# 05

# Влияние отжига во внешнем магнитном поле на микроструктуру и магнитные свойства пленок FePt

### © А.С. Камзин, F.L. Wei, B. Ma, B. Ганеев, Л.Д. Зарипова

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

Key Laboratory for Magnetism and Magnetic Materials of the Ministry of Education, Research Institute of Magnetic Materials, Lanzhou University, Lanzhou 730000, China State Key Laboratory for Advanced Photonic Materials and Devices, Department of Optical Science and Engineering, Fudan University, Shanghai 200433, China

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

### Поступило в Редакцию 4 октября 2011 г.

Исследовано влияние отжига во внешнем магнитном поле, приложенном перпендикулярно плоскости пленок, на микроструктуру и магнитные свойства многослойной структуры (MC) Si/Fe(2nm)/Fe<sub>50</sub>Pt<sub>50</sub>(20 nm)/Pt(2 nm), полученной методом радиочастотного магнетронного распыления. Установлено, что отжиг во внешнем магнитном поле приводит к образованию преимущественной текстуры (001) в MC FePt фазы  $L1_0$ . Таким образом, разработан метод получения MC на основе пленок FePt, требуемых для "перпендикулярной" магнитной записи.

Переход от продольного типа магнитной записи информации (намагничивание в плоскости пленки) к перпендикулярному (намагничивание перпендикулярно плоскости пленки) позволяет повысить плотность записи информации в десятки раз [1,2]. Однако для перпендикулярной магнитной записи (ПМЗ) требуются магнитные пленки с большой магнитокристаллической анизотропией ( $K_u$ ), ориентированной перпендикулярно плоскости пленки. Большой интерес исследователей к пленкам FePt фазы  $L1_0$  вызван именно тем, что они обладают большой величиной  $K_u \sim 7 \cdot 10^7 \text{ erg/cm}^3$  [3].

53

При стандартных условиях получения в пленках FePt формируется (111)-текстура и ось легкого намагничивания (ось С) в них ориентируется под углом 36° к плоскости пленки [4]. Поэтому одной из ключевых задач при получении пленок FePt для ПМЗ является создание многослойной структуры (МС), ось легкого намагничивания в которой направлена перпендикулярно поверхности пленки. Наиболее распространенным методом получения (001)-ориентированных пленок FePt фазы L10 является жидкофазная эпитаксия [5]. Возможность получения неэпитаксиальных пленок FePt ориентации (001) в виде Fe/Pt двухслойной или многослойной структуры сообщалось в [6]. Много усилий было направлено на разработку неэпитаксиальных методов получения для ПМЗ нанокомпозитных пленок FePt: X где  $X = B_2O_3$ , С, SiO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub>, Ag, MgO и др. (см., например, [7] и ссылки там). Однако, несмотря на множество работ, посвященных получению пленок FePt для ПМЗ, вопрос создания новых простых методов синтеза пленок FePt фазы L10 для ПМЗ остается актуальным.

В данной работе исследованы возможности создания MC для ПМЗ на основе пленок  $Fe_{50}Pt_{50}$  фазы  $L1_0$  методом радиочастотного магнетронного распыления с последующим отжигом во внешнем магнитном поле.

Многослойные структуры Si/Fe (2 nm)/Fe<sub>50</sub>Pt<sub>50</sub> (20 nm)/Pt (2 nm) были получены при комнатной температуре методом радиочастотного магнетронного осаждения с использованием установки CMS-18. На подложку из Si сначала осаждался буферный слой из Fe, затем методом последовательного распыления [8] на буферный слой напылялась пленка Fe<sub>50</sub>Pt<sub>50</sub>, на которую осаждался защитный слой из Pt. Мишень компоновалась из фольги железа, часть площади которой закрывалась фольгой из Pt, что позволяло строго контролировать состав напыляемых систем изменением соотношения площадей пластинок [8]. Базовое давление составляло 2.7 · 10<sup>-6</sup> Ра, давление Ar при распылении поддерживалось в области 0.67 Ра. Скорость осаждения пленок контролировалась с помощью кристаллического кварцевого генератора. Подложка, на которую осаждалась пленка, предварительно нагревалась до температуры 550°C и после завершения процесса распыления эта температура поддерживалась в течение 30 min. Для полного формирования фазы L1<sub>0</sub> в пленке осажденные MC сначала отжигались при 700°C в течение 30 min. Следующий (второй цикл) отжиг полученных пленок проводился при температурах от 460 до 490°С в период времени от 60 до 120 min. Второй цикл отжига и последующий процесс охлаждения



**Рис. 1.** КЭМ спектры FePt (20 nm) пленок, полученные непосредственно после осаждения пленки (*a*) и после отжига в течение 60 min во внешнем магнитном поле напряженностью 3500 Oe при температуре  $460^{\circ}$ C (*b*),  $470^{\circ}$ C (*c*),  $480^{\circ}$ C (*d*) и  $490^{\circ}$ C (*e*).

