

ИСКУССТВЕННЫЕ МАГНИТНЫЕ ЧАСТИЦЫ В МОДУЛИРОВАННОЙ ПО СОСТАВУ СРЕДЕ Fe/C

Н. И. Полушкин, Н. Н. Салащенко

Изучается образование и развитие ферромагнитной фазы в системах Fe_xC_{1-x} ($x = 0.2 \div 0.5$) при спонтанной сегрегации атомов Fe. Показано, что характерные времена диффузионных фазовых изменений в модулированных по составу Fe/C средах не превышают 1 нс при температурах 150—200 °С в зависимости от периода модуляции. Это позволит получать магнитные частицы субмикронных размеров при локальном короткоимпульсном тепловом воздействии. Обсуждаются магнитные свойства термочастиц размерами в несколько микрометров и возможности использования их в качестве элементов памяти.

В последнее время значительно возрос интерес к искусственным металлическим наноструктурам из чередующихся слоев магнитного и немагнитного материалов. Такие структуры обладают уникальными физическими свойствами [1], что позволяет создавать на их основе новые магнитные устройства [2, 3].

Магнитное поведение модулированных пленок с периодами модуляции в несколько нанометров определяется микроструктурой границ раздела и, в частности, атомным перемешиванием на границах [4]. Чтобы синтезировать наноструктуру с новыми физическими свойствами, необходимо создать в ней атомарно-резкие границы раздела [1, 4]. Однако чаще всего структура с резкими границами раздела является термодинамически неустойчивым состоянием. Свободная энергия системы понижается при возникновении диффузионных потоков компонент, направленных противоположно градиентам концентрации. В результате перемешивания слоев система теряет свои магнитные свойства.

Представляет интерес также обратная ситуация, когда в почти однородном по составу немагнитном бинарном растворе, одним из компонент которого является магнитный материал, происходит процесс восходящей диффузии [5] атомов магнитного материала. Следует ожидать, что в результате такой самопроизвольной сегрегации в растворе может образоваться модулированная структура [6] и обогащенные атомами магнитного материала слои будут обладать магнитными свойствами.

В этой работе изучаются образование и развитие ферромагнитной фазы в бинарных системах Fe_xC_{1-x} ($x = 0.2 \div 0.5$) вследствие диффузии атомов Fe. Как показано в работе, время образования новой фазы составляет не более 10 нс при температурах 150—200 °С. Это позволяет обсуждать возможность получения микронных и субмикронных магнитных частиц при локальном тепловом воздействии и использовании ансамбля однодоменных частиц [7] для реверсивной записи информации. Такие системы могут представлять интерес для магнитной записи благодаря возможности управлять геометрией частиц: размерами, формой, ориентацией, расстоянием между соседними частицами, а также их тонкой

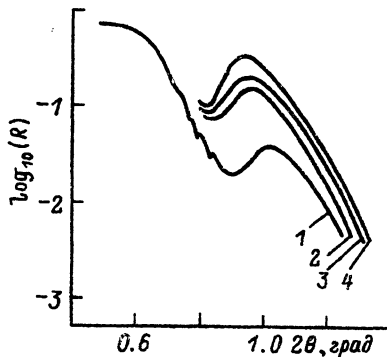


Рис. 1. Спектры малоуглового рентгеновского рассеяния для структуры Fe/C со средним составом $x = 0.28$ и периодом $d = 110 \text{ \AA}$.

1 — исходная структура, 2 и 3 — после одного импульса лазерного воздействия с плотностью мощности $P = 4.7 \cdot 10^7$ и $5.0 \cdot 10^7 \text{ Вт/см}^2$, 4 — максимальная наблюдаемая амплитуда модуляции. Спектры 2 и 3 соответствуют состоянию вблизи порога $P^* - \Delta P$ и пороговому P^* на рис. 5.

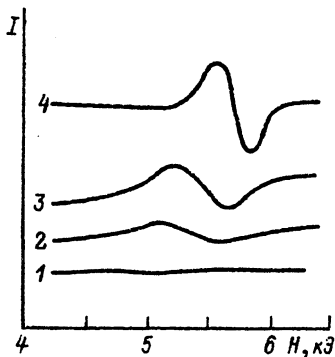


Рис. 2. Спектры ферромагнитного резонанса для структуры Fe/C ($x = 0.28$, $d = 110 \text{ \AA}$).

