

РАВЛИК АНАТОЛИЙ ГЕОРГИЕВИЧ



**СТРУКТУРНО-МАГНИТНЫЕ ЭФФЕКТЫ  
В ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ  
И АМОРФНЫХ ПЛЕНКАХ  
С НЕПЛАНАРНОЙ АНИЗОТРОПИЕЙ**

01.04.11 — Физика магнитных явлений

01.04.07 — Физика твердого тела

*Автореферат диссертации  
на соискание ученой степени  
доктора физико-математических наук*

Диссертация является рукописью.

Работа выполнена в Харьковском государственном политехническом университете.

Официальные  
оппоненты:

1. Академик НАН Украины,  
доктор физико-математических наук,  
профессор Еременко Виктор Валентинович  
(ФТИНТ НАН Украины, г.Харьков)
2. Доктор физико-математических наук,  
профессор Попков Юрий Андронович  
(ХГУ, г.Харьков)
3. Доктор физико-математических наук,  
профессор Коган Владимир Соломонович  
(ИНЦ ХФТИ, г.Харьков)


Ведущая организация: Институт металлофизики НАН Украины, г.Киев

Защита состоится "6" сентября 1995 г. в 14 00  
на заседании специализированного совета Д.053.06.02 Харьковского  
государственного университета (310077, г.Харьков, пл. Свободы, 4. Ауд.  
им. К.Д.Синельникова)

С диссертацией можно ознакомиться в Центральной научной библиотеке ХГУ.

Автореферат разослан 1 сентября 1994 г.

Ученый секретарь  
специализированного совета

  
В.П.Пойда

ЛНБ України ім.В.Стефаніка



00755909 (Z)

ЛНБ ім. В. Стефаніка  
АН України

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы и степень исследования тематики диссертации. Достижения одной из развивающихся отраслей физической науки - физики магнитных явлений в твердом теле - положены в основу физического магнитного материаловедения. Сферы практического использования магнитных материалов непрерывно расширяются. Это становится возможным благодаря открытиям неизвестных ранее явлений и эффектов, а также разработке новых магнитных материалов. Магнитные пленки умножают возможности массивных магнетиков, поскольку "пленочные" эффекты и явления имеют более богатый спектр.

В общем объеме физических исследований и технических разработок большой удельный вес имеют поликристаллические и аморфные пленки, что, очевидно, связано с простотой их изготовления по сравнению с монокристалльными слоями, однако высокодисперсные пленки являются весьма непростыми объектами исследования из-за высокой неравновесности, разнообразия структурных характеристик и трудностей установления связей между структурой и магнитными свойствами.

Изучение природы магнитной анизотропии - одна из фундаментальных проблем физики магнитных явлений в твердом теле, поскольку анизотропия определяет многие магнитные свойства - доменную структуру, процессы перемагничивания, гистерезисные характеристики и др. Магнитная анизотропия в высокодисперсных ферромагнетиках является структурно-чувствительным свойством, т.к. сильно зависит от их реальной структуры: ближнего порядка, упорядочения, включая парное, формы кристаллитов, структуры границ между ними, преимущественных ориентировок, неоднородностей (пор, включений, выделений), напряженного состояния и др. В данной работе исследованы объекты, относящиеся к новому классу материалов - пленки с *непланарной анизотропией (НПА)*, т.е. с одноосной анизотропией, которая характеризуется константой  $K_{\perp}$  и осью легкого намагничивания (ОЛН), непараллельной плоскости пленок. Частным случаем НПА является перпендикулярная анизотропия (ПА) с константой  $K_{\perp}$ . Свойства этих пленок весьма необычны: они имеют мелкую полосовую доменную структуру (ПДС) с периодом  $D \approx 10^{-5} - 10^{-4}$  см, причем вектор намагниченности  $\vec{I}_B$  в доменах непараллелен плоскости слоя. Такое состояние было названо А.Г.Лесником (1963г.) "закритическим" в отличие от "тонкопленоч-

ного" состояния с планарной ориентацией  $\vec{I}_s$ . Если структурные причины планарной магнитной анизотропии в поликристаллических и аморфных пленках подробно изучены в работах А.Г.Лесника с сотр., Я.С.Шура и А.А.Глазера с сотр., Д.Смигга, М.Праттона, М.Козна, Х.Кроймюллера и др., то сведения о природе ПА к моменту начала настоящей работы были противоречивы, т.к. они не были основаны на прямых данных о структуре пленок. "Закритические" пленки с НПА, которые можно получить при наклонной конденсации, вообще не изучались в этот период.

Как стало известно в процессе проведенных нами исследований, противоречивость результатов о *структурных причинах* НПА и ПА связана также с тем, что в пленках, как правило, действует несколько причин анизотропии. Поэтому на определенном этапе выполнения диссертации возникла необходимость исследования *сложной анизотропии*, обусловленной действием нескольких структурных факторов.

В начальный период работы была мало исследована и *доменная структура* пленок с ПА. В имеющихся к тому времени теоретических работах по доменной структуре пластин с ОЛН, перпендикулярной к их плоскости, адекватно описывалось распределение  $\vec{I}_s$  в сильноанизотропных магнетиках с фактором качества  $q = K_L / (2\pi I_s^2) > 1$ , а о доменной структуре веществ с малой ПА ( $q \ll 1$ ), к которым относятся и закритические пленки пермаллоя, теория не давала однозначных выводов.

В магнитных пленках при изменении толщины  $h$  наблюдаются разнообразные *магнитные размерные эффекты*. К ним, в частности, относится переход пленок из тонкопленочного в закритическое состояние при критической толщине  $h_k$ . Поскольку структурные характеристики могут изменяться с толщиной  $h$  при росте пленок, следовало ожидать, что структура будет влиять на магнитные размерные эффекты. Такого рода эффекты можно назвать структурно-размерными. В начале работы о них почти ничего не было известно.

В связи со сказанным возникла необходимость выяснения природы НПА и разработки методов управления ею, что требовало проведения комплексных исследований структуры дисперсных пленок, их доменной структуры и структурно-чувствительных магнитных характеристик. Без этого было невозможно создание физических основ разработки пленочных материалов нового класса со свойствами,

направленно изменяющимися в широких пределах. Исходя из нерешенных проблем физики магнитных пленок, и в частности, пленок с непланарной магнитной анизотропией и задач пленочного магнитного материаловедения, была сформулирована **основная цель** диссертации как выяснение структурно-магнитных механизмов формирования НПЛА и определяемых ею свойств поликристаллических и аморфных пленок. Для достижения этой цели было намечено решить следующие задачи:

1. Установить структурные причины НПЛА в исследуемых пленочных объектах, определить общие закономерности проявления этой анизотропии и выявить ее особенности в пленках различных ферромагнетиков, включая аморфные.

2. Изучить размерные эффекты доменной структуры и магнитных характеристик в связи с эволюцией НПЛА при увеличении толщины пленок в широком интервале ниже и выше  $h_k$ .

3. Исследовать влияние сложной непланарной анизотропии, вызванной действием двух (и более) структурных факторов на доменную структуру пленок и другие их свойства.

4. Выяснить характер распределения намагниченности в пленочных объектах с НПЛА.

5. Исследовать возможности программирования гистерезисных характеристик пленочных материалов путем изменения параметров НПЛА.

6. На основе проведенных исследований разработать новые практические применения пленок с регулируемой НПЛА.

В работе исследованы конденсированные в вакууме поликристаллические пленки 3d-металлов - *Fe, Ni, Co* и сплавов на их основе - *Ni-Fe, Co-Fe, Co-Cr* и др., а также электроосажденные пленки *Co-P* с аморфной структурой. Использование указанных веществ позволяло в широких пределах изменять фундаментальные магнитные характеристики пленок - константы магнитной кристаллографической анизотропии и магнитострикции, а также намагниченность насыщения. Это давало возможность регулировать вклад различных структурно-магнитных механизмов в НПЛА и определяемые ею свойства.

Для изготовления пленок (кроме *Co-P*) применялся термовакuumный метод. Разработаны специальные методики, в том числе оригинальные, которые обеспечивали получение серий пленочных образцов при изменении какого-либо одного параметра (например,

температуры подложки или толщины пленки) и постоянстве других физико-технологических параметров (давления и состава остаточных газов, скорости конденсации и др.). Благодаря этому обеспечивалось единообразие влияния неконтролируемых факторов на структуру и свойства пленок.

Параметры петель гистерезиса пленок (коэрцитивная сила  $H_C$ , поле насыщения  $H_S$ , относительная остаточная намагничённость  $J_r$ , магнитная проницаемость  $\mu$ ) измерялись на индукционных и магнитооптических установках. В некоторых исследованиях применены методы ФМР и ЯГР. Константы анизотропии определялись по кривым крутящих моментов. Наблюдения доменной структуры проводились методом Акулова-Биттера. Структура пленок изучалась при помощи рентгенографии (фазовый анализ, текстуры, макронапряжения, неоднородности электронной плотности - с использованием малоуглового рассеяния рентгеновских лучей и др.), электронографии (фазовый анализ, текстуры), а также электронной микроскопии.

*Научная новизна работы* заключается в следующем.

- Впервые на поликристаллических и аморфных пленках 3d-металлов и сплавов на их основе проведены комплексные исследования связи между структурными характеристиками и магнитными свойствами, в результате чего определены структурно-магнитные механизмы формирования непланарной анизотропии в этом классе магнетиков.