проводились во внешнем магнитном поле напряженностью 3500 Ое, приложенном по нормали к плоскости поверхности пленок.

Состав пленок определялся с помощью электронного микроанализатора. Магнитные характеристики были измерены с использованием

магнитометра Керра и магнитометра с вибрирующим образцом при максимальных значениях магнитного поля 15 kOe. Кристаллическая структура и фазовый состав пленок исследовались с помощью сканирующего  $\Theta - 2\Theta$  рентгеновского дифрактометра на излучении CuK $\alpha$ . Излучение магнитной структуры проведено с помощью мессбауэровской спектроскопии с регистрацией конверсионных и Оже-электронов (КЭМС) в геометрии обратного рассеяния.

Мессбауэровские спектры на изотопе <sup>57</sup>Fe полученных MC были измерены при комнатной температуре с использованием спектрометра, работающего во временном режиме. Скоростная шкала спектрометра калибровалась с использованием как фольги  $\alpha$ -Fe при комнатной температуре, так и лазерного интерферометра. Волновой вектор  $\gamma$ -излучения мессбауэровского источника Co<sup>57</sup>(Rd) был направлен по нормали к поверхности исследуемой пленки. Математическая обработка мессбауэровских спетров проводилась с помощью специальной программы (Семенов В.Г., Панчук В.В., частное сообщение).

На рис. 1 показаны КЭМ-спектры, снятые при комнатной температуре на многослойных структурах, отожженных при разных температурах во внешнем магнитном поле напряженностью 3500 Ое. Из полученных мессбауэровских спектров (рис. 1) с использованием специальной программы были рассчитаны полуширины и интенсивности линий, а также параметры сверхтонких взаимодействий, приведенные в таблице.

Математическая обработка спектров показала, что на спектрах отсутствуют линии, указывающие на наличие в пленках какой-либо другой фазы. Полуширины первых и шестых линий спектров пленки ( $\approx 0.6 \text{ mm/s}$ ) несколько больше, чем полуширины линий спектра фольги чистого железа  $\alpha$ -Fe (0.23 mm/s). Это указывает на присутствие небольшого разброса эффективных магнитных полей на ядрах ионов железа в исследуемых тонких пленках, что согласуется с литературными данными.

Направление магнитных моментов определяется в мессбауэровской спектроскопии из соотношения интенсивностей вторых (пятых) и первых (шестых) линий (A<sub>2.5</sub>/A<sub>1.6</sub>) зеемановского секстиплета с использованием формулы

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

Здесь *θ* — угол, определяющий ориентацию *H*<sub>hf</sub> эффективного магнитного поля (или магнитного момента) на ядре мессбауэровского изотопа



**Рис. 2.** Зависимости от температуры отжига во внешнем магнитном поле величиной 3500 Ос, отношения интенсивностей ( $\blacksquare$ ) рентгеновских дифракционных линий  $I_{(001)}/I_{(111)}$  и рассчитанных из мессбауэровских спектров углов отклонения  $\theta(\bullet)$  для многослойных систем толщиной 20 nm на основе FePt.

относительно направления волнового вектора гамма-излучения. В наших экспериментах волновой вектор  $\gamma$ -излучения был ориентирован по нормали к поверхности исследуемого образца, следовательно, здесь  $\theta$  это угол отклонения магнитных моментов от нормали к поверхности пленки.

Используя данные математической обработки спектров пленок, показанных на рис. 1, были рассчитаны углы отклонения  $\theta$ , приведенные в таблице. Значению угла  $\theta$  может соответствовать один из трех вариантов ориентации магнитных моментов, а именно: 1) средний угол, суммирующий направления магнитных моментов от параллельного нормали к поверхности пленки до параллельного поверхности пленки;

Параметры сверхтонких взаимодействий для магнитных структур на основе  $Fe_{50}Pt_{50}$  толщиной 20 nm, отожженных при различных температурах в течение 60 min во внешнем магнитном поле напряженностью 3500 Oe, приложенном перпендикулярно плоскости пленки ( $T_a$  — температура отжига,  $\theta$  — угол отклонения магнитных моментов от нормали к поверхности пленки, W1 — ширина первой и шестой линии мессбауэровского спектра, IS — изомерный химический сдвиг относительно  $\alpha$ -Fe, QS — квадрупольное расщепление, Heff — эффективные магнитные поля на ядрах ионов железа)

