

**МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ  
М.В.ЛОМОНОСОВА**

---

ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

**Исследование магнитных и структурных свойств  
тонкопленочных систем на основе кобальта и меди**

**Investigation magnetic and structural properties of thin-film  
systems based on cobalt and copper**

Дипломная работа  
студента 4 курса кафедры  
магнетизма  
Физического факультета  
Макарова Андрея  
Владимировича

Научный руководитель:  
дфмн., профессор  
Шалыгина Елена  
Евгеньевна

Допущен к защите  
« 25 » мая 2016 года.  
Зав. кафедрой магнетизма  
проф. Перов Н.С.

Москва – 2016

# Оглавление

## ВВЕДЕНИЕ

2

Глава 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ	3
1.1 Тонкие пленки.	3
1.1.1 Косвенная обменная связь	4
1.1.2 Магнитостатическое взаимодействие	4
1.1.3 Поверхностная анизотропия	5
1.1.4. Квантовые размерные эффекты в тонких плёнках	6
1.2 Методы получения магнитных пленок	7
1.2.1 Механизм образования пленки	7
1.2.2 Магнетронное распыление	7
1.2.3 Термовакuumное напыление	8
1.2.3 Молекулярно-лучевая эпитаксия	8
1.3 Методы исследования магнитных характеристик тонких пленок	9
Глава 2. Методика эксперимента и изучаемые образцы.	11
2.1 Изучаемые образцы	11
2.2 Атомная силовая микроскопия	11
2.3 Методика измерения магнитных характеристик трёхслойных Co/Cu/Co образцов.	12
2.3.1 Классификация магнитооптических методов	13
2.3.2 Характеристики магнитооптических методов	13
2.3.3 Магнитооптическая установка	14
Глава 3. Полученные результаты и их обсуждение	18
3.1 Данные рентгено-структурного анализа изучаемых образцов	18
3.2 Результаты измерений на атомном силовом микроскопе	19
3.3 Результаты магнитных измерений	20
3.4 Обсуждение результатов	23
3.5 Основные результаты и выводы	25
Список литературы.	25

## ВВЕДЕНИЕ

Тонкие магнитные пленки привлекают внимание исследователей с конца XX века. Интерес к пленкам обусловлен особенностями их физических свойств. В частности, в тонкопленочных системах, в которых размер вдоль одного из направлений соизмерим с длиной волны электрона, возможно наблюдение квантовых размерных эффектов, проявляющихся в изменении энергетического спектра образцов вдоль этого направления, сопровождающееся изменением магнитных и транспортных свойств. Например, в трёхслойных и многослойных тонкопленочных системах, состоящих из чередующихся ферромагнитных и неферромагнитных (без ферромагнитного упорядочения) слоёв было обнаружено гигантское магнетосопротивление (GMR), проявляющееся в зависимости электрического сопротивления системы от взаимной ориентации намагниченностей в ферромагнитных слоях. Величина эффекта в Co/Cu многослойных системах (сверхрешётках) достигала 65% [1]. В трёхслойных плёнках было также обнаружено и позднее объяснено осциллирующее поведение обменного взаимодействия между ферромагнитными слоями с изменением толщины неферромагнитного слоя [2-3].

Кроме того, тонкие магнитные плёнки получили широкое применение в устройствах микроэлектроники и нанoeлектроники. На их основе создаются новые материалы с заданным набором кинетических и магнитных свойств, в частности, разрабатываются датчики магнитного поля и различные сенсоры [4]. Тонкопленочные системы используются также для хранения и записи информации в запоминающих устройствах, позволяя получить высокую плотность и скорость записи информации.

Недавно проведённые исследования позволили выявить отличительные особенности трёхслойных тонкопленочных образцов. В частности, были обнаружены зависимости магнитных свойств от толщины магнитных и немагнитных слоев, а также установлено значительное влияние качества морфологии поверхности на магнитные характеристики.

Как отмечалось выше, трёхслойные магнитные системы позволяют лучше понять природу обменного взаимодействия. В последние годы на кафедре магнетизма были исследованы ФМ/НФМ/ФМ системы, в которых ФМ – ферромагнитные Fe и Co, а НФМ - диамагнитные Zr, Ag, Au, парамагнитные Ta, Mo, Pt, Pd, диамагнитный полупроводниковый Si, полуметаллический Bi. Во всех выше приведенных образцах наблюдались осцилляции величины поля насыщения при изменении толщины

немагнитного слоя. Период этих осцилляций (кроме систем с Vi) был порядка 1.0-1.8 нм в диапазоне толщин ФМ до 10 нм и НФМ до 5 нм [5-7]. Основным методом исследования ФМ/НФМ/ФМ систем был магнитооптический, позволяющий оперативно получать информацию о зависимости магнитных характеристик тонкопленочных систем от толщины магнитных и немагнитных слоев. Вместе с тем анализ существующих данных по исследованию трехслойных тонкопленочных систем показал, что трехслойные образцы с медным промежуточным слоем изучены значительно меньше.

**Цель дипломной работы** - исследование влияния толщины медного слоя на структурные и магнитные характеристики тонкопленочных систем Co/Cu/Co с целью обнаружения обменного взаимодействия между магнитными слоями через немагнитный разделительный слой.

В рамках работы был проведен рентгеноструктурный анализ Co/Cu/Co образцов, исследована шероховатость их поверхности, изучено влияние толщины немагнитного слоя на магнитные характеристики Co/Cu/Co тонкопленочных систем.

## **Глава 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ**

### **1.1 Тонкие пленки.**

Энергия ферромагнитной среды складывается из энергии обменного взаимодействия (выражение для которой даётся гамильтонианом Гейзенберга), энергии анизотропии, источником которой является спин-орбитальное взаимодействие, магнитостатической энергии и энергии взаимодействия среды с внешним магнитным полем.