- Обнаружены новые структурно-размерные эффекты при увеличении толщины пленок с НПЛА: реализация перехода из тонкопленочного в закритическое состояние в интервале толщин  $\Delta h > h_k$  в веществах, в которых НПЛА обусловлена различными структурными причинами; отличия толщинных зависимостей ширины  $D$  полосовых доменов от зависимости  $D = kh^{1/2}$ , полученной при условии неизменности константы НПЛА.

- Сложная анизотропия в исследованных пленках, обусловленная двумя или более структурными факторами, впервые описана как эффективная двухосная анизотропия, которая характеризуется суммарной осью и плоскостью легкого намагничивания  $OLH_C$  и  $ПЛH_C$  и соответствующими им константами  $K_C$  и  $K_{СП}$ . Справедливость представлений о двухосной анизотропии подтверждена экспериментами с пленками, в которых НПЛА вызвана различными причинами.

- Обнаружено новое явление, которое состоит в том, что скорость необратимого разрушения НГЛА аморфных пленок Co-P зависит от ориентации  $\vec{I}_s$  относительно ОЛН, а именно - при их непараллельности НГЛА деградирует существенно быстрее. Данное явление вызывает ненаблюдавшийся ранее эффект - устойчивую стабилизацию ПДС после отжига пленок.

- Впервые систематически исследованы закономерности фазообразования в пленках Co, Co-Fe и Co-Cr. Показано, что отличия констант и типов магнитокристаллической анизотропии ГПУ- и ГЦК-фаз и формирование аксиальной текстуры (0001) ГПУ-фазы обуславливают влияние фазового состава на НГЛА, а через нее - на  $H_c$  и др. характеристики закритических пленок. В пленках Co-Cr, в отличие от массивных сплавов, не весь Cr находится в твердом растворе, часть его локализована по границам кристаллитов в виде неферромагнитных фаз. Эта особенность, обнаруженная впервые, существенно влияет на формирование закритического и "мелкодоменного" состояний в пленках Co-Cr.

- На основании обобщения данных о гистерезисных характеристиках, кристаллической и доменной структуре пленок сплавов впервые построены диаграммы магнитных состояний: для Co-Fe на них разграничены области существования тонкопленочного, закритического и "массивного" состояний, для Co-Cr - области, соответствующие тонкопленочному, закритическому и "мелкодоменному" состояниям, а для Ni-Fe - области стабильности тонкопленочного и закритического состояний с различной ориентировкой ПДС в плоскости пленок.

*Теоретическое и практическое значение результатов работы* заключается в следующем.

- На основе изучения ряда структурно-магнитных эффектов в поликристаллических и аморфных пленках 3d-металлов и сплавов развиты представления о структурных причинах НГЛА.

- Описание результатов исследований в форме диаграмм магнитных состояний позволяет программировать магнитные состояния пленок путем изменения состава сплавов, толщины слоев, характеристик анизотропии.

- Экспериментальные исследования параметров доменной структуры закритических пленок и сопоставление результатов с модельными представлениями дают возможность сделать обобщающее

заклучение о типе распределения намагниченности в слабоанизотропных магнетиках ( $q \ll 1$ ).

- Обнаружение и исследование явления, заключающегося в неодинаковой степени деградации НПЛА в зависимости от направления  $\vec{I}_s$  при отжиге аморфных пленок Co-P, представляет интерес для разработки теории релаксационных процессов в аморфных магнетиках. Полученные при отжиге пленки со стабилизированной ПДС являются уникальными объектами для изучения процессов перестройки доменной структуры.

- Полученные результаты позволили разработать ряд практически значимых объектов: тензодатчики, термоминдикаторы, датчики магнитного поля, среды для магнитной записи, магнитопроводы пленочных магнитных головок, зеркала-поляризаторы медленных нейтронов. По этим разработкам получены авторские свидетельства. Заинтересованным предприятиям и учреждениям переданы рекомендации по применению результатов работы, имеющих прикладное значение.

*На защиту выносятся следующие научные положения:*

1. В поликристаллических и аморфных пленках ферромагнитных 3d-металлов и сплавов на их основе причинами непланарной анизотропии являются структурные неоднородности (преимущественные ориентировки определенных типов, поры, включения или выделения, ориентированные непараллельно плоскости слоя), а также плоские симметричные макронапряжения. Эти структурные характеристики изменяются при росте пленок, что приводит к неоднородности параметров НПЛА по толщине и влияет на размытие перехода пленок в закритическое состояние и толщинные зависимости периода ПДС.

2. При действии в ферромагнитной квазиизотропной среде нескольких структурных причин анизотропии возникает сложная анизотропия, которая при определенных условиях адекватно описывается как эффективная (двухосная) анизотропия, характеризующаяся суммарной осью и плоскостью легкого намагничивания с соответствующими им константами  $K_c$  и  $K_{СП}$ , связанными с константами составляющих одноосных анизотропий, а магнитные свойства закритических пленок при наличии сложной анизотропии объясняются в терминах двухосной анизотропии.

3. В закритических пленках со слабой НПЛА, в которых фактор

качества  $q \ll 1$ , распределение векторов намагниченности  $\vec{I}_s$  является неоднородным, не зависит от природы НПЛА и описывается на основе модели ПДС с замкнутым магнитным потоком (типа Ландау - Лифшица).

4. Скорость необратимого разрушения НПЛА при отжиге аморфных пленок Co-P существенно выше в том случае, если векторы  $\vec{I}_s$  непараллельны ОЛН, что приводит к формированию периодически-неоднородной аморфной среды из-за преимущественной деградации НПЛА в замыкающих доменах и доменных границах. Данное явление вызывает неизвестный ранее эффект - устойчивую стабилизацию полосовых доменов.

5. Низкокоэрцитивное состояние в толстых ( $h \gg h_k$ ) пленках реализуется при подавлении НПЛА, что достигается уменьшением концентрации ГПУ-фазы с текстурой (0001) в пленках Co и Co-Fe, в однофазных пленках (Ni-Fe, Co-P) - снижением концентрации неоднородностей, ориентированных по направлению роста, а в слоях, находящихся на подложках, НПЛА можно скомпенсировать, создавая макронапряжения соответствующего знака и уровня, которые индуцируют в плоскости слоя анизотропию типа ПЛН.

*Личное участие автора.* Диссертация является обобщением результатов исследований, которые были выполнены лично автором, под его руководством или при его основополагающем участии. В основных работах по теме диссертации, список которых приведен в конце автореферата, личное участие автора заключается в следующем. Он лично сформулировал постановку задач в работах /1, 3, 8, 10, 11, 21, 24, 26, 30-32/ и принимал непосредственное участие в их постановке в работах /2, 4-6, 9, 12-20, 22, 23, 25, 27-29, 33/. Он лично готовил объекты исследований в работах /1, 3, 4, 7, 8, 10/, исследовал их атомно-кристаллическую и доменную структуру, а также проводил магнитные измерения в работах /1, 3-5, 8, 10, 26, 30, 31/. Кроме того, диссертант провел расчеты энергии магнитной анизотропии в пленках с различными структурными характеристиками и магнитной энергии доменных структур при наличии сложной анизотропии в работах /4, 8-14, 16, 18, 27, 30/. Он принимал непосредственное участие в обработке экспериментальных данных и в обсуждении результатов всех работ, а также в их оформлении.

*Апробация работы.* Основные результаты диссертации докладывались на Всесоюзных симпозиумах по физике магнитных пленок

(Иркутск, 1964г.; Киев, 1966г.), на Всесоюзных конференциях по физике магнитных явлений (Красноярск, 1971г.; Донецк, 1977г.; Харьков, 1979г.; Пермь, 1981г.; Тула, 1983г.; Донецк, 1985г.; Калинин, 1988г.; Ташкент, 1991г.), на Всесоюзных школах-семинарах "Новые магнитные материалы микроэлектроники" (Куйбышев, 1974г.; Орджоникидзе, 1976г.; Ашхабад, 1980г.; Донецк, 1982г.; Саранск, 1984г.; Рига, 1986г.; Ташкент, 1988г.; Новгород, 1990г.; Астрахань, 1992г.; Москва, 1994г.), на Всесоюзных научных конференциях по проблемам исследования структуры аморфных металлических сплавов (Москва, 1980, 1984 и 1988г.г.), на Международных симпозиумах и коллоквиумах по тонким магнитным пленкам (Иена, 1966г.; Иркутск, 1968г.; Минск, 1973г.), на Международных коллоквиумах по магнитным пленкам и поверхностям (Ле-Крезо, 1988г.; Глазго, 1991г.; Дюссельдорф, 1994г.), на Международной конференции по магнетизму (Эдинбург, 1991г.), на Международном симпозиуме по физике магнитных материалов (Пекин, 1992г.) и др.

*Публикации.* По теме диссертации опубликовано 92 работы. Список основных из них приведен в конце автореферата.

*Структура и объем работы.* Диссертация состоит из введения, 6 разделов, заключения, списка литературы (358 источников) и 8 приложений. Она содержит 194 рисунка и 17 таблиц. Основное содержание работы изложено на 299 страницах.

### СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

*Во введении* обоснована актуальность темы, рассмотрено состояние исследуемой проблемы, сформулированы цель и задачи работы, обсужден выбор объектов исследования, кратко охарактеризованы методики их изготовления и исследования. Здесь же отражена новизна полученных результатов, их теоретическое и практическое значение, приведены положения, выносимые на защиту и т.п.

*В 1-м разделе* исследованы структурные причины непланарной анизотропии. Из анализа литературных данных следует, что НПЛА может быть вызвана следующими структурными механизмами: 1-магнитокристаллическим, который может проявиться в поликристаллических пленках при наличии преимущественных ориентировок кристаллитов (текстур); 2-магнитоэластическим, действующим через анизотропную формы элементов структуры; 3-магнитоупругим, связанным с напряжениями.

