

05;11;12

Влияние термического отжига на магнитные свойства тонких пленок сплава Co–Pd

© С.А. Гусев, Ю.Н. Ноздрин, Д.Б. Розенштейн, А.Е. Целев

Институт физики микроструктур РАН,
603600 Нижний Новгород, Россия

(Поступило в Редакцию 4 декабря 1996 г.)

Приведены результаты исследования влияния термического отжига на магнитные свойства тонких пленок сплава Co–Pd и описан метод получения в них легкоосной перпендикулярной анизотропии, заключающийся в напылении пленок сплава на подложки с температурным коэффициентом расширения, значительно меньшим, чем у пленки, и в последующем их отжиге в вакууме. Указанным способом изготовлены образцы с прямоугольной петлей гистерезиса при намагничивании перпендикулярно плоскости пленки коэрцитивной силой 750 Ое и величиной керровского угла вращения 0.21°. Приведены результаты эксперимента по термомагнитной записи на полученные образцы.

В последние годы интенсивно исследуются многослойные структуры Co/Pd и Co/Pt. Большая легкоосная перпендикулярная анизотропия, большой угол керровского вращения в диапазоне около 400 nm и коррозионная стойкость делают их перспективными средами для применения в магнитооптических устройствах записи следующего поколения. Перпендикулярная анизотропия в этих многослойных структурах возникает из-за свойств границ между слоями Co и благородного металла, т.е. имеет поверхностную природу. Причем, как убедительно показано в ряде теоретических и экспериментальных работ (см., например, [1,2]), величина перпендикулярной анизотропии существенно зависит от того, насколько резка граница между слоями, и уменьшается при размытии границ. Это обстоятельство делает технологию изготовления многослойных структур Co/Pd и Co/Pt с желаемыми свойствами довольно сложной. Однако в ряде работ проведены исследования магнитных и магнитооптических свойств тонких пленок сплавов Co–Pd и Co–Pt, приготовленных различными методами, которые показали возможность получения в них легкоосной перпендикулярной магнитной анизотропии. В частности, в работах [3–5] пленки сплава Co–Pd, обладающие перпендикулярной анизотропией, получали методами магнетронного распыления и электролитического осаждения, в работе [6] — молекулярно-пучковой эпитаксией.

В настоящей работе мы провели исследование влияния термического отжига на магнитные свойства пленок сплава Co–Pd и разработали метод изготовления пленок, имеющих перпендикулярную магнитную анизотропию и пригодных в качестве сред для магнитооптической записи.

Возможность получения легкоосной перпендикулярной анизотропии путем термического отжига

Константу магнитной анизотропии тонкой пленки можно выразить как сумму

$$K_{\text{eff}} = K_{\text{mc}} + K_{\sigma} - 2\pi M_s^2,$$

как K_{mc} — вклад магнитокристаллической анизотропии; K_{σ} — вклад анизотропии, вызванной упругими напряжениями в пленке; третье слагаемое описывает анизотропию формы; M_s — намагниченность насыщения; $K_{\sigma} = (3/2)\lambda\sigma$, где λ — магнитострикционная константа материала пленки, σ — величина упругих напряжений.

В соответствии с принятым соглашением положительный знак K_{eff} соответствует легкоосной перпендикулярной анизотропии. Неупорядоченный сплав Co–Pd имеет гранецентрированную кубическую (ГЦК) решетку, и магнитокристаллическая анизотропия в нем невелика. В то же время сплав Co–Pd обладает значительной магнитострикцией. При концентрациях Co около 25 at% его константа магнитострикции отрицательна и достигает значения $\lambda = -1.5 \cdot 10^{-4}$ [7]. Поэтому величина анизотропии, связанной с упругими напряжениями, у этого сплава может быть большой. В работе [3] показано, что в многослойных структурах Co/Pd магнитострикция может вносить существенный вклад в перпендикулярную анизотропию. Теми же авторами в работе [8] наблюдалась перпендикулярная магнитная анизотропия в пленках сплава Co–Pd изготовленных методом магнетронного распыления. Перпендикулярная анизотропия в этих пленках имела место при опреде-

ленных режимах напыления и была связана авторами работы с растягивающими упругими напряжениями, возникавшими из-за особенностей процесса роста пленок. То же по существу явление отмечено в работе [9]. По оценкам авторов выше приведенных работ, величина упругих напряжений в пленках сплавов, обладавших перпендикулярной анизотропией, по порядку величины была равной 10^9 dyn/cm².

