

05,13

Магнитные свойства многослойных пленок Co/Pd на пористых темплатах Al₂O₃ с развитой субструктурой ячеек

© А.А. Максименко^{1,2}, Ю.В. Касюк^{2,¶}, Ю.А. Федотова², M. Marszałek¹,
Y. Zabala¹, J. Chojenka¹

¹ Institute of Nuclear Physics of Polish Academy of Science,
Krakow, Poland

² Институт ядерных проблем Белорусского государственного университета,
Минск, Беларусь

¶ E-mail: julia-nechaj@yandex.ru

(Поступила в Редакцию 16 марта 2017 г.)

Исследована структура и магнитные свойства пористых многослойных пленок Co/Pd, наносимых на темплату анодированного Al₂O₃ со специфической морфологией поверхности, которая характеризуется ячеисто-пористой структурой с несколькими порами внутри каждой ячейки. Методами рентгеноструктурного анализа и рефлектометрии изучены особенности формирования фаз в наносимых пленках. Методами СКВИД-магнитометрии и магнитосиловой микроскопии выявлено влияние морфологических особенностей пористых пленок Co/Pd на их магнитоанізотропные свойства и процессы перемагничивания (механизмы перемагничивания, доменную структуру пленок и величину коэрцитивной силы H_C).

Работа выполнена в рамках гранта 2014/13/N/ST8/00731 Национального научного центра (NCN, Poland), государственной программы научных исследований „Физическое материаловедение, новые материалы и технологии“ (задание 2.44), договоры Ф16В2-004 с БРФФИ (Беларусь). Финансовое обеспечение сканирующего электронного микроскопа (Tescan Vega 3) осуществлялось в рамках гранта UMO-2014/13/B/ST5/04497 (National Science Centre (NCN)).

DOI: 10.21883/FTT.2017.09.44844.081

1. Введение

Наноструктурированные магнитные пленки, формируемые путем создания упорядоченной сетки нанопор („антиточек“) в диапазоне диаметров 10–200 nm, перспективны для создания электронных устройств нового поколения (магниточувствительных транзисторов) [1–3], сенсоров [4–6] и магнитных кристаллов [7–10]. Отдельным направлением в изучении подобных массивов „антиточек“ является синтез и исследование пористых пленок, проявляющих свойство перпендикулярной магнитной анизотропии (ПМА), поскольку они могут быть использованы в качестве сред для магнитной записи высокой плотности [11–13].

Заметное отличие магнитных свойств пористых пленок от их сплошных аналогов обусловлено влиянием модифицированной морфологии поверхности (размеры, форма и распределение нанопор) на магнитную анизотропию и эффекты размагничивания в пористых пленках. Поры в данном случае могут рассматриваться как центры пиннинга [14,15] („зацепления“) магнитной доменной стенки, что существенно влияет на механизмы перемагничивания в материале, его магнитную проницаемость, коэрцитивную силу и эффективную магнитную анизотропию.

Упорядоченные массивы магнитных „антиточек“ могут быть сформированы путем нанопаттернинга сплошных пленок различными способами литографии [16,17]. Однако, более простым и экономичным способом их

формирования является напыление магнитоанізотропных пленок на различные пористые анодированные темплаты Al₂O₃, ZrO₂, TiO₂. В работах [18,19] показано, что на таких темплатах напыляемые пленки, главным образом, осаждаются на участках между порами при незначительном попадании осаждаемого материала внутрь пор.

Настоящее исследование направлено на синтез и последующий анализ магнитных свойств массивов „антиточек“, полученных путем осаждения на пористые темплаты Al₂O₃ многослойных пленок Co/Pd, проявляющих свойство ПМА и характеризующихся высокими значениями поля анизотропии H_a (до десяти kOe), а также коэрцитивной силы H_C в направлении оси легкого намагничивания, т.е. вдоль нормали пленок (до 3.4 kOe). В качестве подложки использованы темплаты анодированного Al₂O₃ с различной морфологией поверхности, обусловленной размером формируемых пор d_p и их количеством в одной ячейке, что может влиять на эффект пиннинга и величину H_C наносимого на них материала [20,21].

2. Объект исследования и методики эксперимента

В данной работе для нанесения магнитных пленок использовались два типа темплатов анодированного оксида алюминия Al₂O₃. Для их получения использовались (*i*)

алюминиевая пленка толщиной 1.5 μm, осажденная в условиях высокого вакуума на кремниевую подложку (100) с аморфным оксидом кремния толщиной 100 nm на поверхности, а также (ii) неполированные пластины алюминиевой фольги высокой чистоты (99.999%, Laurand Associates, Inc) толщиной 500 μm. Алюминиевая фольга перед анодированием подвергалась отжигу при температуре $T = 560^\circ\text{C}$ в течение 24 h и химической полировке в растворе концентрированных азотной (68%) и фосфорной (85%) кислот [22]. Осажденная пленка алюминия анодировалась без предварительной обработки. Подготовленные подложки подвергались двухступенчатому анодированию в электролите щавелевой кислоты (HOCCOOH) при напряжении $U = 40\text{ V}$ и температуре $T = 17^\circ\text{C}$. В качестве катода в процессе анодирования выступала платиновая пластина. Контакт к анодированной фольге подводился через пластину кремния (100) с аморфным оксидным слоем. Контакт к алюминиевой пленке подводился непосредственно от анода. После первого этапа анодирования образовавшаяся на поверхности алюминия пленку оксида селективно, по отношению к алюминию, растворяли в смеси 1.8% CrO₃ + 6% H₃PO₄ при $T = 80^\circ\text{C}$. В результате были получены алюминиевые подложки с упорядоченными чашеобразными структурами (ячейками), которые повторно анодировались при тех же условиях.

Многослойные пленки Pd_{10 nm}/[Co_{0.3 nm}/Pd_{1.0 nm}]₁₅/Pd_{2 nm} (далее Co/Pd) осаждались методом термического испарения в камере сверхвысокого вакуума (10⁻⁹ mbar) на пористые (Al₂O₃) и сплошную (Si/SiO₂) подложки. Толщина осажденных пленок контролировалась тремя кварцевыми детекторами с основной резонансной частотой 6 MHz.

Морфология исходных темплатов Al₂O₃ и осажденных на них пленок Co/Pd исследовалась методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ, Tescan Vega 3) в режиме детектирования вторичных электронов.

Качество осаждаемых пленок и их параметры (толщина слоев t , плотность ρ , шероховатость R) оценивались методом рентгеновской рефлектометрии на установке Panalytical X'Pert Pro ($\lambda_{\text{CuK}\alpha} = 0.154\text{ nm}$). Полученные данные анализировались при помощи программы X'Pert Reflectivity software, алгоритм которой основан на формализме Паратта. Поскольку алгоритм Паратта применим только к плоским системам, данный анализ не использовался для пористых пленок. Однако, учитывая, что образцы сплошной и пористых пленок напылялись в одном цикле, их толщина принималась одинаковой. Структура и фазовый состав сплошной и пористых пленок исследовались методом рентгеноструктурного анализа (РСА) на той же экспериментальной установке. Рентгеновские дифракционные линии аппроксимировались функцией псевдо-Войта [23,24].