Проведены комплексные исследования структурных характеристик пленок (текстур, микро- и макронеоднородностей, макронапряжений и др.) и их магнитных свойств ( $H_c$ ,  $H_s$ ,  $j_r$ , ширины полосовых доменов  $D$  и др.).

При исследовании преимущественных ориентировок установлено, что в пленках при определенных условиях формируются аксиальные текстуры различных типов. В ГПУ-Со образуется аксиальная текстура с осью  $[0001]$  и плоскостью  $(0001)$ . В ГЦК-фазе текстуры не обнаружены. В ГПУ-фазе пленок Со-Сг образуется двойная текстура  $(0001) + (20\bar{2}0)$ . В конденсатах Со в некоторых случаях возникает слабая текстура  $(21\bar{3}0)$ , а в отожженных пленках Со-Сг - ориентировка  $(10\bar{1}0)$ . В пленках Fe обнаружена текстура  $(100)$ , а в Ni и пермаллое -  $(111)$ . Угол рассеяния текстуры ( $\Delta\rho$ ) зависит от температуры погрузки  $T_{II}$ , скорости осаждения  $\omega_K$  и толщины пленки  $h$ . Обсуждены причины образования текстур различных типов.

Предложено описывать любые идеальные текстуры в ГПУ-фазах, используя представление о текстурном конусе, образуемом осями  $[0001]$  вокруг оси текстуры. Угол раствора конуса зависит от типа текстуры и изменяется от  $\varphi=0$  для идеальной текстуры  $(0001)$  до  $\varphi=90^\circ$  для текстуры  $(10\bar{1}0)$ . Путем усреднения известного выражения для энергии анизотропии  $E_a$  магнитно-одноосного кристалла (в приближении 1-й и 2-й констант анизотропии  $K_1$  и  $K_2$ ) по всем возможным ориентировкам кристаллитов получена формула, описывающая энергию анизотропии идеально текстурированного поликристалла:

$$\bar{E}_a = K_1 \alpha \varphi \sin^2 \theta + K_2 \alpha \varphi \sin^4 \theta, \quad (1)$$

где  $\theta$  - угол между  $\vec{I}_s$  и осью текстуры, эффективные константы анизотропии  $K_1 \alpha \varphi$ ,  $K_2 \alpha \varphi$  зависят от  $\varphi$  и  $\alpha = K_1/K_2$ .

Функция (1) имеет 3 экстремума: при  $\theta=0$ ,  $\theta=90^\circ$  и  $\theta^* = \arcsin (K_1 \alpha \varphi / 2K_2 \alpha \varphi)^{1/2}$ ; 1-й и 2-й из них соответствуют анизотропии типа ОЛН или ПЛН, а 3-й - анизотропии "конус осей легкого намагничивания" (КОЛН) или "конус осей трудного намагничивания" (КОТН). На основе анализа выражения (1) построена диаграмма (рис.1), на которой точками А-Е обозначены магнитные состояния, соответствующие текстурам в пленках Со и Со-Сг. Ориентировка  $(0001)$  создает анизотропию с ОЛН вдоль оси текстуры (точ-

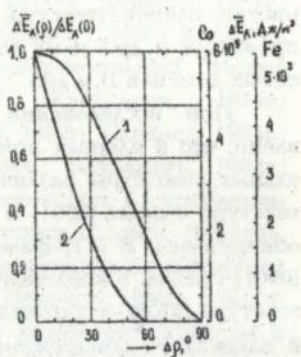
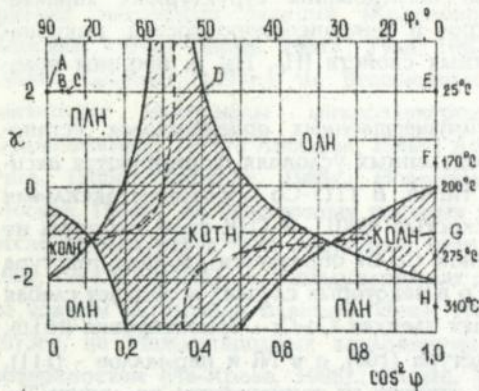


Рис.1. Диаграмма магнитных состояний в аксиально-текстурованных ферромагнетиках.  $x = K_1/K_2$ .

Рис.2. Изменения эффективной магнитокристаллической анизотропии в зависимости от угла  $\Delta\rho$  рассеяния оси текстуры [0001] в Co (кривая 1) и [100] в Fe (кривая 2).

ка Е), причем выигрыш энергии при повороте  $\vec{I}_S$  из положения, перпендикулярного оси текстуры ( $\theta = 90^\circ$ ), в положение, параллельное этой оси ( $\theta = 0$ ), составляет  $\Delta\bar{E}_a = K_1 + K_2$ . В случае текстур  $(10\bar{1}0)$ ,  $(21\bar{1}1)$  и  $(20\bar{2}1)$ , которым соответствуют точки А, В и С, возникает анизотропия тиша ПЛН: их вклад в НПла отрицателен ( $\Delta\bar{E}_a < 0$ ).

При усреднении выражения для  $E_a$  кубических кристаллов получена формула для идеальной текстуры (100):

$$\bar{E}_a = K_1(\sin^2\theta - 7\sin^4\theta/8), \quad (2)$$

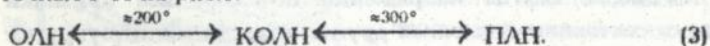
откуда видно, что изменение  $\bar{E}_a$  при указанном выше повороте  $\vec{I}_S$  составляет  $\Delta\bar{E}_a = K_1/8$ . Формула, подобная (2), описывает  $\bar{E}_a$  идеальной текстуры (111), однако при этом  $\Delta\bar{E}_a = -K_1/12$ .

Для текстур (0001) и (100) энергия анизотропии рассчитана также с учетом рассеяния их осей (рис.2). Функции распределения кристаллитов по ориентировкам определены рентгенографически, а при расчетах аппроксимированы функцией  $Y_0 \cdot \cos(\alpha\varphi)$ . Из рис.2 видно, что в ГПУ-Co даже относительно слабая текстура (0001) с углом рассеяния оси  $\Delta\rho = 40+50^\circ$  обуславливает значительную анизотропию:  $\Delta\bar{E}_a = (3+4) \cdot 10^5$  Дж/м<sup>3</sup>. Такая анизотропия вполне достаточна

для того, чтобы перевести пленки в закритическое состояние при экспериментально наблюдаемых значениях  $h_k = 200+300$  нм. В Fe только относительно сильная текстура (100) с  $\Delta\rho < 10+20^\circ$  приводит к возникновению существенной анизотропии:  $\Delta\bar{E}_a > (3+4) \cdot 10^3$  Дж/м<sup>3</sup>. Как показывают оценки для идеальной текстуры (111) в Ni и пермаллое, она не должна создавать существенную анизотропию, т.к.  $\Delta\bar{E}_a < 10^3$  Дж/м<sup>3</sup>.

Полученные на основании расчетов прогнозы в отношении вклада магнитокристаллического механизма в НПЛА подтверждены экспериментально при сопоставлении изменений магнитных свойств пленок и характеристик текстур в зависимости от  $T_{\text{п}}$ ,  $\omega_k$ , температуры отжига  $T_{\text{отж}}$ . В частности, использована полученная из анализа известных моделей закритических пленок обратная связь между  $j_r$  и  $K_L$ . В пленках Co широкого диапазона  $h$  с текстурой (0001) увеличение  $K_L$ , вызванное совершенствованием текстуры, сопровождается снижением  $j_r$  пленок и уменьшением  $h_k$ . В пленках Fe совершенствование текстуры (100), например, при увеличении  $T_{\text{п}}$ , приводит к уменьшению  $j_r$  только в толстых пленках, в которых  $\Delta\rho < 10^\circ$ . Для Ni и Ni-Fe изменение степени совершенства текстуры не коррелирует с изменениями магнитных свойств.

Дополнительные доказательства определяющего вклада текстуры (0001) в НПЛА пленок Co получены при исследовании температурных зависимостей  $H_s$ ,  $H_c$  и  $j_r$  этих пленок: их нагрев до температуры  $T > 250^\circ\text{C}$  сопровождается переходом из закритического в тонкопленочное состояние, что обусловлено происходящими при этом ориентационными фазовыми превращениями, соответствующими точкам F-H на рис.1:



В пленках Co и Co-Cr текстуры  $(20\bar{2}1)$ ,  $(21\bar{3}0)$  и  $(10\bar{1}0)$  уменьшаются НПЛА вплоть до ее полного подавления, что также качественно согласуется с диаграммой на рис.1.

При исследовании пленок методом МУР обнаружены анизомерные области, электронная плотность которых отличается от таковой для матрицы. В Ni-Fe, Co и Co-P эти неоднородности являются микропорами (с размерами менее  $150+200$  нм), образующимися при росте и ориентированными по молекулярному потоку. Кроме них в

пленках образуются макропоры, концентрация которых  $C = 1+10\%$ . Микро- и макропоры имеют сходную форму и ориентировку и локализованы по границам столбчатых кристаллитов. Анизомерные ориентированные неоднородности обуславливают возникновение НГЛА по магнитостатическому механизму, причем, как показывают оценки, при указанном уровне  $C$  вклад этого механизма в НГЛА значителен:  $\Delta \bar{E}_a$  достигает  $10^3+10^4$  Дж/м<sup>3</sup>. Изменение концентрации и формы пор в зависимости от угла падения молекулярного потока  $\Phi$  коррелирует с вариациями магнитных характеристик пленок Ni-Fe, связанных с НГЛА ( $H_s$ ,  $j_T$ ,  $H_s$ ,  $D$ , шириной линии ФМР и др.) В пленках Co-P и легированного пермаллоя также в ряде случаев наблюдается корреляция между изменениями характеристик неоднородностей и магнитными свойствами, зависящими от НГЛА.