Минимизация полной энергии, задаваемой выше приведенными вкладками, позволяет получить две характеристические длины, а именно *длину обменного взаимодействия*

$$l_{ex} = (A/2\pi M_S^2)^{1/2}$$

и *ширину доменной стенки*

$$l_{dw} = (A/K)^{1/2}.$$

В микромагнитной теории ферромагнетиков ультратонкой магнитной пленкой называется слой ферромагнитного материала, толщина которого равна или меньше длины, определяемой соотношением:

$$L = (A/K)^{1/2},$$

где  $A$  - обменный параметр,  $K$  - константа магнитной анизотропии.

### 1.1.1 Косвенная обменная связь

Важную роль в многослойных пленках, как показывают исследования, играет косвенное обменное взаимодействие между ферромагнитными слоями, зависящее от толщины немагнитной прослойки. Впервые оно наблюдалось в Fe/Cr/Fe образце, и имело характер антиферромагнитной связи. Последующие исследования показали, что взаимодействие между ферромагнитными слоями наблюдается для широкого класса материалов промежуточного слоя: антиферромагнитных переходных металлов, немагнитных переходных металлов и благородных металлов. Позже было установлено, что почти во всех перечисленных выше случаях наблюдается осциллирующее поведение обменного взаимодействия между ферромагнитными слоями, зависящее от толщины немагнитной прослойки. Согласно теории, развитой Рудерманом и Киттелем, взаимодействие между магнитными слоями может быть обусловлено непрямым взаимодействием магнитных моментов,  $M$ , слоев через электроны проводимости. Плотность энергии между двумя ферромагнитными слоями F1 и F2 можно было рассчитать, используя следующее соотношение [8]:

$$E_{1,2} = I_{1,2} \frac{M_1 \cdot M_2}{M_1 M_2} = I_{1,2} \cos(\phi_{1,2}),$$

### 1.1.2. Магнитостатическое взаимодействие

Известно, что в пленках с конечной толщиной возникновение магнитных полюсов на её концах обуславливает образование магнитных полей – поля рассеяния и поля размагничивания. Величина этих полей зависит от геометрии и значения намагниченности ферромагнитного слоя. В двухслойных образцах простейшей формой магнитного взаимодействия между слоями является магнитостатическое взаимодействие за счет полей рассеяния. Причина его возникновения заключается в том, что каждый ферромагнитный слой находится в поле рассеяния другого. В результате намагниченности двух соседних слоев будут стремиться иметь антипараллельное направление, чтобы обеспечить замыкание магнитного потока. Результатом этого является понижение энергии Зеемана. Магнитостатическая связь между магнитными слоями сильно неоднородна. Она практически однородна в центре образца, но отклоняется вблизи его краев. Для структур субмикронной толщины, поля рассеяния на краях структур могут создавать сильное взаимодействие.

Многослойные структуры могут характеризоваться также так называемой положительной (параллельной) магнитостатической связью. Для большинства материалов, приготовленных в форме тонких пленок,

поверхность слоя не является совершенно гладкой. Слой может иметь топологию, которая получила название апельсиновой кожуры. Это наводит на мысль о существовании связи типа апельсиновой кожуры. Если поверхности раздела двух ферромагнитных слоёв имеют шероховатости, то на однородных выступах и выпуклостях на границе раздела устанавливаются диполи, как схематично показано на рисунке 1.

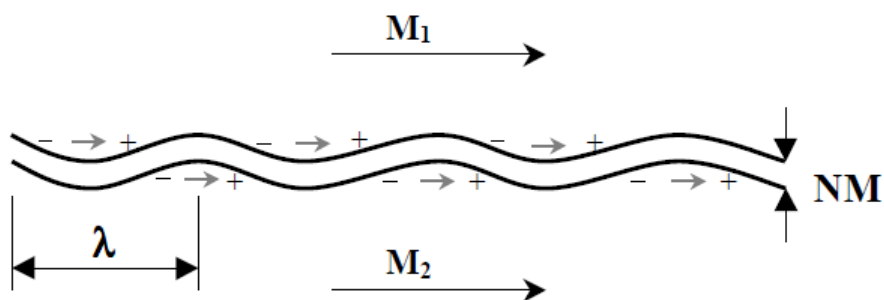


Рис. 1.

Магнитостатические взаимодействия между диполями определяют параллельное расположение соответствующих намагниченностей двух ФМ слоёв. В случае мультислоев эти полюса могут приводить к уменьшению величины взаимодействия. Энергия такой магнитостатической связи в пределе жёстко закрепленных в плоскости намагниченностей в двух слоях описывается формулой.

$$E_{OP} = -\frac{\pi^2}{\sqrt{2}\lambda} \mu_0 A^2 M_s M'_s e^{-\frac{2\pi t_{NM} \sqrt{2}}{\lambda}}$$

где  $M_s$  и  $M'_s$  намагниченности насыщения двух ферромагнитных слоёв,  $A$  – амплитуда волны,  $\lambda$  – длина волны коррелированных границ раздела, которые разделены немагнитным слоем с толщиной  $t_{NM}$  [9].

### 1.1.3. Поверхностная анизотропия

Рост магнитной анизотропии в случае ультратонких плёнок часто связывается с так называемой поверхностной анизотропией. Эта анизотропия возникает из-за отличия атомного окружения приповерхностных атомов от окружения объёмных. На возможность существования поверхностной анизотропии впервые обратил внимание Неель. Он количественно оценил энергию поверхностной анизотропии для случая простых граней кубических кристаллов. Магнитную энергию Неель определил как сумму энергий взаимодействия между парами соседних магнитных атомов. Просуммировав

энергии взаимодействия всех поверхностных атомов со всеми ближайшими соседями на 1 квадратный сантиметр поверхности кристалла, можно получить плотность энергии поверхностной анизотропии  $\sigma$ . Для простых граней кубического кристалла было получено соотношение  $\sigma = K_s \times \cos^2(\theta)$ , где  $\theta$  - угол между вектором спонтанной намагниченности и нормалью к поверхности. Неель показал, что величина  $K_s$  может быть порядка 0.1-1 эрг/см<sup>2</sup>. Далее он предсказал, что такая поверхностная анизотропия будет проявляться в малых ферромагнитных частицах размером порядка 100 ангстрем [10].