Магнитные характеристики пленок изучались с использованием SQUID-магнетометра MPMS-XL, Quantum Design. Кривые намагниченности $M(H)$ записыва-

лись при комнатной температуре во внешнем магнитном поле H , ориентированном вдоль поверхности пленок (H_{\parallel}), вдоль их нормали (H_{\perp}), а также под разными углами $\varphi = 0-90^\circ$ относительно нормали пленок. Полученные значения намагниченностей M корректировались путем вычитания вклада от диамагнитной подложки. Зависимости $M(H)$ нормировались на общий объем многослойной системы Co/Pd без учета буферного и защитного слоев.

Доменная структура сплошной и пористых пленок исследовалась методом магнито-силовой микроскопии (MCM) на сканирующем зондовом микроскопе Park System XE-120. В данных исследованиях использовался кантилевер MFMR (NanoWorld AG), микроострие которого покрыто магнитотвердым сплавом на основе Co толщиной 40 nm и обладает постоянным магнитным моментом, направленным вдоль его оси. Номинальный радиус кривизны микроострия составлял 50 nm. Перед измерениями образцы размагничивались переменным экспоненциально-убывающим синусоидальным магнитным полем, направленным перпендикулярно их поверхности. Расстояние между микроострием кантилевера и поверхностью образцов сохранялось постоянным и составляло 200 nm.

3. Результаты и обсуждение

Изображения СЭМ пористых пленок Co/Pd, полученные перпендикулярно к их поверхности, показаны на рис. 1. Представленные изображения доказывают формирование ячеисто-пористой морфологии осажденных пленок. Размеры ячеек и пор, формируемых в наносимых пленках, составляют соответственно $D_C = 95 \pm 4\text{ nm}$ и $d_p = 25 \pm 3\text{ nm}$ для темплата на пластине кремния и $D_C = 100 \pm 12\text{ nm}$ и $d_p = 30 \pm 12\text{ nm}$ для темплата на алюминиевой фольге. Морфология пленок наследует морфологию исходных темплатов Al₂O₃, которые обладают выраженной чашеобразной структурой и задают размеры ячеек и пор наносимых пленок [19,25]. Еще одной важной особенностью морфологии пленки, осажденной на темплат на алюминиевой фольге, является выраженная субструктура большинства ячеек, проявляющаяся в формировании нескольких пор внутри каждой ячейки (вставка на рис. 1, b). Подобная морфология поверхности отличает данную систему от пористых пленок на темплатах Al₂O₃, полученных на пластине кремния (рис. 1, a), а также при других условиях анодирования [19,26,27]. В частности, важную роль играет подвод контакта к алюминиевой подложке в процессе анодирования через пластину кремния (100) с аморфным слоем оксида на поверхности [28].

На рентгеновской рефлектограмме сплошной многослойной пленки Co/Pd (рис. 2) можно наблюдать типичные осцилляции Киссига, которые свидетельствуют о равномерной толщине пленки. Также в диапазоне углов $\theta = 3-3.5^\circ$ можно наблюдать пик Брэгга малой

интенсивности. Наличие пика Брэгга, как правило, свидетельствует о периодичности упорядоченных слоев в многослойных системах. Обнаруженная малая интенсивность данного пика для исследуемой пленки свидетельствует об отсутствии выраженной границы раздела между слоями палладия и кобальта. Это объясняется значительной диффузией атомов кобальта в слои палладия даже при комнатной температуре и формированием квазисплава (либо твердого раствора) CoPd непосредственно в процессе напыления [23,29,30]. В этой связи обработка экспериментальной рефлектограммы была проведена в предположении формирования сплава

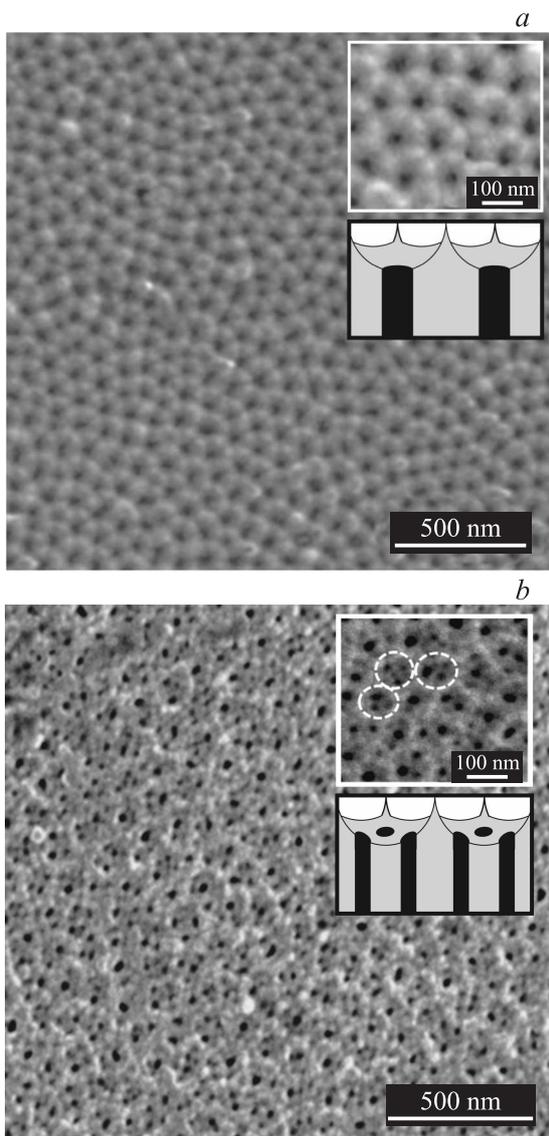


Рис. 1. Изображения СЭМ-пористых пленок Co/Pd, осажденных на темплат Al_2O_3 , полученный на кремниевой пластине (a) и на алюминиевой фольге (b); на вставках — микрофотографии пленок, полученные с большим увеличением (пунктирная линия соответствует контурам ячеек с несколькими порами), и схематические изображения их поперечного сечения.

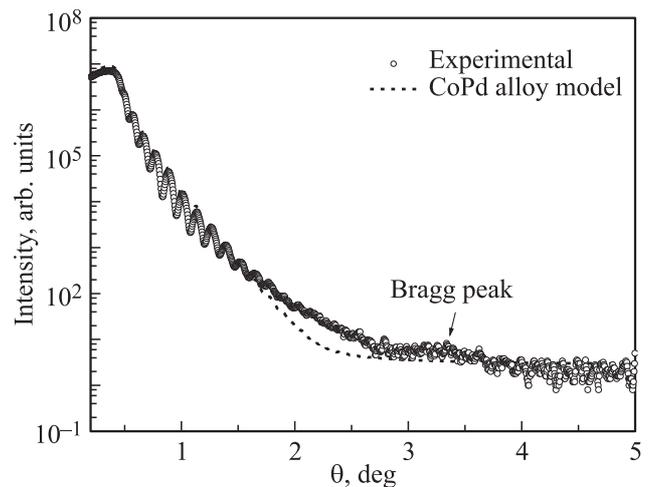


Рис. 2. Рентгеновские рефлектограммы многослойной пленки Co/Pd — экспериментальная (точки) и ее аппроксимации (линии), моделирующие пленку как сплав CoPd.