Магнитоупругий механизм формирования НГЛА проявляется через макронапряжения в системе пленка-подложка. При помощи рентгеновской тензомерии исследованы внутренние макронапряжения  $\sigma$  в поликристаллических пленках. Установлено, что напряженное состояние в них является двухосным и, как правило, симметричным. В пленках, конденсированных при  $T_{II} > 350+400^\circ\text{C}$ , эти напряжения формируются по термоупругому механизму. Путем усреднения магнитоупругой энергии  $E_{МУ}$  беспорядочно ориентированных кристаллитов обосновано выражение для поликристаллических пленок в указанном напряженном состоянии:  $\bar{E}_{МУ} = -3\lambda_s \sigma \sin^2\theta/2$ , где  $\lambda_s$  - константа магнитострикции поликристалла.

Показано, что растягивающие напряжения ( $\sigma > 0$ ) являются основной причиной ПА в пленках Ni и сплавах Co-Fe, содержащих 8+15%Fe: в них после снятия напряжений исчезают все признаки критического состояния. В пленках других веществ магнитоупругий механизм и иные структурно-магнитные механизмы вносят сопоставимые вклады в НГЛА. В Ni-Fe и Co-P при  $\lambda_s \sigma > 0$  влияние напряжений на ПА отрицательно ( $\Delta \bar{E}_{МУ} < 0$ ). Поэтому при достаточном уровне  $\Delta \bar{E}_{МУ}$  наблюдается подавление (компенсация) ПА, вызванной другими причинами, и переход пленок в тонкопленочное состояние.

Для проверки выводов о структурных причинах НГЛА исследованы температурные зависимости магнитных свойств пленок, определяемых этой анизотропией. В пленках Ni-Fe и Co-P, отделенных от подложек, температурные зависимости  $H_s$  и  $I_s$  имеют одина-

ковый ход, что подтверждает заключение о магнитоэластическом механизме НГЛА, обусловленном анизотропными неоднородностями. В пленках Ni-Fe, не отделенных от подложек, нагрев до  $T < T_{II}$  сопровождается уменьшением вклада магнитоупругой составляющей НГЛА, т.к. при этом термоупругие макронапряжения обратимо снимаются.

Исследовано влияние отжига на магнитные характеристики закритических пленок. Показано, что отжиг сопровождается необратимым разрушением НГЛА, возникающей по магнитоэластическому механизму. При отжиге аморфных пленок Co-P обнаружено неизвестное ранее явление: ПА разрушается существенно быстрее в том случае, если вектор  $\vec{I}_S \perp$  ОЛН (рис.3). Средняя энергия активации при этом на  $0,4 + 0,8$  эВ меньше, чем в случае  $\vec{I}_S \parallel$  ОЛН. Поскольку энергия возможных магнитных взаимодействий не превышает  $\sim 10^{-5}$  эВ, можно заключить, что в элементарном акте перестройки аморфной структуры, приводящем к разрушению ПА в Co-P, принимает участие кластер, состоящий из  $10^4 + 10^5$  атомов. Явление более быстрого разрушения ПА при непараллельности  $\vec{I}_S$  и ОЛН порождает ряд особенностей ПДС в пленках Co-P, которые рассмотрены в разд. 4.



Рис.3. Временные зависимости поля насыщения  $H_{S||}$  (в плоскости пленки) в процессе отжига слоев Co-P при разных температурах и различной ориентировке  $\vec{I}_S$  и ОЛН перпендикулярной анизотропии.  $H_{S||0}$  соответствует исходному состоянию.

Во втором разделе описана эволюция магнитных свойств ( $H_C$ ,  $J_H$ , типов доменной структуры, ее параметров и характера перемагничивания) при увеличении толщины пленок, в которых НГЛА обуслов-

лена различными структурными причинами. Изучены зависимости  $H_c$  от толщины пленок с НГЛА. Установлено, что эти зависимости имеют 3 характерных участка: 1- $H_c$  с ростом  $h$  падает (тонкопленочное состояние); 2- $H_c$  увеличивается в интервале  $\Delta h$  (переходное состояние); 3- $H_c$  снова несколько уменьшается (закритическое состояние). Зависимости  $H_c(h)$  качественно подобны для пленок различных веществ, в которых структурные причины НГЛА отличаются. Доменные структуры пленок и процессы перемагничивания постепенно изменяются при увеличении  $h$ , причем в интервале  $\Delta h$  они имеют промежуточный характер между тонкопленочным и закритическим состояниями. На размытие критической толщины  $h_k$  перехода в закритическое состояние влияет то, что НГЛА формируется в пленках постепенно, а ее константа  $K_{\perp}$  изменяется по мере роста пленок.

Исследованы зависимости ширины полосовых доменов  $D$  от толщины пленок  $S_0$  как объектов, в которых наблюдается сильная неоднородность текстуры и фазового состава по сечению. Установлено, что экспериментальные зависимости существенно отличаются от теоретического соотношения  $D = kh^{1/2}$ , выведенного для постоянных значений  $K_{\perp}$ . Эта аномалия обусловлена тем, что  $K_{\perp}$  изменяется с ростом  $h$  в соответствии с изменениями структурных факторов, определяющих НГЛА. Данное объяснение подтверждается расчетом зависимости  $D(h)$ , в котором использованы конкретные данные о реальной структуре пленок (текстуре, степени ее совершенства, фазовом составе). Расчетные кривые  $D(h)$  хорошо соответствуют экспериментальным.

*В третьем разделе* исследована сложная непланарная анизотропия, возникающая при наличии в пленках двух (и более) составляющих (элементарных) анизотропий. Изучены пленки, в которых элементарные анизотропии обусловлены следующими причинами: 1 - аксиальными текстурами и макронапряжениями; 2 - аксиальными текстурами и анизомерными ориентированными неоднородностями; 3 - макронапряжениями и неоднородностями. В ряде экспериментов с наклонно осажденными пленками принималась во внимание также 3-я элементарная анизотропия - планарная анизотропия, обусловленная образованием цепочек кристаллитов.

Параметры аксиальных текстур и ориентированных неоднородностей варьировались изменением условий изготовления пленок. Макронапряжения создавались: 1 - за счет сцепления пленок с подложкой (внутренние макронапряжения); 2 - путем внешнего нагру-

жения. В 1-м способе создавались двухосные напряжения, которые можно было изменять выбором подложек или варьированием режимов изготовления. Во 2-м способе можно было задавать как двухосные, так и одноосные напряжения и варьировать их величину, изменяя нагрузку.

Расчитана энергия сложной анизотропии, представляющей собой различные варианты элементарных анизотропий:  $OLN_1$  и  $OLN_2$ ;  $OLN_1$  и  $ПЛН_2$ ;  $ПЛН_1$  и  $ПЛН_2$ . При этом предполагалось, что их энергии аддитивны и описываются в приближении 1-й константы анизотропии, т.е. пропорциональны  $\sin^2\theta$ . Такое приближение применяется для описания анизотропии, возникающей по магнитостатическому и магнитоупругому механизмам. Показано, что сложная анизотропия может быть адекватно описана как двуосная, т.е. анизотропия с суммарной осью легкого намагничивания  $OLN_C$  и суммарной плоскостью легкого намагничивания  $ПЛН_C$ , которым соответствуют константы  $K_C$  и  $K_{СП}$ . Эти константы, а также ориентировки  $OLN_C$  и  $ПЛН_C$  определяются константами элементарных анизотропий ( $K_i, i=1,2$ ) и ориентировками  $OLN_i$  (или  $ПЛН_i$ ). Сложная анизотропия, возникающая при наличии нескольких элементарных анизотропий ( $i = 1,2,\dots,N$ ), также сводится к двухосной анизотропии. Предположение об аддитивности энергий составляющих анизотропий подтверждено экспериментально.

Исследованы пленки с наиболее типичными текстурами, находящиеся под действием симметричных макронапряжений, причем оси текстур направлены по нормали к слою. Для этого типа сложной анизотропии получены следующие результаты.

1. Из сравнения  $\bar{E}_{Му}$  текстурированных магнитоодноосных поликристаллов с энергией магнитокристаллической анизотропии  $\bar{E}_a$  и из экспериментов следует, что макронапряжения не вносят каких-либо существенных изменений в энергию суммарной анизотропии пленок Со и Со-Сг.

2. Аналогичные расчеты и эксперименты, проведенные для пленок кубических поликристаллов с текстурой (111), позволяют заключить, что в пленках Ni и Ni-Fe, в противоположность пленкам Со и Со-Сг, вклад текстур в НГЛА пренебрежимо мал по сравнению с магнитоупругой анизотропией.

3. Расчеты энергии  $\bar{E}_{Му}$  для кубических поликристаллов с текстурой (100) показывают, что в них, в зависимости от степени совершенства текстуры, вклад макронапряжений может быть отри-

цательным (в случае сильных текстур с малым  $\Delta\rho$ ), нулевым (для текстур средней степени совершенства) или положительным (для слабых ориентировок). Обнаруженная особенность обусловлена тем, что в Fe константы магнитострикции имеют разные знаки:  $\lambda_{100} > 0$ , а  $\lambda_{111}$  и  $\lambda_s < 0$ . Результаты расчетов подтверждены экспериментами, в которых совершенство текстуры варьировалось изменением температуры подложки и толщины  $h$  пленок Fe.

