

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
имени М.В.ЛОМОНОСОВА»

ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

КАФЕДРА МАГНЕТИЗМА

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ
«Исследование структурных и магнитных характеристик супермаллоя»

Выполнила студентка
219М группы
Ефремова Светлана Леонидовна

Научный руководитель:
д.ф.-м.н., профессор
Шалыгина Елена Евгеньевна

Допущена к защите «29» мая 2020 года.

Зав. кафедрой _____

Проф. Перов Н.С.

Москва

2020

Оглавление	
ВВЕДЕНИЕ.....	3
Глава 1. Обзор литературы.....	8
1.1 История исследования сплавов Ni-Fe.....	8
1.2 Магнитные свойства пермаллоев.....	9
1.3 Электросопротивление.....	11
1.4 Железоникелевые сплавы с добавлением других элементов	12
1.4.1 Влияние Mo на свойства железоникелевых сплавов.....	14
1.5 Применения пермаллоев	16
Глава 2. Методика эксперимента и изучаемые образцы.....	19
2.1 Изучаемые образцы.....	19
2.2 Методы исследования	20
2.2.1 Магнитооптический магнитометр.....	20
2.2.2 Вибрационный магнитометр.....	24
2.2.3 Атомно-силовой микроскоп и установка для измерения эффекта Фарадея	26
2.2.4 Анализ погрешностей эксперимента.....	27
Глава 3. Экспериментальные результаты и их обсуждение	29
3.1 Результаты исследований поверхности тонких плёнок $Ni_{79}Fe_{17}Mo_4$ с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ).....	29
3.2 Результаты исследований магнитных характеристик плёнок $Ni_{79}Fe_{17}Mo_4$ с помощью вибрационного магнитометра	30
3.3 Результаты измерений магнитных характеристик плёнок $Ni_{79}Fe_{17}Mo_4$ с помощью магнитооптического магнитометра	39
3.4 Результаты измерений спектров магнитооптического эффекта Фарадея для тонких плёнок $Ni_{79}Fe_{17}Mo_4$	41
ВЫВОДЫ.....	44
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	45
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	46

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время пермаллои (сплавы Fe и Ni) являются наиболее распространёнными магнитомягкими материалами, что обусловлено их уникальными магнитными свойствами. Указанные сплавы характеризуются высокими значениями магнитной проницаемости и магнитной индукции насыщения, малой коэрцитивной силой, а также близкой к нулю константой магнитострикции. Свойства пермаллоев активно исследовались на протяжении более ста лет. Было установлено, что легирование и термообработка существенно влияют на свойства сплавов, что дало возможность получать магнитные материалы с сильно различающимися характеристиками, необходимыми для разных практических применений. Например, пермаллои могут иметь так называемую наклонную петлю гистерезиса с малой коэрцитивной силой, что требуется при разработке сердечников трансформаторов. Кроме того, для этих материалов могут наблюдаться прямоугольные петли гистерезиса, что обуславливает их использование в устройствах записи информации.

Особого внимания заслуживают железоникелевые сплавы, легированные молибденом. Исследования показали, что добавление молибдена приводит к повышению электросопротивления пермаллоев, и, как следствие, уменьшению потерь при их перемагничивании. При этом увеличивается их начальная и максимальная магнитная проницаемость. Благодаря описанным выше свойствам сплавы пермаллоя с добавлением молибдена получили широкое применение в устройствах, работающих в малых постоянных и переменных магнитных полях.

Как было указано выше, на свойства железоникелевых сплавов сильное влияние оказывает термообработка. Изменения, происходящие в структуре сплавов при отжиге, существенно влияют на процессы их намагничивания и высокочастотного перемагничивания. В частности, рядом исследователей были предложены специальные методы термообработки, позволившие значительно повысить магнитную проницаемость пермаллоев.

Изложенное выше позволяет утверждать, что изучение влияния отжига на магнитные характеристики железоникелевых сплавов является актуальным. Следует отметить, что анализ существующих на сегодняшний день экспериментальных данных показал, что в большинстве работ по изучению свойств тонких плёнок пермаллоя исследуются образцы толщиной не менее 100 нм. Однако исследования свойств железоникелевых сплавов в форме плёнок толщиной нанометрового диапазона также представляют фундаментальный и практический интерес. В частности, малая толщина плёнок делает их прозрачными в видимом и ближнем ИК-диапазоне, что позволяет исследовать наблюдаемые в них магнитооптические эффекты в проходящем свете.

Известно, что супермаллоем называют сплав железа, никеля и молибдена, обладающий рекордно высокими значениями начальной и максимальной магнитной проницаемости по сравнению со многими другими магнитомягкими материалами. Здесь необходимо отметить, что согласно существующим в настоящее время литературным данным супермаллоем принято называть сплав состава 79% Ni, 16% Fe, 5% Mo. Изучаемый в данной работе сплав имеет состав 79% Ni, 17% Fe, 4% Mo. Согласно существующей информации, сплав этого состава в научной литературе обозначается как 4-79 Мо-пермаллой или Мо-пермаллой.

Цели и задачи исследования

Целью данной работы является исследование магнитных и структурных свойств исходных и отожжённых при различных температурах плёнок Мо-пермаллоя нанометровой толщины.

Для достижения поставленной цели были решены следующие задачи:

1. Изучение поверхностных структурных характеристик плёнок сплава 79НМ ($\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{17}\text{Mo}_4$) толщиной 15 и 20 нм, полученных методом магнетронного распыления.

2. Исследование локальных и объёмных магнитных характеристик плёнок Мо-пермаллоя.
3. Изучение влияния отжига на структурные и магнитные свойства исследуемых плёнок.
4. Анализ зависимости коэрцитивной силы, поля насыщения и магнитного момента изучаемых образцов от температуры их отжига.

Положения, выносимые на защиту:

1. Отжиг тонких плёнок $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{17}\text{Mo}_4$ (Мо-пермаллоя), полученных методом магнетронного распыления, сопровождается ростом нанокристаллитов на их поверхности.
2. Плёнки Мо-пермаллоя толщиной 15 нм характеризуются анизотропией магнитных свойств. При этом ось лёгкого намагничивания совпадает с длинной стороной исходных плёнок, из которых были изготовлены изучаемые образцы.
3. Образцы $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{17}\text{Mo}_4$ толщиной 15 нм после отжига при температуре 275 °С характеризуются практически безгистерезисным поведением намагниченности во внешнем магнитном поле. Петли гистерезиса, наблюдаемые для перпендикулярных направлений магнитного поля, практически совпадают.
4. Различие магнитополевого поведения образцов $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{17}\text{Mo}_4$ толщиной 15 нм при ориентациях магнитного поля в двух перпендикулярных направлениях уменьшается при повышении температуры отжига. После отжига при температуре 375 °С образцы становятся изотропными.
5. Отжиг плёнок Мо-пермаллоя толщиной 15 и 20 нм при температурах выше 275 °С обуславливает рост их коэрцитивной силы.
6. Магнитная проницаемость и магнитный момент плёнок $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{17}\text{Mo}_4$ в магнитном поле, приложенном перпендикулярно их плоскости, возрастают вследствие их отжига.

7. Отжиг тонких плёнок $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{17}\text{Mo}_4$ обуславливает рост величины наблюдаемого в них эффекта Фарадея в ИК-диапазоне. Для образцов толщиной 15 нм и 20 нм максимальная величина эффекта Фарадея наблюдается после отжига при температурах 350 °С и 425 °С соответственно.

Научная новизна работы

1. Изучено влияние отжига при различных температурах на структурные изменения тонких плёнок Мо-пермаллоя, происходящие на их поверхности.
2. Исследовано влияние температуры отжига на анизотропию магнитных свойств плёнок $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{17}\text{Mo}_4$ разной толщины.
3. Установлено, что тонкие плёнки $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{17}\text{Mo}_4$ толщиной 15 нм после отжига при 275 °С в течение 1 ч характеризуются безгистерезисным поведением намагниченности во внешнем магнитном поле.
4. Исследовано влияние отжига на магнитные характеристики тонких плёнок $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{17}\text{Mo}_4$.
5. Обнаружено, что после отжига плёнок Мо-пермаллоя наблюдаемый в них эффект Фарадея возрастает в ИК-диапазоне.

Достоверность результатов

Достоверность полученных в ходе работы данных обусловлена применением современного экспериментального оборудования и взаимодополняющих друг друга методик при изучении характеристик исследуемых образцов. Полученные результаты были детально проанализированы и сопоставлены с существующими на сегодняшний день экспериментальными данными.

Практическая значимость

Результаты исследований влияния отжига на магнитные и магнитооптические свойства тонких плёнок $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{17}\text{Mo}_4$ могут быть

использованы при разработке различных оптических систем, а также в устройствах электроники и спинтроники, для которых требуются материалы с определёнными магнитными характеристиками.

Личный вклад автора

Автором был написан литературный обзор по теме диссертации. Магнитные характеристики изучаемых образцов были измерены автором лично на вибрационном магнитометре. Измерения на магнитооптической установке проводились автором совместно с научным руководителем. Изучение структурных характеристик плёнок пермаллоя с помощью АСМ, а также измерение эффекта Фарадея были проведены во ВНИИА им. Н.Л. Духова под руководством д.ф.-м.н. Барышева А.В.

Структура и объём диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, трёх глав, заключения и списка используемой литературы, включающего 19 наименований. Объём работы составляет 48 страниц, включая 21 рисунок и 1 таблицу.

Глава 1. Обзор литературы

1.1 История исследования сплавов Ni-Fe

Впервые магнитные свойства железоникелевых сплавов изучались Дж. Гопкинсоном ещё в 1889 г. [1]. Он обнаружил, что сплав с 25%-ным содержанием Ni, являющийся парамагнитным в момент получения, становится ферромагнитным при охлаждении до $-51\text{ }^{\circ}\text{C}$. В работах [2] и [3] 1910 г. исследовалась зависимость магнитной индукции насыщения железоникелевых сплавов от процентного содержания Ni.

В 1910-х гг. Arnold и Elmen исследовали магнитные свойства железоникелевых сплавов в малых полях [4]. Ими был разработан специальный метод термообработки сплавов для повышения их начальной магнитной проницаемости. Для сплава с 78.5%-ным содержанием Ni было достигнуто рекордное на тот момент значение начальной магнитной проницаемости $\mu_0 = 90000$, что в 200 раз превышает μ_0 для чистого Fe. Авторы дали сплаву название «пермаллой» (англ. «permalloy», от permeability – проницаемость). Следует отметить, что со временем пермаллоями стали называть железоникелевые сплавы с различным содержанием Ni. Благодаря результатам исследований Elmen и др. пермаллой-78 (число указывает процентное содержание никеля) стал применяться в телефонных устройствах, наряду с пермаллоем-45, имеющим высокое удельное электросопротивление и высокую магнитную индукцию насыщения.

В 1924 г. Yensen запатентовал сплав состава 50% Ni, 50% Fe, получивший название «гиперник» («hipernik»). Важным вкладом Yensen является то, что он ввёл термообработку в водороде, посредством которой максимальная магнитная проницаемость 40–50-процентных пермаллоев может быть увеличена в 2–5 раз. Также отжиг в водороде может значительно повысить начальную магнитную проницаемость материалов.

В дальнейшем изучалось влияние добавления других элементов на свойства железоникелевых сплавов. В частности, Elmen в 1921 г. установил,

что добавление Cr приводит к увеличению электросопротивления пермаллоев. В 1924 г. Smith и Garnett получили мю-металл – сплав NiFe с добавлением Cu, обладающий высокими значениями начальной магнитной проницаемости и удельного электросопротивления.

В 1946 г. Boothby и Vozorth получили сплав состава $Ni_{79}Fe_{16}Mo_5$ названный «супермаллой» («supermalloy») [5]. Сплав обладал рекордными значениями начальной и максимальной магнитной проницаемости: μ_0 – до 150000, μ_{max} – до 1200000. При этом минимальное значение коэрцитивной силы для изготовленных образцов составляло 0.002 Э.

За время своего существования пермаллои нашли широкое практическое применение. Благодаря уникальным магнитным свойствам этих сплавов и возможности изменять их характеристики в широких пределах они остаются в числе самых распространённых магнитомягких материалов в технике и в научных исследованиях.

1.2 Магнитные свойства пермаллоев

В зависимости от процентного содержания Ni выделяют низконикелевые (40-50% Ni) и высоконикелевые (72-80% Ni) пермаллои, которые характеризуются различными свойствами, что разграничивает их практическое применение.

На рис. 1 представлены зависимости значений начальной и максимальной магнитной проницаемости железоникелевых сплавов от процентного содержания Ni. Можно видеть, что наибольшими значениями начальной и максимальной магнитной проницаемости обладают сплавы, содержащие приблизительно 78% Ni. При этом на величину магнитной проницаемости также существенно влияет способ обработки сплавов.

