07

# Чувствительный элемент датчика магнитного поля на основе трехслойной пленочной системы Co/X/Co (X = Dy, Gd)

© С.И. Воробьев, О.В. Шутылева, И.М. Пазуха, А.Н. Чорноус

Сумский государственный университет, 40007 Сумы, Украина e-mail: serhii.vorobiov@gmail.com

(Поступило в Редакцию 7 ноября 2013 г. В окончательной редакции 24 марта 2014 г.)

Представлены результаты исследования магниторезистивных свойств пленочных систем Co/Dy/Co и Co/Gd/Co, которые могут быть использованы как чувствительный элемент датчика магнитного поля. Показано, что в зависимости от магнитных характеристик могут быть выбраны разные области применения.

## Введение

Наноразмерные слои кобальта или железа толщиной от 1 до 20 nm в сочетании с другими материалами активно используются при формировании различных типов структур (мультишары, спин-клапанные структуры, гранулированные сплавы и т.п.), которые нашли широкое применение при создании материальной базы наноэлектроники, чувствительных элементов датчиков и других областях [1-3]. При этом наряду с уже традиционными сочетаниями Fe/Cr и Co/Cu расширяется область практического применения также структур на основе Со и редкоземельных металлов Gd, Dy и др. [4,5]. Поиск новых комбинаций материалов связан с тем, что широко используемые системы не удовлетворяют требованиям, предъявляемым к современным датчикам магнитного поля по таким параметрам, как коэрцитивная сила, индукция насыщения, а также часто проявляют нестабильность в работе под действием различных физических полей.

Для многослойных пленочных систем на основе Со и Dy характерна сильная перпендикулярная анизотропия, которая обусловлена скорее всего наличием анизотропии атомной структуры в межслойных интерфейсах. В связи с этим структуры Со/Dy могут быть использованы для перпендикулярной магнитной записи информации.

Использование аморфных пленок Gd в комбинации с 3*d*-ферромагнитным Co позволяет создать структуры с малой намагниченностью насыщения. Этому способствует стабилизация в них очень малых цилиндрических доменов, стенки которых за счет отсутствия поликристаллической структуры перемагничиваются медленнее, что и позволяет улучшить соотношение сигнал/шум при работе приборов на их основе.

### Методика эксперимента

При изготовлении тонкопленочных чувствительных элементов важную роль играет подложка (П), поскольку она должна удовлетворять определенным требованиям, в частности, быть диэлектрической, температурно-стойкой, иметь низкий температурный коэффициент линейного расширения, при этом шероховатость должна быть не ниже 14 класса и иметь высокую механическую прочность. Комплексу таких требований соответствуют ситаловые подложки [6], которые и были использованы при исследовании магниторезистивных свойств пленочных систем, которые могут быть использованы как чувствительные элементы датчика магнитного поля.

На подложке формируется токопроводящая дорожка на основе двухслойной пленочной системы Ag/Cu/П, в которой слой Cu, толщина которого увеличивается по принципу ступенек до 100–150 nm, выполняет вспомогательную роль, а слой Ag толщиной 30 nm, который характеризуется высокой инертностью и наибольшей электропроводимостью среди всех металлов, выполняет роль электрического контакта.

Co/X/Co Трехслойные пленочные системы (X = Dy, Gd), которые могут быть использованы как чувствительные элементы датчика магнитного поля, были получены с помощью послойной конденсации рабочем объеме вакуумной камеры (давление в остаточной атмосферы  $p \sim 10^{-4} \, \mathrm{Pa})$ электроннолучевым методом со средней скоростью конденсации  $\omega = 0.02 - 0.08$  (Co) и 0.01- 0.03 nm/s (Dy, Gd). Для того чтобы обеспечить хорошую адгезию пленок к подложке, производился ее подогрев до температуры  $T_s = 460 \, \text{K}.$ Это также позволяет получить более структурносовершенные образцы с меньшим количеством дефектов кристаллической структуры. На сформированный таким образом чувствительный элемент наносился тонкий слой Ag (до 5 nm), который выполняет роль защитного покрытия.