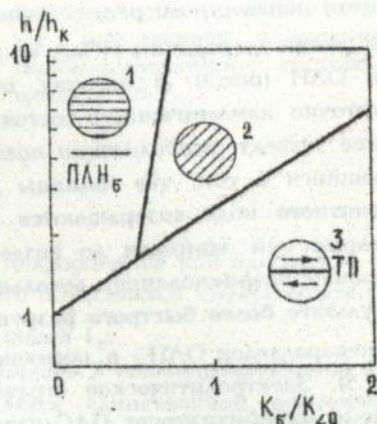
В пленках пермаллоя исследованы проявления сложной анизотропии, связанной с ориентированными неоднородностями и макронапряжениями (внутренними и внешними). Неоднородности создают анизотропию с  $ОЛH_{\sigma}$ , а макронапряжения - анизотропию с  $ПЛH_{\sigma}$ . Данный тип сложной анизотропии изучен нами наиболее систематически благодаря информативности метода непосредственного (in situ) наблюдения доменной структуры в процессе деформации пленок путем внешнего нагружения. Основное внимание уделено изучению ширины доменов  $D$  и ориентировки полос, которая определяется углом  $\varphi$  между  $ОЛH_{\sigma}$  (или  $ПЛH_{\sigma}$ ). Построены диаграммы магнитных состояний (рис.4), на которых разграничены области существования ПДС с различной ориентировкой полос ( $\varphi = 0, 45$  и  $90^{\circ}$ ), а в ряде случаев - области устойчивости тонкопленочного состояния. При этом получены следующие результаты.

1. Воздействия на наклонно осажденные пленки одно- или двухосных напряжений, которые создают  $ОЛH_{\sigma}$  или  $ПЛH_{\sigma}$ , образующие с  $ОЛH_{\sigma}$  угол  $0 < \psi < 90^{\circ}$ , вызывают большие (до 3-4 раз) изменения периода ПДС, что обусловлено, в основном, влиянием напряжений на ориентировку оси легкого намагничивания суммарной анизотропии  $ОЛH_{\sigma}$ .

2. При исследовании нормально осажденных пленок показано, что анизотропия с  $ОЛH_{\sigma}$  или  $ПЛH_{\sigma}$ , индуцированная одноосными напряжениями, вызывает сравнительно небольшие (до 20-40%) изменения  $D$  и возникновение ПДС с  $\varphi = 45^{\circ}$  (рис.4).

3. Нормально и наклонно осажденные пленки небольших толщин ( $h < 1.5$  мкм) переходят в тонкопленочное состояние при  $ПЛH_{\sigma} \perp ОЛH_{\sigma}$  или  $ПЛH_{\sigma} \parallel ОЛH_{\sigma}$  (рис.4). Необычность такого перехода в последнем случае состоит в том, что для данного варианта сложной анизотропии напряжения не изменяют ни положения  $ОЛH_{\sigma}$ , ни величины константы  $K_{\sigma}$ .

Рис.4. Диаграмма магнитных состояний в нормально осажденных пленках Ni-Fe. Одноосные напряжения создают анизотропию с  $ПЛH_{\sigma} \parallel ОЛH_{\sigma}$  анизотропии, обусловленной анизомерными ориентированными неоднородностями. 1 и 2 - закритическое состояние с параллельной и 45°-ной ориентировкой ПДС относительно  $ПЛH_{\sigma}$ ; 3 - тонкопленочное (ТП) состояние.



4. В нормально осажденных пленках Ni и пермаллоя при изменении  $K_{\sigma}$  за счет анизотропии, индуцированной симметричными двухосными напряжениями, зависимость  $D$  от  $K_{\sigma}$  удовлетворительно описывается выражением  $D = C(K_{\sigma})^{-1/4}$ .

Полученные результаты позволяют заключить, что изменения доменной структуры и других свойств пленок со сложной НПЛА в зависимости от вариаций параметров элементарных анизотропий объясняются в терминах двухосной анизотропии. Кроме того, результаты, указанные в пп.2-4 и на рис.4, невозможно объяснить на основе открытых одномерных моделей ПДС (типа Киттеля, Кацера с сотр. и др.) как для толстых пленок с  $h/h_k \gg 1$ , так и для слоев с  $h/h_k > 1$ . Вместе с тем, непротиворечивое объяснение обнаруженных эффектов получено из модели ПДС с замкнутым потоком (типа Ландау - Лифшица), магнитная энергия которой рассчитана с учетом особенностей сложной магнитной анизотропии в упруго деформированных пленках. Заключение о неоднородном характере распределения намагниченности в пленках пермаллоя со слабой НПЛА имеет общий характер - оно не зависит от природы НПЛА. Вывод о возможности замыкания магнитного потока в исследованных пленках подтвержден также при помощи независимого метода - спектрам резонансного поглощения  $\gamma$ -квантов с использованием комплексной методики, в которой регистрировались как  $\gamma$ -кванты, прошедшие через пленку, так и электроны конверсии, вышедшие из приповерхностного слоя глубиной  $\approx 200$  нм.

В четвертом разделе представлены исследования доменной структуры аморфных закритических пленок Co-P, проведенные с

учетом неизвестного ранее явления, которое состоит в существенном ускорении деградации НПЛА при отжиге, если вектор  $\vec{I}_S$  не параллелен ОЛН (рис.3). В пленках, отожженных в размагниченном или остаточно намагниченном состоянии, обнаружен не наблюдавшийся ранее эффект стабилизации полосовой доменной структуры, заключающийся в том, что границы доменов после любого воздействия магнитного поля возвращаются в строго фиксированные позиции, которые они занимали до воздействия. Причина данного эффекта связана с возникновением локальных минимумов магнитной энергии в результате более быстрого разрушения НПЛА в участках, где вектор  $\vec{I}_S$  не параллелен ОЛН - в замыкающих доменах и доменных границах (рис.5). Электролитическое травление на глубину замыкающего домена дестабилизирует ПДС пленок, отожженных при  $T_{отж} < 140^\circ\text{C}$ , т.е. в них стабилизация обусловлена, в основном, разрушением НПЛА в поверхностной замыкающей структуре.

Преимущественная деградация НПЛА в замыкающих доменах и доменных границах приводит к формированию периодически-неоднородной среды с изменяющейся константой анизотропии. Для стабилизированной доменной структуры, реализующейся в такой среде, характерны следующие особенности, относящиеся как к самой структуре, так и к ее перестройке при приложении напряжений и магнитных полей.

1. *Образование макродоменов, границы которых параллельны полосам основной структуры, а ширина  $D_{МА} \gg D$ . Границы макродоменов при приложении продольного поля смещаются. Возникновение макродоменов в пленках с толщиной  $h \gg h_K$  является необычным эффектом, т.к. ни в поликристаллических толстых пленках, ни в аморфных слоях до стабилизации макродомены не наблюдаются. Их появление объясняется следующим образом. В стабилизированной структуре магнитную энергию нельзя изменить изменением  $D$ , но согласно проведенным нами оценкам, энергию можно существенно снизить увеличением угла  $\alpha$ : на рис.5 углы  $\alpha_1$  и  $\alpha_2$  соответствуют нестабилизированному и стабилизированному состояниям. Однако, рост  $\alpha$  увеличивает продольную составляющую вектора  $\vec{I}_S$  в замыкающем домене, а для снижения магнитостатической энергии пленка разбивается на макродомены с антипараллельной ориентировкой продольной компоненты  $\vec{I}_S$ .*

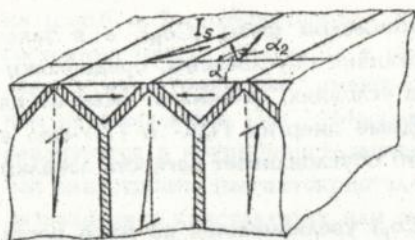


Рис.5. Модель доменной структуры, поясняющая возникновение стабилизированного состояния в пленках Co-P.

2. Обратимое исчезновение макродоменов при одноосном растяжении, создающем  $PLH_{\sigma} \perp ПДС$ , что объясняется уменьшением угла  $\alpha$  и снижением продольной составляющей  $\vec{I}_s$ .

3. Смещение границ макродоменов в стабилизированной ПДС в малых полях ( $H \ll H_s$ ), что является единственной возможностью снизить магнитную энергию. Полосовые домены при этом остаются на своих позициях, в то время как в нестабилизированном состоянии равновесный период полос непрерывно уменьшается с ростом поля. Неизменность  $D$  стабилизированной структуры сохраняется в широком интервале полей.

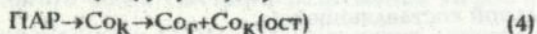
4. Скачкообразное уменьшение  $D$  в 2 раза в больших полях ( $H/H_s = 0,5 + 0,8$ ). В данном случае магнитная энергия пленки со стабилизированной ПДС снижается путем дискретного уменьшения ширины доменов вдвое. Предложена схема, объясняющая перестройку  $D \rightarrow D/2$ .

**В пятом разделе** рассмотрены результаты исследования структуры и гистерезисных характеристик пленок Co, Co-Fe, Co-Cr и Ni-Fe. Из них только пленки Ni-Fe являются однофазными. Изучены закономерности фазообразования. Общим является наличие 2-х фаз - низкотемпературной с ГПУ- и высокотемпературной с ГЦК-структурой ( $\epsilon$ - и  $\gamma$ -фазы соответственно). В пленках Co-Fe, кроме того, образуется  $\alpha$ -фаза с ОЦК-решеткой. Фазовый состав определяется  $T_{II}$ ,  $\omega_K$  и  $T_{отж}$ . Построены фазовые диаграммы, которые, в общем, соответствуют диаграммам равновесия массивных систем: Fe расширяет область стабильности ГЦК-фазы, а Cr, наоборот - стабилизирует ГПУ-фазу. Однако обнаружены следующие отличия.