CoPd с атомным соотношением компонент $\text{Co}:\text{Pd} = 2:5$. Кривая симуляции хорошо коррелирует с экспериментальными данными. Данный факт указывает на то, что сплошная пленка, а, следовательно, и пористые системы представляют собой квазисплав CoPd, поскольку более развитая морфология поверхности пористых темплатов приводит к еще более интенсивному перемешиванию слоев осаждаемых на них пленок [31,32]. Полученная из аппроксимации плотность ρ сплава CoPd составляет 11.05 g/cm^3 .

Исследование фазового состава пленок проводилось для пористых систем на темплатах Al_2O_3 двух типов (на пластине кремния и алюминиевой фольге), а также их сплошного аналога, нанесенного на плоскую подложку Si/SiO₂. Соответствующие рентгенограммы, аппроксимированные линиями псевдо-Войта, приведены на рис. 3. На рентгенограмме сплошной пленки (рис. 3, a) пики, соответствующие углам $2\theta \approx 40\text{--}41^\circ$ и $2\theta \approx 46\text{--}47^\circ$, могут быть представлены как суперпозиция двух дифракционных линий. Одна из них характеризует буферный слой палладия, а вторая описывает многослойную систему Co/Pd [23]. Дифракционные линии, соответствующие $2\theta \approx 33\text{--}34^\circ$, относятся к кремниевой подложке. При анализе дифрактограммы сплошной пленки положения рефлексов Pd фиксировались, т. е. их значения 2θ принимались равными соответствующим значениям для референционной пленки палладия толщиной 10 nm ($2\theta_{111} = 40.17^\circ$ и $2\theta_{200} = 46.65^\circ$), тогда как все остальные параметры варьировались. Используя результаты аппроксимации, был определен вклад каждого из пиков в суммарном сигнале. Вклад пика от пленки Co/Pd определяется как $A_{\text{CoPd}}/(A_{\text{CoPd}} + A_{\text{Pd}})$, где A_{CoPd} и A_{Pd} площадь под пиками от пленки Co/Pd и чистого палладия соответственно. Эта величина составляет 59%, что примерно равно отношению толщины многослойной системы Co/Pd к общей толщине оса-

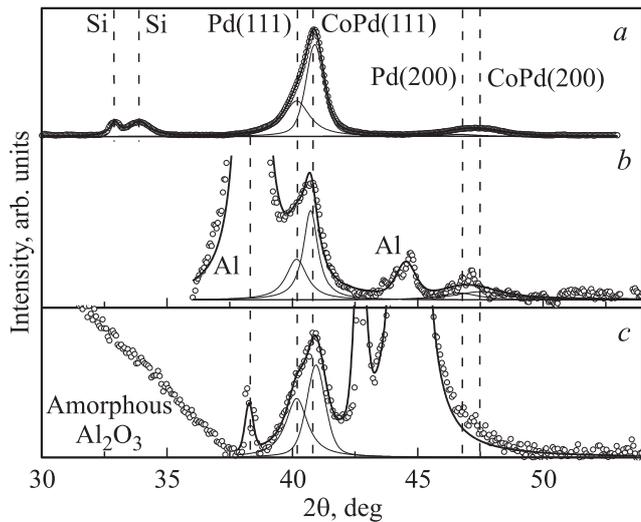


Рис. 3. Рентгенограммы (точки) сплошной (а) и пористых многослойных пленок Co/Pd, содержащих одну (b) и несколько (c) пор в ячейке, аппроксимированные методом псевдо-Войта (линии).

жденной пленки (62%). Это подтверждает тот факт, что два рассматриваемых пика могут быть отнесены к многослойной пленке Co/Pd (A_{CoPd}) и буферному слою Pd (A_{Pd}). Значение постоянной решетки a для буферного слоя Pd, определенное по положению соответствующего рефлекса, составило $3.888 \pm 0.001 \text{ \AA}$, тогда как для многослойной системы Co/Pd данный параметр составляет $3.822 \pm 0.001 \text{ \AA}$.

На рентгенограмме пористых пленок, осажденных на темплате Al₂O₃, помимо рефлексов от буферного слоя Pd и многослойной системы Co/Pd также присутствуют дифракционные линии, которые характеризуют подслоем неокисленной алюминиевой подложки ($2\theta \approx 38.27^\circ$, 42.76° и 44.68°). Широкий рефлекс, часть которого регистрируется в области $2\theta \approx 30-37^\circ$, относится к аморфному Al₂O₃. Следует отметить, что, несмотря на развитую морфологию пористых темплатов Al₂O₃, которая может приводить к неоднородной структуре осажденных на них пленок, где, например, границы ячеек могут являться центрами кристаллизации наносимого материала и способствовать неоднородному распределению осаждаемых химических элементов по поверхности темплата, структура пористой пленки близка к таковой для сплошного аналога. Значение постоянной решетки a для двух регистрируемых фаз Pd и CoPd, определенные из рентгенограмм, близки к данным параметрам сплошной пленки и составляют 3.888 \AA и $3.818-3.827 \text{ \AA}$ соответственно.

На рис. 4 представлена теоретическая зависимость изменения постоянной решетки a сплава CoPd по закону Вегарда [31], в зависимости от соотношения количества атомов кобальта $n(\text{Co})$ и палладия $n(\text{Pd})$ в сплаве. На данном рисунке звездочками представлены

литературные данные для постоянной решетки Pd [33] и сплава CoPd с гранцентрированной кубической (ГЦК) решеткой и соотношением $n(\text{Co})/n(\text{Pd}) = 1:1$ [34]. Значение a , определяющее положение дифракционной линии CoPd (111), изменяется линейно с соотношением $n(\text{Co})/n(\text{Pd})$. Как видно из рисунка, экспериментально полученные в данной работе значения a для сплошной и пористых пленок удовлетворяют приведенной зависимости. Это подтверждает тот факт, что многослойные системы Co/Pd состоят преимущественно (за исключением буферного и защитного слоев) из квази-сплава CoPd. Используя значение плотности ρ сплава CoPd, полученное из анализа результатов рефлектометрии, можно оценить его стехиометрию, используя формулу

$$\rho = \frac{xM_{\text{Co}} + (4-x)M_{\text{Pd}}}{a^3N_a},$$

где M_{Co} и M_{Pd} — молярные массы Co и Pd, N_a — постоянная Авогадро, a — постоянная решетки сплава, полученная из результатов РСА, число 4 представляет собой число атомов в элементарной ячейке ГЦК-решетки, x — количество атомов кобальта, приходящееся на элементарную ячейку. Расчет позволяет получить соотношение $n(\text{Co})/n(\text{Pd})$ в сплаве, составляющее 1.2:2.8, что хорошо коррелирует с проведенной выше оценкой стехиометрии сплава из соотношения толщин слоев Co и Pd ($\sim 2:5$). Таким образом, структурные параметры многослойных пленок, рассматриваемых в данной работе, соответствуют характеристикам твердого раствора CoPd.