### 1.1.4 Квантовые размерные эффекты в тонких плёнках

Под квантово-размерными эффектами понимается изменение физических свойств структуры, когда хотя бы один из его геометрических размеров становится соизмеримым с длиной волны де Бройля электрона. Квантовые размерные эффекты обусловлены квантованием движения электрона в направлении, в котором размер структуры сравним с длиной волны де Бройля (размерное квантование).

Условия наблюдения квантовых размерных эффектов:

1. Расстояние между энергетическими уровнями должно быть достаточно велико:
2. Разность энергий должна быть много больше тепловой энергии носителей и больше или равна энергии Ферми
3. Разность энергий превышает неопределенность Гейзенберга.
4. Малые размеры структур, низкие температуры и высокая подвижность электронов.
5. Длина свободного пробега электронов намного превосходит размеры пленки, например, по оси  $z$ .
6. Высокое качество поверхностей, ограничивающих движение носителей в квантовых ямах, нитях и точках. Для тонких пленок речь идет о внешней границе пленки и о границе пленки-подложки.

При очень малой толщине образца,  $t$ , возможен квантовый характер движения носителей заряда между поверхностями образца. В этом случае надо учитывать многократные отражения электронных волн от потенциальных барьеров на границах пленки. В многослойных системах потенциальные барьеры образуются на поверхностях раздела слоев из-за различия уровней Ферми для электронов в разных металлах. В результате интерференции электронных волн образуются стоячие волны, что

обуславливает дискретность энергетических уровней в пленке, обычно называемых Quantum Well States (QWS's).

Экспериментальные и теоретические исследования КРЭ были начаты более 50 лет назад. Впервые осцилляции некоторых физических свойств (электрического сопротивления, магнитной проницаемости, эффекта Холла) с изменением толщины образца были обнаружены в 1966 году [11]. Теоретическая работа Сандомирского [12], объясняющая эти осцилляции, была опубликована годом позже, в 1967 году. Объектом исследования в этих работах был висмут.

Позже было показано, что гигантское магнетосопротивление, магнитооптический эффект и магнитная анизотропия также могут проявлять осциллирующее поведение с изменением толщины промежуточного немагнитного слоя в ФМ/НФМ/ФМ системах. Зависимость межслоевой связи от толщины немагнитной прослойки может быть понята как квантовый интерференционный эффект. Особенности поверхности Ферми промежуточного слоя определяют периоды осцилляций межслоевой связи [13].

## **1.2. Методы получения тонких магнитных плёнок**

### **1.2.1. Механизм образования пленки**

Стадии формирования пленки:

1. Появление адсорбированных атомов;
2. Образование субкритических кластеров разного размера;
3. Образование зародышей критического размера;
4. Рост зародышей.

Зародыши соприкасаются друг с другом и срастаются с образованием нового островка. Атомы адсорбируются на этих освободившихся участках, и наступает процесс вторичного образования зародышей. Большие островки срастаются. Каналы и полости заполняются в результате вторичного зародышеобразования, и, в конце концов, образуется сплошная пленка.

### **1.2.2. Магнетронное распыление**

В основе магнетронного метода лежит распыление мишени в плазме в скрещённых электрических и магнитных полях в атмосфере рабочего газа (в данном случае аргона), перенос выбитых атомов и осаждение их на подложке. Общая схема реализации данного метода следующая. Магнетронная напылительная установка состоит из магнетронного



распылительного узла с мишенью, нагревателя с подложками, вакуумной камеры, насосов и блоков питания. Внутри вакуумной камеры располагается мишень из материала, атомы которого должны образовывать плёнку. В камеру напускается рабочий газ (обычно аргон) до давления 1 Па. После подачи на мишень отрицательного напряжения  $V = 100-200$  над ней зажигается газовый разряд. На поверхности мишени  $V = 0,04-0,06$  Тл. Магнитное поле создаётся постоянными магнитами, созданными из магнитомягкого материала. Для того чтобы предотвратить разогрев мишени, ее обычно охлаждают водой и припаивают к держателю мишени легкоплавкими сплавами. Контроль температуры подложек осуществляется с помощью термопары или пирометра. После завершения напыления пленок образцы плавно охлаждают и извлекают из установки для дальнейших исследований. Преимущества магнетронного метода напыления заключаются в высокой скорости осаждения пленок, малой их дефектности и оптимальной плотности, близкой к плотности материала мишени. Достигается это за счет термализации распыленных атомов в среде рабочего газа на пути их до подложки. Высокие скорости распыления повышают производительность процесса осаждения и адгезию наносимых пленок.

### **1.2.3. Термовакuumное напыление**

Термовакuumный метод получения тонких пленок основан на нагреве в вакууме вещества до его активного испарения и конденсации испаренных атомов на поверхности подложки. К достоинствам метода осаждения тонких пленок термическим испарением относятся высокая чистота осаждаемого материала (процесс проводится при высоком и сверхвысоком вакууме), универсальность (наносит пленки металлов, сплавов, полупроводников, диэлектриков) и относительная простота реализации. Ограничениями метода являются нерегулируемая скорость осаждения, низкая, непостоянная и нерегулируемая энергия осаждаемых частиц.

### **1.2.4. Молекулярно-лучевая эпитаксия**

Технология молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) была разработана в 1960-х годах [14]. Методика МЛЭ позволяет получать пленки, являющиеся, с кристаллографической точки зрения, хорошими монокристаллами и получать сверхтонкие слои с контролируемой толщиной - за счет точности управления потоками и относительно малых скоростей роста. Молекулярно-лучевая эпитаксия представляет собой термическое напыления в условиях

сверхвысокого вакуума. Давление остаточных газов в вакуумной камере поддерживается ниже  $10^{-8}$  Па.

Осаждаемое вещество испаряется из тигля на расстоянии порядка нескольких десятков сантиметров от подложки. Потoki атомов (или молекул) необходимых элементов направляются на нагретую монокристаллическую подложку в сверхвысоком вакууме и осаждаются там с образованием тонкой пленки требуемого состава. Как только атомы примеси окажутся на поверхности подложки, благодаря диффузии они начнут двигаться до тех пор пока не достигнут термодинамически выгодного расположения на подложке. Характерная скорость напыления образцов составляет от 0.01 до 1 Å/с. Благодаря поверхностной диффузии атомов при определенных условиях удается достичь послойного, так называемого "эпитаксиального" роста пленки, когда атомные слои заполняются один за другим. К настоящему времени основным фактором, ограничивающим широкое применение этого метода, является высокая стоимость технологического оборудования.