Такие же по величине растягивающие упругие напряжения могут быть получены и отжигом пленок, напыленных на подложки с существенно меньшим, чем у пленки, температурным коэффициентом расширения (ТКР). Действительно, выдержка при высокой температуре во время отжига приводит к релаксации упругих напряжений в пленке. Однако при не слишком медленном охлаждении в пленке на подложке с меньшим ТКР будут накапливаться растягивающие упругие напряжения. Если принять, что ТКР пленки равен ТКР чистого Pd ($\sim 130 \cdot 10^{-7}$ 1/К), то после отжига такой пленки на подложке из кварцевого стекла (ТКР $\sim 5 \cdot 10^{-7}$ 1/К) при температуре 500°C ее деформация относительно свободного состояния составит 0.5% и упругие напряжения могут достигнуть величины 10^{10} dyn/cm² (если не принимать в расчет, что упругие напряжения частично снимаются за счет пластической деформации), а константа магнитной анизотропии, например, в пленке сплава с концентрацией Co 30 at% $2.2 \cdot 10^6$ erg/cm².

Таким образом, отжиг пленок сплава Co–Pd на подложках с ТКР, значительно меньшим, чем у пленки, может являться способом получения среды с легкоосной перпендикулярной анизотропией. В настоящей работе мы установили, что получение пленок сплава Co–Pd, обладающих перпендикулярной магнитной анизотропией, указанным способом возможно, и провели исследование некоторых магнитных и магнитооптических свойств таких структур.

Изготовление образцов

Для изготовления пленок сплава Co–Pd была использована методика импульсного лазерного напыления. Схема напылительной установки представлена на рис. 1. В установке использовался неодимовый лазер на кристаллах ортоалюмината иттрия с длиной волны 1.06 μ m (ИЛТИ-207). При энергии в импульсе 0.7 J на мишени создавалась плотность потока мощности $\sim 2 \cdot 10^9$ W/cm². Напыление проводилось в вакууме при давлении $2 \cdot 10^{-6}$ Торг с двух различных мишеней Co и Pd, облучаемых поочередно, и комнатной температуре подложки. Как известно, в стужке плазмы, испаренной интенсивным лазерным излучением в вакууме, присутствует некоторая доля частиц, обладающих энергией более 500 eV [10]. Такие частицы при столкновении с поверхностью растущей пленки способны сильно нарушить верхний слой и внедриться на некоторую глубину в толщу пленки. Специально проведенные эксперименты

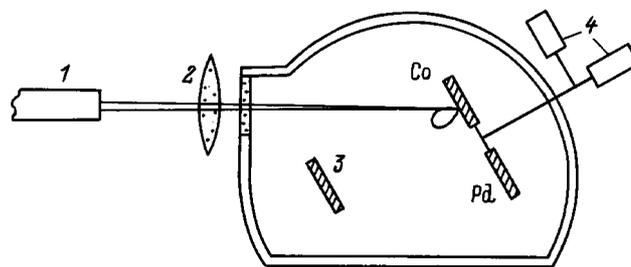


Рис. 1. Схема установки лазерного напыления. 1 — Nd:YAG лазер, 2 — фокусирующая линза; 3 — подложка; 4 — шаговые двигатели, обеспечивающие смену мишеней и сканирование мишеней под лучом лазера; Co, Pd — мишени.

по напылению и исследованию малоугловой дифракции многослойных периодических структур Co/Pd с периодом около 100 Å показали, что толщина замешанного слоя на границах между слоями Co и Pd составляет примерно 10 Å. Исходя из этого при напылении пленок сплава количество импульсов распыляющего лазера по одной мишени в одном периоде выбиралось таким, чтобы период модуляции состава в пленке не превышал бы 10 Å. При таком подходе ожидалось, что пленки будут представлять собой практически однородную смесь двух материалов. Средний состав пленок (концентрация) управлялся путем изменения относительного числа импульсов лазера по мишеням Co и Pd. Магнитные свойства пленок исследовались с помощью полярного и меридионального эффектов Керра на длине волны 630 nm. Состав пленок определялся методом рентгеновского микроанализа.

