

## ИССЛЕДОВАНИЕ СТАТИЧЕСКИХ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ ПЛАНАРНЫХ СТРУКТУР DyCo/NiFe, TbFe/NiFe С ОДНОНАПРАВЛЕННОЙ АНИЗОТРОПИЕЙ

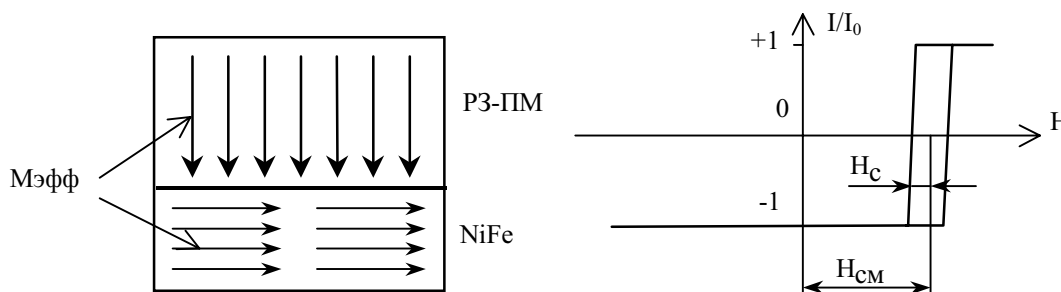
В.Г. Мягков, В.А. Середкин,  
С.В. Столяр, В.Ю. Яковчук\*

Рис. 1. Схематическое изображение пленочной системы с однонаправленной анизотропией (а) и типичная петля гистерезиса (б)

Исследованы квазистатические магнитные свойства обменно связанных пленок TbFe/NiFe, DyCo/NiFe, характеризующихся однонаправленной анизотропией. Установлен температурный интервал существования однонаправленной анизотропии. Исчезновение однонаправленной анизотропии обусловлено процессами, происходящим в магнито жестком слое. Механизм возникновения однонаправленной анизотропии связывается с гетерофазностью магнито жесткого слоя.

Тонкие пленки сплавов РЗМ (редкоземельный металл)-ПМ (переходной металл), получают в широкой области концентраций в виде твердых растворов. В магнитном отношении эти сплавы являются ферримагнетиками и характеризуются точкой магнитной компенсации  $T_k$ , при которой  $|M_{РЗМ}| = |M_{ПМ}|$ . Вблизи этой точки данные материалы представляют наибольший практический интерес, так как здесь величина коэрцитивной силы максимальна, т.е. в этой области сплавы РЗМ-ПМ являются магнито жесткими. В то же время остаются во многом непонятны особенности магнитной структуры. Так, в области температуры  $T_k$  на данных системах наблюдаются сложные индукционные петли гистерезиса, ступенчатообразные магнитооптические петли гистерезиса, аномальные холловские зависимости и т. д. Анализ этих особенностей, необходимый для формирования более адекватных эксперименту моделей магнитной структуры, требует поиска новых подходов к исследованиям тонких пленок ферримагнитных сплавов РЗМ-ПМ. Для этой цели, например, мы предлагаем изготовление и исследование планарных двухслойных систем, в которых можно использовать второй ферромагнитный слой с известными свойствами. Нами впервые получены двухслойные системы (РЗМ-ПМ)/ПМ, где (РЗМ-ПМ) представляет сплав DyCo или сплав TbFe (ферримагнетик) с перпендикулярной магнитной анизотропией (ПМА), а ПМ-сплав NiFe (ферромагнетик) с одноосной анизотропией и намагниченностью в плоскости образца. Такие системы, сразу после напыления (без отжига), как оказалось, обладают однонаправленной анизотропией, т.е. смещением петли гистерезиса NiFe на величину  $H_{CM}$  (рис. 1). Аналогичные, но меньшие по величине эффекты ранее наблюдались на планарных системах NiFe/FeMn, т.е. в системах ферромагнетик/антиферромагнетик [1].

Согласно имеющимся в настоящее время представлениям о магнитной структуре ферримагнитного сплава РЗМ-ПМ в исследуемых нами двухслойных пленках DyCo/NiFe ориентации векторов намагниченностей индивидуальных слоев взаимно-ортогональны (рис. 1), поэтому наблюдаемые особенности кривых гистерезиса слоя NiFe не понятны.