Для исследования влияния сложной морфологии пленок Co/Pd, обусловленной малыми размерами ячеек и

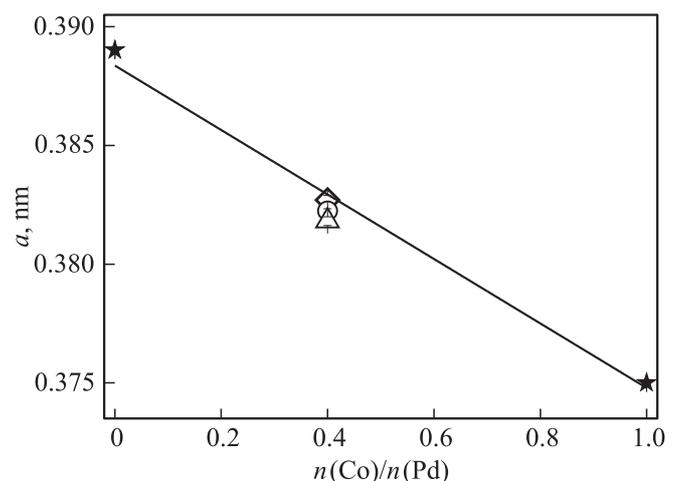


Рис. 4. Зависимость величины постоянной решетки a от соотношения $n(\text{Co})/n(\text{Pd})$ атомов Co и Pd в сплаве CoPd; звездочками представлены литературные данные для чистого Pd [33] и эквиатомного сплава CoPd [34]; квадрат, ромб и треугольник демонстрируют соответственно экспериментальные данные для исследуемых сплошной и пористых пленок Co/Pd с одной и несколькими порами в ячейке.

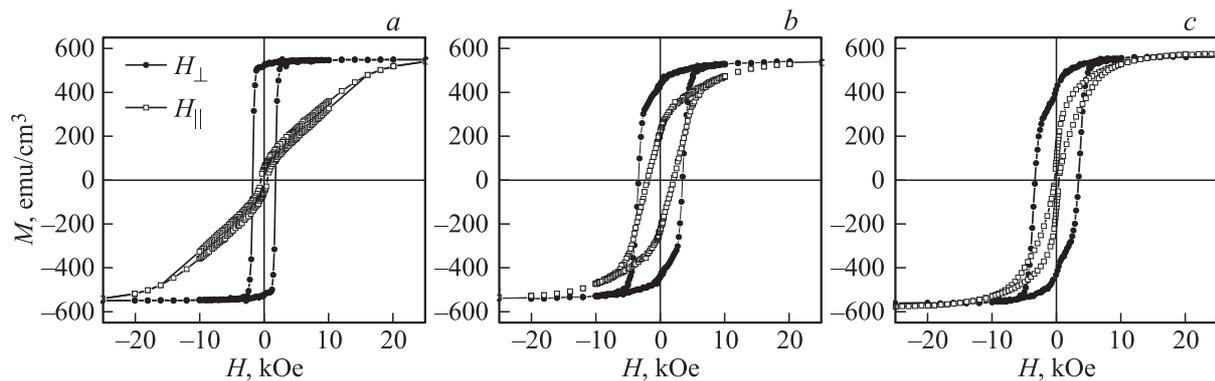


Рис. 5. Кривые намагниченности $M(H)$ многослойных пленок Co/Pd — сплошной (a) и пористых с одной (b) и несколькими (c) порами в ячейке, измеренные вдоль их нормали (H_{\perp}) и в плоскости поверхности (H_{\parallel}).

множественностью содержащихся в них пор, на магнитные свойства изучаемой системы проведен анализ полевых зависимостей намагниченности $M(H)$ и угловых зависимостей коэрцитивной силы $H_C(\varphi)$. Кривые $M(H)$ сплошной и пористых пленок Co/Pd представлены на рис. 5. Для выявления непосредственного влияния наличия субструктуры ячеек (несколько пор в ячейке) на процессы перемагничивания пленок проведен также сравнительный анализ двух пористых систем Co/Pd, для которых характерно наличие одной и нескольких пор внутри каждой ячейки.

Как следует из сопоставления зависимостей $M(H_{\parallel})$ и $M(H_{\perp})$ сплошной пленки (рис. 5, a), она характеризуется выраженной магнитной анизотропией с осью легкого намагничивания, ориентированной вдоль ее нормали. Об этом свидетельствует форма кривой $M(H_{\perp})$ с высокой квадратичностью петли гистерезиса ($M_r/M_s = 0.96$), а также повышенной магнитной восприимчивостью и коэрцитивной силой ($H_C \approx 1800$ Oe) в данном направлении по сравнению с кривой, полученной в плоскости пленки ($H_C \approx 580$ Oe).

Существенно иную форму кривых $M(H_{\parallel})$ и $M(H_{\perp})$ демонстрируют пористые пленки Co/Pd, нанесенные на анодированные темплаты Al_2O_3 (рис. 5, b и c). В целом, для пористых пленок наблюдается сохранение легкой оси намагничивания вдоль их нормали, подобно их сплошному аналогу [35,36]. Отличительной чертой зависимостей $M(H_{\perp})$ пористых пленок является значительное снижение их квадратичности до ~ 0.76 – 0.82 . Кроме того, наблюдается весьма существенное смещение поля „зарождения“ (нуклеации) H_n в сторону положительных значений H (до ~ 1500 Oe) относительно аналогичной сплошной пленки ($H_n \approx -700$ Oe). Поле нуклеации соответствует значению внешнего магнитного поля H , необходимого для начала разворота магнитных моментов при перемагничивании [15]. Оба указанных наблюдения свидетельствуют об определенном ухудшении ПМА в пористых пленках Co/Pd. Наблюдаемые изменения магнитоанізотропных свойств при переходе от сплошных пленок к пористым могут быть обусловлены

различными причинами. Это, прежде всего, нарушение сонаправленности магнитных моментов в пленках, осажженных на различные области ячеек в темплатах. Как подробно обсуждалось в [19,37], рельеф пористых пленок характеризуется наличием вершин и впадин, обрамляющих границы ячеек, внутри которых располагаются поры. Гомогенное осаждение пленки с магнитными моментами, ориентированными перпендикулярно плоскости, на поверхность с развитым рельефом приводит к отклонению намагниченности локальных участков от нормали к усредненной поверхности пленки.