1. Существование 3-х фазной ( $\epsilon + \gamma + \alpha$ ) области в пленках Co-Fe, понижение температуры, при которой сохраняется  $\gamma$ -фаза в слоях Co-Cr. В конденсированных пленках Co, в отличие от массивного ме-

тала, можно получить 40+60% кубической фазы ( $Co_K$ ), а в закаленных пленках - 100%  $Co_K$ . Эти отличия обусловлены, предположительно, тем, что конденсация идет в условиях, далеких от равновесия ( $T_H < 350+400^\circ C$ ). Кроме того, свободные энергии ГЦК- и ГПУ-фаз в этих веществах мало отличаются, что обуславливает легкость заделки ГЦК-фазы.

2. Концентрация ГПУ-фазы ( $Co_F$ ) увеличивается по мере роста пленок, приводя к неоднородности фазового состава по сечению слоя, для объяснения которой предложен механизм конденсации через высокотемпературную фазу



с последующим гомоэпитаксиальным ростом  $Co_F$  и  $Co_K$  и распадом  $Co_K$  на  $Co_F$  и остаточную фазу  $Co_K(ост)$ .

3. В пленках Co-Cr не весь Cr растворен в решетке Co и, кроме  $\epsilon$ - и  $\gamma$ -фаз, в них присутствуют неферромагнитные фазы -  $Cr_2O_3$  и Cr. Это приводит к отличиям концентрационных зависимостей  $I_S$  для пленок и массивных сплавов, в которых  $I_S = 0$  уже при 22% Cr, а пленки ферромагнитны до  $C = 43\%$  Cr.

Из анализа литературных данных о магнитных свойствах фаз ( $I_S$ ,  $K_1$  и  $K_2$ ,  $\lambda_S$ ), образующихся в Co, сплавах Co-Fe и Co-Cr, сделан вывод о том, что ГЦК- и ОЦК-фазы должны быть низкокоэрцитивными. Проведена оценка критического поля  $H_0$  смещения доменной стенки на плоской межзеренной границе ГЦК- и ГПУ- кристаллов. Показано, что величина  $H_0$ , а в конечном счете  $H_C$ , определяется константой анизотропии  $K_1$  гексагональной фазы, которая почти на порядок превышает  $K_1$  в ГЦК-фазе. Таким образом, в исследованных пленках, перемещающихся смещением доменных границ, фазовый состав является фактором, определяющим  $H_C$ . В закритических пленках, перемещающихся вращением  $I_S$ , фазовый состав влияет на величину константы НПЛА, а через нее - на  $H_C$  и  $H_S$ . Эти выводы подтверждаются экспериментально. Показано, как изменяя фазовый состав и текстуру, можно менять магнитные состояния пленок и уровень их гистерезисных характеристик.

Путем обобщения данных о гистерезисных свойствах, доменной и кристаллической структурах пленок Co-Fe и Co-Cr построены диаграммы магнитных состояний в координатах концентрация-толщи-

на (рис.6 и 7 соответственно). Пленки, находящиеся в "массивном" состоянии (рис.6, область 3), в отличие от закритических пленок, являются магнитомягкими, имеют сглаженную петлю гистерезиса и в них не выявляется ПДС. "Массивное" состояние, предположительно, реализуется в крупнокристаллических пленках, в которых естественная анизотропия (магнитокристаллическая или магнитоупругая), локализованная в кристаллитах или их группах, соизмерима с НПА или превышает ее.

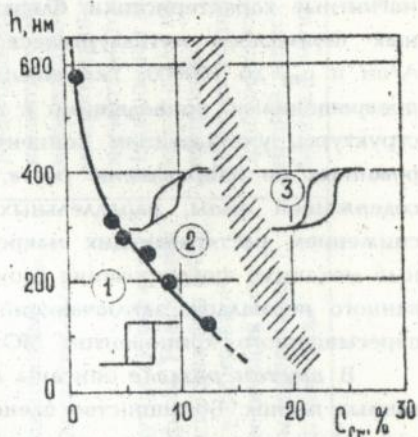
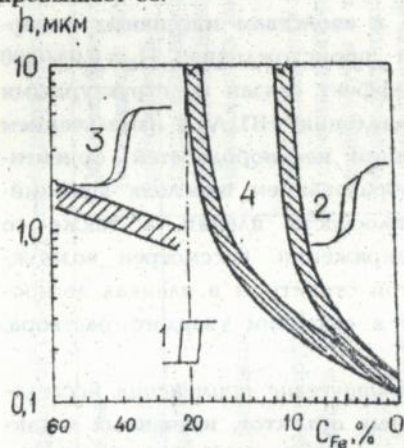


Рис.6. Диаграмма магнитных состояний в пленках Co-Fe. 1 - тонкопленочное состояние; 2 - закритическое состояние; 3 - "массивное" состояние; 4 - область закритического состояния, реализующегося по магнитоупругому механизму.

Рис.7. Диаграмма магнитных состояний в пленках Co-Cr. 1, 2 - то же, что и на рис.6; 3 - "мелкодоменное" состояние.

"Мелкодоменное" состояние (рис.7, область 3) реализуется в сильнолегированных пленках Co-Cr, в которых кристаллиты разобзаются немагнитными фазами ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , Cr) настолько, что перемагничивание осуществляется неоднородным вращением  $\vec{I}_S$  в дискретных областях с размерами  $\sim 1$  мкм.

Исследованы различные механизмы уменьшения или подавления НПА в пленках Ni-Fe с целью изготовления магнитомягких слоев толщиной до десятков или сотен микрометров с  $H_C \ll 1 \text{ А/см}$  и максимальной проницаемостью  $\mu_m$  порядка  $10^4$ - $10^5$ : 1-снижение концентрации неоднородностей при термической обработке; 2-снижение граничной энергии в многослойных системах пермаллой - SiO; 3-ком-

пенсация НПЛА за счет магнитоупругой энергии; 4-легирование. Предложены и физически обоснованы способы решения указанной проблемы: подбор режимов осаждения и термической обработки и др.

Установлено также, что традиционные принципы легирования пермаллоя малоэффективны при изготовлении магнитомягких пленок путем конденсации в вакууме. Пленки пермаллоя, легированного кремнием и его окислами, при оптимальном уровне концентрации легирующих добавок и режимов изготовления имеют рекордные магнитные характеристики, близкие к свойствам массивных бинарных пермаллоев металлургического происхождения:  $H_C = 0.05 + 0.08$  А/см и  $\mu_m$  до 100000. Указанный эффект связан со структурными превращениями, приводящими к подавлению НПЛА: с измельчением структуры, уменьшением концентрации неоднородностей, ориентированных по направлению роста, образованием прослоек кремний-содержащей фазы, параллельных плоскости пленки, а также со снижением растягивающих макронапряжений. Рассмотрен возможный механизм формирования слоистой структуры в пленках легированного пермаллоя, заключающийся в старении твердого раствора, пересыщенного "компонентом" SiOx.

В шестом разделе описаны практические применения исследованных пленок. Большинство пленочных объектов, изученных в данной работе, имеют прикладное значение - Ni-Fe, Ni-Fe-SiO, Co, Co-Fe, Co-Cr, Co-P. Результаты исследования структурно-магнитных эффектов в этих пленках положены в основу оригинальных технических решений (см. таблицу).

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В поликристаллических и аморфных пленках 3d-металлов и сплавов систематически исследованы структурные характеристики (текстуры, макронапряжения, фазовый состав, макро- и микропористость и др.) и магнитные свойства ( $H_S$ ,  $H_C$ ,  $J_r$ , ширина полосовых доменов D и др.), зависящие от непланарной анизотропии (НПЛА), в результате чего определены структурно-магнитные механизмы формирования этой анизотропии.

1. Аксиальные текстуры, возникающие в пленках, влияют на НПЛА по магнитокристаллическому механизму следующим образом: текстура (0001) ГПУ-фазы определяет НПЛА в Co и существенно влияет на нее в Co-Cr и Co-Fe, а ориентировки  $(10\bar{1}0)$ ,  $(20\bar{2}1)$  и  $(21\bar{3}0)$

## Практические применения пленочных материалов с регулируемой непланарной анизотропией.

	Пленочный материал (ПМ) и его характеристики	Используемые эффекты. Свойства ПМ.	Области применения ПМ. Технические объекты, их возможности.
1. 1а.	Закритические пленки Ni-Fe с полосовой доменной структурой (ПДС). Период ПДС $D \sim 10^{-5} + 10^{-4}$ см	Зависимость $D$ от упругих напряжений $\sigma$ . Устойчивость ПДС к внешним воздействиям. Зависимость $D$ от термоупругих напряжений. Устойчивость ПДС.	<i>Измерительная техника.</i> Тензодатчики: измерение и визуализация напряжений  <i>Измерительная техника.</i> Термоиндикаторы: измерение температуры и визуализация температурного поля.
2.	Магнитомягкие пленки Ni-Fe, Ni-Fe-SiO <sub>2</sub> . $h \sim 2 + 300$ мкм. $H_C \sim 0.05 + 0.2$ А/см. $\mu_{\text{ш}} \approx 100000$ .	Подавление НПЛА при помощи: -легирования; -конденсации при повышенных $T_{\text{п}}$ ; -создания ПЛН <sub>Г</sub> в плоскости слоя; -термообработки	<i>Прецизионное приборостроение.</i> Пленочные магнитопроводы: -магнитные экраны; -магнитопроводы электромеханических приборов; -магнитные головки.
3.	Магнитомягкие пленки Co и Co-Fe.	Подавление НПЛА путем снижения концентрации ГПУ-фазы. Реализация тонкопленочного состояния при $h < h_k$	<i>Нейтронная техника.</i> Зеркала для поляризации тепловых нейтронов.
4.	Магнитотвердые пленки Co и Co-Cr.	Реализация высококоэрцитивного состояния за счет увеличения концентрации ГПУ фазы и регулирования характеристик текстуры	<i>Техника магнитной записи.</i> <i>Приборостроение.</i> Среды для магнитной записи информации. Датчики магнитного поля

в Co и Co-Cr обуславливают отрицательный вклад в непланарную анизотропию; текстура (100) в Fe может обеспечить определяющий вклад в НПЛА лишь при большом совершенстве ориентировки (угол рассеяния оси  $\Delta\rho < 10 + 20^\circ$ ).