Спектры 1—4 соответствуют тем же состояниям, что и спектры рентгеновского рассеяния на рис. 1.

структурой. Магнитные характеристики системы термочастиц будут определяться именно этими факторами. Однако изучение свойств ансамбля магнитных термочастиц выходит за рамки этой работы.

1. Подготовка образцов и методы их исследования

Пленки $\text{Fe}_x\text{C}_{1-x}$ изготавливались методом импульсного лазерного напыления [8] в вакуумной камере с давлением остаточных паров, не превышающим 10^{-6} Па. Использовалось излучение импульсного твердотельного Nd^{3+} -лазера ($\lambda = 1.06 \text{ мкм}$) с плотностью мощности до 10^9 Вт/см^2 и длительностью импульса 30 нс. Пленки наносились на подложки Si толщиной 300 мкм. Напыление однородных смесей осуществлялось поочередно из Fe и C мишеней по монослою для лучшего замешивания материалов.

Толщина и состав x изготовленных пленок контролировались по спектрам малоуглового рентгеновского рассеяния (рис. 1). Спектры рентгеновской дифракции снимались на стандартном спектрометре ДРОН-3. В измерениях использовалась характеристическая линия излучения CuK_α ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$).

Магнитные свойства пленок $\text{Fe}_x\text{C}_{1-x}$ — намагниченность насыщения и форма петли гистерезиса — изучались методами ферромагнитного резонанса и меридионального эффекта Керра. Исследования магнитного резонанса проводились при частоте СВЧ излучения 9.5 ГГц. В случае, когда магнитное поле было направлено по нормали к плоскости образца, резонанс наблюдался в полях от 4500 до 6500 Э (рис. 2). В этой геометрии интеграл по кривой поглощения определяет величину намагниченности насыщения образца M_s . Магнитооптические измерения проводились при углах падения луча от He-Ne-лазера ($\lambda = 0.63 \text{ мкм}$), близких к 45° . Магнитное поле прикладывалось в направлении, параллельном плоскости образца. Наблюдаемые значения углов поворота плоскости поляризации в зависимости от концентрации атомов Fe в магнитной фазе и общей толщины пленки составляли 1—2 угловые минуты.

2. Структурные и магнитные свойства исходных образцов Fe_xC_{1-x}

Результаты электронно-микроскопических исследований пленок Fe_xC_{1-x} показывают, что их структура является поликристаллической, ультрадисперсной с размерами кристаллитов 10—20 Å. В спектрах рентгеновского рассеяния обращает на себя внимание наличие дифракционных максимумов, вызванных неоднородностями состава. Эти неоднородности являются периодическими в силу специфики метода изготовления образцов. Амплитуда модуляции состава в исходной структуре A_1 варьировалась изменением условий напыления в широких пределах от $0.001A_{id}$ до $0.8 A_{id}$, где A_{id} — амплитуда модуляции в структуре с незамешанными слоями. Период и амплитуда модуляции определялись из положения максимума брэгговского резонанса $2 \Theta^{max}$ и коэффициента отражения в максимуме R^{max} (рис. 1). Общая толщина пленок составляла 700—800 Å, а средний состав x варьировался от 0.1 до 0.6.

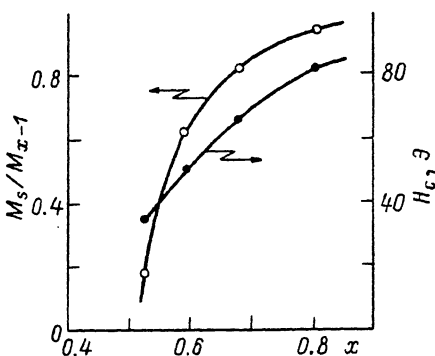


Рис. 3. Зависимость намагниченности насыщения M_s и коэрцитивной силы H_c от состава x для почти однородных пленок Fe_xC_{1-x} .