В заключении следует отметить, что при всём многообразии методов напыления плёнок, магнетронное распыление с точки зрения практических приложений является наиболее популярным из-за меньшей по сравнению с другими методами стоимости и оперативного получения достаточно высокого качества тонкопленочных систем.

### **1.3. Методы исследования магнитных характеристик тонких пленок**

Существуют различные методы измерения магнитных характеристик тонких магнитных пленок. Ниже приведены некоторые из них.

Методика вибрационного магнитометра основана на индукционном способе измерения магнитных свойств. С помощью ВМ можно измерить магнитный момент и петлю гистерезиса образца. Низкочастотный генератор приводит в колебательное движение исследуемый образец с постоянной частотой и амплитудой. Вызванные колебаниями образца изменения магнитного потока, который пронизывает измерительные катушки, наводит в неподвижных катушках ЭДС, пропорциональную величине магнитного момента образца.

Ферромагнитный резонанс также позволяет измерить магнитные характеристики. Измерения резонансной частоты и ширины линии резонанса позволяют измерить угловую зависимость резонансного поля и затем, с помощью уравнений, связывающих резонансное поле и характеристики

образца, рассчитать намагниченность насыщения, коэрцитивную силу, поле одноосной магнитной анизотропии [15, 16].

Магнитооптические методы основаны на регистрации отражённого или проходящего через образец света. Изменение некоторых характеристик света при отражении или прохождении через магнитный образец, пропорциональное его намагниченности или квадрату намагниченности, позволяет построить петлю гистерезиса, определить коэрцитивную силу и поле насыщения.

Следует отметить, что для исследования магнитных свойств тонкопленочных систем необходима высокая чувствительность используемых методик. Магнитооптические методы исследования являются особенно информативными, поскольку, наряду с простотой и удобством измерительной техники, они позволяют изучать магнитные свойства тонкопленочных магнитных систем в широком интервале магнитных полей и температур.

## **Глава 2. Изучаемые образцы и методы экспериментального исследования.**

### **2.1. Изучаемые образцы**

В настоящей работе исследовались плёнки Co/Cu/Co, полученные магнетронным распылением на стеклянные подложки. Перед напылением все подложки были тщательно вымыты ацетоном, этанолом и деионизированной водой, а затем высушены при 100<sup>o</sup> С. Шероховатость поверхностей подложек была порядка 0.5 нм. Слои тантала толщиной 5 нм были напылены на стеклянную подложку, а затем слои Co и Cu были напылены при комнатной температуре. Давление в вакуумной камере было  $4 \times 10^{-7}$  мбар, а давление аргона в процессе напыления пленок было порядка  $3.8 \times 10^{-3}$  мбар. Постоянное магнитное поле, равное 250 Э, было приложено параллельно подложке, чтобы создать ось легкого намагничивания (ОЛН). Толщина слоев кобальта во всех образцах была одинаковой и равна 5 нм. Толщина медного слоя варьировалась от 0,5 нм до 4 нм. Толщина слоев задавалась временем напыления. Скорость напыления составляла 0.4 нм/с и 0.3 нм/с для Co и Cu, соответственно.

### **2.2. Атомно-силовая микроскопия**

Принцип работы атомно-силового микроскопа (АСМ) основан на регистрации силы взаимодействия острого зонда с радиусом закругления порядка десятков нанометров с поверхностью исследуемого материала. В отличие от сканирующей туннельной микроскопии АСМ позволяет исследовать свойства поверхностей и сколов как металлов и полупроводников, так и диэлектриков.

В основу работы АСМ положена зависимость энергии взаимодействия двух атомов посредством сил Ван-дер-Ваальса, находящихся на расстоянии  $r$  друг от друга, которую, как правило, аппроксимируют потенциалом Леннарда-Джонса. Реальное взаимодействие зонда с образцом имеет более сложный характер, но вид зависимости сохраняется. Получение АСМ изображений рельефа поверхности связано с регистрацией малых изгибов упругой консоли (кантилевера) зондового датчика. АСМ способны регистрировать очень малые силы ( $10^{-8} \dots 10^{-13}$  Н и меньше), характерные для межатомного взаимодействия. В специальных конструкциях АСМ регистрируемые значения силы достигают малых значений порядка  $5 \times 10^{-18}$  Н. Атомно-силовой микроскоп зондирует поверхность образца тонкой иглой, длина

которой составляет, как правило, несколько микрометров, а диаметр острия менее 10 нм. На рис. 2.1. схематически показан типичный зондовый датчик: 1 – кремниевый чип, кантилевер 2 и игла 3, которая находится на свободном конце кантилевера.

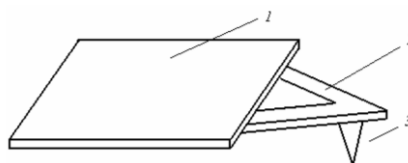


Рис. 2.1. Схематическое изображение кантилевера и зонда.

Силы взаимодействия между иглой и поверхностью образца заставляют иглу с кантилевером изгибаться. Специальный детектор регистрирует отклонение кантилевера при перемещении иглы вдоль поверхности образца или, как в данном случае, образца относительно иглы. Изменение положения кантилевера в процессе сканирования измеряют разными способами: интерферометрически, оптико-позиционной схемой, тензодатчиком.