Образец №	$T_a, ^{\circ}C$	$\theta$ , deg $+/-2$	W1, mm/s +/ - 0.03	IS, mm/s +/ - 0.020	QS, mm/s +/ - 0.040	Heff, kOe +/ - 1.0
1 2 3 4	25 460 470 480	58 47 30 37	0.45 0.54 0.56 0.37	0.33 0.30 0.30 0.32	-0.12 -0.31 -0.27 -0.10	279 276 278 285
5	490	41	0.37	0.30	-0.30	286

2) максимальный угол в случае его равновероятного по направлению распределения в виде "зонтика"; 3) угол  $\theta$  является суммой количества магнитных моментов ионов железа в пленке, ориентированных перпендикулярно поверхности и параллельно поверхности пленки. В случае исследуемых МС наиболее вероятным является третий вариант, когда часть магнитных моментов в пленке направлена перпендикулярно, а другая часть — параллельно поверхности пленки. На рис. 2 представлена зависимость полученных из мессбауэровских спектров МС углов  $\theta$  от температуры отжига в течение 60 min во внешнем магнитном поле напряженностью 3500 Oe.

На рентгеновских дифрактограммах (РД) МС, отожженных при различных температурах в течение 60 min в магнитном поле 3500 Ое, наблюдаются линии (001), (200), (002) и (111). Соотношение интенсивностей линий (001) и (111), обозначаемое как  $I_{(001)}/I_{(111)}$ , определяет степень ориентации оси [001] вдоль нормали к поверхности пленки [10]. На рис. 2 показана зависимость соотношения линий  $I_{(001)}/I_{(111)}$  исследуемой МС от температуры отжига во внешнем магнитном поле. Отжиг при 460°С в течение 60 min во внешнем магнитном поле, приложенном перпендикулярно поверхности пленок, приводит (рис. 2) к резкому увеличению как угла отклонения  $\theta$  магнитных моментов ионов железа от плоскости пленки, так и соотношения  $I_{(001)}/I_{(111)}$ . При достижении

температуры отжига 470°С наблюдается максимальное значение как угла  $\theta$ , так и величины соотношения  $I_{(001)}/I_{(111)}$  и, следовательно, в этих пленках отжиг при 470°С приводит к преобладанию (001) текстуры. Дальнейшее повышение температуры отжига до 490°С приводит к уменьшению угла отклонения магнитных моментов ионов железа от плоскости пленки и понижению соотношения  $I_{(001)}/I_{(111)}$ . Следует отметить хорошее согласие данных РД и мессбауэровских измерений, указывающих, что для получения МС на основе Fe<sub>50</sub>Pt<sub>50</sub> фазы  $L1_0$  с ориентацией оси легкого намагничивания, близкой к нормали к поверхности, оптимальной температурой отжига является 470°С.

Таким образом, установлено, что в MC на основе  $Fe_{50}Pt_{50}$  толщиной 20 nm фазы  $L1_0$ , полученных методом магнетронного распыления, эволюция текстуры от (111) к (001) тесно связана с процессом отжига во внешнем магнитном поле. Магнитные моменты в таких MC ориентируются вдоль оси C при отжиге в области температур 470°C во внешнем магнитном поле, направленном перпендикулярно плоскости пленки. Магнитные характеристики полученных структур полностью удовлетворяют требованиям к материалам для перпендикулярной магнитной записи.

Работа выполнена при поддержке the National Natural Science Foundation of China (Grant N 10874060 and 60803035).

## Список литературы

- [1] Iwasaki S., Nakamura Y. // IEEE Trans. Magn. 1977. MAG-13. N 5. P. 1272.
- [2] Abstracts of the Perpendicular Magnetic Recording Conference. 2010. Tokyo, Japan.
- [3] Weller D., Moser A., Folks L., Best M.E., Lee W., Toney M.F., Schwickert M., Thiele J.-U., Doerner M.F. // IEEE Trans. Magn. 2000. V. 36. P. 10.
- [4] Hsu Y.-N., Jeong S., Laughlin D.E., Lambeth D.N. // J. Appl. Phys. 2001. V. 89. P. 7068.
- [5] Trichy G.R., Chakraborti D., Narayan J., Prater J.T. // Appl. Phys. Lett. 2008. V. 92. P. 102504.
- [6] Nakagawa S., Kamiki T. // J. Magn. Magn. Mater. 2005. V. 287. P. 204.
- [7] Wu Y.-C., Wang L.-W., Lai C.-H. // Appl. Phys. Lett. 2008. V. 93. P. 242501.
- [8] Камзин А.С., Григорьев Л.А., Шерман А.Б., Бараш И.С. // Сверхпроводимость: Физика, химия, технология. 1993. Т. 6. С. 64.
- [9] Karanasos V., Panagiotopoulos I., Niarchos D., Okumura H., Hadjipanayis G.C. // Appl. Phys. Lett. 2001. V. 79. P. 1255.