магнитности $M \sim \varphi$. Однако спектры магнитного резонанса для образцов с этим составом имеют вид, типичный для ферромагнитных материалов. Можно предположить, что температура Кюри для этих образцов близка к комнатной и поэтому пленки намагничиваются в достаточно малых полях.

При увеличении амплитуды модуляции качественный вид зависимостей H_c и M_s от x не меняется. Однако происходит их сдвиг в сторону меньших x . Наблюдаемые значения H_c уменьшаются при увеличении A_1 до 3—4 Э при $A_1 = 0.8 A_{id}$ и периоде модуляции 50 Å.

3. Эксперименты по термическому и лазерному отжигу Fe_xC_{1-x} пленок

Для изучения влияния локального импульсного теплового воздействия на свойства пленок Fe_xC_{1-x} использовался АИГ импульсный лазер с мощностью излучения в импульсе до 0.3 Дж, длительностью импульса $\tau_i = 10$ нс, диаметром пучка излучения 3.5 мм и длиной волны 1.06 мкм.

Диаметр пучка лазерного излучения в плоскости образца варьировался от 3.5 мм до 5 мкм. Чтобы локализовать тепловое воздействие в области с пространственными масштабами в несколько микрометров, применялся метод проекционной печати [9]. В этом случае образовывался целый набор отожженных областей (термочастиц), геометрия которого определялась рисунком фотошаблона и отношением расстояний шаблон—объектив и объектив—образец. В качестве

На рис. 3 изображены зависимости коэрцитивной силы H_c и намагниченности насыщения $M_s/M_{x=1}$, где $M_{x=1}$ — значение намагниченности насыщения M_s для пленки Fe ($x = 1$) от состава x , для структур с амплитудой модуляции, не превышающей $10^{-3} A_{id}$. При $x < 0.3$ ферромагнетизм в пленках Fe_xC_{1-x} с такой амплитудой модуляции не наблюдался. При $x > 0.5$ пленки Fe_xC_{1-x} имели типичное для ферромагнитных материалов поведение во внешнем магнитном поле. Образцы с промежуточным составом $0.30 < x < 0.50$ характеризовались линейной зависимостью угла поворота плоскости поляризации φ от величины приложенного поля H вплоть до значения $H = 1000$ Э, а также отсутствием гистерезиса намагниченности.

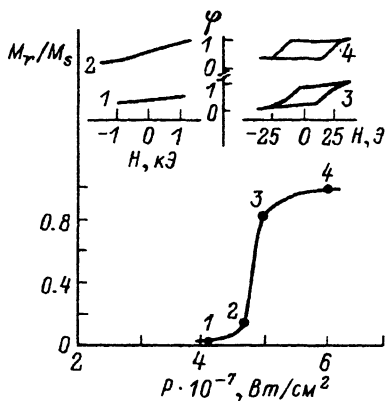
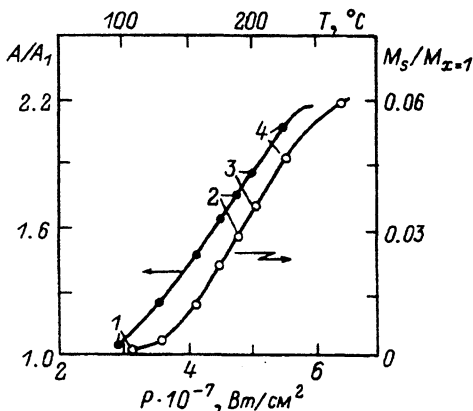


Рис. 4. Зависимости амплитуды модуляции A и намагниченности насыщения M_s от температуры термического отжига T и плотности мощности лазерного излучения P .

Рис. 5. Зависимость остаточной намагниченности M_r от P .

Состояния 1—4 соответствуют состояниям 1—4 рис. 1 и 2.

Состояния 1—4 соответствуют состояниям 1—4 рис. 1, 2 и 4. В верхней части рисунка изображены зависимости угла поворота плоскости поляризации от величины приложенного поля $\varphi(H)$ в этих состояниях.

фотошаблона в экспериментах использовалась сетка с размером отверстий 50×50 мкм.