Данная работа посвящена исследованию полевых и температурных зависимостей статических магнитных характеристик сплава NiFe в двухслойных, обменно связанных пленках DyCo/NiFe и TbFe/NiFe с однонаправленной анизотропией. Цель работы – установление реальной магнитной микроструктуры пленок ферримагнитных сплавов РЗМ-ПМ.

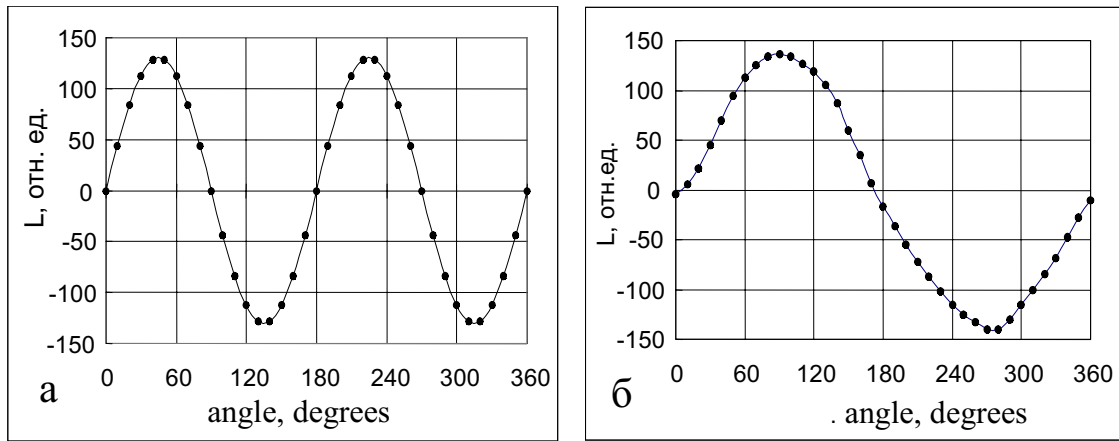


Рис.2. Кривая вращательных моментов для однослойной (а) и обменносвязанной (б) пленки NiFe ( $h=200\text{nm}$ ) при комнатной температуре

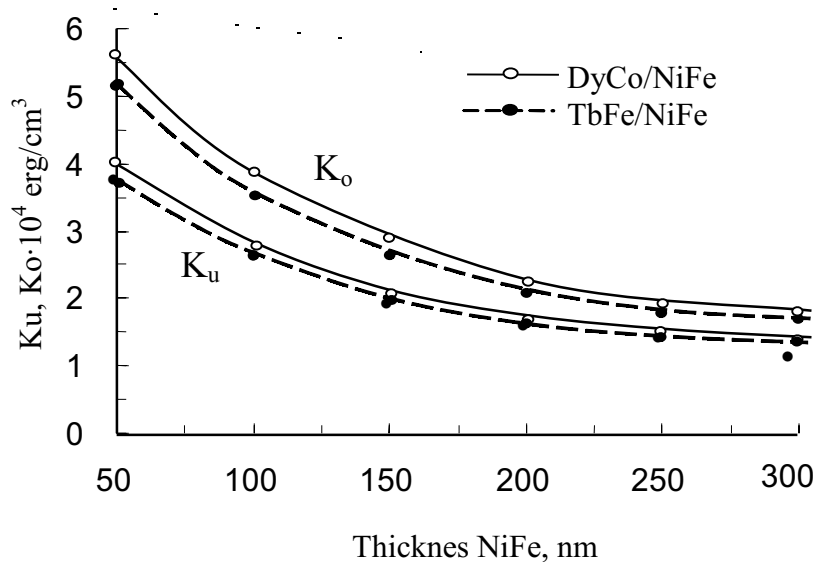


Рис.3. Зависимость констант одноосной ( $K_u$ ) и однонаправленной ( $K_o$ ) анизотропии пленочной системы P3-ПМ