Наряду с этим следует отметить существенное возрастание значений H_C до ~ 3.4 kOe в направлении нормали пористых пленок (как с одной, так и с несколькими порами в ячейках), то есть практически в 2 раза по сравнению со сплошной пленкой ($H_C = 1.8$ kOe). Важно подчеркнуть, что обе рассматриваемые пористые системы содержат поры близкого размера (25–30 nm), что и обуславливает одинаковое значение полученного параметра H_C , несмотря на различное количество пор в ячейке (рис. 1). При этом полученное значение $H_C = 3.4$ kOe превышает соответствующий параметр изученных ранее систем с ячеисто-пористой структурой, содержащих в ячейке одну пору большего размера. Так, для пленок подобного состава, нанесенных на темплату анодированного Al_2O_3 с различными диаметрами пор $d_p = 40$ – 185 nm, параметр H_C не превышает ~ 2.0 kOe [19,26,27]. Другими словами, снижение размера пор приводит к значительному росту коэрцитивной силы пленок вследствие усложнения их морфологии и, как следствие, усиления эффектов пиннинга магнитных моментов при перемагничивании на границах пор. Увеличение же количества пор в ячейке (при достижении их минимального размера) не оказывает заметного влияния на величину H_C .

Для определения возможных механизмов перемагничивания в сплошной и пористых системах были измерены зависимости их $M(H)$ для различных углов φ между прикладываемым полем и нормалью к поверхности пленок (рис. 6, a, c и e). На основании

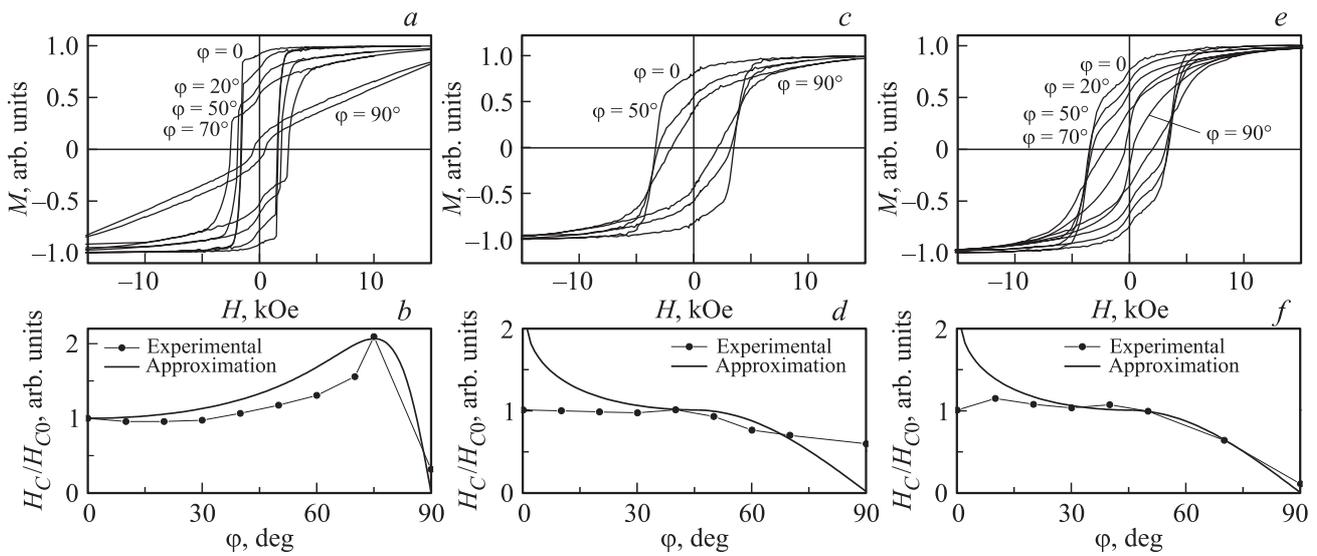


Рис. 6. Кривые намагниченности $M(H)$ (a, c, e) и полученные из них зависимости $H_C(\varphi)$ (b, d, f) пленок Co/Pd — сплошной (a, b), пористой с одной порой в ячейке (c, d) и пористой с несколькими порами в ячейке (e, f), измеренные для различных углов φ между внешним полем H и нормалью пленок.

приведенных экспериментальных кривых построены зависимости $H_C(\varphi)$ (рис. 6, b, d и f). На данных рисунках экспериментальные кривые $H_C(\varphi)$ сопоставлены с зависимостями, характеризующими перемагничивание по модели Стонера–Вольфарта, описывающей когерентное вращение магнитных моментов в однодоменных частицах (рис. 6, d и f) [38,39], и модифицированной модели Кондорского, характерной для сплошных пленок и их перемагничивания преимущественно путем движения доменных стенок (рис. 6, b) [40,41]. Из сравнения модельных и экспериментальных кривых можно сделать вывод о том, что перемагничивание сплошной пленки корректно описывается в рамках модифицированной модели Кондорского (рис. 6, b), сочетающей конкуренцию механизмов перемагничивания путем движения доменных стенок (рост H_C с увеличением φ) и когерентного вращения магнитных моментов (снижение H_C до нулевого значения в области углов φ , близких к 90°).

Формирование пористой морфологии пленок приводит к изменению механизма перемагничивания, который преимущественно соответствует вращательному механизму согласно модели Стонера–Вольфарта, как ранее было обнаружено для пористых многослойных пленок Co/Pd, нанесенных на темплат анодированного TiO₂ [35]. Так, пористая пленка, ячейки которой содержат несколько пор, демонстрирует хорошее соответствие экспериментальной и теоретической зависимостей практически во всем диапазоне углов φ (рис. 6, f). Неполное совпадение модельной и экспериментальной кривых $H_C(\varphi)$ в области низких значений $\varphi < 30^\circ$ может указывать на сочетание нескольких механизмов перемагничивания в данной пленке, в частности, проявления некогерентного вращения магнитных моментов, характерного, как правило, для малых φ [42], а также на комбинацию

вращательных механизмов перемагничивания с упомянутым ранее движением доменных стенок [18]. Пористая пленка, ячейки которой содержат по одной поре, несмотря на совпадение значения H_C при $\varphi = 0$ (H_{C0}) с соответствующим значением для пленки с несколькими порами в ячейке, демонстрирует несколько иной характер зависимости $H_C(\varphi)$ (рис. 6, d). Так, ее приведенное значение H_C/H_{C0} изменяется незначительно во всем диапазоне углов φ , а форма зависимости $H_C(\varphi)$ является „промежуточной“ между соответствующими кривыми, характеризующими сплошную пленку и пленку с несколькими порами в ячейке. Вероятно, данная пористая система демонстрирует „переходное“ состояние между двумя механизмами перемагничивания, сочетающее оба типа движения магнитных моментов.