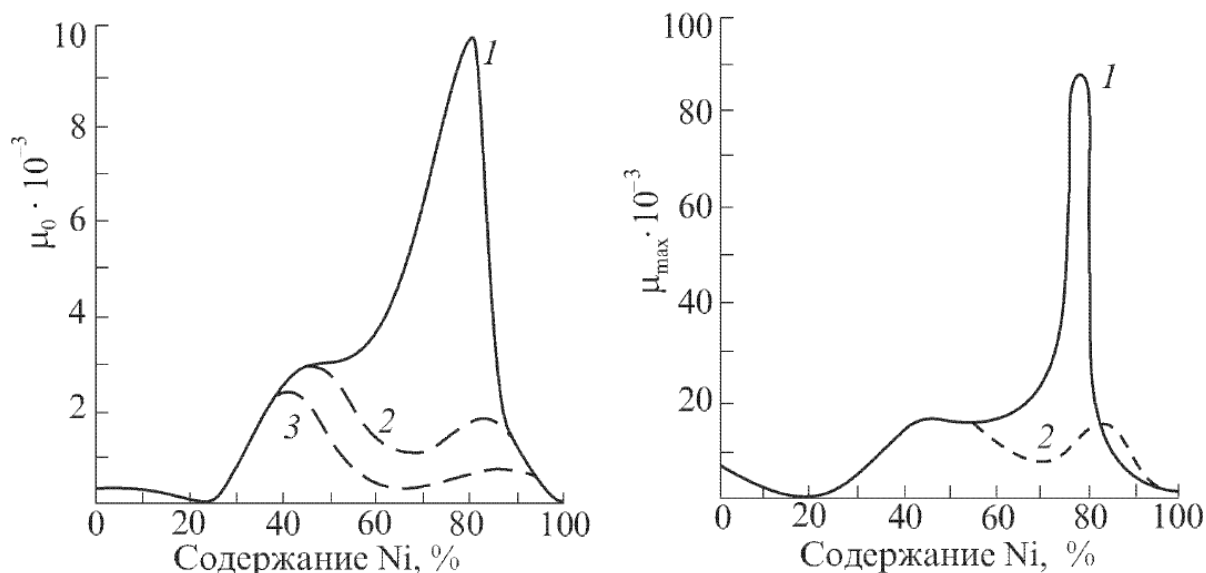


Рисунок 1 – Влияние состава и термообработки на начальную (слева) и максимальную (справа) магнитную проницаемость железоникелевых сплавов: 1 – пермаллойная обработка, 2 – охлаждение в печи, 3 – длительный низкотемпературный отжиг [8].

Наибольшие значения магнитной проницаемости наблюдаются у сплавов, прошедших т.н. пермаллойную обработку, которая заключается в следующем. Сначала образцы выдерживаются в течение часа при 900-950 °С, после чего охлаждаются со скоростью менее 100 °С в час. Затем образцы повторно нагреваются до 600 °С и охлаждаются в воздухе со скоростью 30-80 °С в секунду. Помимо повышения магнитной проницаемости, данная обработка позволяет уменьшить значение коэрцитивной силы высоконикелевых пермаллоев.

Магнитомягкие свойства пермаллоя с 78% Ni были объяснены малыми значениями констант магнитной анизотропии и магнитострикции. Константы анизотропии Fe и Ni имеют разный знак. При приближении содержания Ni в сплаве к 70% его константа анизотропии K_1 проходит через нулевое значение. Константа магнитострикции при таком составе сплава также близка к нулю. Вследствие слабой анизотропии облегчается вращение магнитных моментов от направления оси легкого намагничивания к направлению поля. Благодаря отсутствию магнитострикции при намагничивании не возникает механических напряжений, затрудняющих

смещение доменных границ под действием слабого магнитного поля. Таким образом, процесс намагничивания происходит с малой затратой энергии. Вместе с тем следует отметить, что в двухкомпонентных сплавах Fe и Ni не удалось достигнуть одновременного равенства нулю констант анизотропии и магнитострикции.

На рис. 2 приведена зависимость магнитной индукции насыщения B_S железоникелевых сплавов от процентного содержания Ni. Наибольшими значениями магнитной индукции насыщения обладают низконикелевые пермаллои. В области до 30% Ni значение B_S уменьшается по мере увеличения содержания Ni. Начиная с 30% Ni B_S возрастает и имеет максимум при 45% Ni, далее – убывает, приближаясь к значению индукции насыщения Ni.

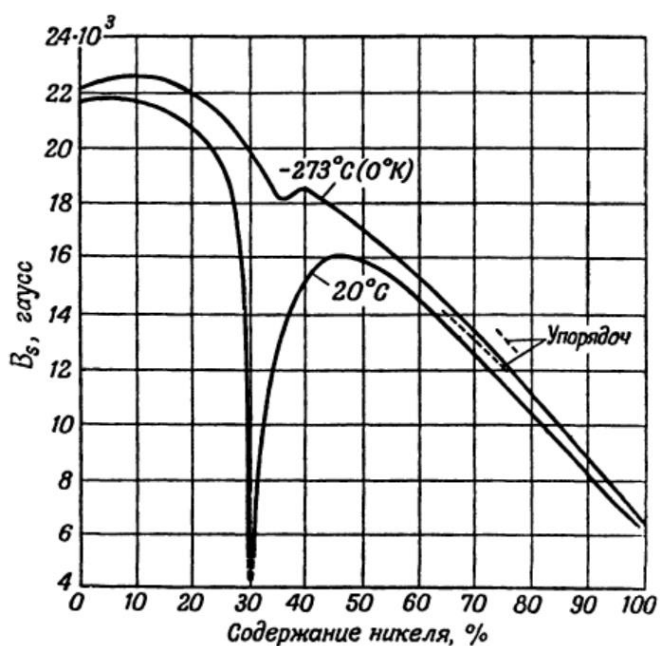


Рисунок 2 – Зависимости магнитной индукции насыщения железоникелевых сплавов от их состава при 20°C и -273°C (экстраполяция) [6].

1.3 Электросопротивление

Зависимости удельного электрического сопротивления ρ железоникелевых сплавов от их состава при различных температурах, полученные в работе [7], приведены на рис. 3. Анализ данных, представленных на рис. 3, показывает следующее. При 30%-ном содержании

Ni происходит переход сплава из α -фазы (ОЦК решётка) в γ -фазу (ГЦК решётка), который сопровождается скачкообразным изменением электросопротивления. Начиная с 30% Ni значение ρ уменьшается по мере увеличения содержания Ni. В связи с этим в высокочастотных переменных полях предпочтительнее применять низконикелевые сплавы (40-50% Ni) для уменьшения потерь на вихревые токи.

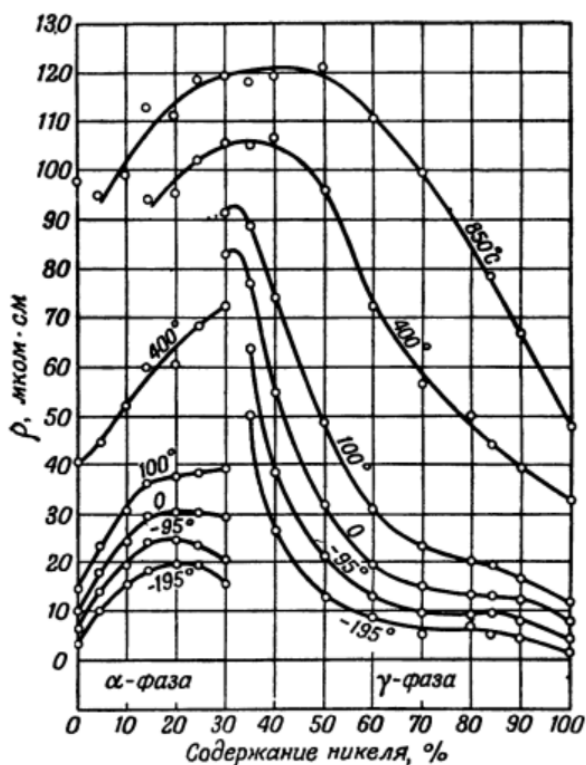


Рисунок 3 – Зависимости удельного электросопротивления железоникелевых сплавов от процентного содержания Ni при различных температурах [6].

1.4 Железоникелевые сплавы с добавлением других элементов

Как указывалось выше, свойства пермаллоев можно варьировать в широких пределах путём изменения их состава. Существенно то, что в трёхкомпонентных сплавах может наблюдаться одновременное равенство нулю констант анизотропии и магнитострикции, что приводит к значительному улучшению их магнитомягких свойств. Обычно пермаллои легируют молибденом (Mo), хромом (Cr), медью (Cu), марганцем (Mn), ванадием (V), кремнием (Si) и другими элементами. В настоящее время установлено, что Mo и Cr повышают удельное сопротивление и начальную

магнитную проницаемость пермаллоев и уменьшают чувствительность сплавов к механическим деформациям. Однако при этом снижается величина их магнитной индукции насыщения. Си увеличивает постоянство магнитной проницаемости в малых магнитных полях, повышает термостабильность и удельное электросопротивление, а также делает сплавы легко поддающимися механической обработке. Добавление Mn значительно повышает электросопротивление железоникелевых сплавов и приводит к уменьшению их коэрцитивной силы.

Железоникелевые сплавы с добавлением Со обладают сочетанием малых потерь на перемагничивание и высокого значения начальной магнитной проницаемости. Сплав состава $Fe_{30}Ni_{45}Co_{25}$ характеризуется постоянным значением магнитной проницаемости в малых полях и потому получил название «перминвар» (англ. «perminvar», от permeability – проницаемость и invariable – неизменный). Петли гистерезиса перминвара имеют характерную «перетянутую» форму, которая изменяется в результате его термообработки или внешних напряжений. Примеры петель гистерезиса, наблюдающиеся при перемагничивании перминвара в магнитных полях различной величины, изображены на рис. 4.

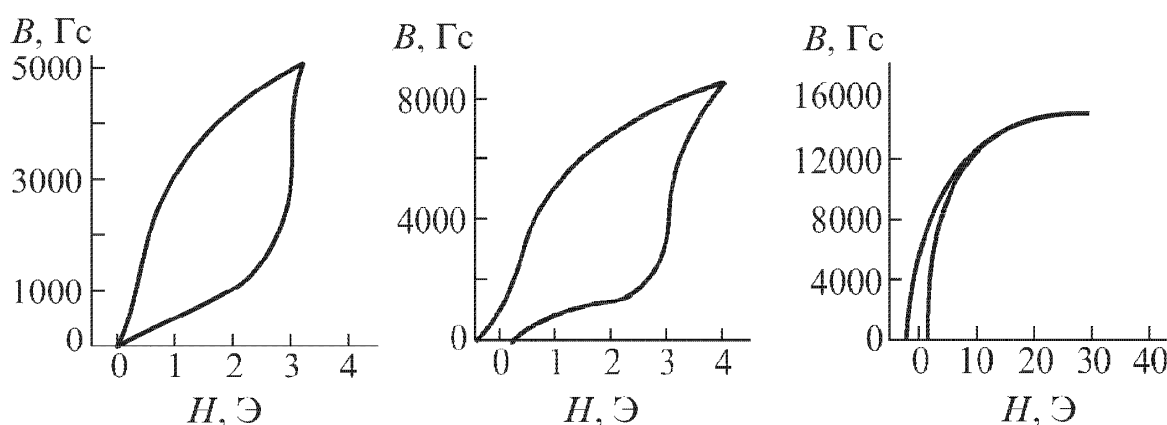


Рисунок 4 – Петли гистерезиса перминвара (30% Fe, 45% Ni, 25% Co), наблюдаемые для различных амплитуд внешнего магнитного поля [8].

1.4.1 Влияние Мо на свойства железоникелевых сплавов

Широкое распространение получили железоникелевые сплавы с добавлением молибдена. Изначально пермаллои легировали Мо с целью увеличения их удельного электросопротивления. Было установлено, что добавление Мо также приводит к увеличению магнитной проницаемости железоникелевых сплавов. На рис. 5 приведены зависимости начальной и максимальной магнитной проницаемости высоконикелевых пермаллоев от содержания Мо при разных способах термообработки.

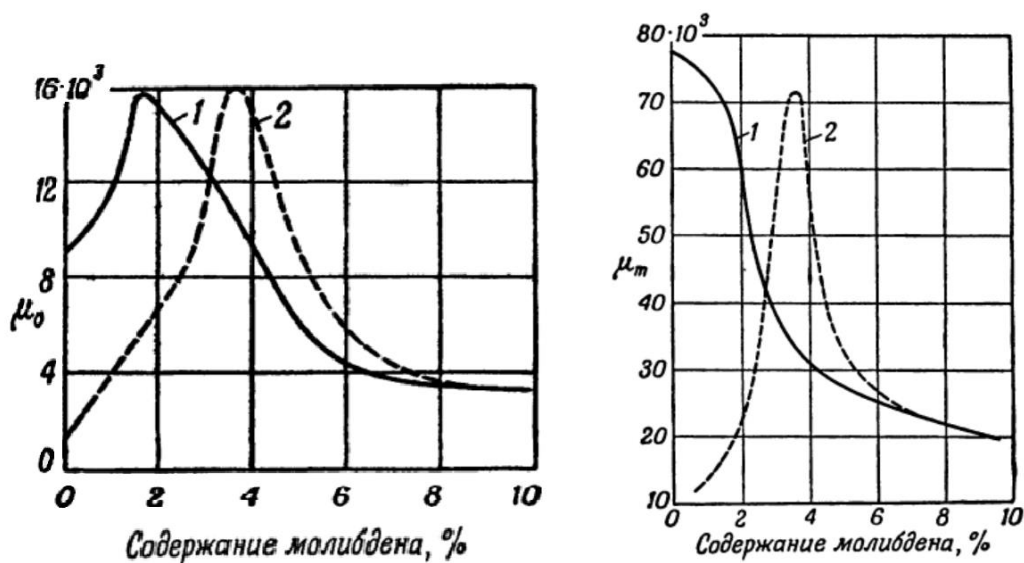


Рисунок 5 – Зависимости начальной (слева) и максимальной (справа) магнитной проницаемости сплавов NiFeMo с 78%-ным содержанием Ni от процентного содержания Мо. 1 – пермаллойная обработка, 2 – охлаждение с печью [6].