2. Анизомерные неоднородности, ориентированные непараллельно плоскости слоя, оказывают основное влияние на НПЛА пленок бинарного и легированного пермаллоя, а также пленок Co-P по магнитоэластическому механизму.

3. Магнитоупругий механизм формирования НПЛА проявляется через макронапряжения  $\sigma$ , которые в изученных пленках являются плоскими и, как правило, симметричными. Растягивающие макронапряжения ( $\sigma > 0$ ) - основная причина этой анизотропии в пленках Ni и Co-Fe, содержащих 8÷15% Fe. В других пленках при  $K_\sigma = 3 \cdot \lambda_s \cdot \sigma / 2 > 0$  магнитоупругий механизм вносит сопоставимый вклад в НПЛА наряду с иными структурно-магнитными эффектами (Fe, Ni-Fe и Co-Fe с  $C_{Fe} < 8\%$ ) либо не влияет существенно на нее (Co, Co-Cr). При  $K_\sigma < 0$  эта анизотропия подавляется (компенсируется) при достижении определенного уровня  $\sigma$  (Ni-Fe, Co-P). В пленках Fe влияние напряжений может быть положительным, нулевым или отрицательным - в зависимости от степени совершенства текстуры (100).

4. В большинстве исследованных пленок непланарная анизотропия обусловлена двумя (или более) структурно-магнитными механизмами. Показано, что такие среды описываются на основе представлений о сложной анизотропии, которая при определенных условиях сводится к двухосной анизотропии, характеризующейся суммарной осью и плоскостью легкого намагничивания ( $OLH_C$  и  $PLH_C$ ) и соответствующими им константами  $K_C$  и  $K_{CP}$ , которые связаны с константами элементарных анизотропий. Справедливость представлений о двухосной анизотропии подтверждена экспериментально, в частности, при проведенных впервые систематических исследованиях изменений доменной структуры пленок, в которых анизотропия задавалась ориентированными неоднородностями и варьируемыми в широких пределах внешними одно- и двухосными напряжениями.

5. Распределение векторов намагниченности  $I_S$  в закритических пленках со слабой непланарной анизотропией, имеющей константу  $K_C \ll 2 \cdot \pi \cdot (I_S)^2$ , является неоднородным и в ряде случаев описывается на основе модели полосовой доменной структуры (ПДС) с

замкнутым потоком (типа Ландау-Лифшица).

6. При отжиге аморфных пленок Co-P скорость необратимого разрушения НПЛА больше в том случае, когда вектор намагниченности  $\vec{I}_s$  в процессе отжига непараллелен ОЛН. В закритических пленках, отожженных в размагниченном или остаточно намагниченном состоянии, проявляется неизвестный ранее эффект стабилизации ПДС, который состоит в устойчивом возвращении доменных границ в одни и те же позиции. Механизм стабилизации связан с преимущественным разрушением НПЛА в областях, где вектор  $\vec{I}_s$  непараллелен ОЛН, т.е. в доменных границах и объеме замыкающих доменов. В пленках со стабилизированной ПДС обнаружено и объяснено образование макродоменов, а также другие особенности доменной структуры.

7. При увеличении толщины  $h$  пленок с непланарной анизотропией имеют место новые структурно-размерные эффекты: 1 - размытие критической толщины  $h_k$ , соответствующей переходу из тонкопленочного в закритическое состояние; 2-отличия экспериментальных толщинных зависимостей периода полосовых доменов  $D$  от зависимости  $D = kh^{1/2}$ , полученной при условии постоянства  $K_2$ .

8. Общим для пленок Co, Co-Fe и Co-Cr является формирование ГПУ- и ГЦК-фаз. Из-за больших отличий констант и типов кристаллографической анизотропии этих фаз и образования текстур в ГПУ-фазе фазовый состав в закритических пленках влияет на НПЛА, а через нее - на  $H_c$  и другие характеристики. В тонкопленочном состоянии изменение фазового состава влияет на гистерезисные характеристики из-за задержки смещения доменных стенок на межкристаллитных границах между ГЦК- и ГПУ-фазами.

9. Особенность пленок Co-Cr заключается в том, что часть Cr не растворена в матрице, а находится по границам кристаллитов. Это существенно влияет на формирование магнитных состояний - закритического и "мелкодоменного" в сильнолегированных пленках ( $C_{Cr} > 15-18\%$ ), в которых кристаллиты существенно разобщены неферромагнитными фазами.

10. Для реализации низкокоэрцитивного состояния в толстых ( $h \gg h_k$ ) пленках необходимо *подавить* НПЛА. В Co и Co-Fe это достигается уменьшением количества ГПУ фазы с текстурой (0001), а в Ni-Fe и Co-P - снижением концентрации анизомерных неоднородностей, непараллельных плоскости пленки.

11. Улучшение магнитных характеристик пленок Ni-Fe до уров-

ния массивного пермаллоя ( $H_c \approx 0.04-0.08$  А/см, максимальная проницаемость до 100000) достигнуто путем легирования нетрадиционным способом - введением в расплав кремния или его окислов. Показано, что эти улучшения связаны со структурными превращениями, которые происходят в пленках при распаде пересыщенных твердых растворов Ni-Fe-SiO<sub>x</sub> и приводят к подавлению НГЛА: измельчением структуры из-за уменьшения вытянутости столбчатых кристаллитов; снижением концентрации неоднородностей, ориентированных по молекулярному пучку, и образованием прослоек слабомагнитной кремнийсодержащей фазы, параллельных плоскости пленки.

12. На основе результатов проведенных исследований разработаны *практически значимые пленочные объекты*: тензодатчики, термомониторы, датчики магнитного поля, слои для магнитной записи информации, магнитопроводы тонкопленочных магнитных головок, зеркала для поляризации тепловых нейтронов. По этим разработкам получены авторские свидетельства.

*Основные результаты диссертации опубликованы в работах:*

1. Палатник Л.С., Равлик А.Г. О неоднородности фазового состава и структуры в конденсированных пленках кобальта // Кристаллография. 1965. Т.10, вып.3. С.439-441.

2. Палатник Л.С., Лукашенко Л.И., Равлик А.Г. Исследование пленок пермаллоя с "закритической" петлей гистерезиса // ФТТ. 1965. Т.7, вып.3. С. 2829 - 2833.

3. Палатник Л.С., Равлик А.Г., Рощенко С.Т. Влияние структуры и фазового состава на коэрцитивную силу конденсированных пленок кобальта // Изв.АН СССР, сер.физич. 1966. Т.30, вып.6.С.1055-1058.

4. Palatnik L.S., Fuks M.Ya., Lukashenko L.I., Ravlik A.G. und Kozma A.A. Struktur und magnetischer Eigenschaften von Kondensierten ferromagnetischen Schichten // Phys. stat. sol. 1966. B17. S 543 - 554.

5. Палатник Л.С., Равлик А.Г., Рощенко С.Т. Об изменении коэрцитивной силы ферромагнитных пленок при переходе в "закритическое" состояние // Изв.АН СССР, сер.физич. 1967.Т.31, вып.3. С.428-484.

6. Палатник Л.С., Равлик А.Г., Лукашенко Л.И. Структура и магнитные свойства "закритических" пленок // Сб.Физика металлических пленок.-Киев:Наукова думка.-1968.-С.135-155.

7. Фукс М.Я., Палатник Л.С., Козьма А.А., Ильинский А.И., Равлик А.Г. Внутренние макронапряжения в металлических вакуумных конденсатах // там же.С.95-109.

8. Палатник Л.С., Фукс М.Я., Равлик А.Г., Лукашенко Л.И., Роценко С.Т., Гани В.В., Миневич А.Ш., Белозеров В.В., Козьма А.А. Влияние текстуры и макронапряжений на магнитные свойства пленок с перпендикулярной анизотропией //Сб. Физика магнитных пленок. Материалы Международного симпозиума Иркутск: Иркутский госпединститут.-1968.- С. 3 - 8.

9. Палатник Л.С., Равлик А.Г., Лукашенко Л.И., Самофалов В.Н. Полосовые домены наклонно осажденных закритических пленок пермаллоя //ФТТ. 1969.Т.II, вып.8.С.2130-2134.

10. Palatnik L.S., Ravlik A.G., Roschenko S.T. The effect of texture and internal stresses on the perpendicular anisotropy of vacuum evaporated ferromagnetic films // Thin Solid Films. 1971. v.8. P.447 - 454.

