

Магнитная анизотропия многослойных структур [FePt] $_n$

© А.С. Камзин,¹ Fulin Wei,² В.Р. Ганеев,³ А.А. Валиуллин,³ Л.Д. Зарипова³

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
194021 Санкт-Петербург, Россия

² Key Laboratory for Magnetism and Magnetic Materials of the Ministry of Education, Lanzhou University,
730000 Lanzhou, China

³ Казанский (Приволжский) федеральный университет,
420008 Казань, Россия
e-mail: kamzin@mail.ioffe.ru

(Поступило в Редакцию 10 июня 2013 г.)

Исследованы возможности управления магнитной анизотропией изменением количества слоев n в многослойных структурах (МС) [Fe/Pt] $_n$, полученных методом магнетронного последовательного распыления пластин Fe и Pt. Из мёссбауэровских исследований и измерений магнитных петель гистерезиса установлено, что при $n = 16$ МС [Fe/Pt] $_n$ обладают преимущественно перпендикулярной плоскости пленок магнитной анизотропией. Данные рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии и результаты микромагнитного моделирования позволяют утверждать, что в пленках существуют промежуточные слои, обогащенные ионами железа. Формирование магнитной анизотропии, перпендикулярной плоскости пленок [Fe/Pt] $_n$ (при $n = 16$), происходит за счет анизотропии промежуточных слоев.

Введение

Пленки FePt фазы $L1_0$ обладают большой энергией магнитокристаллической анизотропии (МА) ($K_u \approx 7 \cdot 10^7$ ergs/cm³) [1], что вызывает интерес в плане применения этих пленок в качестве носителей информации со сверхвысокоплотной магнитной записью. Пленки FePt перспективны для биомедицинских применений, так как обладают высокой биологической совместимостью. Так, в работе [2] сообщалось о создании объемных магнитов FePt для медицинских применений. Для миниатюризации этих магнитов и использования в медицинских микроустройствах в [3,4] были получены пленки FePt толщиной несколько микрометров методом распыления. В [5] сообщалось о получении Fe–Pt пленок с помощью лазерного распыления.

Для использования пленок в вышеперечисленных областях требуются пленки FePt с определенными анизотропными магнитными свойствами. Однако непосредственно после осаждения и без постростовой обработки пленки FePt имеют текстуру (111) и не обладают нужной МА [6]. Большие усилия были направлены на получение пленок FePt фазы $L1_0$ с перпендикулярной МА, как, например, эпитаксиальным ростом на монокристаллических подложках [7] или осаждением на текстурированных подслоях [8]. Однако вышеописанные методы являются либо дорогостоящими, либо полученные пленки не обладают нужными характеристиками.

В настоящей работе была поставлена задача исследовать возможности управления МА многослойных структур [Fe/Pt] $_n$ фазы $L1_0$ за счет изменения количества слоев n . Многослойные структуры (МС) [Pt/Fe] $_n$ были получены методом магнетронного последовательного распыления пластин Fe и Pt и осаждением Fe- и Pt-слоев на подогретую до $\sim 480^\circ\text{C}$ стеклянную подложку.

После распыления температура подложки повышалась до 500°C и поддерживалась в течение 30 min. Общая толщина каждого образца составляла 40 nm и периодичность двух слоев была $n = 4, 8, 16, 20$ и 32. Базовое давление в камере $\sim 2 \cdot 10^{-7}$ Торр, а давление при распылении ~ 5 мТорр.

Магнитные свойства МС измерены при 77 К с помощью сверхпроводящего квантового интерферометра во внешнем магнитном поле до 5 Т. Кристаллическая структура пленок изучена рентгеновской дифракцией (РД) методом θ - 2θ -сканирования CuK_α -излучения. Состав пленок исследован методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. Ориентация остаточной намагниченности исследовалась с использованием конверсионной электронной мёссбауэровской (КЭМ) спектроскопии с помощью спектрометра, в котором источник γ -квантов ^{57}Co (Rd) двигался с постоянным ускорением по закону движения треугольной формы. Величины изомерных сдвигов определялись относительно α -Fe. Для существенного повышения соотношения сигнал/шум при исследовании пленок использована КЭМ-спектроскопия. Конверсионные электроны регистрировались заполненным смесью газов He+5% CH_4 детектором электронов [9], в который помещался исследуемый образец. Скоростная шкала калибровалась с использованием фольги α -железа при комнатной температуре или лазерным интерферометром. Математический анализ мёссбауэровских спектров проводился по программе [10], позволяющей из экспериментальных спектров определить величины сверхтонких взаимодействий: эффективные магнитные поля на ядрах ионов железа (H_{hf}), квадрупольные расщепления (QS) и химические сдвиги (CS).

