

Влияние отжига на магнитные и магнитооптические свойства пленок Ni

© Е.Е. Шалыгина, Л.В. Козловский, Н.М. Абросимова, М.А. Мукашева

Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова,
119992 Москва, Россия

E-mail: shal@magn.ru

(Поступила в Редакцию 9 марта 2004 г.
В окончательной редакции 7 июля 2004 г.)

Представлены результаты исследования магнитных и магнитооптических свойств исходных и отожженных при температуре $T_{\text{ann}} = 300, 400$ и 500°C пленок Ni толщиной 50–200 nm. Объемные и приповерхностные петли гистерезиса измерены с помощью вибрационного магнитометра и экваториального эффекта Керра (ЭЭК). Обнаружено сильное влияние температуры отжига на магнитные характеристики изучаемых образцов. В частности, установлено, что с ростом температуры отжига коэрцитивная сила H_C пленок Ni увеличивается, а остаточная намагниченность уменьшается. Найденные зависимости магнитных характеристик от толщины пленок и температуры отжига объяснены микроструктурными особенностями образцов. Установлено, что для всех пленок Ni спектры ЭЭК в области энергии квантов падающего света от 1.5 до 6 eV имеют одинаковую форму, но значения ЭЭК уменьшаются с ростом T_{ann} . Этот экспериментальный факт объяснен уменьшением намагниченности насыщения отожженных образцов.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 02-02-16627).

1. Введение

В последние годы большое внимание уделяется исследованию низкоразмерных магнитных материалов, особенность которых состоит в том, что один или два их размера лежат в микро- или нанометрическом диапазоне. Тонкие магнитные пленки (ТМП), толщина которых значительно меньше, чем два других размера, являются одним из примеров твердотельных низкоразмерных материалов. ТМП имеют уникальные магнитные, магнитооптические, кинетические и динамические свойства. Вследствие этого они находят широкое практическое применение. В частности, ТМП используются в качестве миниатюрных элементов в различных устройствах современной микроэлектроники [1–3], в системах магнитной памяти [4–6], в качестве интерференционных фильтров, отражающих и антиотражающих покрытий [7,8] и т.д.

В 90-е годы прошлого столетия был достигнут значительный прогресс в технологии получения ТМП, что в немалой степени интенсифицировало их изучение. Некоторые результаты уже проведенных исследований позволили решить ряд проблем физики ТМП. В частности, представления о влиянии границы раздела между магнитной пленкой и подложкой на кинетические, магнитные и магнитооптические свойства были значительно расширены. Влияние морфологии, размеров кристаллитов и их кристаллографической ориентации в немагнитном слое, напыленном между магнитной пленкой и подложкой, на магнитные свойства тонкопленочных магнитных систем было исследовано детально (см., например, [9]). Получен обширный экспериментальный материал по влиянию микроструктуры и толщины немаг-

нитных слоев (Zr, Ta, Al, Mo, Pt, Pd) на магнитные свойства пленок Fe и Co с изменяющейся в широких пределах (от 2 до 200 nm) толщиной [10–13]. Вместе с тем магнитные характеристики пленок Ni изучены не столь подробно (см., например, [14–17]), а влияние отжига на их магнитные и магнитооптические свойства не исследовалось вообще.

Целью данной работы является исследование магнитных и магнитооптических свойств пленок Ni в исходном состоянии и после отжига при температурах 300, 400 и 500°C .

2. Образцы и экспериментальные методики

Серии пленок Ni были получены методом магнетронного распыления с использованием сверхвысоковакуумной установки УСУ-4. Пленки напылялись на стеклянные подложки при базовом давлении в рабочей камере 10^{-8} Торг. Температура подложек в момент нанесения пленок была комнатной. В процессе напыления пленок параллельно подложке было приложено магнитное поле H_{Sub} , равное 70 Oe. Сверхвысокий вакуум достигался с помощью магниторазрядного насоса после прогрева рабочей вакуумной камеры при температуре 200°C в течение 8 h. В качестве рабочего инертного газа использовался ксенон. Давление инертного газа было порядка 10^{-3} Торг. Толщина пленок в каждой серии варьировалась от 50 до 200 nm. Чтобы предотвратить окисление, пленки Ni были покрыты слоем углерода толщиной 10 nm. Серии пленок Ni с указанными выше толщинами были отожжены в вакууме в течение часа при температурах $T_{\text{ann}} = 300, 400$ и 500°C .