Отжиг производился в вакуумной камере при давлении остаточных газов не более $5 \cdot 10^{-6}$ Торг с естественным охлаждением в вакууме. Время нагрева до температуры 300°C составляло 4 min, от 300 до 500°C — 2 min. Охлаждение от 500 до 300°C занимало 5 min. Время отжига, очевидно, должно быть не меньше времени, необходимого для релаксации упругих напряжений при температуре отжига. Как показал эксперимент, при температуре 200°C изменения магнитных свойств пленок перестают быть заметными при временах отжига более 2 h, при температуре 300°C — более 1 h, при температуре 400°C достаточно 15 min, при температуре 500°C — 4 min. С помощью рентгенодифракционных и электронно-микроскопических исследований было установлено, что только что напыленные пленки представляют собой поликристаллы с размером зерен 100–150 Å без текстуры. При температурах отжига до 400°C структура пленок изменяется слабо. После отжига при температурах более 500°C размер зерен увеличивается до 450 Å и пленки приобретают текстуру с осью (111), перпендикулярной плоскости пленки. Кривая качания вокруг пика (111) на картинах высокоугловой рентгеновской дифракции имеет ширину на половине высоты 4–9°, что говорит о высокой степени текстурированности пленок.

Результаты экспериментов

Рис. 2 показывает картину изменения магнитной анизотропии в результате отжига для пленки с толщиной 150 \AA и концентрацией Co 25 at%, напыленной на подложку из кварцевого стекла. На рис. 2, *a, b* показаны кривые намагничивания только что напыленной пленки при приложении поля перпендикулярно и параллельно плоскости образца соответственно, полученные с помощью полярного (*a*) и меридионального (*b*) эффектов Керра. Рис. 2, *c, d* показывают те же зависимости для того же образца после отжига при температуре 500°C в течение 5 min. Как видно, сразу после напыления пленка обладала сильной анизотропией типа "легкая плоскость". Отжиг привел к изменению знака анизотропии, причем петля гистерезиса, снятая в поле, перпендикулярном плоскости пленки, приобрела практически совершенно прямоугольную форму с коэрцитивной силой 750 Oe. Такой характер изменения анизотропии является типичным для образцов, напыленных на кварцевое стекло.

Как предполагалось, эти изменения в магнитной анизотропии пленок связаны с различием в ТКР материалов пленки и подложки. Чтобы убедиться в том, что именно различие в ТКР пленки и подложки является определяющим фактором в изменении анизотропии пленок, мы провели ряд экспериментов по напылению и отжигу пленок на разных подложках. Пленки одного и того же состава и толщины были напылены на подложки из кварцевого стекла марки КВ, кремния, сапфира и оптического стекла марки БФ 12. На рис. 3 приведена зависимость ТКР от температуры для указанных материалов по данным справочника [11]. Для предотвращения химической реакции между кремнием и сплавом на кремниевые подложки с помощью методики вакуумно-дугового напыления наносился буферный слой аморфного алмазоподобного углерода толщиной 200 \AA . Результаты этих экспериментов обобщены на рис. 4–6.

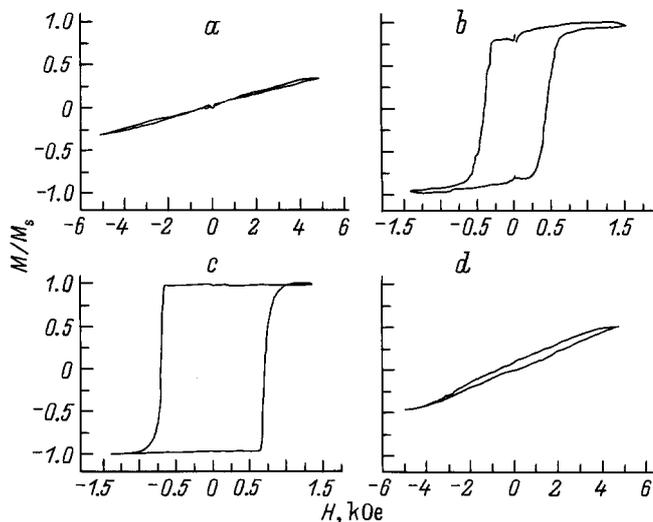


Рис. 2. Кривые намагничивания одной из пленок.