### 2.3. Методика измерения магнитных характеристик трёхслойных Co/Cu/Co образцов.

Основными магнитными характеристиками тонких плёнок, определяющими их дальнейшее применение, являются намагниченность,  $M_s$ , поле насыщения,  $H_s$ , и коэрцитивная сила,  $H_c$ . Исследования магнитных свойств были выполнены на магнитооптической установке и вибрационном магнитометре. При измерениях на магнитооптической установке использовался экваториальный эффект Керра. Экваториальный эффект Керра (ЭЭК) состоит в изменении интенсивности и сдвиге фазы р-компоненты света, отражённого от исследуемого образца при его перемагничивании. Р-компонентой падающего света называют его составляющую, электрический вектор которой параллелен плоскости падения. В случае ЭЭК вектор намагниченности перпендикулярен плоскости падения света и параллелен поверхности образца. В работе использовался модуляционный метод регистрации магнитооптических сигналов. Преимущество данного метода заключается в том, что его применение позволяет устранить влияние колебаний источника света, влияние флуктуаций тока, и в силу того, что метод является дифференциальным, чувствительность его увеличивается по сравнению со статическим методом на 2-3 порядка, то есть, возможно измерение относительного изменения интенсивности отраженного света от перемагничиваемого образца вплоть до  $10^{-5}$ .

### 2.3.1. Классификация магнитооптических методов

Намагниченный ферромагнетик, помещенный во внешнее магнитное поле, обнаруживает свойства двойного кругового и линейного двупреломления и дихроизма. Это приводит к появлению различных магнитооптических эффектов на проходящем и отраженном поляризованном свете. Магнитооптические эффекты можно разделить на эффекты, наблюдающиеся на проходящем через магнитный кристалл свете, и эффекты влияния на отраженный от кристалла свет. Можно также разделить магнитооптические эффекты на продольные и поперечные по характеру распространения света относительно вектора  $M_s$ . К продольным относится эффект Фарадея и эффекты при полярном и меридиональном намагничивании, а к поперечным — эффект Фохта и эффекты при экваториальном намагничивании. При меридиональном эффекте Керра намагниченность параллельна плоскости образца и плоскости падения света. При полярном эффекте Керра намагниченность перпендикулярна плоскости пленки и параллельна плоскости падения света. При поперечном экваториальном эффекте Керра (ЭЭК) намагниченность параллельна плоскости образца и перпендикулярна плоскости падения света. При отражении света от магнитной среды происходит изменение амплитуды ЭЭК и сдвиг фаз  $s$  и  $p$  компонент света. Существует также разделение магнитооптических эффектов на четные и нечетные по намагниченности. Квадратичными по намагниченности являются эффект Фохта и ориентационный магнитооптический эффект. Остальные эффекты в первом приближении зависят от намагниченности линейно. Магнитооптические эффекты на отраженном свете используются для измерения магнитных характеристик тонкопленочных систем и приповерхностных слоев объемных магнитных материалов, а полярный и меридиональный эффекты Керра, а также эффект Фарадея используются для наблюдения доменной структуры в магнитных образцах.

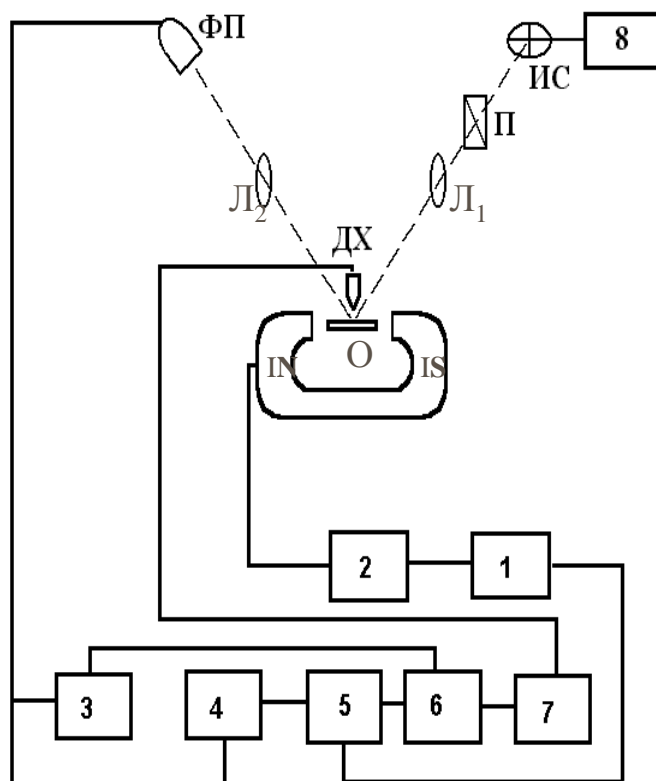
### 2.3.2. Характеристики магнитооптических методов

В работе [17] Хуберт с соавторами при помощи компьютерных экспериментов установили, что в области слабого поглощения ферромагнетиков чувствительность магнитооптического сигнала определяется глубиной проникновения света в образец и равна  $t_{\text{прон.}} = \lambda/8n$ , а в области сильного поглощения величиной  $t_{\text{прон.}} = \lambda/4\pi k$ , где  $\lambda$  — длина волны падающего света,  $n$  и  $k$  — показатели преломления и поглощения света в

магнетике. Согласно экспериментальным данным, полученным на кафедре магнетизма [18], для света с энергией квантов 0,5 - 4,5 эВ глубина проникновения света в образец порядка 30 - 10 нм.

### 2.3.3. Магнитооптическая установка

Измерения приповерхностных магнитных характеристик изучаемых образцов были выполнены на магнитооптической установке, собранной на базе микроскопа МИС-11. Блок-схема установки представлена на рис. 2.2.



**Рис.2.2.** Блок-схема магнитооптической установки, собранной на базе микроскопа МИС-11.

- 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 - Блок питания лампы

- О – образец
- ИС – источник света
- П - поляризатор
- Л1 – первая линза
- ДХ – датчик Холла
- Л2 - вторая линза
- ФП – фотоприемник

Принцип действия установки заключается в следующем. Свет от излучения ИС (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 полюса электромагнита. Угол падения света на образец равен 45 градусам. Размер локального участка поверхности изучаемого образца определяется диаметром полевой диафрагмы, расположенной в первом тубусе микроскопа. С учётом возможного изменения увеличения микроскопа диаметр светового пятна на образце может варьироваться от нескольких миллиметров до нескольких десятков микрон.

Отражённый от образца свет системой линз Л2 второго тубуса собирается в плоскости изображения микроскопа, где расположен приёмник излучения ФП (германиевый фотодиод). Сигнал, пропорциональный интенсивности падающего на фотодиод света, поступает на вход измерительной системы.