Магнитные характеристики FePt МС представлены в табл. 1. Как видно из табл. 1, коэрцитивность пленок

Таблица 1. Экспериментально полученные магнитные параметры многослойных пленок $[\text{FePt}]_n$

Структура	Состав	H_c, Oe		M_r/M_s		D, nm
		In	out⊥	In	out⊥	
$[\text{Fe}(0.65 \text{ nm})/\text{Pt}(0.60 \text{ nm})]_{32}$	$\text{Fe}_{58}\text{Pt}_{42}$	13 589	12 473	0.669	0.805	22.3
$[\text{Fe}(1.0 \text{ nm})/\text{Pt}(1.0 \text{ nm})]_{20}$	$\text{Fe}_{56}\text{Pt}_{44}$	13 861	12 959	0.622	0.866	19.5
$[\text{Fe}(1.3 \text{ nm})/\text{Pt}(1.2 \text{ nm})]_{16}$	$\text{Fe}_{58}\text{Pt}_{42}$	14 217	12 757	0.516	0.725	23.2
$[\text{Fe}(2.6 \text{ nm})/\text{Pt}(2.4 \text{ nm})]_8$	$\text{Fe}_{58}\text{Pt}_{42}$	14 132	10 513	0.610	0.513	22.2
$[\text{Fe}(5.2 \text{ nm})/\text{Pt}(4.8 \text{ nm})]_4$	$\text{Fe}_{58}\text{Pt}_{42}$	11 614	11 454	0.427	0.731	26.8
Пленки сплава $\text{FePt}(40 \text{ nm})$	$\text{Fe}_{58}\text{Pt}_{42}$	11 935	11 645	0.788	0.425	—

Примечание. Здесь H_c — коэрцитивность, измеренная в направлении вдоль (In||) и перпендикулярно плоскости пленки (out⊥). Соотношение остаточной намагниченности пленки к намагниченности насыщения (M_r/M_s), полученные в направлении вдоль (In||) и перпендикулярно плоскости пленки (out⊥). D (nm) — размер гранул в пленке.

велика (более 10 kOe), что указывает на принадлежность полученных МС $[\text{FePt}]_n$ к фазе $L1_0$. При периодичности n больше чем 8 остаточная намагниченность в перпендикулярном плоскости пленок направлении выше, чем в плоскости пленок. Кроме того, при повышении числа n отношение остаточной намагниченности в направлении, перпендикулярном плоскости пленки, увеличивается от 0.513 до 0.866, указывая на то, что полученные $[\text{FePt}]_n$ -системы обладают перпендикулярной МА. Следует отметить, что представленные в табл. 1 экспериментальные данные не согласуются с результатами работ [6,11], в которых сообщалось, что компонента намагниченности в пленках FePt с текстурой (111) в направлении, перпендикулярном плоскости пленки, должна быть много меньше, чем в направлении вдоль плоскости.

Мёсбауэровская спектроскопия позволяет напрямую определить ориентацию намагниченности в исследуемых материалах. КЭМ-спектры МС $[\text{FePt}]_n$, приведенные на рис. 1, представляют собой типичные спектры тонких магнитных пленок и состоят из достаточно узких по ширине ($\sim 0.28 \text{ mm/s}$) зеемановских линий. Асимметрии линий не наблюдается, что указывает на однофазность пленок. Методом вычитания линии зеемановского расщепления из спектров МС $[\text{FePt}]_n$ установлено, что в области „нуля“ скоростей отсутствуют линии, принадлежащие ионам железа в парамагнитной фазе. Это означает, что все ионы Fe в пленках $[\text{FePt}]_n$ находятся в магнитоупорядоченном состоянии. С увеличением количества слоев n интенсивность 2-й и 5-й линий зеемановского расщепления понижается (рис. 1), указывая на уменьшение угла отклонения магнитных моментов ионов железа от направления пучка γ -излучения, ориентированного по нормали к плоскости поверхности пленки. При количестве слоев $n = 16$ интенсивность 2-й и 5-й линий минимальны. Увеличение n приводит к повышению интенсивности 2-й и 5-й линий зеемановского расщепления.