Таким образом, мы получаем структуру со сформированными на ней контактными площадками и чувствительным элементом, которая схематически представлена на рис. 1.

Исследование магниторезистивных свойств осуществлялось при использовании программно-аппаратного комплекса по четырёхточечной схеме во внешнем магнитном поле от 0 до 500 mT. При этом ток пропускался параллельно плоскости образца, а измерение магнитосо-



**Рис.** 1. Схематическая структура образца, который был использован для исследования магниторезистивных свойств чувствительного элемента датчика магнитного поля: *1* — подложка, *2* — медные контактные площадки, *3* — пленка Ag, *4* — чувствительный элемент, *5* — пленка Co, *6* — пленка Dy или Gd, *7* — защитное покрытие (пленка Ag).

противления (MR) проводилось в трех геометриях (перпендикулярной, поперечной, продольной) при комнатной температуре. Изменение геометрии измерения реализовывалось за счет поворота образца в пространстве между сердечниками магнита с помощью специально разработанного модуля. Данный модуль позволяет автоматически измерять изменение магнитосопротивления тонкопленочных систем, в том числе и при переходе от перпендикулярной к поперечной геометрии, а также реализовать поворот образца во время измерения в диапазоне углов  $\pm 180^\circ$  с минимальным шагом 1°. Величина магнитосопротивления рассчитывалась на основе соотношения MR =  $\Delta R/R = (R_B - R_B \max)/R_B \max$ , где  $R_B$  и  $R_B \max$  — сопротивление пленочного образца при заданном поле и при максимальном поле соответственно.

С целью исследования влияния температуры на магниторезистивные свойства пленочных систем всех трех серий была проведена термообработка образцов до температур  $T_a = 800 \,\mathrm{K}$  (с целью анализа влияния на магниторезистивные свойства фазового перехода ГПУ-Со-ГЦК-Со, который происходит при 690 К) и 1000 К (оценка степени влияния температурного фактора на стабильность работы чувствительных элементов, которые могут быть созданы на основе выбранных пленочных систем) по схеме "нагрев — выдержка в течение 20 min — охлаждение до комнатной температуры". Регулировка скорости нагрева и охлаждения, время выдержки и контроль температуры подложки производились в автоматическом режиме при помощи программно-аппаратного комплекса на основе 16-битного сигма-дельта АЦП ADAM-4118. При этом используется четырехточечная схема для одновременного измерения тока, который пропускается через образец, и падения напряжения на образце, что позволяет исключить влияние длины проводника на рассчитанное сопротивление. Для увеличения точности измерения и исключения влияния даже незначительных колебаний тока одновременно с измерением напряжения на образце происходит измерение напряжения на эталонном сопротивлении.

Изучение кристаллической структуры и фазового состава проводилось при использовании просвечивающего электронного микроскопа ПЭМ-125 К. Для этого в качестве подложек использовались опорные сетки с предварительно нанесенным аморфным углеродом толщиной  $d \cong 20$  nm.

## Результаты экспериментальных исследований

В настоящей работе были получены две серии образцов, которые могут быть использованы как чувствительные элементы датчика магнитного поля. Первая серия — системы типа  $Co(5)/Dy(d_{Dy})/Co(20)/\Pi$ , для которых толщина верхнего и нижнего магнитных слоев оставалась фиксированной, а толщина слоя Dy изменялась в пределах от 5 до 20 nm; вторая серия —  $Co(10)/Gd(d_{Gd})/Co(10)/П$ , особенность которой состоит в том, что как немагнитный слой был использован материал Gd толщиной от 1 до 10 nm, а толщина верхнего и нижнего магнитных слоев оставалась неизменной. Толщина промежуточного слоя второй серии образцов ограничивалась 10 nm, так как была поставлена задача получить аморфный гадолиний. Согласно же данным работ [7,8], пленки Gd становятся полностью аморфными при  $d_{\rm Gd} < 10$  nm.