В настоящее время установлено, что рекордными значениями начальной и максимальной магнитной проницаемости обладает сплав состава 79% Ni, 16% Fe, 5% Мо, называемый «супермаллой». Магнитомягкие свойства супермаллоя можно объяснить тем, что при указанном выше составе сплава и надлежащей термообработке константы анизотропии и магнитострикции сплава практически равны нулю, что облегчает процессы его перемагничивания. На рис. 6 и рис. 7 представлены полевые зависимости магнитной проницаемости супермаллоя. Для сравнения даны кривые проницаемостей для других сплавов.

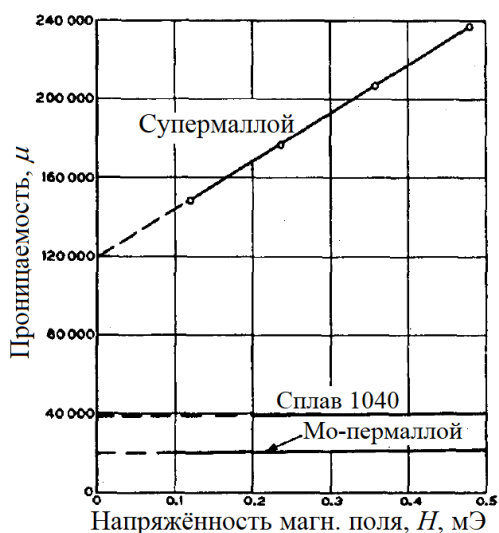


Рисунок 6 – Поведение магнитной проницаемости супермаллоя, сплава 1040 ($\text{Ni}_{72}\text{Cu}_{14}\text{Mo}_3$) и Мо-пермаллоя в малых магнитных полях [5].

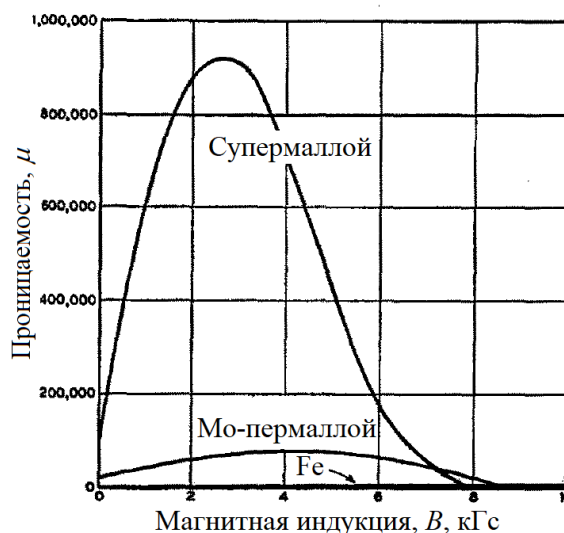


Рисунок 7 – Зависимости магнитной проницаемости супермаллоя, Мо-пермаллоя и чистого Fe от величины магнитного поля [5].

К настоящему времени получено множество пермаллоев разного состава, широко применяющихся в технике. В табл. 1 приведены характеристики некоторых железоникелевых сплавов [8].

Таблица 1. Основные свойства железоникелевых сплавов.

Название и состав сплава	Нач. пр-ть μ_0	Макс. пр-ть μ_{\max}	Индукция насыщения B_s , Гс	Коэфц. сила H_c , Э	Уд. сопр-е ρ , Ом · мм ² /м
Пермаллой-78.5 ($\text{Ni}_{78.5}\text{Fe}_{21.5}$)	10000	105000	10700	0.05	0.16
Мо-пермаллой ($\text{Ni}_{78.5}\text{Fe}_{17.7}\text{Mo}_{3.8}$)	20000	75000	8500	0.05	0.55
Cr-пермаллой ($\text{Ni}_{78.5}\text{Fe}_{17.7}\text{Cr}_{3.8}$)	12000	62000	8000	0.05	0.65
Мю-металл ($\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{15.2}\text{Mn}_{0.8}\text{Cr}_2\text{Cu}_6$)	30000	100000	8500	0.03	0.42
Супермаллой ($\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{16}\text{Mo}_5$)	100000	800000	8000	0.004	0.60
Пермаллой-45 ($\text{Ni}_{45}\text{Fe}_{55}$)	2000	23000	16000		0.45

1.5 Применения пермаллоев

Пермаллои с высоким содержанием никеля, характеризующиеся большими значениями начальной магнитной проницаемости, нашли широкое применение в измерительных элементах, автоматических и радиотехнических устройствах при их работе в слабых магнитных полях.

Вместе с тем известно, что для высоконикелевых пермаллоев характерны низкие значения удельного электросопротивления. Вследствие этого в них могут возникать большие потери на вихревые токи. Поэтому в сердечниках импульсных трансформаторов и трансформаторов звуковой частоты, а также дросселях применяются пермаллои с приблизительно 50%-ным содержанием Ni, обладающие высокими значениями электросопротивления и магнитной индукции насыщения.

Как было указано выше, железоникелевые сплавы, легированные Mo, обладают высокими значениями начальной магнитной проницаемости. Благодаря этому свойству они широко используются в устройствах, работающих в малых магнитных полях. Вместе с тем эти сплавы характеризуются высокими значениями удельного электросопротивления, что делает их перспективными материалами для использования в высокочастотных полях. В частности, распространение получили нанокристаллические сплавы Mo-пермаллоя, полученные в виде порошка, с содержанием Ni порядка 80%. Такие материалы сочетают в себе магнитомягкие свойства пермаллоев и нанокристаллических сплавов. В работе [9] исследовались свойства порошков NiFe и NiFeMo, полученных путём измельчения плёнок этих сплавов. Поскольку данные сплавы имеют близкую к нулю константу магнитострикции, при изготовлении объёмных образцов путём прессования таких порошков не наводится дополнительная анизотропия, а полученные таким способом образцы проявляют уникальные магнитомягкие свойства. Порошки NiFeMo также изготавливают путём механического легирования [10]. При изготовлении таких порошков помимо компонентов ферромагнитной фазы также добавляют связующее вещество-

диэлектрик, что приводит к значительному повышению электрического сопротивления.

Сплавы NiFeMo являются также перспективными для применения в чувствительных датчиках магнитного поля, в частности, работающих на основе эффекта магнитоимпеданса. Эффект магнитоимпеданса активно исследовался в микропроводах [11] и тонких плёнках [12] NiFeMo. Выбор этих сплавов обусловлен их уникальными магнитомягкими свойствами, в частности, высокой магнитной проницаемостью и малой коэрцитивной силой.

Изменения состава сплавов и применение различных обработок позволили получить железоникелевые сплавы с самыми разнообразными свойствами, необходимыми для разных практических применений. Наибольшее распространение получили следующие сплавы:

- Инвар ($\text{Ni}_{36}\text{Fe}_{64}$) – сплав с малым коэффициентом теплового расширения;
- Гиперник, или перменорм ($\text{Ni}_{50}\text{Fe}_{50}$) – сплав с прямоугольной петлёй гистерезиса;
- Мю-металл (содержит приблизительно 77% Ni, 16% Fe с добавлением 5% Cu и 2% Mo или Cr) – сплав с высокой магнитной проницаемостью, наряду с супермаллоем;
- Перминвар ($\text{Ni}_{45}\text{Fe}_{30}\text{Co}_{25}$) – сплав с постоянной магнитной проницаемостью в малых полях, изоперм ($\text{Ni}_{36}\text{Fe}_{55}\text{Cu}_9$) – сплав с постоянной магнитной проницаемостью;
- Термофлюкс (сплав NiFe с приблизительно 30% Ni) – сплав с линейной зависимостью магнитной индукции от температуры;
- Криоперм (80% Ni, 4.2–5.2% Mo, ост. – Fe) – сплав, имеющий высокую магнитную проницаемость при низких температурах.

В последние годы пермаллои активно используются для изготовления магнитных наноструктур, что также обусловлено их высокой магнитной проницаемостью и низкой коэрцитивной силой [13]. Кроме того, пермаллои

являются перспективными материалами для спинтроники, где они используются для генерации спин-поляризованных токов, в частности, в спин-вентильных структурах [14].

Учитывая вышеизложенное, можно утверждать, что изучение магнитных свойств пермаллоев, в том числе в виде тонких плёнок, остаётся актуальной задачей и в настоящее время. Кроме того, анализ существующих на сегодняшний день экспериментальных работ показал, что в основном изучаются плёнки пермаллоя толщиной порядка сотен нанометров. Вместе с тем изучение магнитных характеристик плёнок пермаллоя толщиной порядка нескольких десятков нанометров, безусловно, представляет научный и практический интерес.

Глава 2. Методика эксперимента и изучаемые образцы

2.1 Изучаемые образцы

В работе исследуются плёнки сплава 79НМ (79% Ni, 17% Fe, 4% Mo), полученные методом магнетронного распыления на холодную стеклянную подложку. Во время распыления подложки были расположены на вращающемся держателе на расстоянии 200 мм от мишени. Для контроля толщины образцов использовался метод оптического контроля, который заключается в следующем. В центре держателя имеется отверстие, через которое осуществляется прохождение света на неподвижный контрольный образец. Таким образом, распыляемый материал попадает как на вращающиеся подложки, так и на контрольный образец в центре вращения. Распыление прекращается в момент, когда пропускание света через контрольный образец снижается до значения, соответствующего требуемой толщине изготавливаемых плёнок. Перед началом распыления вакуумная камера была откачана до давления $5 \cdot 10^{-5}$ Па. Аргон вводился в камеру с помощью регулятора расхода газа до давления 0.1 Па и постоянно перекачивался через вакуумную систему в процессе распыления. Мишень распылялась при напряжении 700 В и силе тока 0.5 А. Полученные таким образом тонкие плёнки пермаллоя в дальнейшем были отожжены в печи при различных температурах в течение 1 ч. Скорость нагрева в печи составляла $750 \text{ }^\circ\text{C} / \text{ч}$.

В работе изучаются 2 серии образцов, обозначаемые далее как серия 1 и серия 2. Образцы 1-й серии были прямоугольной формы и имели размеры $15 \times 26 \text{ мм}^2$. Толщина плёнок была порядка 20 нм. Они были отожжены при температурах от 300 до $450 \text{ }^\circ\text{C}$. Образцы 1-й серии имели размеры, не позволяющие корректно оценивать их магнитные моменты с помощью вибрационного магнитометра. Кроме того, различие длины и ширины образцов обуславливало наличие анизотропии формы, влияющей на вид кривых намагничивания.

Для того чтобы изучить влияние отжига на намагниченность тонких плёнок пермаллоя, а также снизить влияние анизотропии формы, была изготовлена 2-я серия образцов квадратной формы. Исходные плёнки этой серии были разрезаны на образцы размерами $10 \times 10 \text{ мм}^2$ и $7 \times 7 \text{ мм}^2$. Толщина плёнок 2-й серии была порядка 15 нм. В дальнейшем эти образцы были отожжены при температурах от 275 до 375 °С.

2.2 Методы исследования

2.2.1 Магнитооптический магнитометр

Измерения кривых намагничивания изучаемых образцов были выполнены на модернизированной магнитооптической установке, собранной на базе микроскопа МИС-11 (магнитооптический магнитометр). Блок-схема установки приведена на рис. 8 [15].

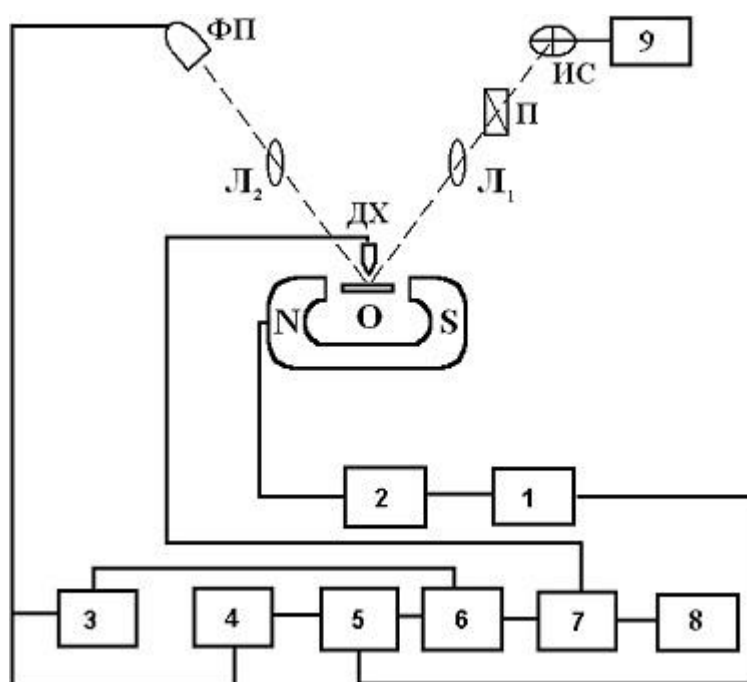


Рисунок 8 – Блок-схема магнитооптической установки, созданной на базе микроскопа МИС-11 [15].

1. Генератор звуковых частот ЗГ-102.
2. Усилитель мощности УМ-50.
3. Микровольтметр постоянного тока В2-11.
4. Селективный усилитель У2-8.

5. Синхронный детектор СД-1.
6. Блок деления.
7. Аналого-цифровой преобразователь Е-24.
8. Персональный компьютер.
9. Блок питания лампы.

ИС – источник света.

П – поляризатор.

Л₁ – система линз первого тубуса.

Л₂ – система линз второго тубуса.

О – образец.

ДХ – датчик Холла.

ФП – фотоприёмник.