**Образцы и методика эксперимента**

Двухслойные пленки (P3M-ПМ)/ПМ были получены методом термического испарения в вакууме  $\sim 3 \cdot 10^{-6}$  Торр. В качестве подложек использовались покровные стекла. Напыление слоев производилось из трех независимых испарителей с кольцевым катодом. Ферромагнитный сплав (TbFe или DyCo) представлял собой пленку с перпендикулярной магнитной анизотропией  $K \sim 3 \cdot 10^5 \text{ erg/cm}^3$  и коэрцитивной силой ( $H_c$ ), равной  $\sim 3\text{-}5 \text{ kOe}$ . Исследования, выполненные ранее методом электронной микроскопии, свидетельствуют, что ферромагнитный слой представляет собой нанокристаллический сплав. Для формирования одноосной анизотропии в слое NiFe, при напылении в плоскости образца прикладывалось постоянное магнитное поле 20 Oe. Толщина ферромагнетика составляла 70 нм, а толщина NiFe варьировалась от 50 до 700 нм. Кривые перемагничивания слоя NiFe, а также их температурные зависимости снимались на петлоскопе при ориентации внешнего поля в плоскости образца в полях до 250 Oe на частоте 50 Hz. Измерения вращательных механических моментов проводились на крутильном магнитометре в полях до 12 kOe при комнатной температуре. При выполнении этих измерений магнитное поле также прикладывалось в плоскости образца, в то время как ферромагнитный слой (P3M-ПМ) всегда находился в однодоменном насыщенном состоянии. Измерение параметров кривых перемагничивания жесткого слоя, а также наблюдение доменной структуры осуществлялись с использованием полярного магнитооптического эффекта Керра в полях до 15 kOe.

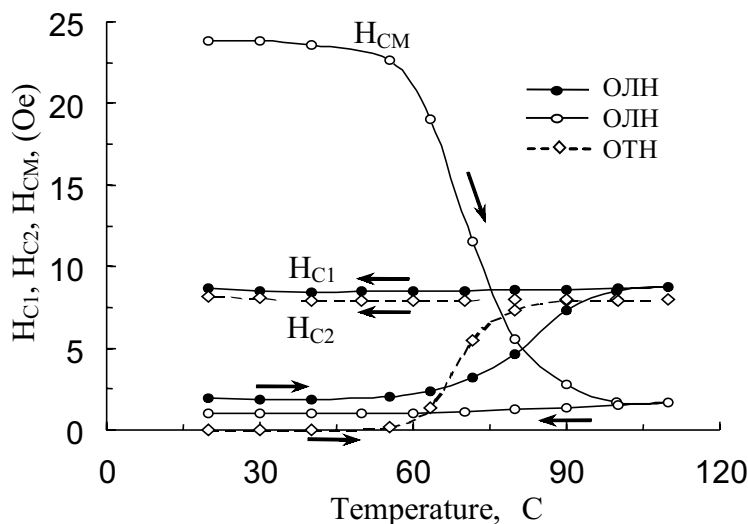


Рис.4. Температурные циклы нагрев-охлаждение для пленочной системы TbFe/NiFe толщиной 100 нм при перемагничивании вдоль ОЛН и ОТН

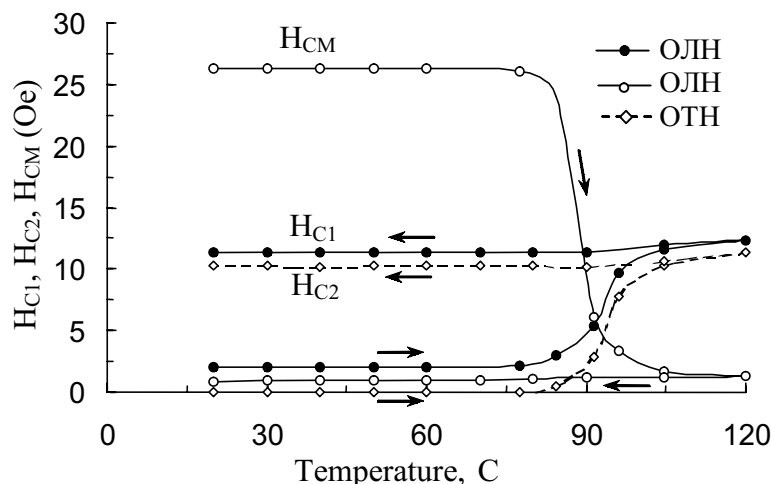


Рис.5. Температурные циклы нагрев-охлаждение для пленочной системы DyCo/ NiFe толщиной 100нм при перемагничивании вдоль ОЛН и ОТН