Для анализа процессов перемагничивания в пористых пленках и оценки магнитных параметров, характеризующих их магнитную анизотропию (средней угол α дисперсии магнитных моментов относительно нормали пленки и поле анизотропии H_a), кривые намагниченности $M(H_\perp)$ пористых пленок аппроксимировались в рамках модели Стонера–Вольфарта [43], поскольку вращательный механизм перемагничивания является доминирующим для пористых систем. Детально процедура аппроксимации кривых намагниченности схожих пленок описана в работе [35]. Результаты аппроксимации для пленок Co/Pd с одной и несколькими порами в ячейке представлены на рис. 7, a и b. Как и в случае угловых зависимостей $H_C(\varphi)$, форма кривых намагниченности двух пористых систем несколько отличается. Пленка с несколькими порами в ячейке (рис. 7, b) демонстрирует более сложную форму зависимости $M(H_\perp)$, которая характеризуется областью резкого уменьшения намагниченности при перемагничивании в области $H = 0$,

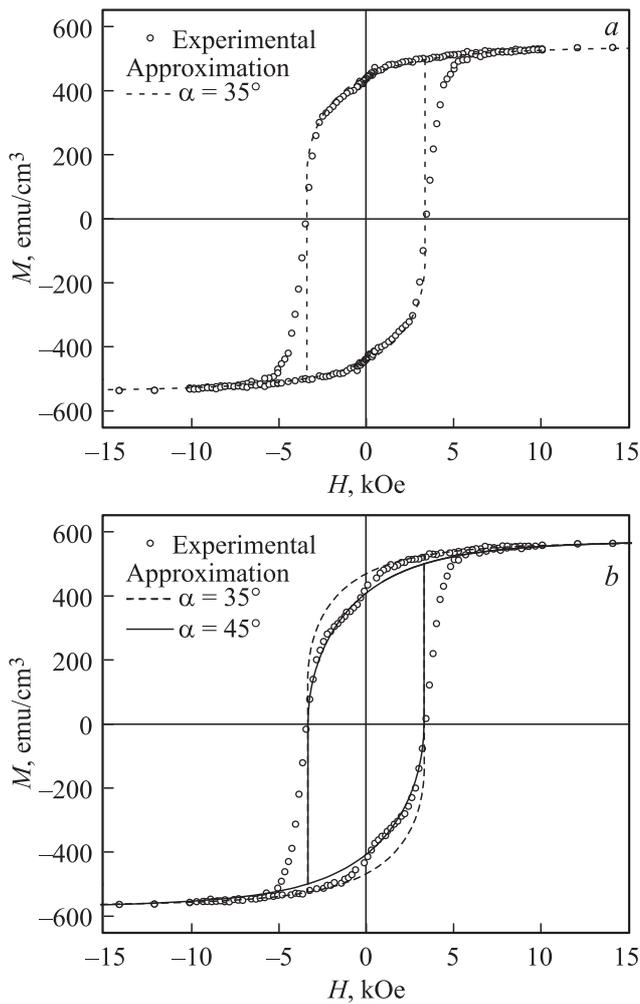


Рис. 7. Кривые намагниченности $M(H_{\perp})$ пористых пленок Co/Pd с одной (a) и несколькими (b) порами в ячейке; сплошная и пунктирные линии соответствуют аппроксимации экспериментальной кривой (точки) в рамках модели Стонера–Вольфарта [43].

формируя, таким образом, ступеньку на зависимости $M(H_{\perp})$. Данная особенность не позволяет аппроксимировать экспериментальную зависимость $M(H_{\perp})$ одной модельной кривой Стонера–Вольфарта, как в случае пленки Co/Pd с одной порой в ячейке (рис. 7, a). Наложение двух модельных кривых, отличающихся параметрами α и H_a и описывающих разные части кривой намагниченности, позволяет с хорошей степенью соответствия описать экспериментальную зависимость. Вероятно, теоретическая кривая, характеризующаяся меньшим значением $\alpha = 35^\circ$ и описывающая „верхнюю“ ступень кривой намагниченности в области насыщения M , соответствует более плоским участкам пленки, находящимся между порами, тогда как кривая $\alpha = 45^\circ$, описывающая область экспериментальной зависимости вблизи H_C и остаточной намагниченности, характеризует участки пленки вблизи пор с высокой степенью разупорядочения магнитных моментов. Это предположение

подтверждается тем фактом, что аппроксимация зависимости $M(H_{\perp})$ пленки с одной порой в ячейке позволяет получить значение $\alpha = 35^\circ$, как и в случае „верхней ступеньки“ кривой $M(H_{\perp})$ пленки с более сложной морфологией. Действительно, морфология пленки с одной порой в ячейке характеризуется большей площадью плоских „межпоровых“ участков (рис. 1). Формирование же „нижней“ ступеньки на кривой намагниченности обусловлено локальным „искривлением“ пленки в области границ пор, приводящим к разупорядочению ее магнитной структуры в этих областях. Полученное значение $\alpha = 45^\circ$ для „нижней“ ступеньки указывает на случайную ориентацию магнитных моментов участков пленки вблизи края пор. Тем не менее, следует отметить, что изучаемые пленки с порами малого диаметра $d_p = 25\text{--}30\text{ nm}$ характеризуется также более высоким полем магнитной анизотропии $H_a \approx 6.5\text{--}6.6\text{ kOe}$, полученным из аппроксимации, т.е. более высоким значением константы анизотропии $K = 1.8 \cdot 10^6\text{ erg/cm}^3$, по сравнению с пленками с большими размерами ячеек и пор. Так для пленки аналогичного состава, диаметр пор в которой составляет $d_p \sim 180\text{ nm}$, данные параметры принимают значения $H_a = 4.6\text{ kOe}$ и $K = 1.3 \cdot 10^6\text{ erg/cm}^3$ [26]. Экспериментальные параметры, характеризующие ПМА пленок, а также параметры, определяемые из аппроксимации их кривых намагниченности, суммированы в таблице.