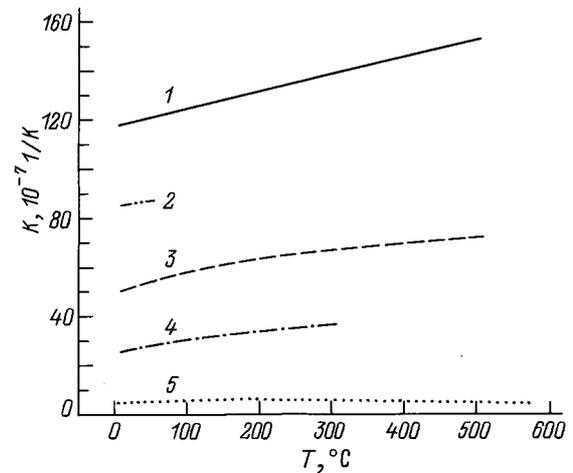


Рис. 3. Температурная зависимость ТКР (К) Pd и материалов подложек, использованных в настоящей работе. 1 — Pd; 2 — оптическое стекло марки БФ12; 3 — Al_2O_3 -сапфир; 4 — Si; 5 — кварцевое стекло марки КВ.

Рис. 4 иллюстрирует характер изменения формы петель гистерезиса, получаемых при приложении магнитного поля перпендикулярно плоскости пленки и увеличении температуры отжига на примере пленки на подложке из кварцевого стекла. Для характеристики петель гистерезиса, снятых перпендикулярно плоскости пленки, мы выбрали следующие поля (рис. 4): H_c — коэрцитивная сила; H_n — поле зарождения доменов у пленок, обладающих перпендикулярной анизотропией; H_s — поле выхода на насыщение для пленок с легкоплоскостной анизотропией. Очевидно, что величины этих полей прямо связаны с величиной магнитной анизотропии для пленок, изготовленных по одной технологии. На рис. 5 приведены зависимости H_c и H_n как функций среднего ТКР подложки для двух температур отжига, а на рис. 6 — зависимости тех же величин от температуры отжига для подложек из кварцевого и оптического стекла.

Из приведенных графиков видно, что величина изменения анизотропии однозначно определяется, с одной стороны, температурой отжига, а с другой стороны, температурным коэффициентом расширения подложки. Чем меньше ТКР (т.е. чем больше разница между ТКР пленки и подложки), тем меньшая температура необходима для получения того же изменения анизотропии. Причем начиная с некоторой температуры отжига (зависящей от ТКР подложки) дальнейшее повышение температуры не приводит к изменению анизотропии. Такое поведение анизотропии, по-видимому, объясняется тем, что начиная с некоторой величины деформации (если отсчитывать деформацию от состояния свободной пленки), зависящей лишь от материала пленки, упругие напряжения в пленке перестают накапливаться и деформация становится практически полностью пластической, а пластическая деформация при таких величинах не изменяет магнитную анизотропию.