### Экспериментальные результаты

На рис.2 приведены зависимости вращательного момента  $L(\theta)$  однослойной пленки NiFe (рис.2,а) и двухслойной пленки DyCo/NiFe (рис.2,б). Кривая вращательного момента  $L(\theta)$  двухслойной пленки свидетельствует о наличии обменной анизотропии. Полученные экспериментальные кривые  $L(\theta)$  позволяют рассчитать значения параметров  $K_U$  и  $K_O$ , используя известные соотношения. Зависимость величины вращательного момента  $L(\theta)$  от константы одноосной анизотропии  $K_U$  определяется выражением

$$\frac{L(\Theta + L(\Theta + \pi))}{2} = K_U \sin 2\varphi \quad (1)$$

Константа однонаправленной анизотропии  $K_O$  и величина вращательного момента  $L(\theta)$  связаны соотношением

$$\frac{L(\Theta + L(\Theta + \pi))}{2} = K_O \sin(\varphi - \gamma_0), \quad (2)$$

где  $\varphi$  - угол между ОЛН и внешним магнитным полем;  $\gamma_0$  – угол между ОЛН и направлением однонаправленной анизотропии.

Рассчитанные зависимости параметров  $K_u(d_{NiFe})$  и  $K_o(d_{NiFe})$  от толщины слоя NiFe для исследуемых двухслойных пленок DyCo/NiFe, TbFe/NiFe приведены на рис.3. Кривые показывают, что величины  $K_u$  и  $K_o$  с увеличением толщины слоя пермаллоя монотонно уменьшаются.

На рис.4. приведены температурные зависимости параметров  $H_c$  и  $H_{cm}$  двухслойной пленки TbFe/NiFe, в которой толщина ферромагнитного и ферромагнитного слоев составляла 70 нм и 100 нм, соответственно.

Аналогичные зависимости для пленки DyCo/NiFe ( $d_{DyCo}=70$ нм,  $d_{NiFe}=100$ нм) приведены на рис.5.

На рисунках видно, что кривые  $H_c(T)$  и  $H_{cm}(T)$  в области температур 60-80°C для TbFe/NiFe и 80-100°C для DyCo/NiFe не монотонны и характеризуются особенностями. В диапазоне указанных температур при перемагничивании пермаллового слоя вдоль оси легкого намагничивания (ОЛН) наблюдается резкое увеличение  $H_c$  и, в то же время, уменьшение величины  $H_{cm}$  на порядок. Петля гистерезиса становится практически симметричной относительно нулевого значения поля.

При перемагничивании вдоль оси трудного намагничивания (ОТН) петли гистерезиса слоистой пленочной системы TbFe/NiFe и DyCo/NiFe не раскрыты и описывают кривую  $M(H)$ . В области температур 60-80 °C для TbFe/NiFe и 80-100 °C для DyCo/NiFe наблюдается раскрытие петли гистерезиса. При охлаждении образца полученное состояние сохраняется. При этом магнитооптические исследования показывают, что слой РЗМ-ПМ находится в размагниченном состоянии.

### Обсуждение результатов

Полученные нами методом термического напыления двухслойные пленки (РЗМ-ПМ)/ПМ характеризуются перпендикулярной магнитной анизотропией. Измеренные кривые вращательного момента  $L(\theta)$  двухслойных пленок  $Dy_{22}Co_{78}/Ni_{81}Fe_{19}$ , а также петли гистерезиса, снятые со слоя сплава NiFe в направлении оси легкого намагничивания, характеризующиеся полем смещения  $H_{cm}$ , указывают на существование в ферромагнитном слое областей, в которых вектор намагниченности подрешетки 3-d металла расположен в плоскости пленки. Обменное взаимодействие намагниченности этих областей сплава РЗМ-ПМ с вектором намагниченности слоя пермаллоя приводит, по нашему мнению, к однонаправленной обменной анизотропии. Неизменность магнитооптических характеристик, полученных с разных поверхностей однослойной пленки DyCo, указывает на то, что данные области являются сквозными по всей толщине и выходят на внешние поверхности ферромагнитного слоя.