Параметры сверхтонких взаимодействий, полученные из экспериментальных спектров (рис. 1) с использованием программы [10], приведены в табл. 2. Как видно из табл. 2, величины QS близки к 0.3 mm/s . Такие

значения QS принадлежат пленкам FePt , находящимся в ГЦТ-фазе, тогда как значения КР для ГЦК-состояния в FePt близки к нулю [12]. Это означает, что в МС $[\text{FePt}]_n$ наблюдается только ГЦТ-фаза, а ГЦК-фаза отсутствует. Полуширины линий спектров пленки (0.28 mm/s) несколько больше, чем полуширины линий спектра

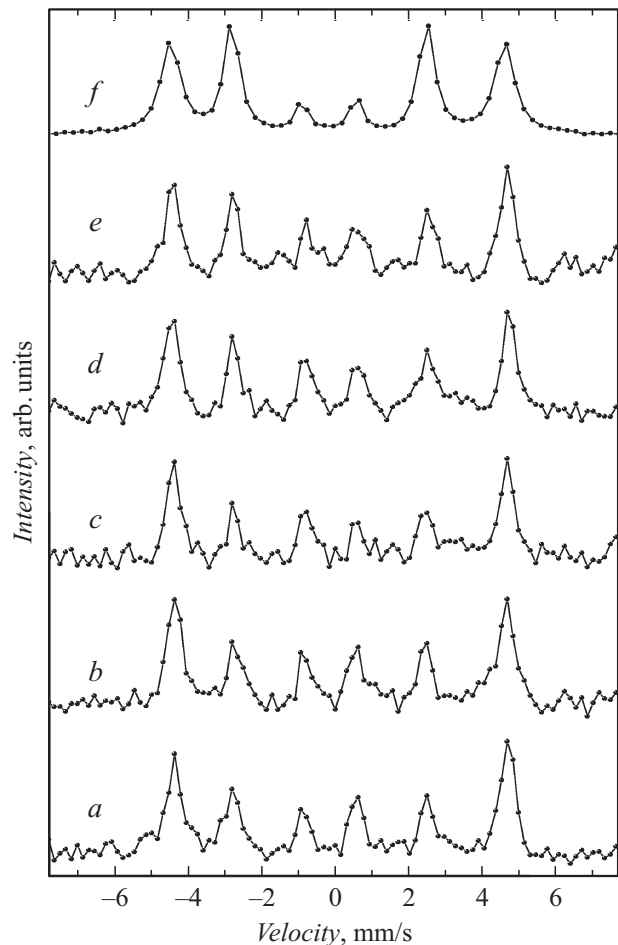


Рис. 1. Мёсбауэровские спектры многослойных структур: a — $[\text{Fe}(1 \text{ nm})/\text{Pt}(1 \text{ nm})]_{32}$, b — $[\text{Fe}(1.3 \text{ nm})/\text{Pt}(1.2 \text{ nm})]_{20}$, c — $[\text{Fe}(2.6 \text{ nm})/\text{Pt}(2.4 \text{ nm})]_{16}$, d — $[\text{Fe}(5.2 \text{ nm})/\text{Pt}(4.8 \text{ nm})]_8$, e — $[\text{Fe}(5.2 \text{ nm})/\text{Pt}(4.8 \text{ nm})]_4$, f — пленки сплава $\text{FePt}(40 \text{ nm})$ соответственно.