Типичные изображения МСМ, полученные для сплошной и пористой (с несколькими порами в ячейке) пленок в размагниченном состоянии, представлены на рис. 8. Области темного и светлого контраста для сплошной пленки представляют зоны, в которых магнитные моменты ориентированы в двух противоположных направлениях относительно ориентации намагниченности микроострия. Очевидно, что для пористой пленки подобные области значительно меньше, по сравнению со

Значения приведенной остаточной намагниченности M_r/M_s и коэрцитивной силы H_C сплошной и пористых многослойных пленок Co/Pd, полученные из их кривых намагниченности $M(H_{\perp})$, а также значения угла α дисперсии магнитных моментов относительно нормали пленок, поля и константы эффективной магнитной анизотропии H_a и K , оцененные из аппроксимации их зависимостей $M(H_{\perp})$ в рамках модели Стонера–Вольфарта [43]

Пленка	M_r/M_s	H_C , kOe	α , °	H_a , kOe	$K \cdot 10^{-6}$, erg/cm ³
Сплошная	0.96	1.8	—	—	—
Пористая: (одна пора в ячейке) $D_C \sim 95 \pm 4\text{ nm}$ $d_p \sim 25 \pm 3\text{ nm}$	0.82	3.4	35	6.6	1.8
Пористая: (несколько пор в ячейке) $D_C \sim 100 \pm 12\text{ nm}$ $d_p \sim 30 \pm 12\text{ nm}$	0.76	3.4	35 и 45	6.5	1.8

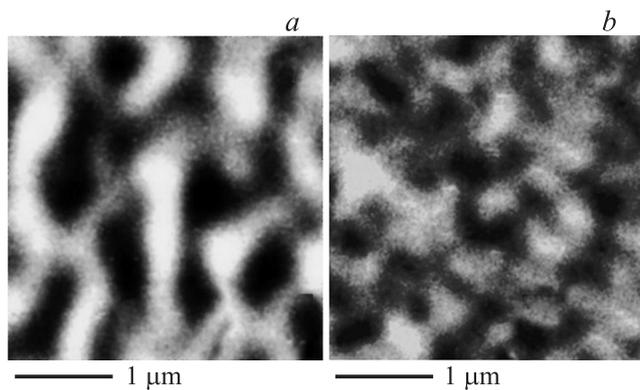


Рис. 8. Изображения МСМ сплошной (а) и пористой (с несколькими порами в ячейке) (b) пленок Co/Pd, полученные в размагниченном состоянии пленок.

сплошной пленкой. Как было показано в работах [12,18], подобное уменьшение областей с одинаковым направлением намагниченности может быть объяснено эффектом пиннинга магнитных доменов на границах пор, а также на границах квазисферических ячеек, что подтверждает результаты магнитометрических исследований. Следует отметить, что наличие зон промежуточного контраста для пористой пленки может быть связано с формированием областей, для которых векторы намагниченности ориентированы под углом к ее нормали ($\sim 45^\circ$ согласно аппроксимации кривых намагниченности). Таким образом, корреляция результатов МСМ и магнитометрических исследований подтверждает существенное влияние развитой морфологии пористых пленок, наследуемой от темплатов Al₂O₃, на их магнитную структуру, выражающееся в снижении размеров магнитных доменов и разупорядочении ориентации магнитных моментов в пористых пленках, что, как следствие, приводит к смене механизма перемагничивания в них, а также оказывает существенное влияние на величину параметров H_C и M_r/M_S .

4. Заключение

Методом термического испарения получены пористые пленки квазисплава CoPd путем осаждения многослойных систем Co/Pd на пористые темплаты анодированного Al₂O₃, обладающие ячеисто-пористой структурой с одной и несколькими порами внутри каждой ячейки. Определенные из результатов рентгеновской дифракции и рефлектометрии значения плотности $\rho = 11.05 \text{ g/cm}^3$, постоянной кристаллической решетки $a = 3.822 \text{ \AA}$ и соотношения атомов $n(\text{Co})/n(\text{Pd}) = 1.2:2.8$ в квазисплаве указывают на формирование твердого раствора Co в Pd. Структурные параметры сплава CoPd в пористых пленках сохраняются близкими к сплошной системе, несмотря на их развитую морфологию. Установлено, что размеры и структура ячеек (количество и раз-

меры содержащихся в них пор), сформированных на поверхности темплатов Al₂O₃, тем не менее, оказывают существенное влияние на магнитные свойства наносимых на них пленок, которые наследуют морфологию используемых подложек. Полученные пористые пленки Co/Pd характеризуются повышенным по сравнению со сплошной пленкой значением коэрцитивной силы H_C , которое достигает 3.4 кОе в образцах с размерами пор $d_p \sim 25\text{--}30 \text{ nm}$ и ячеек $D_C \sim 95\text{--}100 \text{ nm}$. Полученное значение H_C превышает величину соответствующего параметра систем, содержащих в ячейке одну пору большего размера $d_p = 40\text{--}185 \text{ nm}$, для которых H_C не превышает $\sim 2.0 \text{ кОе}$. Увеличение H_C в пористых системах по сравнению со сплошными пленками, а также со снижением размера ячеек и пор, обусловлено эффектами пиннинга магнитных моментов на границах пор и ячеек при перемагничивании. Установлено, что формирование нескольких пор внутри каждой ячейки при сохранении близких размеров пор и ячеек не оказывает существенного влияния на величину H_C . Вместе с тем, полученные пористые пленки характеризуются высокими значениями константы их перпендикулярной магнитной анизотропии $K \approx 1.8 \cdot 10^6 \text{ erg/cm}^3$ и квадратичности петель гистерезиса $M_R/M_S \approx 0.76\text{--}0.82$, несмотря на сложный рельеф поверхности. Совместный анализ угловых зависимостей $H_C(\varphi)$, аппроксимация кривых $M(H_\perp)$ и интерпретация изображений магнито-силовой микроскопии сплошной и пористых пленок Co/Pd указывает на изменение магнитной структуры пористых систем (снижение размеров магнитных доменов) и смену механизма их перемагничивания от движения доменных стенок по механизму Кондорского к преимущественно вращательному механизму согласно модели Стонера–Вольфарта. Показано, что вклад когерентного вращения в перемагничивании пленки, содержащей несколько пор в ячейке, выше, чем для пленки с одной порой в ячейке, для которой характерно сочетание когерентного вращения и движения доменных стенок.

Список литературы

- [1] И.М. Викулин, Л.Ф. Викулина, В.И. Стафеев. ФТП **35**, 1, 3 (2001).
- [2] S. Michea, J.L. Palma, R. Lavin, J. Briones, J. Escrig, J.C. Denardin, R.L. Rodriguez-Suarez. J. Phys. D **47**, 335001 (2014).
- [3] L.S. Moore, D. Goldhaber-Gordon. Nature Phys. **3**, 295 (2007).
- [4] L.J. Heyderman, F. Nolting, D. Backes, S. Czekaj, L. Lopez-Diaz, M. Kläui, U. Rüdiger, C.A.F. Vaz, J.A.C. Bland, R.J. Matelon, U.G. Volkman, P. Fischer. Phys. Rev. B **73**, 214429 (2006).
- [5] M.M. Miller, G.A. Prinz, S.-F. Cheng, S. Bounnak. Appl. Phys. Lett. **81**, 2211 (2002).
- [6] A. Manzin, G. Barrera, F. Celegato, M. Coisson, P. Tiberto. Sci. Rep. **6**, 22004 (2016).
- [7] S. Neusser, G. Duerr, H.G. Bauer, S. Tacchi, M. Madami, G. Woltersdorf, G. Gubbiotti, C.H. Back, D. Grundler. Phys. Rev. Lett. **105**, 067208 (2010).