Мы считаем, что магнитная микро неоднородность сплава DyCo (наличие областей, составляющих большую часть сплава, в которых вектор намагниченности "подрешетки атомов Co" перпендикулярен плоскости пленки, а также существование областей, в которых вектор намагниченности "подрешетки атомов Co" параллелен плоскости пленки) является следствием микрогетерофазности данных сплавов. Для ответа на вопрос, каков же истинный фазовый состав исследуемых нами пленок нанокристаллического, гетерофазного сплава DyCo, необходимо рассмотреть фазовую диаграмму термодинамически стабильных кристаллических сплавов DyCo. Следует отметить, что диаграммы плавокости сплавов РЗМ (Ho, Tb, Dy, Er, Gd и т.д.)-ПМ(Fe, Co) во многом тождественны. Они характеризуются рядом стехиометрических соединений:  $РЗМ_2ПМ_{17}$ ,  $РЗМ_1ПМ_5$ ,  $РЗМ_2ПМ_7$ ,  $РЗМ_1ПМ_3$ ,  $РЗМ_1ПМ_2$ ,  $РЗМ_4ПМ_3$ . Отличие состоит лишь в различном температурном интервале стабильности этих стехиометрических соединений.

На рис.6,а приведен участок качественной фазовой диаграммы при комнатной температуре в координатах (G,C), где G - термодинамический потенциал Гиббса, C – концентрация редкоземельного элемента, в интервале

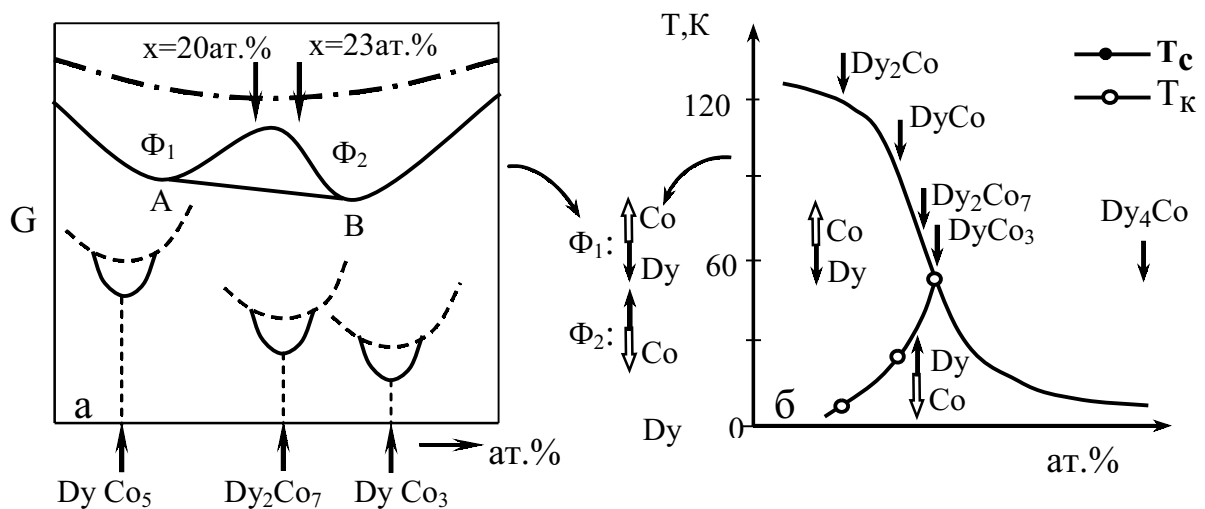


Рис.6. Фазовая диаграмма (а) и магнитная фазовая диаграмма кристаллических стехиометрических соединений  $Dy_xCo_y$ .