Исследование микроструктуры изучаемых образцов было выполнено с помощью X-лучевого дифракционного анализатора (XRD). Объемные магнитные характеристики никелевых пленок измерялись на вибрационном магнитометре. Информация о приповерхностных магнитных характеристиках образцов была получена с помощью магнитооптического магнитометра, подробно описанного в [18]. Известно, что магнитооптический эффект Керра чувствителен к намагниченности приповерхностного слоя определенной толщины t_{pen} , соответствующей „глубине проникновения света в среду“. Величина t_{pen} определяется с помощью соотношения $t_{\text{pen}} = \lambda/4\pi k$, где λ — длина волны падающего света, а k — коэффициент поглощения среды. Согласно существующим экспериментальным данным [13], значение t_{pen} для металлических ферромагнетиков не превышает 10–30 nm в области энергии квантов падающего света $0.5 < \hbar\omega < 5 \text{ eV}$. В данном случае величина t_{pen} составляла $\approx 15 \text{ nm}$. Измерение приповерхностных петель гистерезиса было выполнено с помощью экваториального эффекта Керра (ЭЭК) δ . Здесь $\delta = (I - I_0)/I_0$, где I и I_0 — интенсивности света, отраженного от намагниченного и ненамагниченного образцов соответственно. Фактически для изучаемых образцов измерялись зависимости $\delta(H)/\delta_S \propto M(H)/M_S$ (δ_S — значение ЭЭК при $M = M_S$, M_S — намагниченность насыщения) при циклическом изменении (от $+H$ до $-H$ и от $-H$ до $+H$) внешнего магнитного поля, приложенного параллельно поверхности образца и перпендикулярно плоскости падения света. Спектральные зависимости ЭЭК были измерены в области энергии квантов падающего света $1.5 < \hbar\omega < 6 \text{ eV}$. Угол падения света на образец был равен 65° . Все измерения выполнялись при комнатной температуре.

3. Результаты эксперимента и их обсуждение

С помощью вибрационного и магнитооптического магнитометров для всех изучаемых пленок Ni были измерены объемные и приповерхностные петли гистерезиса. Измерения выполнялись при двух ориентациях внешнего магнитного поля H , приложенного в плоскости образцов. В одном случае направление H совпадало с ориентацией магнитного поля, приложенного в процессе напыления пленок (обозначим это направление как D_1), а в другом было перпендикулярно данному направлению (D_2).

Было обнаружено, что для исходных и отожженных при 300°C пленок никеля в поле, приложенном вдоль D_1 , петли гистерезиса (как приповерхностные, так и объемные) имеют форму, близкую к прямоугольной, а в поле, приложенном вдоль D_2 , петли наклонные. Для отожженных при 400 и 500°C пленок такого различия магнитных свойств не наблюдалось. Для иллюстрации на рис. 1 и 2 приведены петли гистерезиса, полученные для исходной и отожженной при температуре $T_{\text{ann}} = 400^\circ\text{C}$ пленок никеля толщиной 200 nm .

Зависимости приповерхностных и объемных значений коэрцитивной силы H_C и приведенных значений остаточной намагниченности M_R/M_S от толщины пленок Ni представлены на рис. 3 и 4.