В более ранних работах [9,10] неоднократно отмечалось, что для создания эффективных чувствительных элементов на основе структур типа Me<sub>1</sub>/Me<sub>2</sub>/Me<sub>1</sub>/П, необходимо проводить комплексные исследования магниторезистивных свойств и структурно-фазового состояния. В связи с этим в настоящей работе были проведены исследования структурно-фазового состояния и кристаллической структуры перечисленных выше систем, которые показали следующее.

Согласно диаграмме состояния, системы на основе Со и Dy в твердом состоянии практически не перемешиваются [11]. Однако вследствие значительной активности Dy с атомами остаточной атмосферы в вакуумной камере уже на стадии конденсации происходит образование оксидной фазы ОЦК-Dy<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Таким образом, фазовый состав первой серии образцов после конденсации — ГПУ-Со+ГПУ-Dy+ОЦК-Dy<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (рис. 2). Наличие на электронограмме для образца после конденсации (рис. 2, *a*) линий  $d_{111} = 0.204$  nm и  $d_{200} = 0.177$  nm, которые соответствуют ГЦК-Со, связано с образованием в неотожженных образцах дефектов упаковки, которые



**Рис. 2.** Дифракционные картины (a-c) и кристаллические структуры (d, e) системы Co(5)/Dy(15)/Co(20)/S после конденсации (a, d) и отжига до  $T_a = 800$  K (b), 1000 K (c, e).



**Рис. 3.** Дифракционные картины (a-c) и кристаллические структуры (d, e) системы Co(10)/Gd(5)/Co(10)/S после конденсации (a, d) и отжига до  $T_a = 800$  K (b), 1000 K (c, e). (q.a.-Gd — квазиаморфный гадолиний).

представляют собой области ГЦК-Со. В том случае, когда толщина промежуточного слоя трехслойной системы Со/Dy/Со/П составляет более 10 nm, структура имеет нанокристаллический характер (рис. 2, d). При уменьшении толщины Dy происходит переход от кристаллического состояния к квазиаморфному. С отжигом до  $T_a = 1000$  К фазовый состав существенно не изменяется, а линии на электронограммах становятся более четкими, что свидетельствует о росте кристаллитов (рис. 2, e). Необходимо также отметить следующее: поскольку оксидная фаза Dy<sub>2</sub>O<sub>3</sub> формируется уже на стадии конденсации, то это позволяет создать между верхним и нижним слоями Со стабильный изоляционный слой.

Известно, что Gd характеризуется высокой степенью химической активности. Это приводит к образованию соединений с водородом уже в процессе конденсации. Однако подобранные нами условия конденсации пленочных систем на основе Со и Gd позволили получить образцы, которые имеют фазовый состав ГПУ-Со+к.a-Gd (к.а — квазиаморфный), хотя в некоторых случаях наблюдалось образование гидридной ГЦК-GdH<sub>2</sub> и оксидной ОЦК-Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> фаз (рис. 3), о чем свидетельствуют линии слабой интенсивности на электронограмме (рис. 3, a), наличие темных кристаллов на микроснимке кристаллической структуры (рис. 3, d), а также тот факт, что средний размер кристаллитов практически не изменяется даже при высокотемпературном отжиге (рис. 3, e). В большинстве же случаев была выполнена поставленная задача — получение слоя Gd, который имеет аморфную структуру, необходимую для дальнейшей реализации практических задач. Исследования также показали, что после высокотемпературной термообработки до 1000 К фазовый состав образцов не изменяется, а происходит укрупнение кристаллов.

Таким образом при анализе магнитных свойств пленочных образцов обеих серий, прошедших термообработку до 1000 К, можно исключить влияние фазового состава на них.

Однако, магниторезистивные свойства пленочных систем зависят не только от структурно-фазового состояния, но также и от толщины отдельных слоев (концентрации компонент). Типичные полевые зависимости магнитосопротивления для некоторых образцов из двух серий до и после термообработки представлены на рис. 4, 5. Для обеих серий образцов их характер подобен и не изменяется после термоотжига, а также существенно не зависит от толщины слоев из редкоземельных металлов Dy и Gd. Полевые зависимости характеризуются наличием двойных пиков, что можно объяснить поочередным перемагничиванием слоев Со [12]. Полученные результаты согласуется с данными работ других авторов, где исследовалось магнитосопротивление в пленочных системах как на основе ферромагнитных и редкоземельных [13], так и других металлов [14].