Свет от источника света ИС (в данном случае лампа К-12, питаемая от стабилизированного источника питания) проходит через поляризатор П и с помощью системы линз Л₁ первого тубуса микроскопа фокусируется на образец О, расположенный между полюсами электромагнита. Угол падения света на образец равен 45°. Размер локального участка поверхности изучаемого образца определяется диаметром полевой диафрагмы, расположенной в первом тубусе микроскопа. С учетом возможного изменения увеличения микроскопа диаметр светового пятна на образце может варьироваться от нескольких миллиметров до нескольких десятков микрон. Толщина изучаемого приповерхностного слоя в данном случае была порядка 20 нм. Отражённый от образца свет системой линз Л₂ второго тубуса собирается в плоскости изображения микроскопа, где расположен приёмник излучения ФП (германиевый фотодиод).

Электрический сигнал, пропорциональный интенсивности падающего на фотодиод света, поступает на вход измерительной системы. В работе использовался модуляционный метод регистрации магнитооптических эффектов. Преимущество данного метода заключается в том, что его применение позволяет устранить влияние колебаний интенсивности

источника света, влияние флуктуаций фототока, и в силу того, что он является дифференциальным, его чувствительность увеличивается по сравнению со статическим методом на 2-3 порядка, то есть возможно измерение относительного изменения интенсивности отражённого света от перемещаемого образца вплоть до 10^{-4} - 10^{-5} .

На исследуемый образец с помощью магнита подаётся переменное магнитное поле с частотой $f = 80$ Гц. Питание магнита осуществляется от генератора низких частот ЗГ-102 через усилитель мощности УМ-50, соединённых по схеме резонансного включения. Изменение намагниченности засвеченного участка поверхности под действием периодически изменяющегося внешнего магнитного поля приводит к изменению интенсивности света за счёт магнитооптического эффекта. Это изменение интенсивности регистрируется фотоприёмником. В цепи приёмника излучения возникают два сигнала:

- постоянное напряжение U_0 , пропорциональное интенсивности I_0 света, отражённого от образца в отсутствие магнитного поля,

- переменное напряжение U_{\sim} , пропорциональное глубине модуляции интенсивности отражённого от образца света ΔI с частотой f за счёт магнитооптического эффекта при изменении намагниченности образца от M до $-M$. $\Delta I = (I - I_0) \propto \Delta M$, где I – интенсивность света, отражённого от намагниченного образца.

Значения U_0 и U_{\sim} определяют знак и величину магнитооптического эффекта δ , который рассчитывается по формуле:

$$\delta = \sqrt{2} U_{\sim} / U_0$$

Постоянное напряжение U_0 измеряется микровольтметром постоянного тока В2-11, а переменное напряжение U_{\sim} – усилителем-преобразователем У2-8 с синхронным детектором СД-1. Роль детектора сводится к подавлению сигналов с частотой следования, отличающейся от частоты опорного сигнала, задаваемого генератором ЗГ-102, и к регистрации

изменения фазы сигнала. С выхода СД-1 и В2-11 сигналы подаются на вход блока деления. С блока деления сигнал, пропорциональный отношению переменной и постоянной составляющих интенсивности отражённого света, подаётся на вход АЦП Е-24. Фактически в данном случае регистрируется относительное изменение интенсивности отражённого света при изменении амплитуды перемещающего изучаемый образец поля. На второй вход АЦП подаётся напряжение, пропорциональное напряжённости магнитного поля в зазоре электромагнита. Магнитное поле регистрируется датчиком Холла, закреплённым между тубусами микроскопа таким образом, чтобы фиксировать значения поля на участке проведения измерения. Указанные сигналы с АЦП поступают на компьютер, где они регистрируются с помощью программы «Power Graph». Дальнейшая обработка результатов производится с использованием программы, пересчитывающей измеряемые величины в зависимость приведённых значений намагниченности M/M_S (M_S - намагниченность насыщения) от величины H . Таким образом, измеряются зависимости $\delta(H)/\delta_S \propto M(H)/M_S$ (δ_S - значение ЭЭК при $M = M_S$) при изменении внешнего магнитного поля H .

Изучаемые образцы вместе с электромагнитом устанавливались на предметном столике микроскопа, снабжённом двумя микроподачами, позволяющими перемещать образец в двух взаимно перпендикулярных направлениях с точностью до ± 5 мкм при увеличении 500. Поляризация света осуществлялась с помощью поляризатора Глана-Томпсона (степень поляризации $\sim 10^{-4}$), снабжённого лимбом, позволяющим выставлять угол поляризации с точностью $\sim 0.5^\circ$.

Основные технические данные установки:

- 1) минимальная величина регистрируемого относительного изменения интенсивности отражённого от перемещаемого образца света составляет $5 \cdot 10^{-5}$;
- 2) минимальный диаметр изучаемого локального участка образца с учётом увеличения микроскопа равен 20 мкм.

Кривые намагничивания для изучаемых образцов были измерены на вышеописанной установке с помощью экваториального эффекта Керра (ЭЭК). В случае ЭЭК магнитное поле приложено параллельно поверхности образца и перпендикулярно плоскости падения света.

2.2.2 Вибрационный магнитометр

Объёмные магнитные характеристики изучаемых образцов были исследованы с помощью вибрационного магнитометра фирмы «Lake Shore» VSM 7400. На рис. 9 приведена блок-схема вибрационного магнитометра [16].

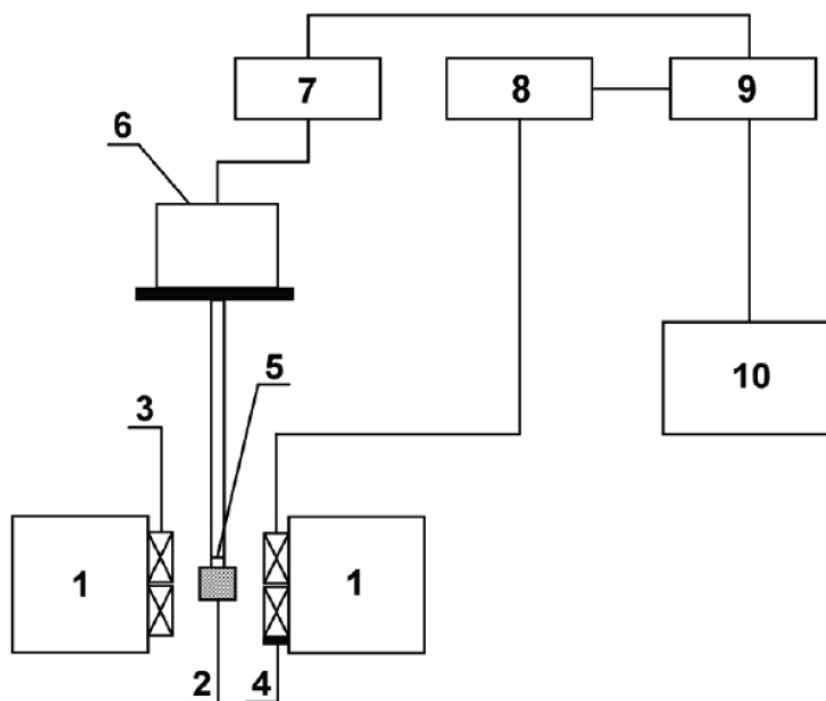


Рисунок 9 – Блок-схема вибрационного магнитометра [16].

- | | |
|---------------------|---------------------------------------|
| 1. Электромагнит | 7. Генератор низкочастотных колебаний |
| 2. Образец | 8. Усилитель |
| 3. Приемные катушки | 9. Синхронный детектор |
| 4. Датчик Холла | 10. Персональный компьютер |
| 5. Термопара | |
| 6. Вибратор | |

Исследования на вибрационном магнитометре, как правило, проводятся в однородных магнитных полях, создаваемых электромагнитом (1) или соленоидом (в том числе сверхпроводящим). Образец (2), закреплённый на штоке, совершает гармонические колебания, которые создаются генератором механических колебаний (вибратором) (6), на который подаётся напряжение от низкочастотного генератора (7). Переменный сигнал, амплитуда которого пропорциональна магнитному моменту исследуемого образца, усиливается в селективном усилителе (8), величина амплитуды определяется с помощью синхронного детектора (9), полученный сигнал оцифровывается и подается на персональный компьютер (10). В измерительной цепи находятся датчик измерения магнитного поля (датчик Холла (4)) и датчик измерения температуры (термопара (5)). Последний подключается, если имеется возможность оснастить магнитометр температурной приставкой для проведения измерений в широком диапазоне температур.

Принцип работы вибрационного магнитометра основан на использовании закона электромагнитной индукции. Когда исследуемый образец, имеющий магнитный момент M , совершает гармонические колебания с частотой ω и амплитудой A , он представляет собой магнитный диполь и излучает электромагнитные волны. Если приёмная система катушек имеет N витков и характеризуется геометрическим фактором $G(r)$ (пространственная функция распределения, зависящая от числа витков в катушках и их расположения), то по величине ЭДС (E) в приемных катушках можно вычислить величину магнитного момента образца:

$$E = \frac{1}{2} MG(r) NA \omega \cos(\omega t)$$

Основные параметры вибрационного магнитометра «LakeShore»:

- 1) Максимальная величина магнитного поля – 16 кЭ;
- 2) Дискретность изменения величины магнитного поля – 0.1 Э;
- 3) Точность изменения величины магнитного поля – 0.1 Э;

- 4) Стабильность поддержания температуры измерений выбирается программно в интервале 0.1–1К и определяется из соотношения необходимая точность/длительность измерения;
- 5) Точность измерения величины магнитного момента – 10^{-7} emu (emu – electromagnetic units), $1 \text{ emu} = 1 \text{ Гс} \cdot \text{см}^3$;
- 6) Диапазон температур измерений: 4.2–400 К (в криостате), 293–1000 К (в термостате).

2.2.3 Атомно-силовой микроскоп и установка для измерения эффекта Фарадея

Измерения на атомно-силовом микроскопе и измерения эффекта Фарадея проводились во ВНИИА им. Н.Л. Духова. Для изучения топографии поверхности исследуемых образцов применялся атомно-силовой микроскоп NT-MDT ИНТЕГРА [17]. Измерения проводились в полуконтактном режиме работы АСМ. Полученные на АСМ изображения были в дальнейшем были обработаны с помощью программы «Nova», представленной изготовителями АСМ [18].

Измерения эффекта Фарадея проводились на установке, собранной на основе эллипсометра J.A. Woollam V-VASE и электромагнита, создающего постоянное магнитное поле напряжённостью до 5 кЭ. Подробное описание работы эллипсометра можно найти в [19].

Эллипсометрия является высокочувствительным методом изучения оптических свойств материалов. В основе метода лежит измерение характеристик линейно поляризованного света при его отражении или прохождении через образец. Результатом эллипсометрических измерений являются параметры Ψ и Δ , определяемые соотношением:

$$\frac{R_p}{R_s} = \tan(\Psi)e^{i\Delta},$$

где R_p и R_s – коэффициенты отражения Френеля для p - и s -поляризованного света.

При измерении эффекта Фарадея исследуемые образцы помещались между полюсами электромагнита. Для того чтобы определить величину угла вращения плоскости поляризации света, прошедшего через образец, были измерены спектры эллипсометрического параметра Ψ для противоположных направлений магнитного поля H , создаваемого электромагнитом. Угол поворота плоскости поляризации рассчитывался по формуле $\frac{\Psi(H) - \Psi(-H)}{2}$.

2.2.4 Анализ погрешностей эксперимента

Погрешности эксперимента бывают двух видов – случайные и систематические.

Случайные ошибки могут быть обусловлены как самой измерительной установкой, так и влиянием внешних условий (вибрации, колебания температуры и т.д.). Многократные измерения одной и той же величины позволяют уменьшить влияние этого класса погрешностей. При наших измерениях случайная ошибка не превышала 2%.

К основным источникам систематических погрешностей, которые существуют при измерении магнитооптических эффектов, относятся:

- 1) Появление шумов в измерительной системе, вносимых электромагнитными наводками на сетевой частоте $f = 50$ Гц. Уменьшение этих наводок достигалось за счёт проведения измерений на частоте $f = 80$ Гц. Для устранения резонансных наводок, индуцированных сигналом в цепи намагничивания с частотой звукового генератора, проводилось тщательное заземление всех измерительных приборов. Фотоприёмник помещался в кожух из мягкого железа и удалялся на максимальное расстояние от звукового генератора и магнита. Для уменьшения полей рассеяния магнит был изготовлен в форме тороида. Вместе с тем уровень шумов и наводок экспериментальной установки постоянно контролировался. При измерении ЭЭК этот контроль осуществлялся по оценке величины эффекта на s -компоненте падающего света, поскольку для гироэлектрических сред величина ЭЭК на p -компоненте на два

порядка больше, чем на s -компоненте. Таким образом, поворот поляризатора на 90° от p - к s -компоненте позволял оценить уровень шумов системы. Настройка считалась удовлетворительной, если величина δ_s не превышала 1% от величины δ_r .

- 2) Неточная настройка оптической системы установки. Степень поляризации света для используемых нами поляризаторов Глана-Томпсона составляла 10^{-4} , и поэтому этой погрешностью можно пренебречь.
- 3) Класс точности используемых приборов. К систематическим ошибкам приводят колебания коэффициента усиления усилителя и синхронного детектора. Эта ошибка определяется классом точности прибора и составляет 2%. Для уменьшения этой ошибки усилитель периодически настраивался, а величина коэффициента усиления контролировалась внешним измерителем напряжения. Измерения постоянной составляющей сигнала проводились с точностью до 0.1 мВ.

Погрешность измерений индукционным методом, на котором основан принцип работы вибрационного магнитометра, составляет 2-5%.

В целом общая ошибка каждого эксперимента не превышала 5%.