Таблица 2. Мёссбауэровские параметры многослойных пленок FePt

Структура пленок	$LW \Gamma_1/\Gamma_2/\Gamma_3 \pm 0.04$, mm/s	$IS \pm 0.008$, mm/s	$QS \pm 0.02$, mm/s	$H_{\text{eff}} \pm 0.1$, Т	$\Theta \pm 1.0$	M_{\perp}	M_{\parallel}
[Fe(0.65 nm)/Pt(0.60 nm)] ₃₂	0.426; 0.411; 0.336	0.047	-0.295	27.8	52	44	56
[Fe(1 nm)/Pt(1 nm)] ₂₀	0.422; 0.366; 0.352	0.039	-0.279	27.6	52	44	56
[Fe(1.3 nm)/Pt(1.2 nm)] ₁₆	0.371; 0.335; 0.288	0.038	-0.274	27.8	44	51	49
[Fe(2.6 nm)/Pt(2.4 nm)] ₈	0.394; 0.383; 0.362	0.051	-0.248	28.1	57	39	61
[Fe(5.2 nm)/Pt(4.8 nm)] ₄	0.369; 0.345; 0.495	0.047	-0.242	28.0	58	38	62
Пленки сплава FePt(40 nm)	0.430; 0.421; 0.346	0.045	-0.290	28.0	90	0	90

Примечание. θ — угол отклонения магнитных моментов ионов Fe от нормали к поверхности пленки, M_{\perp} и M_{\parallel} — доли магнитных моментов ионов железа, ориентированных перпендикулярно и параллельно плоскости пленки соответственно, LW — ширины спектральных линий, IS — изомерный химический сдвиг относительно α -Fe, QS — квадрупольное расщепление, H_{eff} — эффективные магнитные поля на ядрах ионов железа.

фольги чистого железа α -Fe (0.23 mm/s), что указывает на небольшой разброс эффективных магнитных полей на ядрах ионов железа, присущий тонким пленкам. Величины эффективных магнитных полей на ядрах ионов железа в FePt пленках составляют ~ 280 kOe, что меньше значения 330 kOe для чистого железа. Это связано с понижением эффективных полей в структурах [Fe/Pt] n за счет окружения ионов железа ионами Pt.

Угол θ , определяющий ориентацию H_{hf} эффективного магнитного поля (или магнитного момента) на ядре мёссбауэровского изотопа относительно направления волнового вектора γ -излучения, определяется в мёссбауэровской спектроскопии из соотношения интенсивностей вторых (пятых) и первых (шестых) линий ($A_{2.5}/A_{1.6}$) зеемановского секстиплета с использованием формулы

$$\frac{A_{2.5}}{A_{1.6}} = \frac{4}{3} \frac{\sin^2 \theta}{(1 + \cos^2 \theta)}.$$

В наших экспериментах волновой вектор γ -излучения был ориентирован по нормали к поверхности исследуемого образца, следовательно, здесь θ — угол отклонения магнитных моментов от нормали к поверхности пленки. Величины углов отклонения θ , рассчитанные из экспериментальных спектров, приведены в табл. 1. Значению угла θ может соответствовать один из трех вариантов ориентации магнитных моментов, а именно это средний угол (θ), суммирующий направления магнитных моментов от параллельного нормали к поверхности пленки до параллельного поверхности пленки; это максимальный угол, в случае его равновероятного по направлению распределения в виде „зонтика“; угол θ является суммой количества магнитных моментов ионов железа в пленке, ориентированных перпендикулярно и параллельно поверхности пленки. В случае исследуемых МС [Fe/Pt] n наиболее вероятным является третий вариант, когда часть магнитных моментов в пленке направлена перпендикулярно, а другая часть — параллельно поверхности пленки.

Следует отметить, что данные, полученные из мёссбауэровских исследований, подтверждаются результатами анализа рентгеновских дифрактограмм, полученных на МС [Fe/Pt] n . Анализ дифрактограмм показал, что при

периодичности n больше, чем 8, наблюдаются только линии (111), принадлежащие пленкам FePt в фазе $L1_0$, в то время как линия (001) небольшой интенсивности наблюдается при $n = 8$. Следовательно, для МС [Fe/Pt] n при $n = 4, 8, 16, 20$ доминирующей является текстура (111).