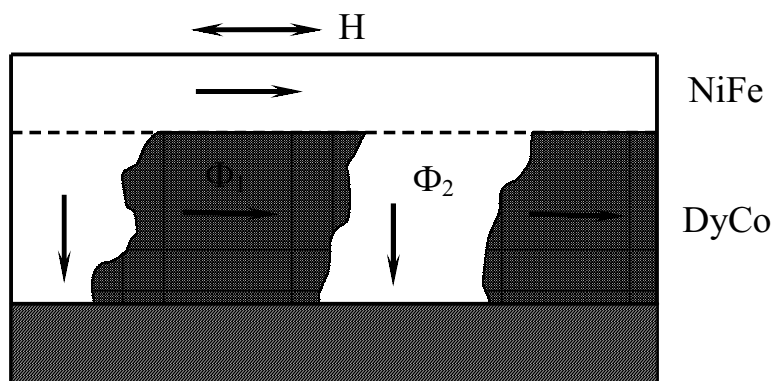


Рис. 7. Предполагаемая конфигурация векторов намагниченностей в двухслойных пленках  $Dy_{22}Co_{78}/Ni_{81}Fe_{19}$

составов близких к составу исследуемых нами пленок. Здесь приведены термодинамические потенциалы  $G_1$ , изображенные в виде парабол, соответствующие стехиометрическим соединениям  $DyCo_5$ ,  $Dy_2Co_7$ ,  $DyCo_3$ . Линия, описывающая значение потенциала Гиббса расплава (жидкой фазы), указана штрихпунктиром. При переводе кристаллического сплава в нанокристаллическое состояние происходит, во-первых, увеличение абсолютных значений потенциалов, во-вторых, уширение парабол, описывающих значения потенциалов  $G_1$  индивидуальных фаз. Суперпозиция кривых  $G_1$  для сплава в нанокристаллическом состоянии на рис.6,а изображена жирной линией. Состав исследуемых нами пленок сплава DyCo на диаграмме рис.6,а указан стрелкой. Линия АВ тождественно описывает квазиравновесный фазовый состав реализующейся механической смеси фаз  $\Phi_1$  и  $\Phi_2$ . Поскольку стехиометрические соединения  $DyCo_5$ ,  $Dy_2Co_7$ ,  $DyCo_3$  имеют схожие кристаллические структуры [2] (кристаллическая фаза  $DyCo_5$  характеризуется гексагональной структурой типа  $CaCu_5$ , постоянные решетки  $a$  и  $c$  равны 4,933Е и 3,983Е соответственно, фаза  $Dy_2Co_7$  обладает ромбоэдрической структурой типа  $Gd_2Co_7$ ,  $a=4,992Е$ ,  $c=36,13Е$ , фаза  $DyCo_3$  ромбоэдрической структурой типа  $CuNi_3$ ,  $a=4,995Е$ ,  $c=24,36Е$ ), то кристаллические структуры фаз  $\Phi_1$  и  $\Phi_2$  также близки. В то же время магнитные состояния стехиометрических соединений  $DyCo_5$ ,  $Dy_2Co_7$ ,  $DyCo_3$  при комнатной температуре существенно различаются. На рис.6,б приведена магнитная фазовая диаграмма кристаллических стехиометрических соединений, на которой  $T_k$  - температура магнитной компенсации,  $T_c$  - температур Кюри. Из данной диаграммы видно, что при комнатной температуре в кристалле  $DyCo_5$  намагниченность подрешетки атомов Со превосходит намагниченности подрешетки атомов Dy:  $M_{Co} > M_{Dy}$ . В случае кристалла  $DyCo_3$  ситуация меняется на противоположную. Совместный анализ фазовых диаграмм (рис.6) позволяет предположить, что доминирующей фазой в исследуемых нами пленках  $Dy_{22}Co_{78}$  является фаза  $\Phi_2$ , у которой при комнатной температуре  $M_{Dy} > M_{Co}$ . Суммарная намагниченность  $M_s$  этой фазы ортогональна плоскости пленки. Именно эта фаза, по-нашему мнению, формирует интегральные магнитные характеристики пленки сплава  $Dy_{22}Co_{78}$ . В фазе  $\Phi_1$ , являющейся примесной,  $M_s = M_{Co} - M_{Dy}$ . Возможно, что ближний порядок фазы  $\Phi_1$  соответствует стехиометрическому соединению  $DyCo_5$ . Малый размер зерна (~10нм) нанокристаллического гетерофазного сплава, наличие обменного взаимодействия между подрешетками атомов Со фаз  $\Phi_1$  и  $\Phi_2$  приводит к тому, что  $M_{Co}$  фазы  $\Phi_1$  параллельна плоскости исследуемых пленок. Предполагаемая конфигурация векторов намагниченностей 3-d металлов исследуемых нами двухслойных пленок  $Dy_{22}Co_{78}/Ni_{81}Fe_{19}$  приведена на рис 7.