Глава 3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

3.1 Результаты исследований поверхности тонких плёнок $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{17}\text{Mo}_4$ с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ)

С помощью атомно-силового микроскопа была исследована топология поверхностей исходных и отожженных плёнок $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{17}\text{Mo}_4$, для которых наблюдался наибольший эффект Фарадея в каждой серии. На рис. 10 приведены изображения поверхности образцов серии 1, полученные методом АСМ для исходного образца и отожжённого при $425\text{ }^\circ\text{C}$.

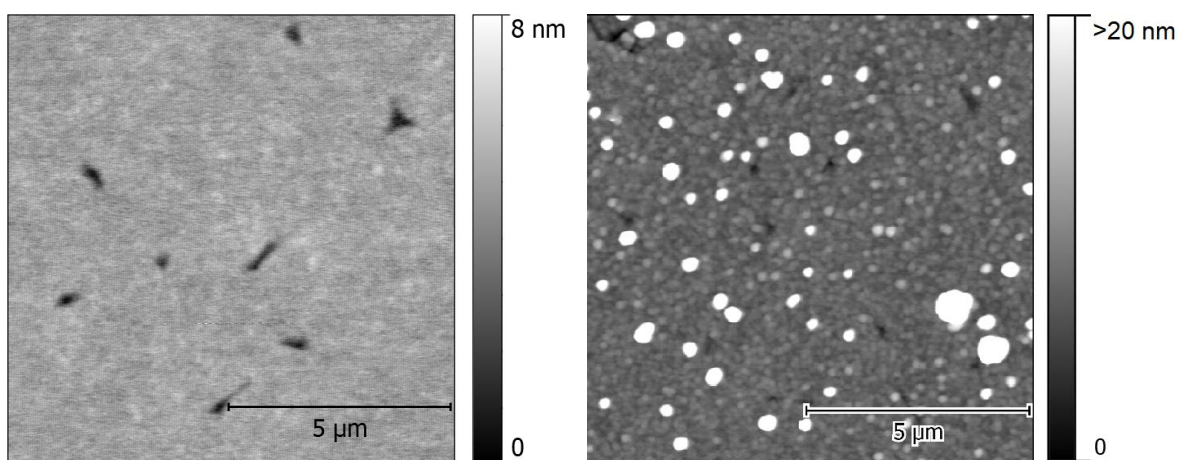


Рисунок 10 – АСМ-изображения поверхности образцов серии 1: исходного (слева) и отожжённого при $425\text{ }^\circ\text{C}$ (справа). Размер исследуемых участков – $10 \times 10\text{ мкм}^2$.

Анализ полученных изображений показал следующее. Исходный образец имеет гладкую поверхность. Среднеквадратичная шероховатость поверхности порядка 1 нм. На поверхности плёнки существуют дефекты длиной не более 1 мкм. Для образца, отожжённого при $425\text{ }^\circ\text{C}$, на поверхности наблюдаются частицы диаметром порядка сотен нм. Анализ АСМ-изображений поверхностей образцов, выполненный с помощью программы «Nova», позволил установить, что высота частиц составляет десятки нм. Диаметр наиболее крупных частиц достигает 1 мкм, а высота – более 100 нм.

АСМ-изображения, полученные для образцов серии 2, исходного и отожжённого при 350 °С, приведены на рис. 11.

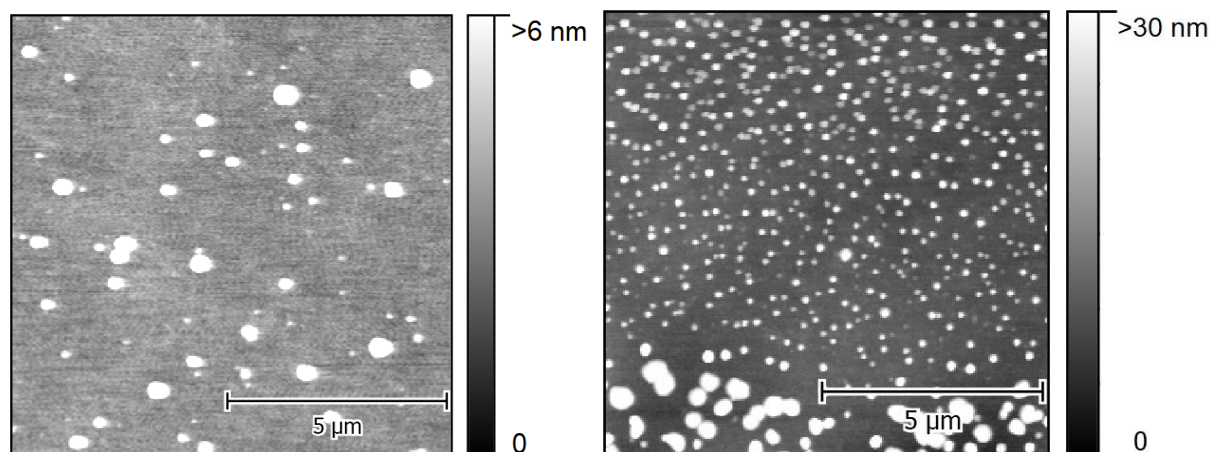


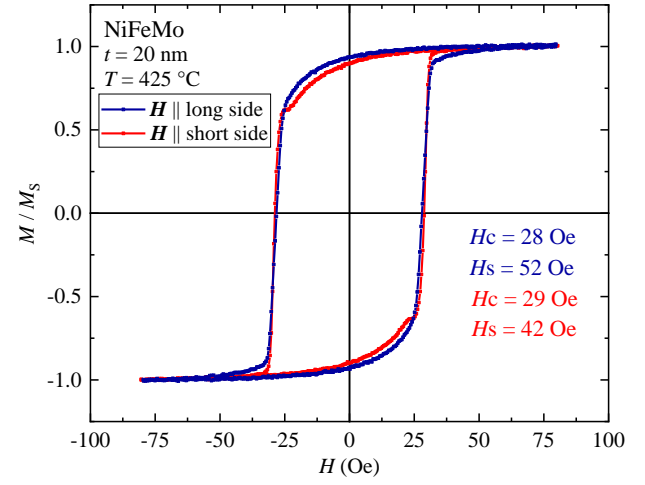
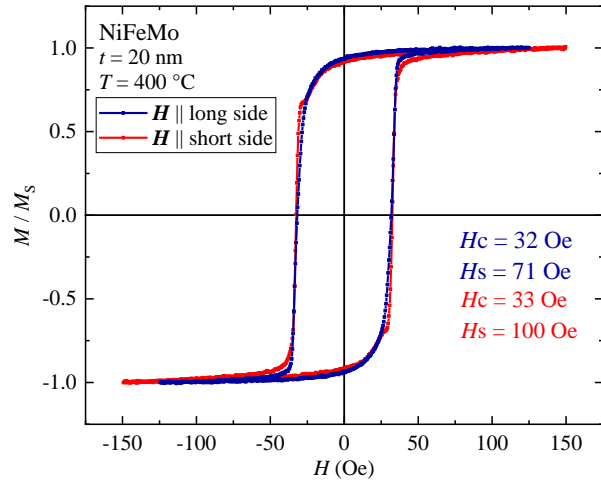
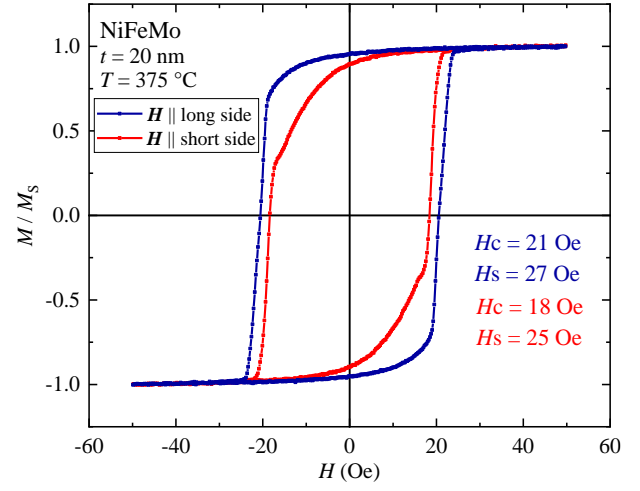
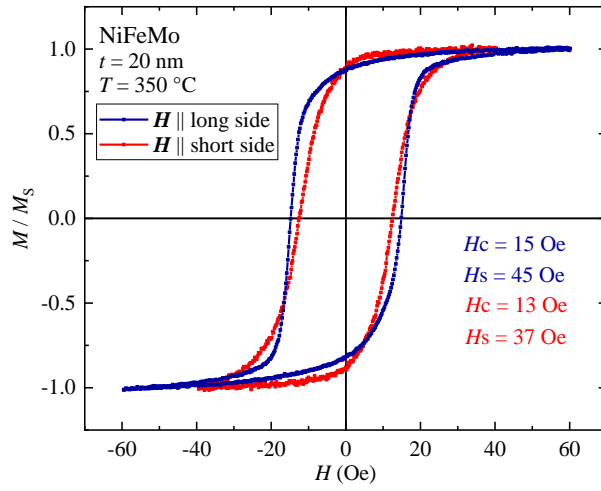
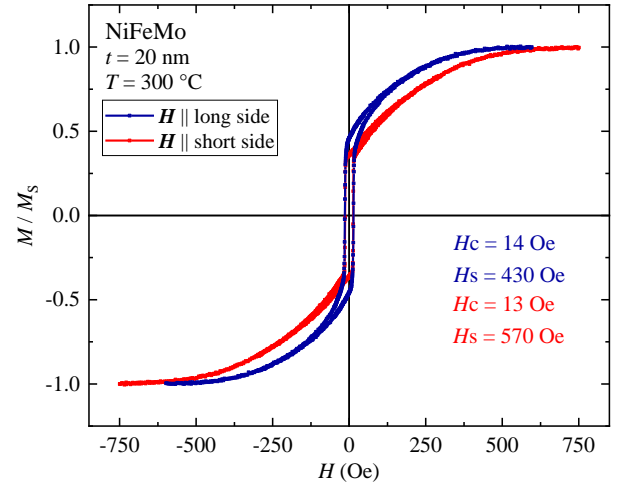
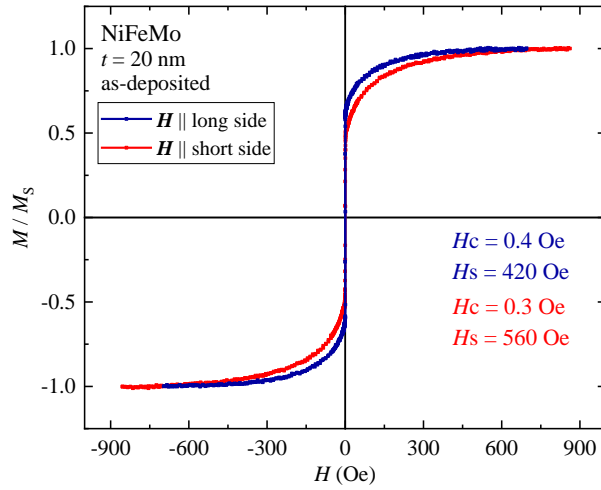
Рисунок 11 – АСМ-изображения поверхности образцов серии 2: исходного (слева) и отожжённого при 350 °С (справа). Размер исследуемых участков – 10x10 мкм².

Из рис. 11 можно видеть, что на поверхности исходного образца серии 2 существуют частицы диаметром порядка сотен нанометров, их высота – несколько десятков нм. После отжига плёнки при 350 °С на её поверхности наблюдаются частицы диаметром порядка 100 нм, а также крупные частицы диаметром до 600 нм. Наиболее высокие частицы имеют высоту до 60 нм.

Таким образом, отжиг плёнок $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{17}\text{Mo}_4$ сопровождается ростом кристаллитов, состоящих, по всей вероятности, из оксидов Fe и Ni. Можно предположить, что такие структурные изменения должны влиять на магнитные и магнитооптические свойства изучаемых плёнок.

3.2 Результаты исследований магнитных характеристик плёнок $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{17}\text{Mo}_4$ с помощью вибрационного магнитометра

На рис. 12 представлены петли гистерезиса, наблюдаемые для образцов 1-й серии с помощью вибрационного магнитометра. При выполнении этих измерений магнитное поле было приложено параллельно плоскости плёнок пермаллоя. Петли гистерезиса были измерены для двух направлений перемагничивающего поля H . В каждом случае ориентация H совпадала с одной из сторон изучаемого образца.



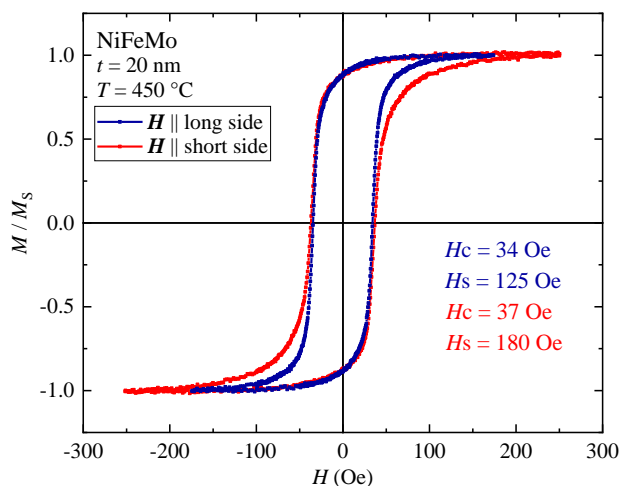


Рисунок 12 – Петли гистерезиса, измеренные на вибрационном магнитометре для 1-й серии образцов.