Анализ композиционных профилей распределения ионов по глубине, полученных из данных рентгеновской дифракции, показал, что максимальное соотношение концентрации атомов железа и платины, например, в случае МС [Fe(5.2 nm)/Pt(4.8 nm)]₄ составляет Fe:Pt = 55:45, тогда как соотношение Fe:Pt = 58:42 наблюдается в промежуточном слое, т.е. имеет место формирование дополнительного слоя, обогащенного ионами железа. Можно полагать, что в исследуемых многослойных структурах [Fe/Pt] n повышение МА в перпендикулярном плоскости пленки направлении связано с присутствием промежуточного слоя, в котором нарушается симметрия структуры и формируется дополнительная анизотропия. Причины такого повышения перпендикулярной анизотропии были проанализированы с использованием метода микромагнитного моделирования [13,14]. Результаты такого моделирования приведены на рис. 2. Как видно из рис. 2, теоретические петли гистерезиса [Fe/Pt] n (при $n = 20$), полученные без учета эффективной константы анизотропии промежуточного слоя (т.е. $K_s = 0$), не совпадают с экспериментальными данными. При учете K_s и повышении K_s от 0 до $0.89 \cdot K_c$ (где K_c — константа магнитокристаллической анизотропии сплава FePt фазы $L1_0$) модельные петли гистерезиса хорошо совпадают с экспериментальными. Отсюда следует, что в МС [Fe/Pt] n , полученных методом последовательного напыления, присутствуют анизотропные промежуточные слои. Энергия анизотропии промежуточного слоя зависит от его доли в объеме пленки. При $n = 8$ константа K_s промежуточного слоя составляет ~ 0.43 от K_c , таким образом, отношение остаточной намагниченности в направлении, перпендикулярном плоскости, ниже, чем в плоскости пленки. При повышении периодичности n от 8 до 20 доля промежуточных слоев увеличивается, и, следовательно, анизотропия промежуточного слоя в пленке также должна возрасти. Результаты моделирования показывают, что константа магнитной анизотропии промежуточного

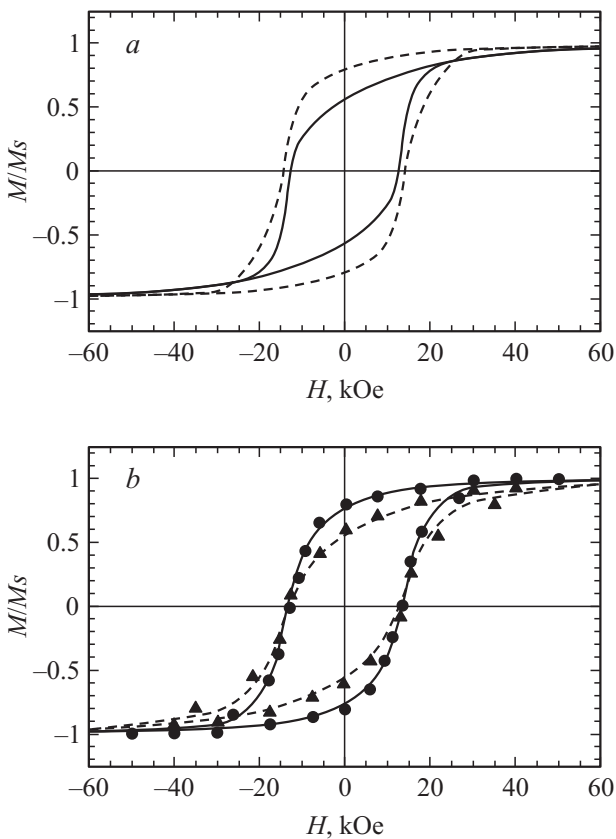


Рис. 2. Изменение петель гистерезиса за счет анизотропного промежуточного слоя для многослойной структуры $[\text{Fe}(1 \text{ nm})/\text{Pt}(1 \text{ nm})]_{20}$, полученное при микромагнитном моделировании: *a* — без учета эффективной константы анизотропии промежуточного слоя ($K_s = 0$), *b* — при учете эффективной константы анизотропии промежуточного слоя ($K_s = 0.89 \cdot K_c$, здесь K_c — константа магнитокристаллической анизотропии сплава FePt фазы $L1_0$). — — теоретическая петля гистерезиса в направлении, перпендикулярном плоскости пленки, ---- — теоретическая петля гистерезиса в направлении, параллельном плоскости пленки, ● — экспериментально полученная петля гистерезиса в направлении, перпендикулярном плоскости пленки, ▼ — экспериментально полученная петля гистерезиса в направлении, параллельном плоскости пленки.