После отжига проводились магнитные и рентгенодифракционные исследования образцов. При размерах термочастиц, меньших 100 мкм, магнитооптические измерения проводились по набору частиц. Мы не обнаружили какого-либо изменения магнитных свойств в зависимости от размера областей, расстояния между ними, а также способа наблюдения — рассматривается отдельная частица или весь набор в целом. Чтобы провести рентгенодифракционные измерения и исследования магнитного резонанса, мы сканировали лучом несфокусированного лазера по образцу. В результате размеры облученной области составляли несколько сантиметров. Магнитные свойства таких областей также не отличались от свойств набора частиц.

На рис. 1, 2, 4 и 5 представлены результаты экспериментов по термическому и лазерному отжигу Fe/C модулированной по составу пленки с периодом модуляции $d = 120$ Å, амплитудой модуляции $A_1 = 0.05 A_{1d}$ и средним составом $x = 0.28$. Все наблюдаемые изменения при лазерном воздействии происходили после первого же импульса излучения при значениях плотности мощности P , превышающих $3 \cdot 10^7$ Вт/см². Не было обнаружено количественных отличий в поведении изучаемых характеристик при изменении условий эксперимента, когда был взят набор одинаковых образцов и каждый образец отжигался при своем значении P . Каждому значению P можно поставить в соответствие определенную температуру термического отжига T , при которой происходят такие же изменения в структуре (рис. 4).

При сравнении зависимостей величин амплитуды модуляции A , намагниченности насыщения M_s и остаточной намагниченности M_r от P (T) между собой обращает на себя внимание существование порога в поведении M_r и формы петли гистерезиса (рис. 5). Когда величина P (T) достигает некоторого значения P^* (T^*), происходит качественное изменение магнитного поведения во внешнем поле. Для исследуемой структуры значение P^* составляло $5 \cdot 10^7$ Вт/см², а значение пороговой температуры $T = 200$ °C. При $P < P^*$ зависимость M от H имеет линейный характер вплоть до значения поля $H = 1000$ Э и не обладает гистерезисом (вставки 1 и 2 в верхней части рис. 5). При $P > P^*$ возникает

гистерезис намагниченности с $M_r/M_s = 0.8$ и $H_c = 40$ Э (вставка 3 на рис. 5). При дальнейшем увеличении P величина H возрастала до 70 Э, а M_r/M_s — до единицы (вставка 4 на рис. 5). Из рис. 5 видно, что максимальная величина размытия порога ΔP составляет $0.1P^*$.

Осуществить переход в состояние с величиной M_r/M_s , близкой к единице, можно непосредственно из начального состояния с амплитудой модуляции A_1 (состояние 1 на рис. 1, 2, 4, 5) облучением образца с $P = P^*$ (состояние 3 с амплитудой A_3), а также другим образом, например привести систему в состояние, соответствующее значению плотности мощности $P^* - \Delta P$ (состояние 2 с амплитудой A_2), и затем в то же состояние 3. Следовательно, необходимое время для качественного изменения магнитных свойств составляет по порядку величины не более

$$\tau \leq \tau_i \frac{\ln A_3 - \ln A_2}{\ln A_3 - \ln A_1},$$

что не превышает 1 нс. При оценке величины τ предполагалась экспоненциальная зависимость амплитуды модуляции от времени [5, 6]. Поскольку состояние 3 достигается после первого же импульса с $P = P^*$ и является квазистационарным, то сделанная оценка завышена. Такая малая длительность перехода в ферромагнитное состояние (≤ 1 нс) позволяет обсуждать возможность получения субмикронных частиц при фокусировке лазерного излучения в пятно масштабами порядка дифракционного разрешения.

При уменьшении периода модуляции значение P^* понижалось до $3 \cdot 10^7$ Вт/см² при $d = 50$ Å. Следует ожидать также уменьшения длительности фазового перехода с укорочением периода структуры. Однако при значениях $d < 50$ Å начинает исчезать сам эффект восходящей диффузии. С уменьшением d растет поверхностная энергия системы, и при малой толщине концентрационных доменов [6] их образование становится термодинамически невыгодным. Существует оптимальное значение периода, которое составляет 70—80 Å. Что касается величин A_1 и x , то пороговый эффект достигается в широком интервале значений этих величин.