Анализ данных, приведённых на рис. 12, показал следующее. Исходный образец характеризуется низким значением коэрцитивной силы ($H_C < 0.5$ Э), что свидетельствует о практически безгистерезисном поведении намагниченности во внешнем магнитном поле. Значение поля насыщения H_S , измеренное в магнитном поле, приложенном параллельно длинной стороне образца, меньше, чем вдоль короткой.

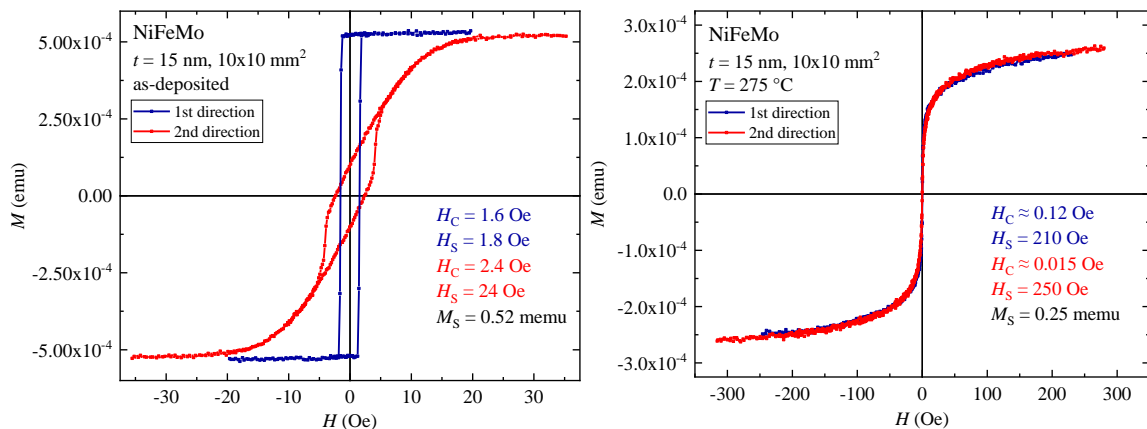
После отжига при 300 °С значение H_C увеличивается до 14 Э, а поле насыщения H_S изменяется незначительно (570 вместо 560 Э). Отжиг при температуре 350 °С обуславливает существенное уменьшение поля насыщения по сравнению со значениями H_S для исходного образца и отожжённого при 300 °С. В частности, значение H_S уменьшилось почти в 10 и 15 раз при измерениях петель гистерезиса вдоль длинной и вдоль короткой стороны образцов соответственно. При дальнейшем увеличении температуры отжига значения H_C и H_S растут, достигая после отжига при 450 °С соответственно значений 37 и 180 Э.

Наконец, как уже отмечалось выше, петли гистерезиса, измеренные в магнитном поле, приложенном вдоль длинной и вдоль короткой стороны описанных выше образцов, различаются, что обусловлено анизотропией их формы. При этом ось лёгкого намагничивания совпадает с длинной стороной образцов, что обусловлено различием размагничивающих факторов вдоль

этих направлений. Здесь следует отметить, что приведённые выше результаты измерений первой серии образцов из-за конструкции вибрационного магнитометра не позволили корректно оценить их магнитные моменты. Именно в связи с этим графики для 1-й серии образцов приведены в нормированном виде.

Чтобы изучить влияние отжига на поведение намагниченности плёнок пермаллоя в магнитном поле, была изготовлена и исследована 2-я серия образцов. В этом случае исходные плёнки пермаллоя после их напыления на подложку были разрезаны на образцы квадратной формы, что позволило исключить влияние формы образцов на значение их магнитного момента и процессы перемагничивания при измерениях на вибрационном магнитометре.

На рис. 13 и рис. 14 представлены петли гистерезиса, наблюдаемые с помощью вибрационного магнитометра для исходных и отожжённых образцов 2-й серии толщиной 15 нм, имеющих размеры 10x10 мм² и 7x7 мм². Измерения были выполнены для двух направлений перемагничивающего поля. В каждом измерении магнитное поле было приложено параллельно плоскости образца и совпадало с одной из его сторон.



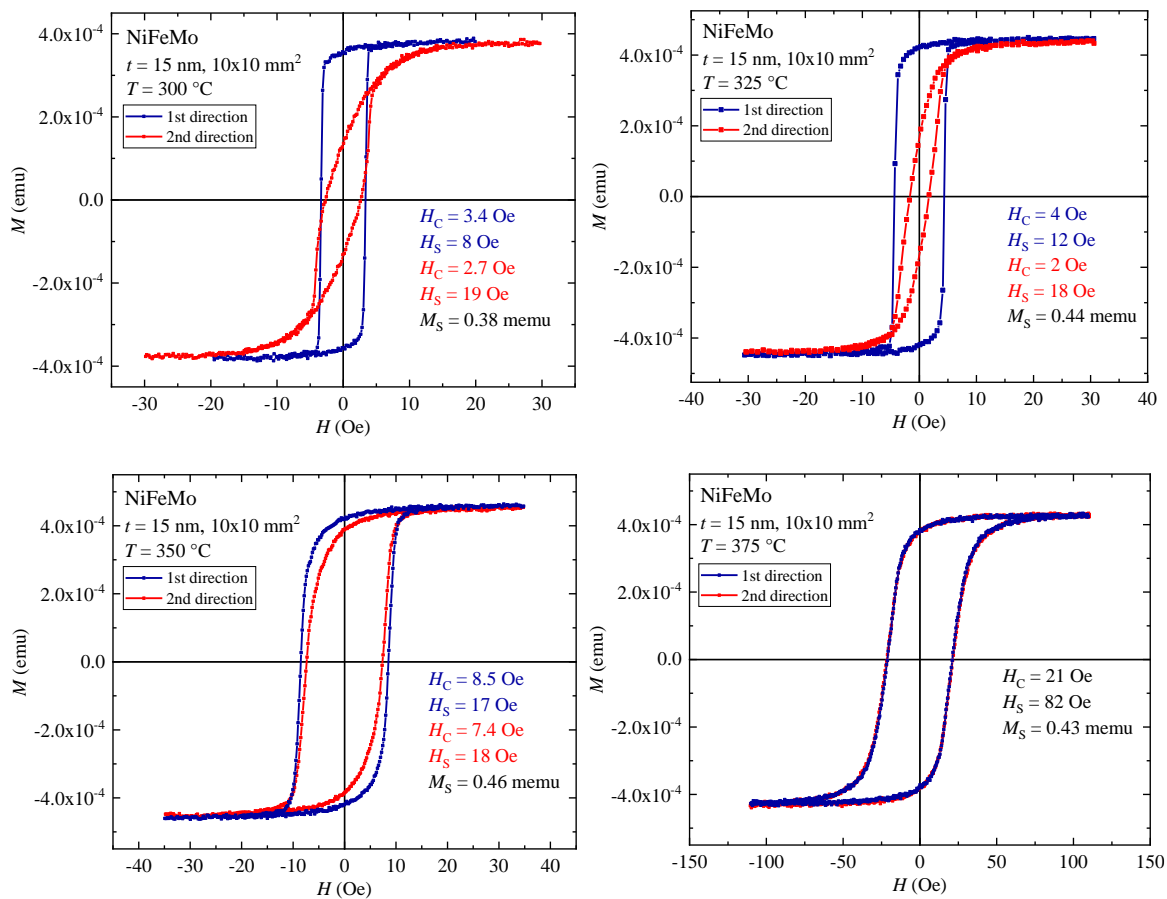
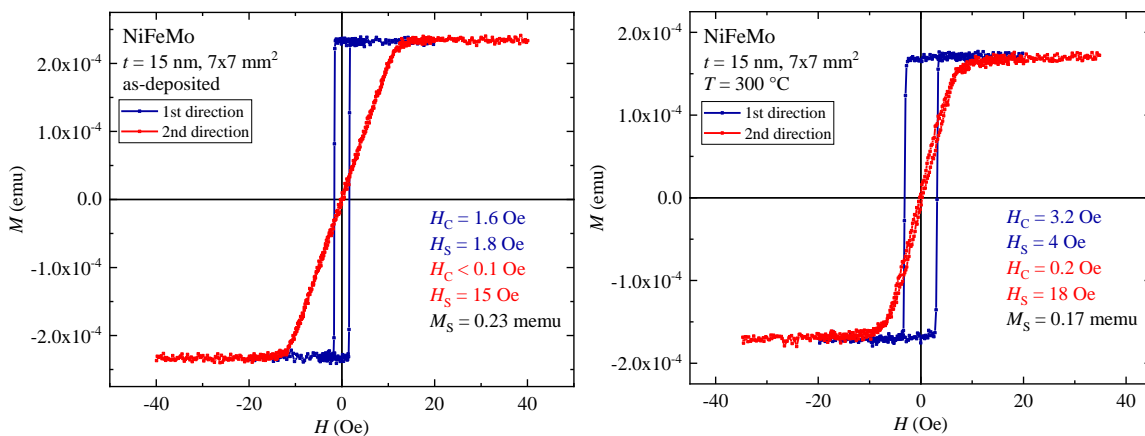


Рисунок 13 – Петли гистерезиса, наблюдаемые с помощью вибрационного магнитометра для образцов 2-й серии размером 10×10 мм².



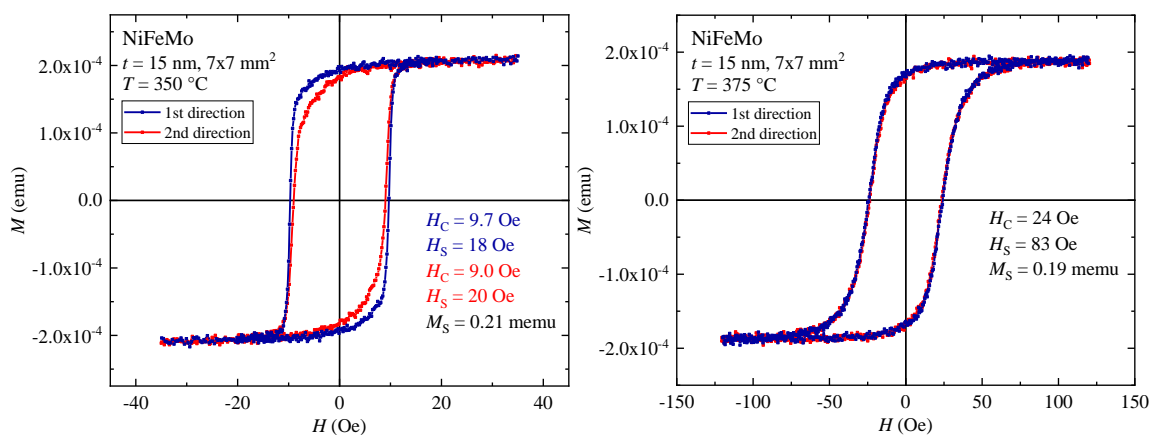


Рисунок 14 – Петли гистерезиса, наблюдаемые с помощью вибрационного магнитометра для образцов 2-й серии размером 7x7 мм².

Анализ полученных данных показал, что как исходный образец, так и образцы, отожжённые при температурах менее 350 °С, характеризуются анизотропией магнитных свойств, проявляющейся в различии петель гистерезиса при изменении направления перемагничивающего поля. В частности, значения полей насыщения вдоль осей легкого и трудного намагничивания для исходного образца различаются в 13 раз.

Из рис. 13 видно, что образец, отожжённый при 275 °С, характеризуется практически нулевым значением коэрцитивной силы. При этом значение поля насыщения H_s после отжига возрастает приблизительно в 10 раз по сравнению с исходным образцом и значительно превышает значения H_s для остальных образцов этой серии. Кроме того, следует отметить, что петли гистерезиса для указанного выше образца, наблюдаемые при наличии внешнего магнитного поля, приложенного параллельно/перпендикулярно одной из его сторон, практически совпадают.

С ростом температуры отжига до 350 °С анизотропия магнитных свойств образцов существенно уменьшается. В частности, различия значений поля насыщения и коэрцитивной силы для перпендикулярных направлений внешнего магнитного поля не превышает 1 Э. После отжига при температуре 375 °С образец становится изотропным.

Анализ данных, приведённых на рис. 14, показал, что значения магнитного момента M_s для образцов размером 7x7 мм² почти в 2 раза

отличаются от значений M_s , наблюдаемых для образцов 10×10 мм², отожжённых при тех же температурах. Это означает, что в пределах погрешности измерений магнитный момент образцов изменяется пропорционально изменению их размеров. Таким образом, можно утверждать, что результаты измерений образцов серии 2 на вибрационном магнитометре позволяют корректно оценить значения магнитных моментов этих тонкоплёночных систем и проанализировать влияние отжига на их величину.

Для сравнения результатов измерений магнитных характеристик изучаемых образцов на рис. 15 и рис. 16 приведены зависимости коэрцитивной силы H_C и поля насыщения H_S от температуры отжига, наблюдаемые для обеих серий образцов. Следует отметить, что в случае 1-й серии использовались значения H_C и H_S , наблюдаемые при ориентации перемгничивающего поля H параллельно длинной стороне образцов, а для 2-й – в поле H , параллельном оси лёгкого намагничивания.