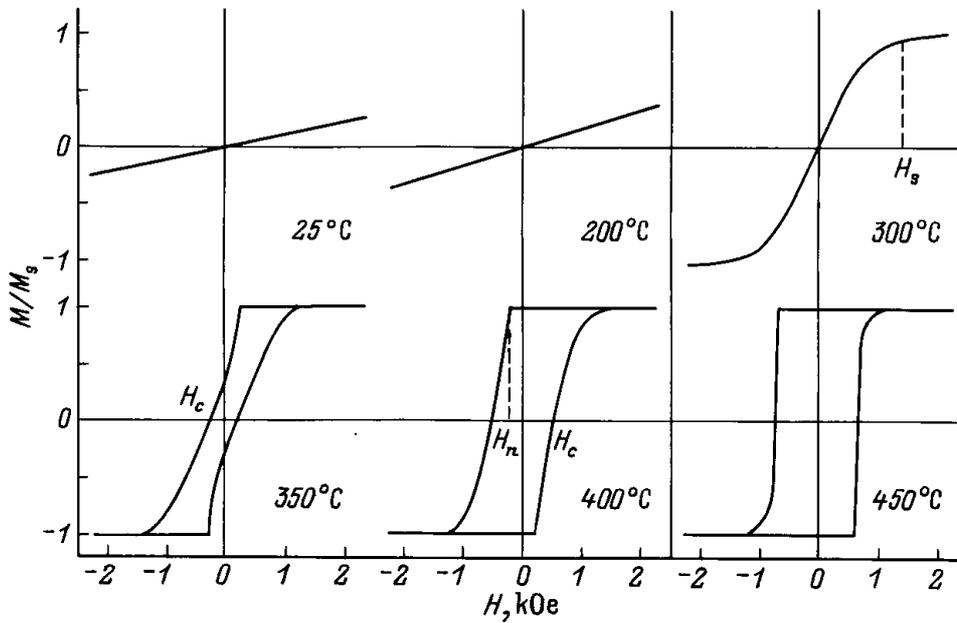


Рис. 4. Характер изменения формы петли гистерезиса при увеличении температуры отжига.

Эксперименты по термомагнитной записи

Величина керровского вращения у образцов на кварцевом и оптическом стекле для длины волны 630 nm составляла около 0.2°, что сравнимо с той же характеристикой для аналогичных по толщине и среднему составу многослойных структур Co/Pd. Чтобы выяснить возможности наших пленок как сред для магнитооптической записи мы провели эксперименты по термомагнитной записи. Для осуществления записи был использован лазер с длиной волны 1.06 μm. Мы разделили луч лазера

на два примерно равных по интенсивности луча при помощи делительной пластины и свели их на поверхности магнитной пленки для получения интерференционной картины. Затем, предварительно намагнитив пленку до насыщения, мы облучили ее импульсом лазера длительностью 100 ns и средней интенсивностью $7 \cdot 10^4 \text{ W/cm}^2$. При этом образец не помещался во внешнее магнитное поле. После облучения импульсом лазера образец был исследован в поляризационном микроскопе на просвет. На рис. 7 представлена картина, наблюдаемая в облученном месте пленки при почти скрещенных поляризаторе и анализаторе. Намагниченность в полосах, видимых на рис. 7, направлена перпендикулярно плоскости рисунка от читателя и на читателя, чередуясь по направлению от светлой полосы к темной и наоборот. Период получившейся магнитной структуры 5.7 μm. Как видно по мелким деталям, размер домена записи может быть сделан значительно меньше этой величины. Мы провели несколько циклов перезаписи и не обнаружили каких-либо признаков деградации структуры.

Полученные результаты показывают, что при наиболее благоприятных условиях (достаточно малый ТКР подложки; концентрация Co в пленке, соответствующая наибольшему значению суммы $K' = (3/2)\lambda\sigma - 2\pi M_s^2$ при данной величине упругих напряжений) описанным в работе методом возможно получение среды, обладающей перпендикулярной магнитной анизотропией и пригодной для магнитооптической записи. Предложенный метод отличается простотой. Конечная структура по своим магнитным свойствам является нечувствительной к способу напыления пленки сплава из-за последующего отжига при высокой температуре. Другим преимуществом такой среды перед многослойными структурами является ее высокая термостабильность.

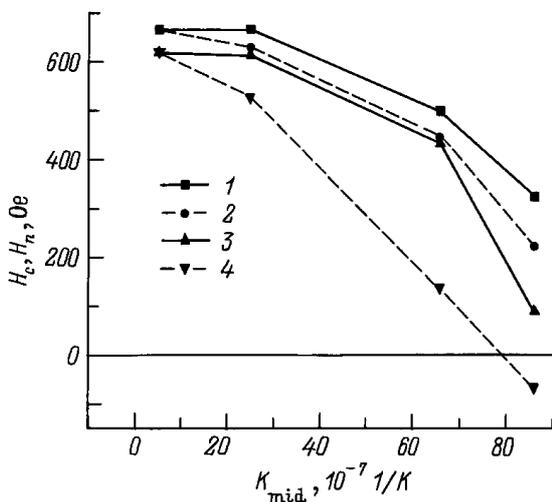


Рис. 5. Коэрцитивная сила H_c (1, 2) и поле зарождения доменов H_n (3, 4) пленок сплава Co-Pd как функция ТКР подложки. Все пленки имели толщину 180 Å и концентрацию Co 24 at%. Температура отжига, °C: 1, 3 — 590, 2, 4 — 450.