Обратим внимание на некоторые особенности результатов для отдельно взятых серий образцов. Для структур первой серии максимальная величина магнитосопротивления 0.53% была получена в системе Со(5)/Dy(20)/Со(20)/П при перпендикулярной геометрии измерения. При переходе от перпендикулярной к поперечной геометрии происходит уменьшение величины MR в 2-3 раза для всех систем серии. Температурный отжиг до 1000 К приводит к увеличению значения MR в поперечной геометрии, а в перпендикулярной в зависимости от толщины слоя Dy наблюдается как увеличение (например, при  $d_{Dv} = 5 \text{ nm}$ ), так и незначительное уменьшение величины магнитосопротивления (например, при  $d_{Dy} = 20 \text{ nm}$ ). Значение коэрцитивной силы  $(B_c)$ , которая определялась по средней величине положений максимумов на зависимости MR(B), не превышает 70 mT во всех образцах первой серии после конденсации, однако после термоотжига до 1000 К происходит возрастание величины В<sub>с</sub>. Максимальное



**Рис. 4.** Зависимость магнитосопротивления от индукции магнитного поля для пленочных систем  $Co(5)/Dy(5)/Co(20)/\Pi$  (*a*, *c*, *e*) и  $Co(5)/Dy(20)/Co(20)/\Pi$  (*b*, *d*, *f*) в неотожженном (*a*, *b*) и отожженном до 800 K (*c*, *d*) и 1000 K (*e*, *f*) состояниях. Геометрии измерения: *1* — перпендикулярная, *2* — поперечная, *3* — продольная.

увеличение коэрцитивной силы (с 15 до 137 mT) было получено в перпендикулярной геометрии при отжиге для системы Co(5)/Dy(20)/Co(20)/П.

В работе [15] нами было показано, что из-за высокого удельного сопротивления аморфного слоя Gd происходит "вытеснение" электрического тока в слои ферромагнетика. Это приводит к значительному падению величины магнитосопротивления при поперечной геометрии по сравнению с перпендикулярной геометрией измерения (рис. 5). Например, для системы  $Co(10)/Gd(7)/Co(10)/\Pi$ в свежесконденсированном состоянии при переходе от перпендикулярной к поперечной геометрии измерения величина MR уменьшается с 0.3 до 0.1%. Таким образом, при практическом использовании датчиков магнитного поля с чувствительными элементами, изготовленными на основе Со и Gd, необходимо проводить измерения в перпендикулярной геометрии, чтобы получить значение MR всей системы в целом, а не только ферромагнитных слоев. Наибольшее значение коэрцитивной силы (320.7 mT) было получено в перпендикулярной геометрии для системы Co(10)/Gd(1)/Co(10)/П, прошедшей температурный отжиг до 1000 K, а наименьшее значение  $B_c = 10.3$  mT — для системы Co(10)/Gd(10)/Co(10)/П, что свидетельствует об уменьшении величины коэрцитивной силы с увеличением эффективной толщины слоя Gd.

Следует отметить, что имеет место осциллирующий характер зависимости MR и *B<sub>c</sub>* от толщины прослойки из редкоземельных металлов во всех геометриях измерений для двух серий образцов. Подобный резуль-



**Рис. 5.** Зависимость магнитосопротивления от индукции магнитного поля для пленочной системы Co(10)/Gd(5)/Co(10)/П в неотожженном (*a*) и отожженном до 800 K (*b*) и 1000 K (*c*) состояниях. Геометрии измерения: *I* — перпендикулярная, *2* — поперечная, *3* — продольная.

тат авторы [16] связывают с осциллирующей зависимостью обменного взаимодействия между электронами проводимости.