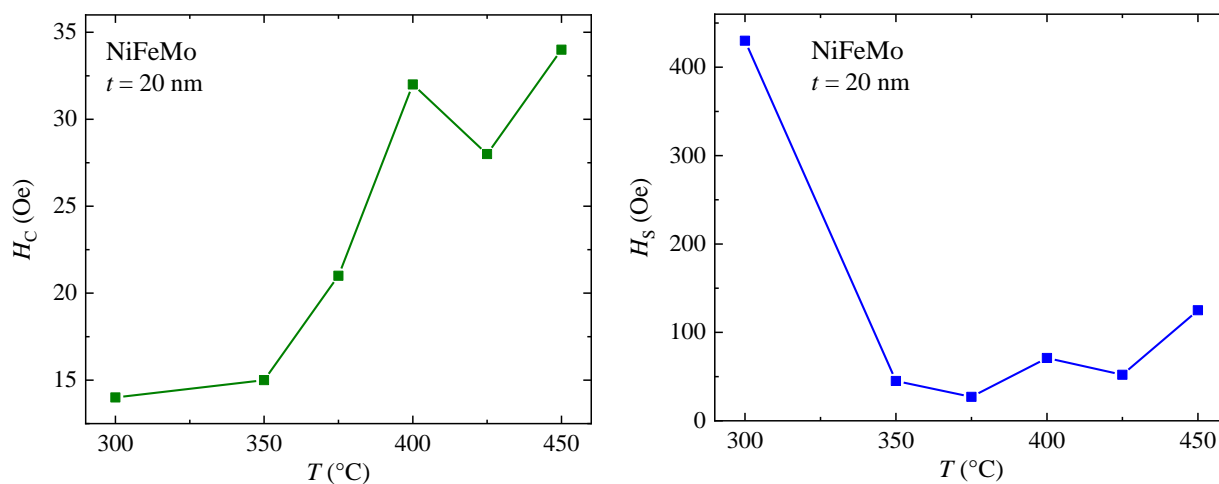


Рисунок 15 – Зависимости значений коэрцитивной силы H_C (слева) и поля насыщения H_S (справа) от температуры отжига T для 1-й серии образцов.

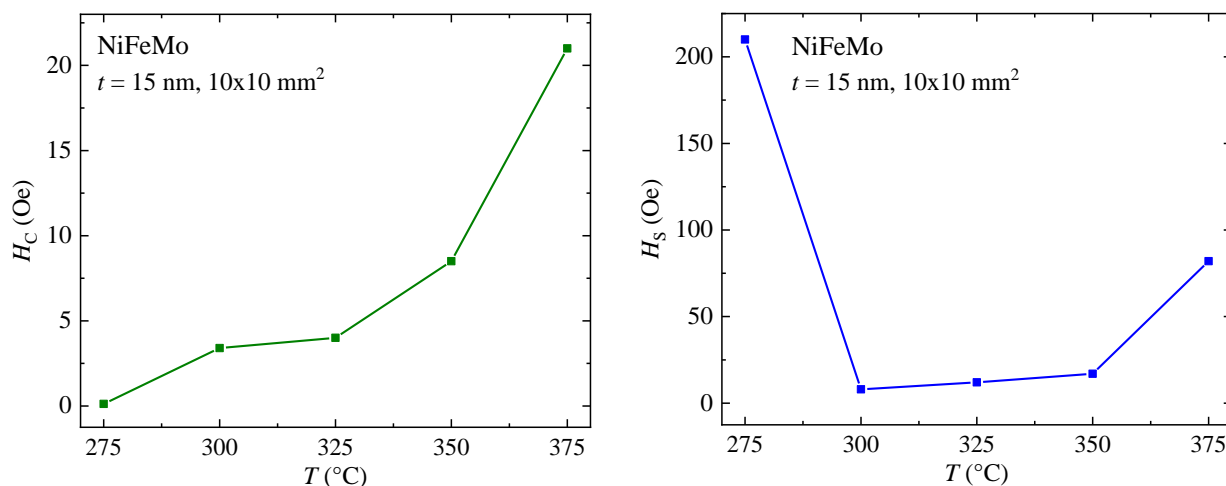


Рисунок 16 – Зависимости значений коэрцитивной силы H_C (слева) и поля насыщения H_S (справа) от температуры отжига T для 2-й серии образцов.

Анализ данных, приведённых на рис. 15 и рис. 16, показал, что для обеих серий изучаемых образцов значение коэрцитивной силы H_C возрастает с увеличением температуры их отжига. Объяснить этот факт можно следующим. Как показано выше, отжиг изучаемых тонкоплёночных систем сопровождается ростом нанокристаллической фазы и, соответственно, возрастающей неоднородностью образцов. Это и приводит к торможению процессов перемагничивания тонкоплёночных систем за счёт смещения доменных границ и увеличению их коэрцитивной силы. Кроме того, можно предположить, что обнаруженный рост нанокристаллитов в высоту может также затруднять перемагничивание тонких плёнок в случае ориентации внешнего магнитного поля параллельно их плоскости.

Анализ зависимостей поля насыщения изучаемых образцов от температуры отжига показал следующее. При $T > 300 \text{ °C}$ вид зависимостей $H_S(T)$ для обеих изучаемых серий тонкоплёночных систем практически идентичен. В области $T < 300 \text{ °C}$ зависимости $H_S(T)$ различаются. Это можно объяснить различием нанокристаллической структуры исходных плёнок двух серий образцов, о чём свидетельствуют результаты АСМ-измерений. В частности, как было указано выше, исходный образец 1-й серии имеет гладкую поверхность, в то время как неотожжённый образец 2-й серии изначально имеет на поверхности нанокристаллиты. При этом также нельзя

исключать влияние формы образцов на их размагничивающие факторы, обуславливающее различие их магнитополевого поведения.

Зависимость значений магнитного момента M_S для образцов 2-й серии размером $10 \times 10 \text{ мм}^2$ от температуры их отжига при приведена рис. 17.

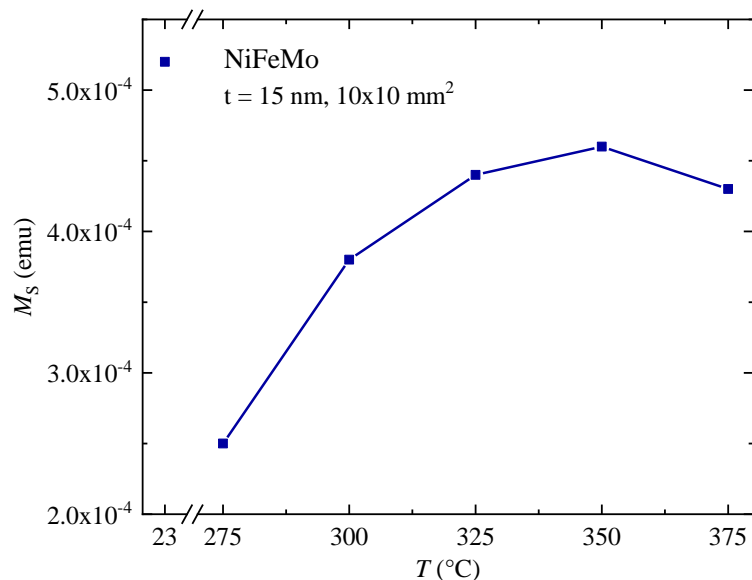


Рисунок 17 – Зависимость значений магнитного момента в насыщении M_S от температуры отжига T для 2-й серии образцов.

Из рис. 17 видно, что начиная с 275 °C значение M_S возрастает с ростом температуры отжига, достигая максимума при $T = 350 \text{ °C}$. В частности, отжиг при температуре 350 °C обуславливает увеличение M_S в 1.8 раза по сравнению со значением M_S , наблюдаемым для отожжённого при 275 °C образца.

Наконец, с точки зрения практических применений заслуживало внимания магнитополовое поведение изучаемых тонких плёнок пермаллоя в магнитном поле, приложенном перпендикулярно их плоскости. Петли гистерезиса, измеренные в такой геометрии, приведены на рис. 18.

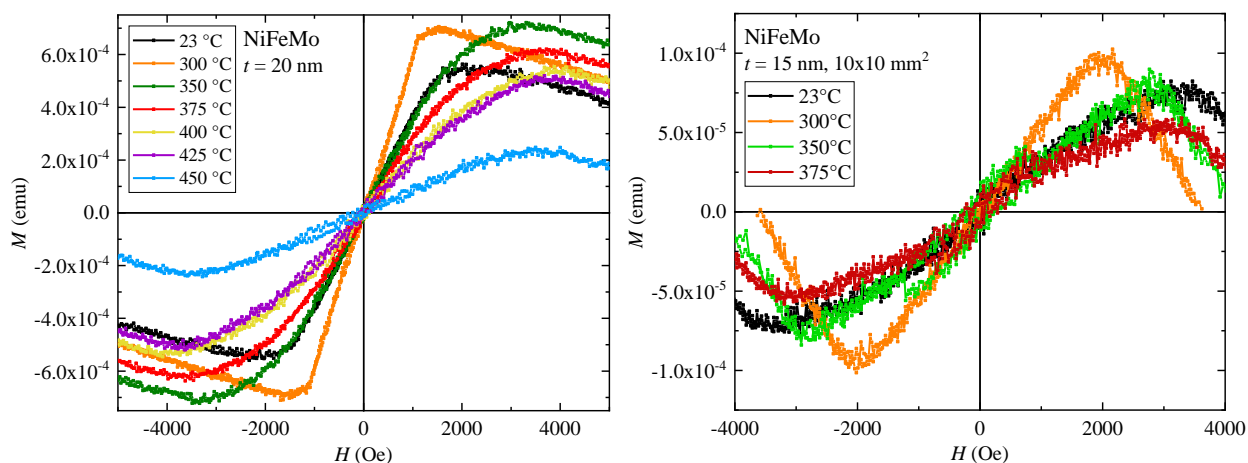


Рисунок 18 – Петли гистерезиса, наблюдаемые в магнитном поле, приложенном перпендикулярно плоскости изучаемых образцов, для серии 1 (слева) и серии 2 (справа).

Анализ вышеприведённых данных показал следующее. Наклон петель гистерезиса, наблюдаемых для плёнок Мо-пермаллоя, отожжённых при 300°C, больше, чем для исходных плёнок. Это означает, что отжиг образцов обуславливает увеличение их магнитной восприимчивости в магнитном поле, приложенном перпендикулярно их плоскости. Также при отжиге наблюдается увеличение магнитного момента изучаемых образцов. Отрицательный наклон кривых в больших магнитных полях можно объяснить наличием диамагнитного вклада в намагниченность образцов от стеклянной подложки.

3.3 Результаты измерений магнитных характеристик плёнок $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{17}\text{Mo}_4$ с помощью магнитооптического магнитометра

Кривые намагничивания, наблюдаемые для 2-й серии образцов размером 10×10 мм², представлены на рис. 19. Измерения были выполнены на магнитооптическом магнитометре с помощью ЭЭК. Кривые намагничивания были измерены для двух направлений перемещающегося образца поля H , приложенного параллельно поверхности образца и одной из его сторон.

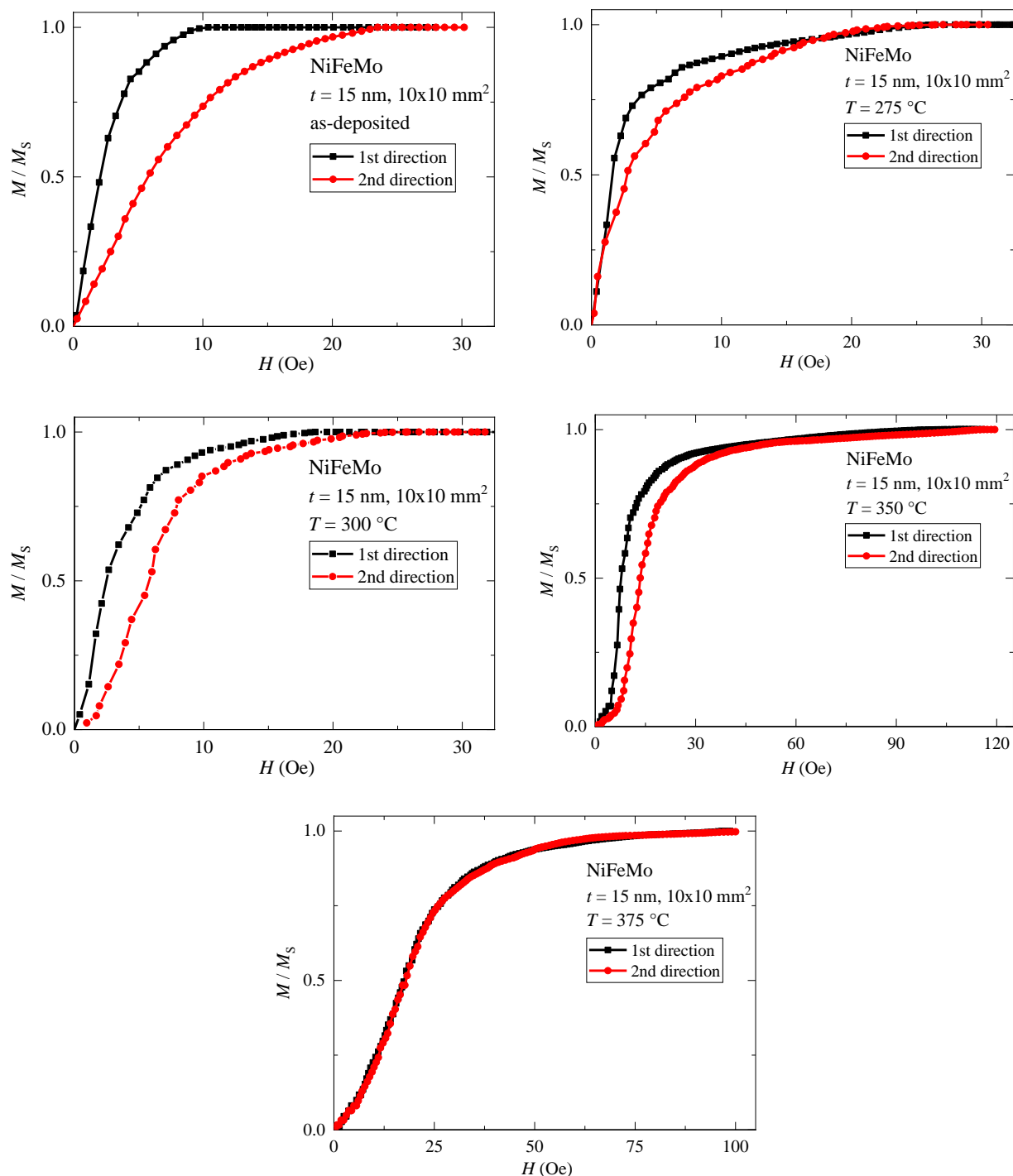


Рисунок 19 – Кривые намагничивания образцов, измеренные на магнитооптическом магнитометре для образцов серии 2, отожжённых при разных температурах.

