-based amorphous films// V Euro-Asian Symposium "Trends in MAGnetism": Nanomagnetism (EASTMAG-2013): Abstracts. –Vladivostok, Russia, 2013.- P. 185.
35. Vas'kovskiy V.O., Balymov K.G., Kulesh N.A., Svalov A.V., Sorokin A.N. Characteristics of the hysteresis properties of the permalloy layer in exchange biased Fe₂₀Ni₈₀/Tb-Co films// V Euro-Asian Symposium "Trends in MAGnetism": Nanomagnetism (EASTMAG-2013): Abstracts. –Vladivostok, Russia, 2013.- 187.
36. Kulesh N.A., Muela A., Fdez-Gubieda L., Novoselova Yu.P., Denisova T.P., Safronov A.P., Zarubina K., Kurlyandskaya G.V. Study of trace iron concentrations in biological samples by total reflection X-ray fluorescence spectrometry// The 15th International Conference on Total Reflection X-ray Fluorescence Analysis (TXRF2013) and The 49th Annual Conference on X-ray Chemical Analysis: Book of Abstracts, Osaka, Japan.- 2013.- P. 99-100.
37. Новоселова Ю.П., Кулеш Н.А., Сафронов А.П., Бекетов И.В., Лейман Д.В., Курляндская Г.В., Денисова Т.П., Зарубина К.В. Применение метода рентгенофлуоресцентного анализа на полном внешнем отражении для измерения концентрации железа в суспензии наночастиц маггемита и в одноклеточных биоструктурах// Сб. тез. докл. VII Всероссийской научно-практической конференции "Физические свойства металлов и сплавов" ФСМиС-VII. Екатеринбург, Россия.- 2013.- С. 175-176.
38. Балымов К.Г., Кулеш Н.А., Свалов А.В., Аданакова О.А., Васьковский В.О. Магнетизм слоистых ферромагнитных структур с модифицированным межслойным интерфейсом// Сб. тез. докл. XIV Всероссийской школы-семинара по проблемам физики конденсированного состояния СПФКС- XIV. Екатеринбург, Россия. 2013.- С. 39.
39. Новоселова Ю.П., Сафронов А.П., Лейман Д.В., Бекетов И.В., Кулеш Н.А., Курляндская Г.В., Денисова Т.П., Зарубина К.В. Структура и магнитные свойства биокomпозитов на основе дрожжей и наночастиц маггемита// Сб. тез. докл. XIV Всероссийской школы-семинара по проблемам физики конденсированного состояния СПФКС- XIV. Екатеринбург, Россия.- 2013.- С. 280.
40. Коротнев М.О., Кулеш Н.А., Васьковский В.О., Балымов К.Г. Исследование межслойной диффузии в пленках Tb-Co/Fe-Ni методом TXRF// Сб. тез. докл. VII Всероссийской научно-практической конференции "Физические свойства металлов и сплавов" ФСМиС-VII. Екатеринбург, Россия.- 2013.- С. 188-189.
41. Аданакова О.А., Балымов К.Г., Болячкин А.С., Кулеш Н.А., Свалов А.В., Степанова Е.А., Васьковский В.О. Особенности магнитной структуры аморфных пленок сплавов Co с тяжелыми редкоземельными элементами// Сб. тез. материалы Двадцатой Всероссийской научной конференции студентов-физиков и молодых ученых (ВНКСФ-20). – Екатеринбург: издательство АСФ России.- 2014.- С. 243-244.

42. Balymov K.G., Kulesh N.A., Adanakova O.A., Svalov A.V., Stepanova E.A., Vas'kovskiy V.O. Influence of temperature on magnetic properties of $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Co}/\text{Tb}_{26}\text{Co}_{74}$ films with exchange bias// The European Conference PHYSICS OF MAGNETISM 2014 Abstracts.- Poznan: Institute of Molecular Physics Polish Academy of Sciences.- 2014.- P. 180.
43. Kulesh N.A., Balymov K.G., Korotnev M.O., Vas'kovskiy V.O. Influence of the interface quality on magnetic properties of $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Tb-Co}$ films with unidirectional anisotropy// The European Conference PHYSICS OF MAGNETISM 2014 Abstracts.- Poznan: Institute of Molecular Physics Polish Academy of Sciences.- 2014.- P. 183.
44. Vas'kovskiy V.O., Adanakova O.A., Balymov K.G., Bolyachkin A.S., Kulesh N.A., Svalov A.V., Stepanova E.A. Study of high-field magnetization process in amorphous RE-Co films (RE=La,Gd,Tb)// The European Conference PHYSICS OF MAGNETISM 2014 Abstracts.- Poznan: Institute of Molecular Physics Polish Academy of Sciences.- 2014.- P. 184.
45. Kulesh N.A. Study of compositional delamination of Fe-Mn layers and its influence on magnetic properties of Fe-Mn-based multilayers// Moscow International Symposium on Magnetism: book of abstr. M.: Moscow State University, 2014.- P. 140.
46. Balymov K.G., Kulesh N.A., Adanakova O.A. Influence of the heat treatment on magnetic properties of TbCo/FeNi films with modified interlayer interface// Moscow International Symposium on Magnetism: book of abstr. M.: Moscow State University, 2014.- P. 460.

БЛАГОДАРНОСТИ

Автор выражает глубокую признательность научному руководителю, заведующему кафедрой магнетизма и магнитных наноматериалов Васьковскому Владимиру Олеговичу за помощь в формулировке темы и задач настоящего исследования, а так же руководство диссертационной работой.

Автор благодарит ближайших коллег и весь коллектив кафедры магнетизма и магнитных наноматериалов и отдела магнетизма твердых тел НИИ ФПМ за помощь в научной и учебной работе, а так же за особую атмосферу участия и доброжелательности, сыгравшую заметную роль при выборе направления научной деятельности.