Сравнивая полученные нами значения магнитосопротивления с литературными данными для систем на основе ферромагнитных и редкоземельных металлов, следует отметить о их согласовании по порядку величины MR. Например, согласно [17], в системе Fe/Gd при послойной конденсации в зависимости от количества слоев значение MR изменяется в пределах от 0.02 до 0.6%, а для сплавов этих же металлов (Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>) от 0.02%, до 0.38% [18]. Для пленочной системы Co<sub>88</sub>Tb<sub>12</sub> толщиной 20 nm [19] величина MR составляет 0.08%, а в трехслойной пленке DyFe<sub>2</sub>/YFe<sub>2</sub>/DyFe<sub>2</sub> авторы [20] наблюдали магнитосопротивление до 1%.

Для того чтобы проследить, каким образом изменяется величина коэрцитивной силы при переходе от перпендикулярной к поперечной геометрии измерения, были построены графики зависимости  $B_c$  от угла поворота образца (рис. 6) на примере систем Co(5)/Dy(20)/Co(20)/П и Co(5)/Gd(1)/Co(20)/П. Из данного графика можно сделать вывод, что для всех трех систем характерна анизотропия коэрцитивной силы, причем наиболее сильно она проявляется для пленочной системы на основе Co и Gd.

Следует также отметить, что для двух серий образцов наблюдается анизотропия магнитосопротивления в про-

дольной геометрии измерения, величина которой возрастает при уменьшении концентрации атомов магнитной компоненты.

При формировании структуры чувствительного элемента немаловажное значение имеют как способность датчика реагировать на изменение магнитного поля независимо от геометрии измерения, так и величина чув-



**Рис. 6.** Зависимость коэрцитивной силы  $B_c$  образцов  $Co(5)/Dy(20)/Co(20)/\Pi$  (1) и  $Co(5)/Gd(1)/Co(20)/\Pi$  (2) от угла поворота: 0° — перпендикулярная геометрия, 90° — поперечная геометрия.

ствительности к магнитному полю ( $S_B$ ). Данные условия необходимы для обеспечения быстрого реагирования датчика на изменение поступающего сигнала (например, мгновенное замыкание/размыкание электрической цепи в системах автоматизации), а также для того, чтобы была возможность обеспечить высокую точность измерения при детектировании слабых полей.

Максимальное значение чувствительности пленочной системы к магнитному полю определялось по формуле:  $(\Delta R/R(B_s))_{\max}/\Delta B$ , где  $(\Delta R/R(B_s))_{\max}$  — максимальное значение магнитосопротивления,  $\Delta B$  — изменение магнитной индукции от насыщения  $B_s$  до размагничивания.

Структуры на основе Со и Dy характеризуются высокой магнитной чувствительностью к магнитному полю. Так, например, для системы Co(5)/Dy(12)/Co(20)/П величина  $S_B$  достигает 18%/*T* в поперечной геометрии измерения, при этом она возрастает до 39%/*T* при отжиге до 800 K, хотя высокотемпературный отжиг до 1000 K приводит к уменьшению чувствительности к магнитному полю до 27%/*T*. Следует отметить, что именно данная структура может быть использована в аналоговых и цифровых схемах для быстрого реагирования на изменение магнитного потока в широком диапазоне температур.

Анализ представленных данных для образцов второй серии позволяет также определить возможную область применения датчика магнитного поля на их основе. Поскольку величина чувствительности к магнитному полю в большинстве случаев не превышает 10%/*T*, то такие структуры более целесообразно использовать при детектировании слабых магнитных полей.

#### Выводы

Проведенные исследования структурно-фазового состояния и магниторезистивных свойств трех типов пленочных структур типа Co/X/Co, где X = Dy, Gd, которые могут быть использованы при формировании чувствительных элементов датчиков магнитного поля, позволяют определить возможные области их применения: структуры на основе Co и Dy могут быть использованы в аналоговых и цифровых схемах для быстрого реагирования на изменение магнитного потока, а структуры на основе Co и Gd при создании стабильного датчика, основной функцией которого является детектирование слабых магнитных полей. Поскольку данные системы характеризуются стабильным структурно-фазовым состоянием, то это позволяет исключить влияние температурного фактора на работу датчиков.