Обнаруженное различие петель гистерезиса для исходных и отожженных при 300°C пленок никеля свидетельствует о наличии наведенной магнитной анизотропии в плоскости образцов, обусловленной, согласно существующим представлениям (см., например, [19]), магнитным полем H_{Sub} , приложенным в процессе напыления пленок. Известно [19], что для тонких однодоменных магнитных пленок с осью легкого намагничивания (ОЛН), лежащей в плоскости образца, в поле, параллельном ОЛН, наблюдаются петли гистерезиса прямоугольной формы, а в перпендикулярном направлении — безгистерезисные петли с нулевым значением коэрцитивной силы и остаточной намагниченности. С помощью биттеровской техники наблюдения доменных структур было установлено, что изучаемые пленки Ni являются многодоменными. Вследствие этого в исходных и отожженных при 300°C пленках никеля в поле, приложенном вдоль D_1 (параллельном H_{Sub}), петли гистерезиса имеют форму, близкую к прямоугольной (значения приведенной остаточной намагниченности $M_R^{\text{Sur}}/M_S \sim 0.94\text{--}0.97$, $M_R^{\text{Vol}}/M_S \sim 0.9$), а в поле, приложенном вдоль D_2 , наблюдаются наклонные петли с отличной от нуля коэрцитивной силой. Анализ зависимостей приповерхностных и объемных значений коэрцитивной силы H_C и приведенных значений остаточной намагниченности M_R/M_S от толщины пленок Ni показал, что для всех изучаемых систем коэрцитивная сила H_C возрастает с увеличением толщины пленок Ni t_{Ni} . В поле, приложенном вдоль D_1 , приведенная остаточная намагниченность исходных и отожженных при 300°C образцов практически не зависит от t_{Ni} . Для серии образцов Ni, отожженных при 400 и 500°C , как приповерхностные, так и объемные значения приведенной остаточной намагниченности уменьшаются с увеличением толщины пленок, объемные значения M_R^{Vol}/M_S вдоль D_1 и D_2 одинаковы, а поверхностные различаются. Таким образом, в результате отжига при температуре $T_{\text{ann}} = 400$ и 500°C пленки никеля становятся практически изотропными и более магнитожесткими. Наконец, из рис. 3 и 4 видно, что для всех образцов приповерхностные и объемные значения H_C и M_R/M_S различаются, причем $H_C^{\text{Sur}} > H_C^{\text{Vol}}$ и $M_R^{\text{Sur}}/M_S > M_R^{\text{Vol}}/M_S$. Известно [19], что такие соотношения приповерхностных и объемных значений H_C и M_R/M_S характерны для магнитных пленок толщиной $50\text{--}200 \text{ nm}$. По аналогии с существующими данными [19] этот факт может быть объяснен различной доменной структурой приповерхностного слоя и внутреннего объема пленки.

Наблюдаемое увеличение коэрцитивной силы H_C при возрастании толщины t_{Ni} и температуры отжига можно объяснить, используя результаты микроструктурных исследований пленок Ni. В настоящее время доказано, что магнитное поле поведение тонких пленок зависит в основном от размера кристаллитов, формирующих