Теперь обсудим температурные зависимости величины поля смещения  $H_{CM}(T)$ . Приведенные на рис. 5 кривые  $H_{CM}(T)$  достаточно убедительно фиксируют особенность при  $T=80^{\circ}C$ . Необходимо обратить внимание на то, что при температуре компенсации ферромагнитного магнитожесткого слоя  $Dy_{22}Co_{78}$  ( $T_k \sim 25^{\circ}C$ ) никаких особенностей на зависимостях  $H_{CM}(T)$  не регистрируется. Это связано с тем, что температура компенсации определяется фазой  $\Phi_2$ , у которой  $M_{Co}$  ортогональна плоскости пленки, а следовательно, не участвует в обменном взаимодействии с намагниченностью слоя пермаллоя.

Исчезновение сдвига петли гистерезиса слоя  $Ni_{81}Fe_{19}$  при  $T > 80^{\circ}C$  указывает на то, что выше данной температуры плоскостная проекция  $M_{Co}$  фазы  $\Phi_1$  существенно уменьшается. Мы считаем, что это обусловлено магнитным фазовым переходом в фазе  $\Phi_1$ . При данной температуре возможны, на наш взгляд, следующие магнитные превращения: 1 - переход фазы  $\Phi_1$  в парамагнитное состояние (температура Кюри), 2 -  $T=80^{\circ}C$  является точкой компенсации фазы  $\Phi_2$ , 3 - при  $T=80^{\circ}C$  происходит ориентационный фазовый переход, при котором намагниченность фазы  $\Phi_2$  выходит из плоскости пленки и устанавливается параллельно оси Z. Ориентационные фазовые переходы характерны для стехиометрических соединений РЗМ<sub>x</sub>ПМ<sub>y</sub> [3]. Для идентификации магнитного превращения в пленках сплава  $Dy_{22}Co_{78}$  при  $T=80^{\circ}C$  необходимо использовать дополнительные экспериментальные методики.

Таким образом, в данной работе изготовлены двухслойные обменносвязанные пленки (РЗМ-ПМ)/ПМ, измерены статические магнитные характеристики, которые указывают на то, что ферромагнитный магнитоупругий слой является нанокристаллическим гетерофазным сплавом. Регистрируемый магнитный переход при  $T=80^{\circ}\text{C}$  происходит в одной из составляющей нанокристаллического гетерофазного сплава  $\text{Dy}_{22}\text{Co}_{78}$ . Данное магнитное превращение на пленках сплава DyCo регистрируется впервые. Для однозначной интерпретации природы данного магнитного превращения необходимо использовать дополнительные методы исследования.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Глазер А.А., Тагиров Р.И., Потапов А.П., Шур Я.С. // ФММ, 1968.26, 289.
2. Савицкий Е.М., Терехова В.Ф. Металловедение редкоземельных металлов. – М.: Наука, 1975. – 259 с.
3. Ермоленко А.С., Розенфельд Е.В., Ирхин Ю.П., Келарев В.В., Рожда А.Ф., Сидоров С.К., Пирогов А.Н., Вохмятин А.П. Влияние магнитной анизотропии на температурную зависимость намагниченности некоторых соединений типа  $\text{RCO}_5$  // ЖЭТФ, 1975. - С. 69, 1743.

### THE INVESTIGATION OF STATIC MAGNETIC PROPERTIES OF DyCo/NiFe, TbFe/NiFe BILAYER FILMS WITH UNIDIRECTIONAL ANISOTROPY

V.G.Myagkov, V.A.Seredkin,  
S.V.Stolyar, V.Yu.Yakovchuk

*The quasi-static magnetic parameters of TbFe/NiFe and DyCo/NiFe bilayer exchange-biased films characterized by unidirectional anisotropy are studied. The characteristic temperatures are determined at which the unidirectional anisotropy disappears due to processes in the magnetically hard layer. The mechanisms responsible for the appearance of unidirectional anisotropy associated with the heterophase property of the magnetically hard layer are analyzed.*