- [8] E.K. Semenova, D.V. Berkov. *J. Appl. Phys.* **114**, 013905 (2013).
- [9] F. Béron, K.R. Pirota, V. Vega, V.M. Prida, A. Fernández, B. Hernando, M. Knobel. *New J. Phys.* **13**, 013035 (2011).
- [10] S. Tacchi, P. Gruszecki, M. Madami, G. Carlotti, J.W. Klos, M. Krawczyk, A. Adeyeye, G. Gubbiotti. *Sci. Rep.* **5**, 10367 (2015).
- [11] V. Neu, C. Schulze, M. Faustini, J. Lee, D. Makarov, D. Suess, S.-K. Kim, D. Grosso, L. Schultz, M. Albrecht. *Nanotechnology* **24**, 145702 (2013).
- [12] C. Schulze, M. Faustini, J. Lee, H. Schletter, M.U. Lutz, P. Krone, M. Gass, K. Sader, A.L. Bleloch, M. Hietschold, M. Fuger, D. Suess, J. Fidler, U. Wolff, V. Neu, D. Grosso, D. Makarov, M. Albrecht. *Nanotechnology* **21**, 495701 (2010).
- [13] M. Grobis, C. Schulze, M. Faustini, D. Grosso, O. Hellwig, D. Makarov, M. Albrecht. *Appl. Phys. Lett.* **98**, 192504 (2011).
- [14] M.T. Rahman, N.N. Shams, Y.C. Wu, C.H. Lai, D. Suess. *Appl. Phys. Lett.* **91**, 132505 (2007).
- [15] M.T. Rahman, N. Shams, C.H. Lai. *Nanotechnology* **19**, 325302 (2008).
- [16] A.O. Adeyeye, N. Singh. *J. Phys.* **41**, 153001 (2008).
- [17] S. Pal, J.W. Klos, K. Das, O. Hellwig, P. Gruszecki, M. Krawczyk, A. Barman. *Appl. Phys. Lett.* **105**, 162408 (2014).
- [18] M.T. Rahman, N.N. Shams, C.H. Lai, J. Fidler, D. Suess. *Phys. Rev. B* **81**, 014418 (2010).
- [19] A. Maximenko, J. Fedotova, M. Marszałek, A. Zarzycki, Y. Zabala. *J. Magn. Magn. Mater.* **400**, 200 (2016).
- [20] K.R. Pirota, P. Prieto, A.M.J. Neto, J.M. Sanz, M. Knobel, M. Vazquez. *J. Magn. Magn. Mater.* **320**, e235 (2008).
- [21] C. Castan-Guerrero, J. Herrero-Albillos, J. Bartolomé, F. Bartolomé, L.A. Rodríguez, C. Magén, F. Kronast, P. Gawronski, O. Chubykalo-Fesenko, K.J. Merazzo, P. Vavassori, P. Strichovanec, J. Sesé, L.M. García. *Phys. Rev. B* **89**, 144405 (2014).
- [22] K.M. Alam, A.P. Singh, S.C. Bodepudi, S. Pramanik. *Surface Sci.* **605**, 441 (2011).
- [23] J. Carrey, E.A. Berkowitz, W.F. Egelhoff jr., D.J. Smith. *Appl. Phys. Lett.* **83**, 5259 (2003).
- [24] Th.H. De Keijser, J.I. Langford, E.J. Mittemeijer, A.B.P. Vogels. *J. Appl. Cryst.* **15**, 308 (1982).
- [25] Y. Lei, W. Cai, G. Wilde. *Prog. Mater. Sci.* **52**, 465 (2007).
- [26] A. Maximenko, J. Kasiuk, M. Marszałek, J. Fedotova, A. Zarzycki, Y. Zabala, J. Chojenka, B.R. Jany, F. Krok, J. Morgiel. *J. Appl. Phys.* (2017). In press.
- [27] Ch.-Ch. Huang, Ch.-Ch. Yu, Sh.-Y. Chen, Y.-D. Yao, J.-Y. Lai. *Nanoscale Res. Lett.* **7**, 41 (2012).
- [28] A. Maximenko, Y. Zabala, M. Marszałek, J. Fedotova, A. Zarzycki. In: *CMD26 / Condensed Matter Division, Groningen*. (2016). <http://cmd26.eu/files/23-4A%20-%20Functional%20nanostructures,%20assemblies%20and%20quantum%20dot%20solids.pdf>.
- [29] S.-K. Kim, Y.-M. Koo, V.A. Chernov, J.B. Kortright, S.-C. Shin. *Phys. Rev. B* **62**, 3025 (2000).
- [30] S.-K. Kim, S.-C. Shin. *J. Appl. Phys.* **89**, 3055 (2001).
- [31] T. Asahi, K. Kuramochi, J. Kawaji, T. Onoue, T. Osaka, M. Saigo. *J. Magn. Magn. Mater.* **235**, 87 (2001).
- [32] J.M. Shaw, H.T. Nembach, T.J. Silva, St.E. Russek, R. Geiss, Ch. Jones, N. Clark, T. Leo, D.J. Smith. *Phys. Rev. B* **80**, 184419 (2009).
- [33] ICDD card 00-005-0681.
- [34] Y. Matsuo. *J. Phys. Soc. Jpn.* **32**, 972 (1972).
- [35] Ю.В. Касюк, А.А. Максименко, Ю.А. Федотова, М. Marszałek, С.К. Лазарук, О.В. Купреева. *ФТТ* **58**, 11, 2229 (2016).
- [36] A. Maximenko, J. Fedotova, M. Marszałek, O. Kupreeva, S. Zavadski. In: *Physics, Chemistry and Application of Nanostructures / Eds V. Borisenko, S. Gaponenko, V. Gurin, C. Kam*. World Scientific, Singapore (2015). P. 132.
- [37] A. Maximenko, J. Fedotova, M. Marszałek, Y. Zabala, A. Zarzycki, B.R. Jany, F. Krok. In: *Physics, Chemistry and Application of Nanostructures / Eds V. Borisenko, S. Gaponenko, V. Gurin, C. Kam*. World Scientific, Singapore (2015). P. 350.
- [38] K.-T. Huang, P.-Ch. Kuo, G.-P. Lin, C.-L. Shen, Y.-D. Yao. *Thin Solid Films* **518**, 5300 (2010).
- [39] D.Y. Oh, J.K. Park. *J. Appl. Phys.* **97**, 10N105 (2005).
- [40] N.P. Suponev, R.M. Grechishkin, M.B. Lyakhova, Yu.E. Pushkar. *J. Magn. Magn. Mater.* **157/158**, 376 (1996).
- [41] M. Mathews, E.P. Houwman, H. Boschker, G. Rijnders, D.H.A. Blank. *J. Appl. Phys.* **107**, 013904 (2010).
- [42] G.A. Milne, D.J. Dunlop. *J. Geophys. Res.* **111**, B12S08 (2006).
- [43] E.C. Stoner, E.P. Wohlfarth. *Phil. Trans. R. Soc. A* **240**, 599 (1948).