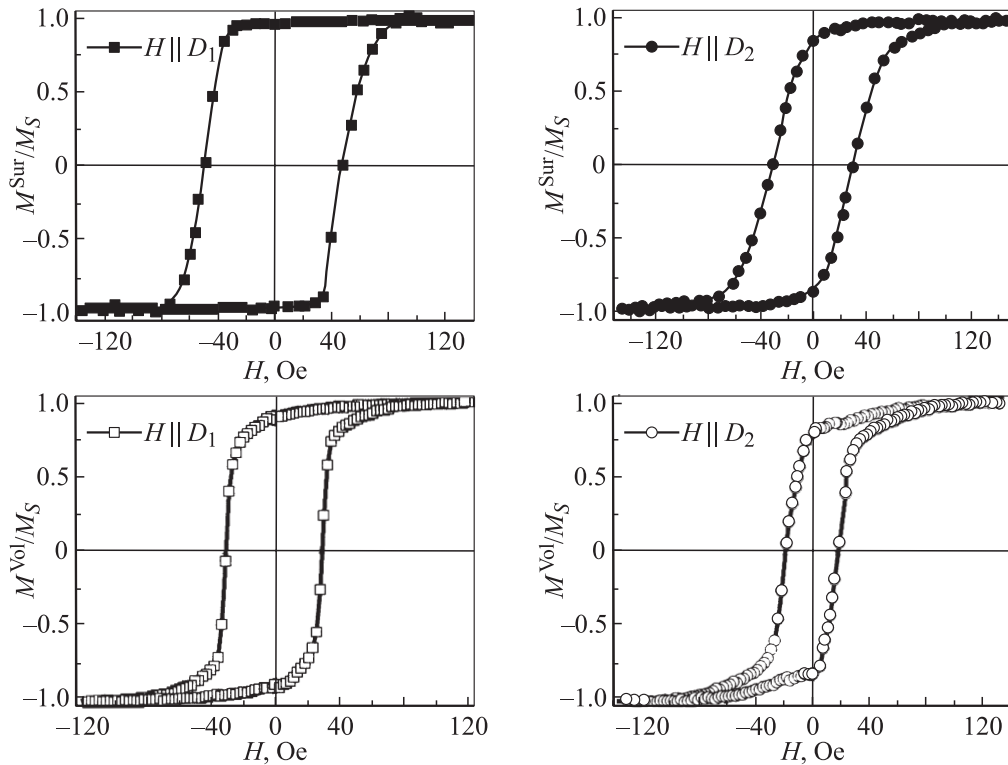


Рис. 1. Петли гистерезиса, полученные с помощью вибрационного магнитметра (VSM) и магнитооптического экваториального эффекта Керра (МОКЕ) для исходной пленки Ni толщиной 200 nm в магнитном поле, параллельном и перпендикулярном направлению поля H_{Sub} , приложенного параллельно подложке в процессе напыления пленок (соответственно направления D_1 и D_2).

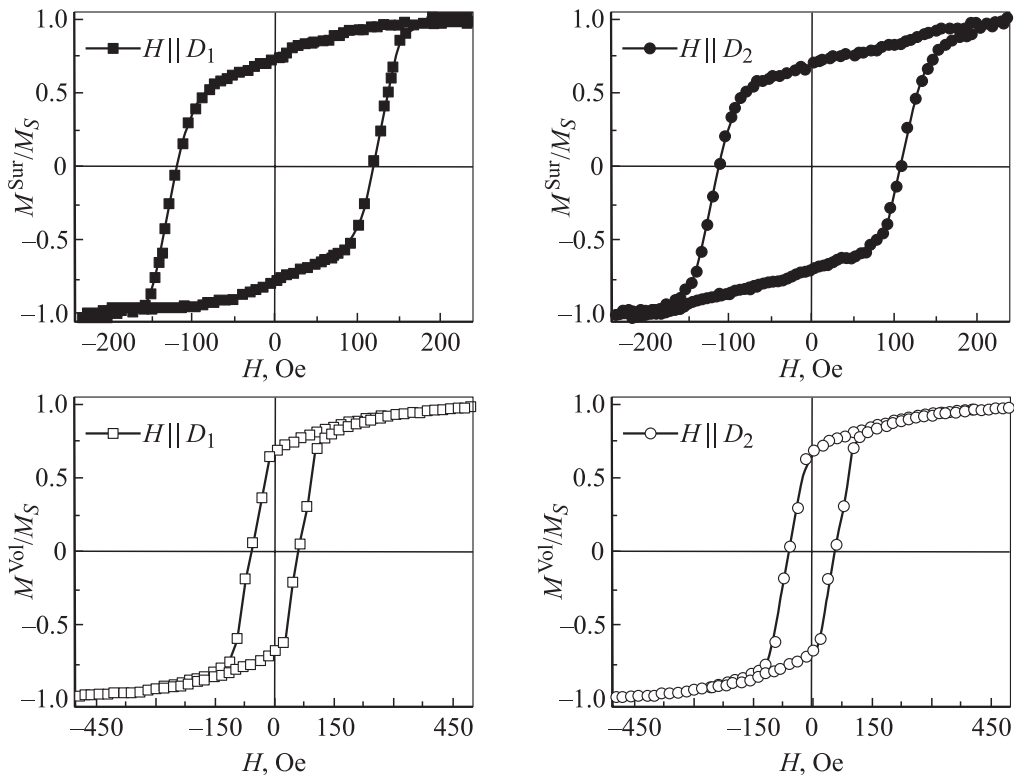


Рис. 2. То же, что на рис. 1, для отожженной при $T_{\text{ann}} = 400^\circ\text{C}$ пленки Ni толщиной 200 nm.