Авторы выражают свою признательность д.ф.-м.н., профессору И.Е. Проценку за внимание к работе и обсуждения ее результатов.

Работа выполнена в рамках госбюджетной темы № 0112U004688. Часть экспериментальных исследований была проведена в рамках индивидуального гранта Министерства образования и науки Украины в Университете Лотарингии (Нанси, Франция).

#### Список литературы

- [1] Mitra Djamal, Ramli. // Proc. Eng. 2012. Vol. 32. P. 60-68.
- [2] Freitas P.P., Silva F., Oliveira N.J., Melo L.V., Costa L., Almeida N. // Sens. Actuat. 2000. Vol. 81. P. 2–8.
- [3] *Пазуха И.М., Проценко И.Е. //* ЖТФ. 2010. Т. 55. Вып. 4. С. 140–144.
- [4] Nagura H., Takanashi K., Mitani S., Saito K., Shima T. // J. Magn. Magn. Mater. 2002. Vol. 240. P. 183–185.
- [5] Agui A., Mizumaki M., Asahi T., Matsumoto K., Morikawa T., Sayama J., Osaka T. // J. Phys. Chem. Solids. 2007. Vol. 68. P. 2148–2152.
- [6] Соломахо В.Л., Томилин Р.И., Цитович Б.В., Юдовин Л.Г. Справочник конструктора-приборостроителя. Проектирование. Основные нормы. Минск: Высшая школа, 1988. 272 с.
- [7] Alonso J.A., Hojvat de Tendler R., Barbiric D.A., Riveiro J.M. // J. Phys.: Condens. Matter. 2002. Vol. 14. N 9. P. 8913–8924.
- [8] Магнетизм наносистем на основе редкоземельных и 3-д переходных металлов / Под ред. В.О. Васьковского. Екатеринбург, 2007. 265 с.
- [9] Synashenko O.V., Kondrahova D.M., Protsenko I.Yu. // J. Nano-Electron. Phys. 2010. Vol. 2. N 4. P. 96–114.
- [10] Vorobiov S.I., Shutylieva O.V., Chornous A.M. // Proc. NAP. 2013. Vol. 2. N 1. P. 01NFPMM08-1-01NFPMM08-4.
- [11] Диаграммы состояния двойных металлических систем. Т. 2. / Под ред. Н.П. Лякишева. М.: Машиностроение, 1996. 1022 с.
- [12] Васьковский В.О., Ювченко А.А., Лепаловский В.Н., Щеголева Н.Н., Свалов А.В. // ФММ. 2002. Т. 93. № 3. С. 43.
- [13] Nagura H., Takanashi K., Mitani S., Saito K., Shima T. // J. Magn. Magn. Mater. 2002. Vol. 240. P. 183–185.
- [14] Kondrakhova D.M., Pazukha I.M., Protsenko I.Yu. // Univ.
  J. Phys. Appl. 2014. Vol. 2. N 2. P. 85–89.
- [15] Vorobiov S.I., Shutileva O.V., Shpetnyi I.A., Chornous A.M. // J. Nano-Electron. Phys. 2012. Vol. 4. N 4. P. 04026-1-04026-5.
- [16] Parkin S., Bhadra R., Roche K. // Phys. Rev. Lett. 1991. Vol. 66. P. 2152–2155.
- [17] Vaezzadeh M., George B., Marchal G. // Phys. Rev. B. 1994.
  Vol. 50. P. 6113–6118.
- [18] Hauet T., Montaigne F., Hehn M., Henry Y., Mangin S. // Phys. Rev. B. 2009. Vol. 79. P. 224435-1–224435-7.
- [19] Gottwald M., Hehn M., Montaigne F., Lacour D., Lengaigne G., Suire S., Mangin S. // J. Appl. Phys. 2012. Vol. 111. P. 083904-1-083904-4.
- [20] Gordeev S.N., Beaujour J.-M.L., Bowden G.J., Rainford B.D., de Groot P.A.J., Ward R.C.C., Wells M.R., Jansen A.G.M. // Phys. Rev. Lett. 2001. Vol. 87. P. 186808-1–186808-4.