слоя K_s увеличивается с $0.43 \cdot K_c$ до $0.89 \cdot K_c$, поэтому в пленках $[\text{Fe}/\text{Pt}]_n$ (при $n = 16$) отчетливо наблюдается перпендикулярная плоскости пленок магнитная анизотропия, несмотря на то что пленки обладают (111) текстурой.

Таким образом, методом магнетронного последовательного распыления мишеней из Fe и Pt и осаждением на предварительно нагретую стеклянную подложку получены многослойные структуры $[\text{Fe}/\text{Pt}]_n$. Установлено, что магнитная анизотропия MC $[\text{Fe}/\text{Pt}]_n$ зависит от количества слоев n . В случае MC $[\text{Fe}/\text{Pt}]_{16}$ (т.е. при $n = 16$) наблюдается преимущественно перпендикулярная плоскости пленок анизотропия, возникающая за счет формирования анизотропных промежуточных слоев. Природой

анизотропии промежуточного слоя является нарушение симметрии за счет обогащения этого слоя ионами железа.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 12-02-92690-ИНД-а).

Список литературы

- [1] Иванов О.А., Солина Л.В., Демшина В.А., Магат Л.М. // Физика металлов и металловедение. 1973. Т. 35. № 1. С. 92–97.
- [2] Nakayama T., Watanabe M., Homma M., Kanno T., Kimura K., Okuno O. // J. Magn. Soc. Jpn. 1997. Vol. 21. P. 377–380.
- [3] Aoyama H., Honkura Y. // J. Magn. Soc. Jpn. 1996. Vol. 20. P. 237–240.
- [4] Liu W.F., Suzuki S., Li D.S., Machida K. // J. Magn. Mater. 2006. Vol. 302. P. 201–205.
- [5] Nakano M., Shibata S., Yanai T., Fukunaga H. // J. Appl. Phys. 2009. Vol. 105. N 7. P. 07A 732–07A 735.
- [6] Hsu Y.N., Laughlin D.E., Lambeth D.N., Jeong S. // J. Appl. Phys. 2001. Vol. 89. P. 7068–7070.
- [7] Laenens B., Almeida F.M., Planckaert N., Temst K., Meersschaet J., Vantomme A., Rentenberger C., Rennerhofer M., Sepiol B. // J. Appl. Phys. 2009. Vol. 105. P. 073 913–073 919.
- [8] Trichy G.R., Narayan J., Zhou H. // Appl. Phys. Lett. 2006. Vol. 89. P. 132 502–132 504.
- [9] Kamzin A.S., Grigor'ev L.A. // J. Appl. Phys. 1994. Vol. 76. N 10. P. 7099–7102.
- [10] Семенов В.Г., Панчук В.В. (частное сообщение).
- [11] Chou S.C., Yu C.C., Liou Y., Yao Y.D., Wei D.H., Chin T.S., Tai M.F. // J. Appl. Phys. 2004. Vol. 95. P. 7276–7278.
- [12] Karanasos V., Panagiotopoulos I., Niarchos D., Okumura H., Hadjipanayis G.C. // Appl. Phys. Lett. 2001. Vol. 79. P. 1255–1257.
- [13] LuRan Zhang, Zhenghua Li, Xi Liu, Jianmin Bai, Yoshimura S., Saito H., Fulin Wei // Mater. Lett. 2012. Vol. 79. P. 235–237.
- [14] Zhenghua Li, Hailong Xie, Xi Liu, Jianmin Bai, Fulin Wei, Dan Wei, Yoshimura S., Saito H., Xiaoxi Liu // J. Appl. Phys. 2011. Vol. 109. P. 07D 343–07D 343-3.