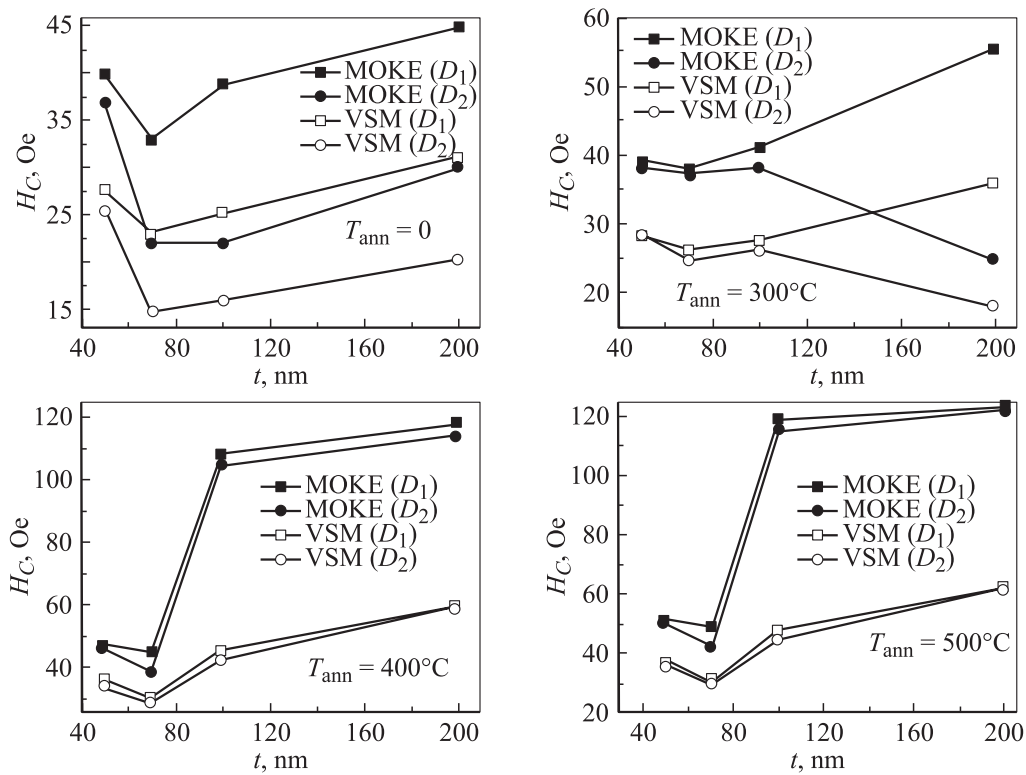


Рис. 3. Зависимости приповерхностных и объемных значений коэрцитивной силы H_c от толщины пленок Ni, полученные для исходных и отожженных образцов.