Из анализа результатов, представленных на рис. 4, 5, следует, что максимальная концентрация Fe в Fe-обогащенной фазе при $P = P^*$ составляет 0.52. Если сравнить структуру, полученную лазерным отжигом при $P = P^*$, с неотожженной, имеющей такие же значения величин A_1 , d и x , то их магнитные характеристики совпадут. Однородная смесь с тем же составом $x = 0.52$ имеет несколько более высокие значения M_s и H_c . Поэтому можно предположить, что при более плавном изменении x или A_1 в исходных образцах можно было бы обнаружить тот же пороговый эффект.

Чтобы объяснить возникновение порогового эффекта, необходимы эксперименты по исследованию микроструктуры межзеренных границ в сплавах Fe_xC_{1-x} , а также строения доменных стенок и взаимодействия их с границами кристаллитов.

В настоящей работе мы исследовали лишь свойства магнитных термочастиц в зависимости от их тонкой структуры: среднего состава, периода и амплитуды модуляции. Проведенные эксперименты показали, что уменьшение размеров частиц до микромасштабов не приводит к каким-либо изменениям формы петли гистерезиса. Для увеличения коэрцитивной силы и, следовательно, возможности использовать такую среду для реверсивной записи информации с высокой плотностью нас будут интересовать частицы существенно анизотропной формы. Однако в экспериментах и расчетах необходимо учесть, что магнитная термочастица в этой среде окружена областью, способной намагничиваться во внешнем поле.

Следовательно, коллективное поведение магнитных частиц будет зависеть не только от их непосредственного взаимодействия между собой, но и от взаимодействия их через окружающую намагниченную матрицу. Это усложнит задачу исследования свойств ансамбля магнитных частиц.

Другое направление этих исследований может быть связано с попытками усиления магнитооптического контраста для использования эффекта Керра при считывании информации. Увеличение угла поворота плоскости поляризации может быть достигнуто, например, нанесением диэлектрического покрытия [10].

В заключение отметим, что эффект образования магнитной фазы при диффузии атомов Fe в Fe_xC_{1-x} среде может являться частным случаем более общей ситуации: модификации физических свойств при диффузии в сильно неравновесной системе. Примером такой системы является бинарный раствор с искусственно созданными неоднородностями состава. Длительность диффузионных фазовых изменений и, следовательно, размер бита информации будут определяться пространственными масштабами изменения концентрации в такой среде.

Список литературы

- [1] Falicov L. M., Pierce D. T., Bader S. D., Gronsky R., Hathaway K. B., Hopster H. J., Lambeth D. N., Parkin S. S. P., Prinz G., Salamon M., Schuller I. K., Victora R. N. // *J. Mater. Res.* 1990. V. 5. P. 1299.
- [2] Carcia P. F., Meinhardt A. D., Suna A. // *Appl. Phys. Lett.* 1985. V. 47. P. 178.
- [3] Baibich M. N., Broto J. M., Fert A., Nguen Van Dau F., Petroff F., Eitenne P., Creuzet G., Friederich A., Chazelas J. // *Phys. Rev. Lett.* 1988. V. 61. P. 2471.
- [4] Engel B. N., Falco C. M. // *Mater. Res. Soc. Bulletin.* 1990. V. 15. N 9. P. 34.
- [5] Christian J. W. *The Theory of Transformations in Metals and Alloys. Pt 1.* Pergamon, Oxford, 1975.
- [6] Khatchaturyan A. G. *The Theory of Structural Phase Transformations in Solids.* John Wiley, New York, 1983.
- [7] Smyth J. F., Scultz S., Fredkin D. R., Kern D. P., Rishton S. A., Schmid H., Cali M., Koehler T. R. // *J. Appl. Phys.* 1991. V. 69. P. 5262.
- [8] Gaponov S. V., Gusev S. A., Luskun B. M., Salashchenko N. N. // *Opt. Commun.* 1981. V. 1. P. 7.
- [9] Lin B. J. // *J. Vac. Sci. Technol.* 1975. V. 12. P. 1317.
- [10] Atkinson R., Salter I. W., Xu J. // *J. Magn. Magn. Mater.* 1991. V. 102. P. 357.

Институт прикладной физики РАН
Нижний Новгород

Поступило в Редакцию
23 июля 1992 г.