В работе использовался модуляционный метод регистрации магнитооптических сигналов. 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, чувствительность его увеличивается по сравнению со статическим методом на 2-3 порядка, то есть, возможно измерение относительного изменения интенсивности отражённого света от перемагничиваемого образца вплоть до четвёртого порядка малости.

Сущность применяемой методики заключается в следующем. Исследуемый образец с помощью магнита перемагничивается переменным магнитным полем с частотой  $f = 80\text{Гц}$ . Питание магнита осуществляется от генератора звуковых частот ЗГ-102. 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:

$U_0$  – постоянное напряжение, пропорциональное интенсивности света  $I_0$ , отражённого от образца в отсутствие магнитного поля;

$U_m$  – переменное напряжение с частотой  $f$ , пропорциональное глубине модуляции интенсивности отражённого от образца света за счёт



магнитооптического эффекта, возникающего при изменении намагниченности от  $M$  до  $-M$  под действием внешнего переменного магнитного поля.

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 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 один из входов аналого-цифрового преобразователя (АЦП) Е-24. На второй вход АЦП Е-24 подаётся напряжение, пропорциональное напряжённости магнитного поля в зазоре электромагнита. Магнитное поле регистрируется датчиком Холла (ДХ), закреплённым между тубусами микроскопа таким образом, чтобы фиксировать значение поля на участке проведения измерения. АЦП осуществляет преобразование аналоговых сигналов в цифровые, регистрация которых осуществляется компьютером. Программное обеспечение позволяет визуализировать и упрощать процессы регистрации, обработки и анализа данных.

Исследуемые образцы вместе с электромагнитом устанавливаются на предметном столике микроскопа, снабжённом двумя микроподачами, позволяющими перемещать образец в двух взаимно перпендикулярных направлениях с точностью до  $\pm 5$  мкм. Поляризация света осуществляется с помощью поляризатора Глана-Томсона (степень поляризации  $\sim 10^{-4}$ ), снабжённого лимбом, позволяющим выставлять угол поляризации с точностью до  $\sim 0.5$  градусов.

Основные технические характеристики установки:

- минимальная величина регистрируемого относительного изменения интенсивности отражённого от перемагничиваемого образца света  $10^{-5}$ ;
- минимальный диаметр изучаемого локального участка образца с учётом увеличения микроскопа равен 20 мкм.

Кривые намагничивания и петли гистерезиса образцов измерялись на вышеописанной установке с помощью ЭЭК. Величина ЭЭК определялась из соотношения  $\delta = U_{\sim} / U_0 = (I - I_0) / I_0$ , где  $I$  и  $I_0$  - интенсивности света, отражённого от намагниченного и ненамагниченного образца. Магнитное поле  $H$  было приложено параллельно поверхности образцов и

перпендикулярно плоскости падения света. Измерения магнитных характеристик изучаемых тонкоплёночных систем были выполнены при двух ориентациях внешнего магнитного поля  $H$ . В одном случае  $H$  было параллельно ОЛН (направление D1), а в другом -  $H$  было перпендикулярно D1 (направление D2).

Как было указано выше, глубина проникновения света в образец порядка 30 - 10 нм при энергии квантов падающего света 0,5 - 4,5 эВ. Все магнитооптические измерения, описанные ниже, были выполнены при фиксированной энергии квантов падающего света, равной 2.5 эВ, при которой  $t_{\text{прон.}} \approx 20$  нм.

Кроме того, магнитные характеристики изучаемых образцов были измерены на вибрационном магнетометре фирмы «Lake Shore VSM 7400» с чувствительностью  $10^{-7}$  Гс $\times$ см<sup>3</sup>.

## Глава 3. Полученные результаты и их обсуждение

### 3.1. Данные рентгеноструктурного анализ изучаемых образцов

Микроструктура трехслойных Co/Cu/Co образцов была изучена рентгеновским методом с использованием CuK $\alpha$  излучение. Основные результаты измерений представлены на рисунке 3.1.

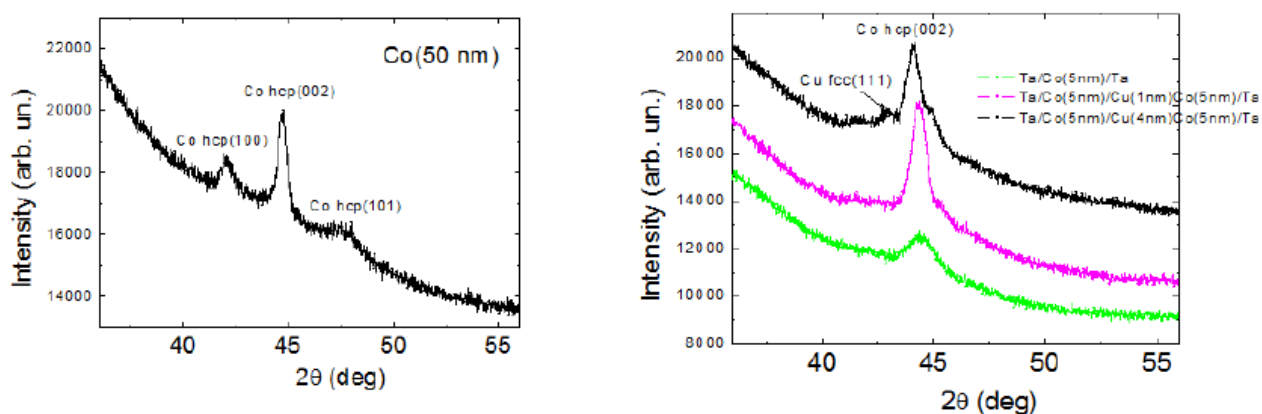


Рис. 3.1 Типичные рентгеновские спектры, наблюдаемые для изучаемых образцов: «реперной» однослойной 5-нм плёнке кобальта, осаждённой непосредственно на стеклянную подложку (левая панель), и трехслойных Co/Cu/Co образцов (правая панель.)