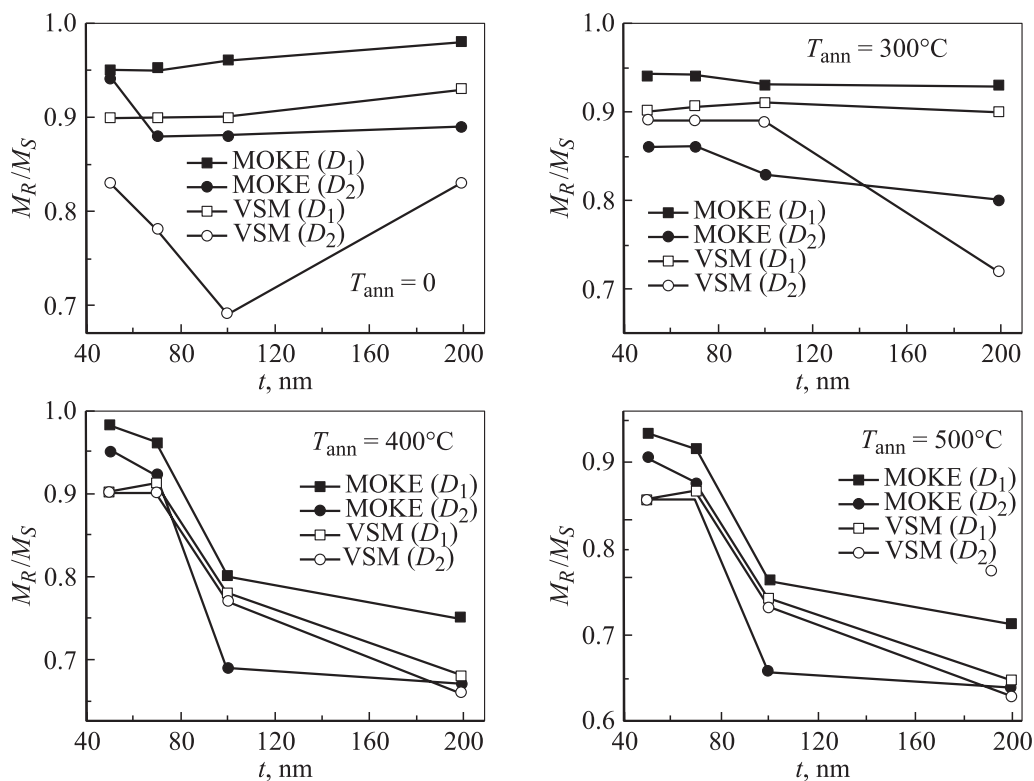


Рис. 4. Зависимости приповерхностных и объемных значений остаточной намагниченности от толщины пленок Ni, полученные для исходных и отожженных образцов.

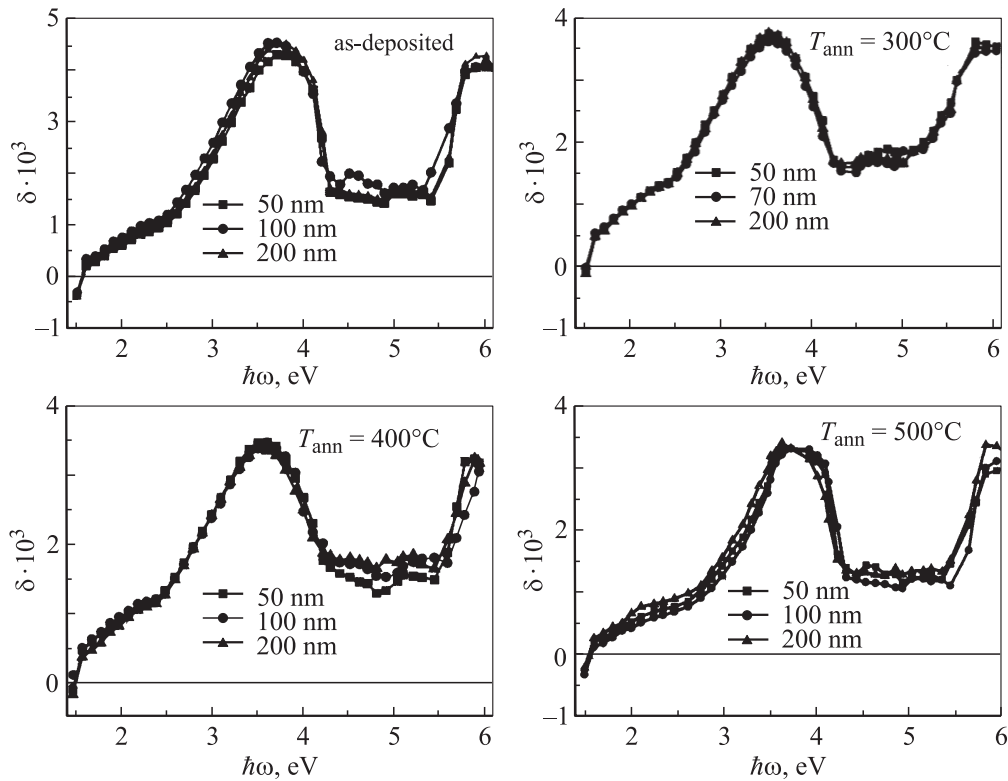


Рис. 5. Спектральные зависимости ЭЖ от энергии квантов падающего света, полученные для исходных и отожженных пленок Ni.