Результаты проведенных измерений подтвердили тот факт, что исходный образец характеризуется анизотропией магнитных свойств. Кроме того, магнитооптические исследования показали, что с увеличением температуры отжига различие между кривыми намагничивания,

измеренными для перпендикулярных направлений магнитного поля уменьшается, а образец, отожжённый при 375 °С, является изотропным.

3.4 Результаты измерений спектров магнитооптического эффекта Фарадея для тонких плёнок Ni₇₉Fe₁₇Mo₄.

Результаты измерений спектров эффекта Фарадея, наблюдаемых для исходных и отожжённых образцов пермаллоя, представлены на рис. 20 и рис. 21. Длина волны света изменялась от 500 до 1700 нм. Величина магнитного поля H , создаваемого электромагнитом, была равна 3.8 кЭ. Поле H было направлено перпендикулярно плоскости изучаемых образцов.

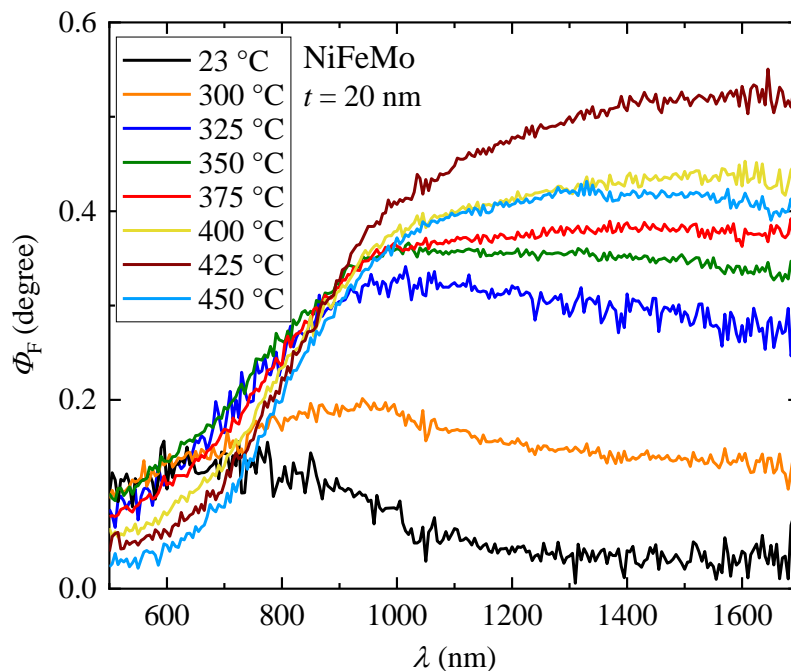


Рисунок 20 – Спектры эффекта Фарадея, наблюдаемые для образцов серии 1, подвергнутых отжигу при различных температурах.

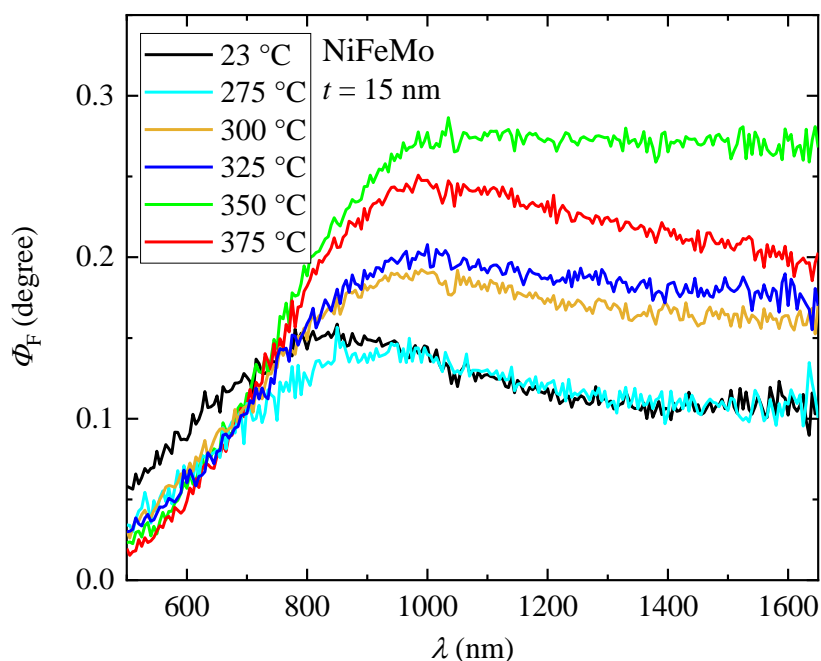


Рисунок 21 – Спектры эффекта Фарадея, наблюдаемые для образцов серии 2, отожжённых при различных температурах.

Анализ данных, приведённых на рис. 20 и рис. 21, показал, что отжиг плёнок $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{17}\text{Mo}_4$ приводит к увеличению эффекта Фарадея, наблюдаемого в ИК области спектра. При этом максимальные значения угла фарадеевского вращения для образцов Мо-пермаллоя толщиной 20 и 15 нм наблюдаются при температуре отжига, равной 425 и 350 °C соответственно.

Объяснение полученных данных может состоять в следующем. Известно, что отжиг образцов, как правило, сопровождается их структурными изменениями. Как описано выше, результаты АСМ измерений свидетельствуют о том, что при отжиге образцов на поверхности плёнок Мо-пермаллоя образуются нанокристаллиты, высота которых с ростом температуры отжига увеличивается. Это в свою очередь увеличивает значение компоненты намагниченности, перпендикулярной плоскости образца, что и обуславливает рост величины эффекта Фарадея. Подтверждением этого объяснения являются результаты измерений петель гистерезиса на вибрационном магнитометре в магнитном поле, приложенном перпендикулярно плоскости образцов.

При этом следует отметить, что максимальное значение эффекта Фарадея для изучаемых двух серий образцов наблюдается при разных температурах отжига образцов. Это можно объяснить разной толщиной плёнок Мо-пермаллоя в изучаемых сериях образцов. Необходимо также ещё раз подчеркнуть тот факт, что, как было установлено с помощью АСМ, исходные плёнки двух серий имели разную приповерхностную структуру. Это даёт основание предположить, что образцы двух серий, отожжённые при одних и тех же температурах, имеют разную структуру и разные магнитооптические свойства.

Следует также отметить, что увеличение температуры отжига до 450 и 375 °С для 1-й и 2-й серии образцов соответственно сопровождается уменьшением эффекта Фарадея. Причиной этого могут быть процессы окисления нанокристаллитов, усиливающиеся с ростом температуры отжига.

ВЫВОДЫ

1. Результаты исследований приповерхностной структуры образцов с помощью атомного силового микроскопа (АСМ) свидетельствуют о том, что отжиг тонких плёнок $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{17}\text{Mo}_4$ обуславливает рост кристаллитов на их поверхности, размер которых увеличивается с ростом температуры отжига.
2. Результаты измерений магнитных свойств изучаемых образцов на вибрационном магнитометре показали, что тонкие плёнки $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{17}\text{Mo}_4$ толщиной 15 нм, полученные методом распыления на вращающуюся подложку, характеризуются анизотропией магнитных свойств. Подобного поведения намагниченности во внешнем магнитном поле для образцов другой серии толщиной 20 нм не наблюдалось.
3. Обнаружено, что отжиг тонких плёнок $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{17}\text{Mo}_4$ толщиной 15 нм обуславливает уменьшение анизотропии их магнитных свойств. Образец, отожжённый при температуре 375 °С в течение 1 ч, является изотропным. Измерения кривых намагничивания для этих образцов на магнитооптическом магнитометре подтвердили этот факт.
4. Установлено, что отжиг образцов Мо-пермаллоя влияет на значение их коэрцитивной силы H_C . В частности, значение H_C увеличивается ростом температуры отжига.
5. Результаты измерений петель гистерезиса в магнитном поле, приложенном перпендикулярно плоскости плёнок Мо-пермаллоя, свидетельствуют о том, что отжиг этих образцов обуславливает увеличение их магнитной проницаемости и магнитного момента.
6. Установлено, что величина эффекта Фарадея, наблюдаемого для отожжённых тонких плёнок Мо-пермаллоя, увеличивается в ИК-области спектра по сравнению со значениями для исходных образцов. Максимальное значение эффекта Фарадея наблюдается для образцов толщиной 20 нм и 15 нм, отожжённых при температурах 425 и 350 °С соответственно.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В данной работе были исследованы магнитные и структурные характеристики тонких плёнок $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{17}\text{Mo}_4$ разной толщины, полученных методом магнетронного распыления. Проанализировано влияние отжига на магнитные свойства изучаемых образцов.

Обнаруженные особенности магнитного поведения изучаемых тонких плёнок Мо-пермаллоя могут быть полезны при их использовании в практических приложениях, в частности, в новых устройствах микроэлектроники.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Hopkinson J. // Magnetic Properties of Alloys of Nickel and Iron // Proc. Roy. Soc. 47 (1889) 23-24
2. Burgess C.F., Aston J. // The Magnetic and Electrical Properties of the Iron-Nickel Alloys // Met. and Chem. Engg. 8 (1910) 23
3. Hegg F. // Thermomagnetic Study of Iron-Nickel Alloys // Arch. Sci. Phys. Nat. 29 (1910) 592
4. Arnold H.D., Elmen G.W. // Permalloy, a New Magnetic Material of Very High Permeability // The Bell System Technical Journal 2 (3) (1923) 101-111
5. Boothby O.L., Bozorth R.M. // A New Magnetic Material of High Permeability // J. Appl. Phys. 18 (1947) 173-176
6. Бозорт Р. Ферромагнетизм. М.: Издательство иностранной литературы, 1956
7. Shirakawa Y. // On the Longitudinal Magneto-Resistance Effect at Various Temperatures in Iron-Nickel Alloys // Sci. Rept. Tohoku Imp. Univ. 27 (485) (1939)
8. Боровик Е.С., Еременко В.В., Мильнер А.С. Лекции по магнетизму. М.: Физматлит, 2005
9. Oleksakova D., Kollar P., Fuzer J., Kusy M., Roth S., Polanski K. // The Influence of Mechanical Milling on Structure and Soft Magnetic Properties of NiFe and NiFeMo Alloys // JMMM 316 (2007) e838-e841
10. Neamtu B.V., Geoffroy O., Chicinas I., Isnard O. // AC Magnetic Properties of the Soft Magnetic Composites Based on Supermalloy Nanocrystalline Powder Prepared by Mechanical Alloying // Mater. Sci. Eng. B 177 (2012) 661-665
11. Vázquez M., García-Beneytez J.M., Sinnecker J.P., Li L. // Magneto-impedance Effect in High Permeability NiFeMo Permalloy Wires // J. Appl. Phys. 83 (11) (1998) 6578–6580
12. Kalhor S., Ghanaatshoar M., Aliaskarisohi S. // Magnetoimpedance and Magneto-optical Properties of Electrodeposited NiFeMo Ribbons // Appl. Phys. A. 124 (229) (2018)

13. Nahrwold G., Scholtyssek J. M., Motl-Ziegler S., Albrecht O., Merkt U., Meier G. // Structural, Magnetic, and Transport Properties of Permalloy for Spintronic Experiments // J. Appl. Phys. 108 (1) (2010) 013907
14. Kimura T., Otani, Y. // Large Spin Accumulation in a Permalloy-Silver Lateral Spin Valve // Phys. Rev. Lett. 99 (19) (2007) 196604.
15. Рожновская А.А. // Магнитооптическое исследование магнитных свойств низкоразмерных тонкопленочных систем на основе железа и кобальта // Диссертация на соискание степени кандидата физика-математических наук, 2017
16. Перов Н.С., Родионова В.В., Прудникова М.В., Грановский А.Б., Прудников В.Н. Вибрационный магнитометр. М.: Физический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова, 2010
17. URL: <https://www.ntmdt-si.ru/products/modular-afm/ntegra-ii> (дата обращения: 10.05.2020)
18. Программа управления СЗМ «Nova». Справочное руководство. «НТ-МДТ», 2008
19. Guide to Using WVASE Spectroscopic Ellipsometry Data Acquisition and Analysis Software. J.A. Woollam Co., Inc., 2012

Автор выражает благодарность научному руководителю, Шалыгиной Елене Евгеньевне, за неоценимую помощь и поддержку как во время выполнения выпускной работы, так и за всё время обучения на кафедре.

Благодарю д.ф.-м.н. Барышева Александра Валерьевича за идею эксперимента, представляющего научный интерес, за предоставленные образцы и возможность их исследовать с помощью разных и дополняющих друг друга экспериментальных методик. Выражаю благодарность коллегам из ВНИИА им. Н.Л. Духова Помозову Александру Романовичу и Куликовой Дарье Павловне за огромную помощь в ходе проведения эксперимента и полученные знания.

Также благодарю всех сотрудников кафедры магнетизма за их профессионализм, понимание и неравнодушное отношение к студентам.