Измерения рентгеновских спектров были проведены не только на трехслойных образцах, но и на «реперной» однослойной 5-нм плёнке кобальта, осаждённой непосредственно на стеклянную подложку. Видно, что на спектрах трехслойных образцов отсутствуют пики, соответствующие линиям тантала. Это согласуется с литературными данными, согласно которым состояние плёнок тантала при изменении толщины изменяется от аморфного к кристаллическому с кубической или тетрагональной решёткой. При этом наличие подслоя тантала повышает степень текстуры плёнки кобальта, так как на спектрах остаётся видимым только пик, соответствующий линии (002) гексагональной решётки кобальта. Положение этого пика для трехслойных образцов слегка сдвинуто влево относительно положения соответствующего пика для однослойной плёнки кобальта. Это является свидетельством того, что на границе слоёв тантала и кобальта происходит частичная взаимная диффузия, приводящая к некоторому увеличению параметра решётки кобальта, обусловленного большим размером

атома тантала по сравнению с атомом кобальта. На спектре образца с самой толстой прослойкой меди становится заметным пик, соответствующий линии (111) гранцентрированной решётки меди. Размер кристаллитов кобальта, оцененный по ширине пиков, был порядка толщины слоёв кобальта.

### 3.2. Результаты измерений на атомном силовом микроскопе

Наиболее типичные данные о шероховатости изучаемых образцов, полученные с помощью АСМ, приведены на рисунке 3.2 и 3.3.

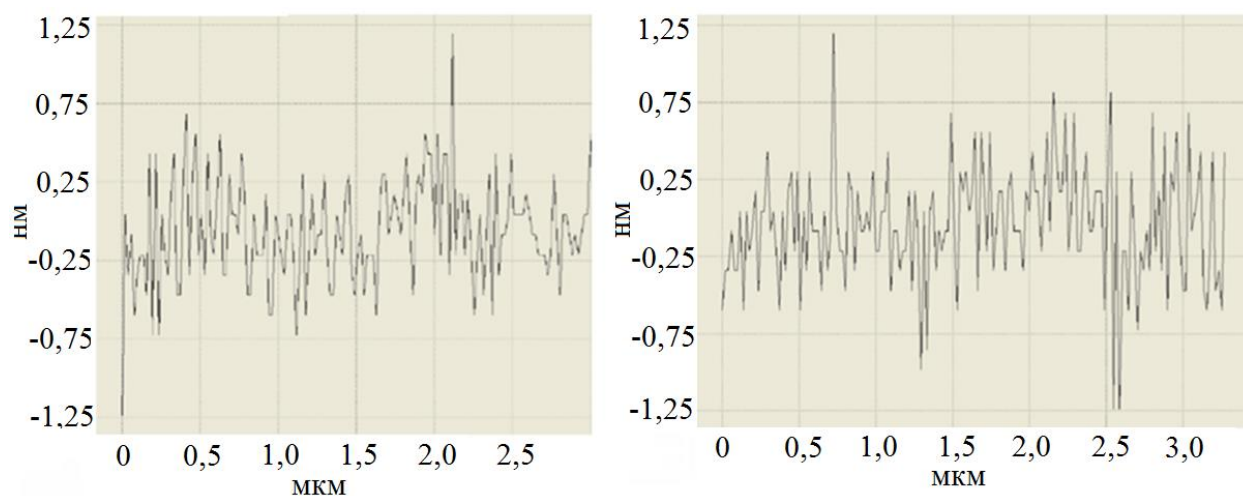


Рис. 3. Типичная шероховатость поверхности Co/Cu/Co образца с толщиной медного слоя 1,4 нм. Средняя шероховатость образца  $Ra \approx 0,3$  нм.

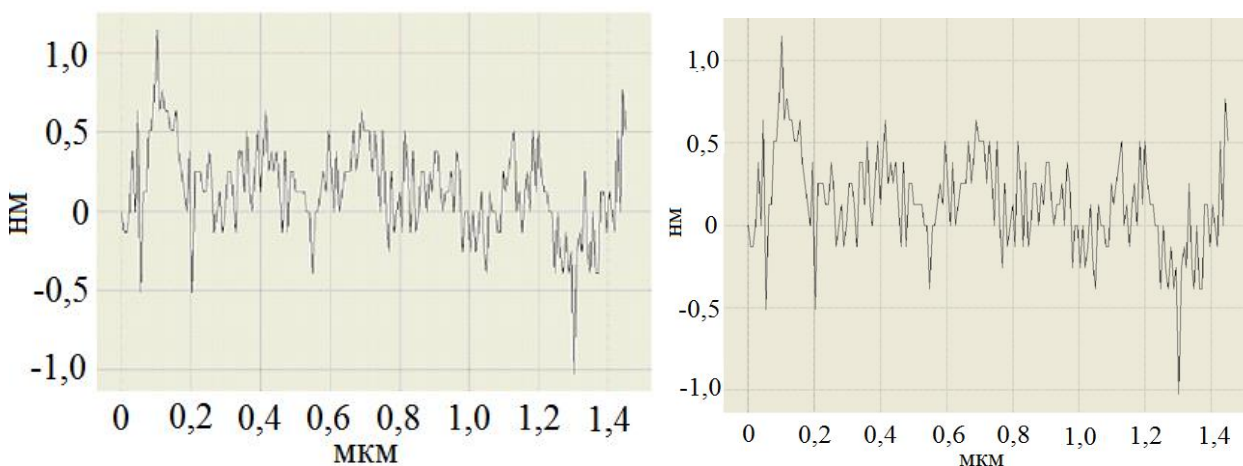


Рис. 3.3 Типичная шероховатость поверхности Co/Cu/Co образцов с толщиной медного слоя 2,2 нм (слева) и 4 нм (справа).

Средняя шероховатость  $Ra$  образца с  $t_{Cu} = 2,2$  нм порядка 0,3 нм, а с  $t_{Cu} = 4$  нм –  $Ra \approx 0,4$  нм.

В целом анализ полученных АСМ данных показал, что средняя шероховатость плёнок не превышает 0,5 нм, что свидетельствует о достаточно хорошем качестве поверхности изучаемых образцов.