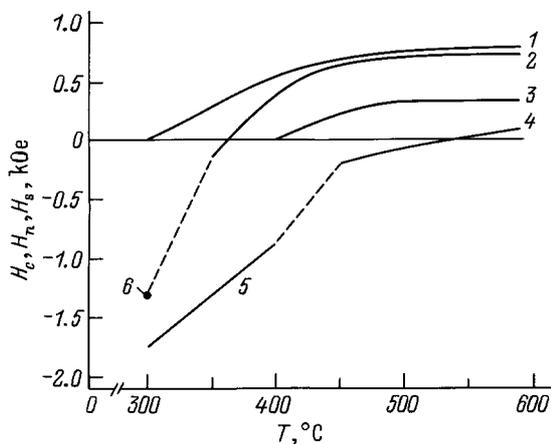


Рис. 6. Зависимость параметров H_c , H_n и H_s от температуры отжига двух пленок на подложках из кварцевого стекла и оптического стекла. Пленки имели толщину 180 \AA и концентрацию Co 25 at%. 1, 2, 6 — H_c , H_n , H_s для подложки из кварцевого стекла; 3–5 — H_c , H_n , H_s соответственно для подложки из оптического стекла.

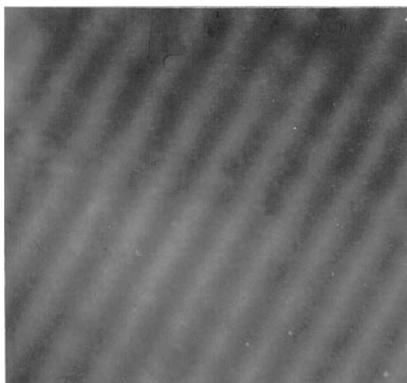


Рис. 7. Картина полос с противоположными направлениями намагниченности, полученная на одном из образцов методом термомагнитной записи ($\times 1000$).

Кроме того, из полученных в работе результатов следует вывод, что различия в ТКР пленки и подложки могут дать дополнительный вклад в анизотропию, связанную с упругими напряжениями, и в многослойных структурах Co-Pd и неучет этого вклада при температурных измерениях магнитных свойств таких структур может привести к ошибкам и неверной интерпретации результатов измерений.

Авторы выражают глубокую благодарность Ю.Н. Дроздову за проведение рентгеноструктурного анализа пленок, а также А.А. Фраерману, без внимания которого данная работа не могла бы состояться.

Работа проведена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, грант № 95-02-05388а.

Список литературы

- [1] MacLaren J.M., Victora R.H. // J. Appl. Phys. 1994. Vol. 76. N 10. P. 6069–6073.
- [2] Bertero G.A., Sinclair R., Park C.-H., Shen Z.X. // J. Appl. Phys. 1995. Vol. 77. N 8. P. 3953–3959.
- [3] Hashimoto S., Ochiai Y., Aso K. // J. Appl. Phys. 1989. Vol. 28. N 9. P. 1596–1599.
- [4] Gontarz R., Smardz L., Szymanski B., Juzikis P.J. // Magn. Magn. Mat. 1993. Vol. 120. P. 278.
- [5] Weller D., Brandle H., Chappert C.J. // Magn. Magn. Mat. 1993. Vol. 121. P. 461.
- [6] Chidress J.R., Duvail J.L., Jasmin S. et al. // J. Appl. Phys. 1994. Vol. 75. N 10. P. 6412–6414.
- [7] Jen S.U., Chao B.L. // J. Appl. Phys. 1994. Vol. 75. N 10. P. 5667–5669.
- [8] Hashimoto S., Ochiai Y., Aso K. // J. Appl. Phys. 1989. Vol. 66. N 10. P. 4909–4916.
- [9] Tsunashima S., Nagase K., Nakamura K., Uchiyama S. // IEEE Trans. Magn. 1989. Vol. 25. N 5. P. 3761–3763.
- [10] Ахсахалян А.Д., Битюрин Ю.А., Гапонов С.В. и др. // ЖТФ. 1982. Т. 52. Вып. 8. С. 1584–1589.
- [11] Физические величины. Справочник / Под ред. И.С. Григорьева, Е.З. Мейлихова. М.; Энергоатомиздат, 1991. 1232 с.