массив пленки, и их кристаллографической ориентации. Было обнаружено, что все изучаемые пленки имеют поликристаллическую структуру с размером кристаллитов, сравнимым с толщиной пленки. Анализ рентгеноструктурных данных показал, что в XRD-спектрах, полученных для изучаемых пленок, наблюдаются только линии {111}, что свидетельствует о преимущественной (111)-ориентации кристаллитов параллельно поверхности образца. Кроме того, было найдено, что с увеличением температуры отжига интенсивность линий {111} возрастает (см. таблицу), что согласно существующим данным [20], связано с усилением текстуры образцов.

В работе [20] было показано, что в более (111)-текстурированных образцах (при прочих равных условиях, например при одинаковой толщине и составе) значение коэрцитивной силы увеличивается. Кроме того, в соответствии с данными, приведенными в [12,13], значение H_C возрастает с увеличением толщины магнитных пленок, что обусловлено ростом размера кристалли-

тов, формирующих объем пленок. Мы действительно наблюдали такую корреляцию между магнитными и микроструктурными свойствами пленок Ni.

Увеличение приповерхностных значений H_C^{Sur} , а вследствие этого и объемных значений H_C^{Vol} с ростом температуры отжига может быть также объяснено усиливающейся шероховатостью поверхности отожженных образцов, о чем свидетельствуют данные, полученные нами с помощью атомного силового микроскопа. Например, для исходной и отожженных при температурах 300, 400 и 500°C пленок никеля толщиной 70 nm средней (максимальный) размер шероховатостей равен 0.45 (0.65), 0.53 (1), 0.68 (1.07) и 0.72 (1.12) nm соответственно.

На рис. 5 приведены спектральные зависимости ЭЖ от энергии квантов падающего света $\hbar\omega$, полученные для изучаемых пленок никеля при $H > H_S$, где H_S — поле насыщения исследуемого образца. Из рис. 5 видно, что для всех изучаемых пленок форма кривых $\delta(\hbar\omega)$ практически одинакова, а для пленок одной серии величина ЭЖ не зависит от толщины образца, что в соответствии с приведенным выше описанием магнитооптической методики обусловлено тем, что толщина изучаемых образцов $t_{\text{Ni}} > t_{\text{pen}}$. Максимальное значение ЭЖ (δ^{max}) для всех образцов наблюдается в области $\hbar\omega = 3.7$ eV. Значения δ^{max} равны $4.6 \cdot 10^{-3}$, $3.9 \cdot 10^{-3}$, $3.6 \cdot 10^{-3}$ и $3.2 \cdot 10^{-3}$ для исходных и отожженных при 300, 400 и 500°C пленок никеля соответственно. Видно, что с ростом температуры отжига величина ЭЖ уменьшается. Этот факт можно объяснить следу-

Интенсивность линий {111}, наблюдаемых для исходных и отожженных пленок Ni

t_{Ni}, nm	$T_{\text{ann}}, ^\circ\text{C}$			
	0	300	400	500
50	48	152	2130	3040
70	180	2280	2400	3488
100	260	3600	3680	3980
200	1808	3760	4800	5640

ющим образом. Согласно данным, полученным с помощью вибрационного магнитометра, значение намагниченности насыщения M_S отожженных при 300, 400 и 500 °С пленок никеля уменьшается примерно в 1.2, 1.3 и 1.4 раза соответственно по сравнению с M_S исходных образцов. Соотношение максимальных значений ЭЖ δ^{\max} для отожженных и исходных пленок практически такое же. Известно, что магнитооптические эффекты в первом приближении имеют линейную зависимость от намагниченности ($\delta \propto M$). Таким образом, можно предположить, что уменьшение ЭЖ в отожженных образцах обусловлено уменьшением M_S .