11. Палатник Л.С., Равлик А.Г., Авраменко Б.А., Золотницкий Ю.В., Малышкин В.И. Доменная структура многослойных пленок с перпендикулярной анизотропией //Изв. АН СССР, сер.Физич. 1972. Т.36, вып.6. С.1199-1203.

12. Палатник Л.С., Фукс М.Я., Равлик А.Г., Лукашенко Л.И., Золотницкий Ю.В., Черемской П.Г. Магнитные свойства и микропористость наклонно осажденных "закритических" пленок пермаллоя //ФММ. 1972. Т.34, вып.6. С.1305-1307.

13. Палатник Л.С., Фукс М.Я., Равлик А.Г., Черемской П.Г., Золотницкий Ю.В. Влияние ориентированной пористости на магнитные свойства конденсированных пленок // Сб. Магнитные пленки. Труды 6-го Международн. коллоквиума по тонким магнитным пленкам. - Минск: Вышэйшая школа. - 1974. - С.62-67.

14. Палатник Л.С., Равлик А.Г., Самофалов В.Н. Влияние одноосных напряжений на доменную структуру пленок с перпендикулярной анизотропией //ФТТ. 1977. Т. 19, вып.3. С. 830- 836.

15. Белозеров Д.П., Золотницкий Ю.В., Равлик А.Г., Спольник А.И., Черемской П.Г. Рассеяние однородной спиновой волны на анизомерных ориентированных порах // ФТТ. 1977. Т. 19. вып. 5. С. 1414 - 1419.

16. Палатник Л.С., Равлик А.Г., Самофалов В.Н. Влияние двухосных напряжений на доменную структуру "закритических" пленок // ФТТ. 1978. т.20, вып.2. С.428 - 433.

17. Палатник Л.С., Равлик А.Г., Авраменко Б.А., Лукашенко Л.И. Магнитные свойства пленок сплавов Со-Сг в области перехода из "тонкопленочного" в "закритическое" состояние //ФММ. 1979. Т.47, вып. 2. С. 248 - 289.

18. Палатник Л.С., Равлик А.Г., Самофалов В.Н., Ионова Е.Н., Полоцкий В.А. Влияние одноосной анизотропии, индуцированной напряжениями, на доменную структуру закритических пленок // ФММ. 1979. Т.47, вып.5. С. 954 - 961.
19. Палатник Л.С., Равлик А.Г., Авраменко Б.А., Козьма А.А. Формирование кристаллографической текстуры и ее влияние на магнитные свойства пленок Со-Сг // Металлофизика. 1979. Т.1, N2. С.114 - 121.
20. Палатник Л.С., Равлик А.Г., Рощенко С.Т., Самофалов В.Н., Шипкова И.Г. Стабилизация полосовой доменной структуры в аморфных пленках Со-Р при отжиге // ФТТ.1982.Т.24,вып.12,С.3706 - 3708.
21. Равлик А.Г., Самофалов В.Н., Шипкова И.Г., Шмерова Ю.А. О влиянии упругих напряжений на магнитные состояния и доменную структуру аморфных пленок кобальт - фосфор // Сб. Структура, структурные превращения и магнитные свойства аморфных металлических сплавов. М.: МИСИС. - 1986. - С.114 - 118.
22. Равлик А.Г., Рощенко С.Т., Самофалов В.Н., Шипкова И.Г. Стабилизация полосовой доменной структуры и особенности ее перестройки в аморфных пленках Со-Р // ФММ. 1987. Т.63, вып.3. С. 474 - 481.
23. Великодный А.И., Ивойлов Н.Г., Равлик А.Г., Романов Е.С., Самофалов В.Н., Халитов З.Я. Исследование полосовой доменной структуры ферромагнитных пленок комплексным методом гамма-резонансной спектроскопии // ФММ. 1987. Т. 64, вып. 6. С. 1196 - 1199.
24. Палатник Л.С., Равлик А.Г., Рощенко С.Т., Лукашенко Л.И., Потапов С.В., Аскорян Т.А. Структура и магнитные свойства пленок пермаллоя, легированного кремнием и его окислами // ФММ. 1988. Т. 65, вып. 2. С. 287 - 294.
25. Равлик А.Г., Рощенко С.Т., Самофалов В.Н., Шипкова И.Г., Введенская В.А. Влияние магнитного поля на тип анизотропии электролитических аморфных пленок Со-Р // ФММ, 1988. Т. 65, вып.6. С. 1217 - 1219.
26. Равлик А.Г., Самофалов В.Н., Золотницкий Ю.В., Кегрова Е.Г., Шишатская Т.С. Термондикаторы на основе пленок пермаллоя с полосовой доменной структурой для измерения и визуализации температурных полей // ПТЭ. 1988, N3. С. 241 - 243.
27. Палатник Л.С., Равлик А.Г., Рощенко С.Т., Самофалов В.Н., Шипкова И.Г. Влияние ориентации магнитного поля на кинетику

разрушения перпендикулярной магнитной анизотропии при отжиге аморфных пленок Co-P // ФММ.1990. N10.С. 68 - 73.

28. Lukashenko L.I., Potapov S.V., Ravlik A.G., Roschenko S.T., Samophalov V.N., Shipkova I.G. Dimensional effects of domain structure in narrow stripes of uniaxial magnetic films // Journ. Magn. Mater. 1992. V.116. P. 70 - 72.

29. Равлик А.Г., Самофалов В.Н., Потапов С.В., Костенко А.В. Измерение параметров тонких ферромагнитных пленок при помощи крутильного анисометра // ПТЭ. 1992. N4. С. 147 - 151.

30. Ravlik A.G., Avramenko B.A., Samophalov V.N., Lukashenko L.I., Kravchenko A.E., Yatsenko Yu.I. Magnetic anisotropies in vacuum evaporated Co and Co-Cr films with different axial textures // Proc. 2nd International Symp. Phys. Magn. Mater., V.1.China, Beijing: Intern. Acad. Publishers. - 1992. - P. 349 -352.

31. Палатник А.С., Равлик А.Г., Самофалов В.Н., Яценко Ю.И.; ХПИ. - Способ измерения механических напряжений: А.С. N1017912, СССР, М.Кл.<sup>3</sup> G01b 7/24; Приоритет 07.07.81 // БИ N18, 1983.

32. Ефремов А.И., Кабак А.А., Лубяный Л.З., Палатник А.С., Равлик А.Г., Рощенко С.Т., Самофалов В.Н., Супруновский И.В.: ХПИ, КНПО "Маяк". - Способ изготовления сердечников магнитных головок: А.С. N176378, СССР, М. Кл.<sup>4</sup> G11b 5/27; Приоритет 29.12.83 // БИ N32, 1985.

33. Авраменко Б.А., Бродовой Г.В., Лукашенко Л.И., Палатник А.С., Равлик А.Г.: ХПИ. - Устройство для измерения напряженности поля тонкопленочной магнитной головки: А.С. N1504636, СССР, М: Кл.<sup>4</sup> G1R 33/04; Приоритет 27.08.87 // БИ N32, 1989.

*Равлік А.Г. Структурно-магнітні ефекти у полікристалічних та аморфних плівках з непланарною анізотропією.*

Дисертація, що є рукописом, подана на здобуття наукового ступеня доктора фізико-математичних наук за спеціальностями 01.04.11 - фізика магнітних явищ та 01.04.07 - фізика твердого тіла, Харківський державний університет, Харків, 1995 рік.

Дисертація, основний зміст якої опубліковано у 92 наукових роботах, являє собою експериментальні дослідження структурних факторів, які спричиняють непланарну магнітну анізотропію. Доведено, що складна анізотропія, яка обумовлена кількома структурними чинниками, зводиться до двохосової анізотропії. Показано, що в закритичних плівках з слабкою непланарною анізотропією розподіл векторів намагнічування є неоднорівномірним. Рівень руйнування непланарної анізотропії аморфних плівок Co-P значно вищий в тому разі, якщо вектор намагнічування та вісь легкого намагнічування не паралельні один одному. Це незвичайне явище викликає стійку стабілізацію смугових доменів у відпалених плівках. Розроблено плівкові об'єкти для практичного застосування (датчики, магнітопроводи, дзеркала для поляризації нейтронних потоків та ін.).

**Ключові слова:** магнітна анізотропія, структурні фактори, закритичні плівки, стабілізація доменів.

*Ravlik A.G. Structural-magnetic effects in polycrystalline and amorphous films with nonplanar anisotropy.*

The dissertation is a manuscript and it is presented for getting of the degree of the doctor of physical and mathematical science on specialities 01.04.11 - physics of magnetic phenomena and 01.04.07 - solid state physics; Kharkov State University, 1995 year.

The dissertation represents experimental investigations of structure reasons of nonplanar anisotropy and its principal maintenance has been published in 92 works. It was proved that complicated anisotropy caused by a few structural factors comes to biaxial anisotropy. It was shown that the distribution of vectors of magnetization is not one-dimensional kind in supercritical films with weak nonplanar anisotropy. The degree of nonplanar anisotropy destruction during annealing of amorphous Co-P films is higher if the vector of magnetization is not parallel to easy axis. This remarkable phenomena results in stabilization of stripe domains in annealed Co-P films. Film objects for applied purposes (sensors, magnetic cores, mirrors for neutron beam polarization and others) have been developed.

---

Подписано к печати 25.XI.94г.

Объем 2 печ.л. Уч. -изд.л. 1.75

Формат бумаги 60x84

Бесплатно Тираж 100 экз.

Зак. 2/II09

---

Типография ХВУ, ул. Сумская, 77/79



455327

AB 31.497

**AB 31.497**