4. Заключение

Изучено влияние температуры отжига на магнитные и магнитооптические свойства пленок Ni толщиной 50–200 nm. Обнаружено существенное увеличение коэрцитивной силы изучаемых образцов с ростом температуры отжига. Найденные зависимости магнитных свойств от толщины пленок и температуры отжига хорошо коррелируют с микроструктурными изменениями образцов. Установлено, что величина ЭЖ с ростом температуры отжига уменьшается. Показано, что причиной такого изменения ЭЖ является уменьшение значения намагниченности насыщения M_S в отожженных образцах. Полученные экспериментальные данные могут найти применение при разработке многослойных систем для современных устройств спиновой микроэлектроники.

Список литературы

- [1] M. Xu, T.M. Liakopoulos, C.H. Ahn, S.H. Han, H.J. Kim. IEEE Trans, Magn. **34**, 4, 1369 (1998).
- [2] K.H. Shin, M. Inoue, K.I. Arai. Smart Mater. Struct. **9**, 357 (2000).
- [3] I. Fergen, K. Seemann, A.V.D. Weth, A. Schüppen. J. Magn. Mater. **242–245**, 146 (2002).
- [4] Y.M.H. Kryder. Thin Solid Films **216**, 1, 174 (1992).
- [5] H. Kanai, K. Yamada, K. Aoshima, Y. Ohtsuka, J. Kane, M. Kanamine, J. Toda, Y. Mizoshita. IEEE Trans. Magn. **32**, 5, 3368 (1996).
- [6] Z. Wang, Y. Nakamura. J. Appl. Phys. **79**, 8, 6639 (1996).
- [7] H. Lessoff, D.C. Webb. Thin Solid Films **39**, 185 (1976).
- [8] H.D. Buckley. Prog. Surf. Sci. **12**, 1 (1982).
- [9] Proc. Int. Magnetic conf. IEEE Trans. Magn. **35**, 2517; 2520; 2628; 2643; 2661; 2667 (1999).
- [10] E.E. Шалыгина, А.А. Корендяев, Л.В. Козловский. Письма в ЖТФ **22**, 3, 63 (1996).
- [11] E.E. Shalyguina, N.I. Tsidaeva, S. Khudaykova, R. Iskhakov, J. Moroz. J. Magn. Soc. Jap. **21**, Suppl. S2, 181 (1997).
- [12] J.A. Barnard, M. Tan, A. Wakis, E. Haftek. J. Appl. Phys. **69**, 5298 (1991).
- [13] E.E. Shalyguina, K.H. Shin. J. Magn. Mater. **220**, 167 (2000).
- [14] C.Y. Shin, C.L. Bauer, J.O. Artman. J. Appl. Phys. **64**, 10, 5428 (1988).
- [15] T. Otit, G.A. Niklasson, P. Svedlindh, C.G. Granqvist. Thin Solid Films **307**, 247 (1997).

- [16] Y.V. Kudryavtsev, V.V. Nemoshkalenko, Y.P. Lee, K.W. Kim, C.G. Kim, B. Szymanski. J. Appl. Phys. **88**, 5, 2430 (2000).
- [17] O. Kohmoto, N. Mineji, Y. Isagawa, F. Ono, O. Kubo. J. Magn. Mater. **239**, 36 (2000).
- [18] E.E. Шалыгина, В.В. Молоканов, М.А. Комарова. ЖЭТФ **122**, 3(9), 593 (2002).
- [19] Г.С. Кринчик. Физика магнитных явлений. Изд-во МГУ, М. (1985).
- [20] C.J. Lin, G.L. Gorman, C.H. Lee, R.F.C. Farrow, E.E. Marinero, H.V. Do, H. Notarys. J. Magn. Mater. **93**, 194 (1991).