### 3.3. Результаты магнитных измерений

Результаты магнитных измерений, полученные с помощью магнитооптического (черные, зеленые кривые) и вибрационного магнитометров (красные кривые) магнитометров представлены на рис. 3.4.

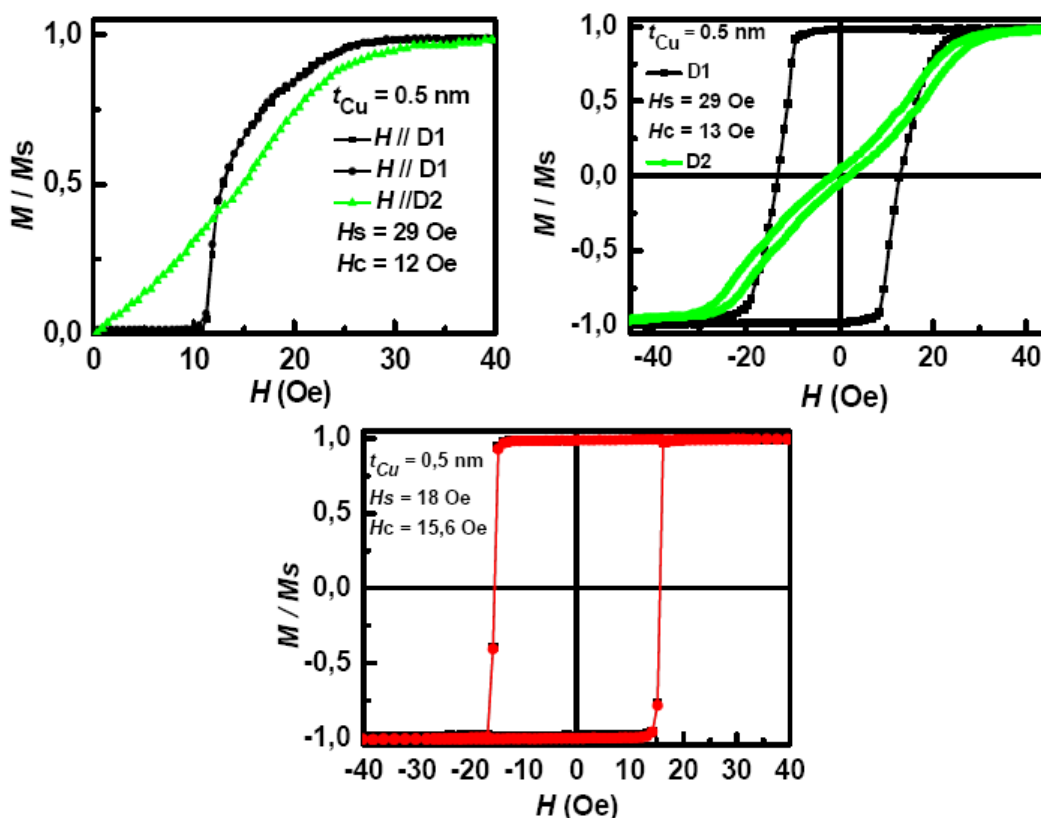


Рис. 3.4. Кривые намагничивания (сверху слева) и петли гистерезиса (сверху справа), измеренные для  $\text{Co/Cu/Co}$  образца с  $t_{\text{Cu}} = 0.5$  нм вдоль направлений  $D1$  и  $D2$  на магнитооптическом магнитометре. Петля гистерезиса (внизу), измеренная на вибрационном магнитометре в магнитном поле, приложенном вдоль  $D1$  направления

Различие кривых намагничивания и петель гистерезиса вдоль направлений  $D1$  и  $D2$  на рис. 3.4 свидетельствует о наличии магнитной анизотропии в плоскости образца с осью лёгкого намагничивания, совпадающей с направлением магнитного поля, приложенного в процесс их напыления. Согласно существующим представлениям [19], основным механизмом, обуславливающим наведенную магнитную анизотропию,

является парное упорядочение атомов. Перемагничивание образца в магнитном поле, приложенном вдоль D2, направления осуществляется за счет вращения вектора намагниченности, а вдоль D1 – за счет зародыша перемагничивания.

Ниже приведены петли гистерезиса, измеренные на магнитооптическом (черные кривые) и вибрационном (красные кривые) магнитометрах.

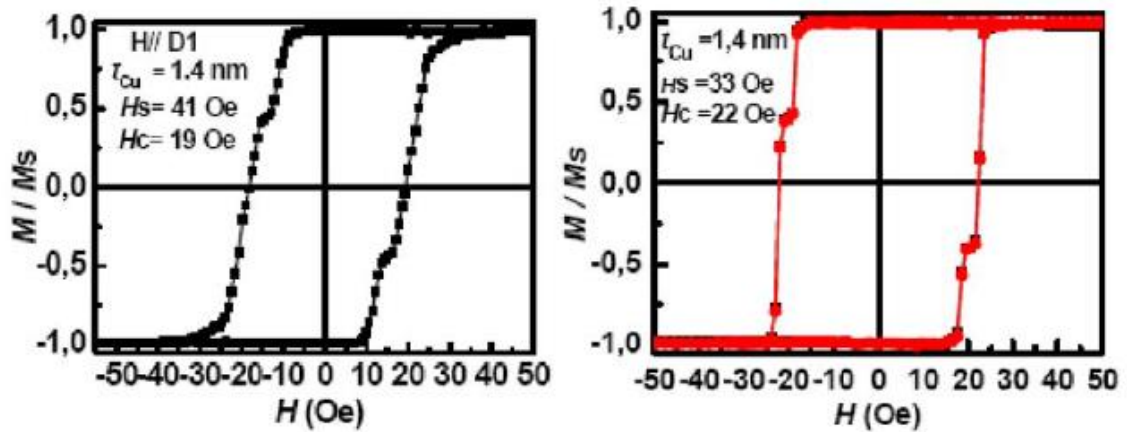


Рис. 3.5. Петли гистерезиса, измеренные на магнитооптическом и вибрационном магнитометрах для образца с  $t_{Cu} = 1,4$  нм.

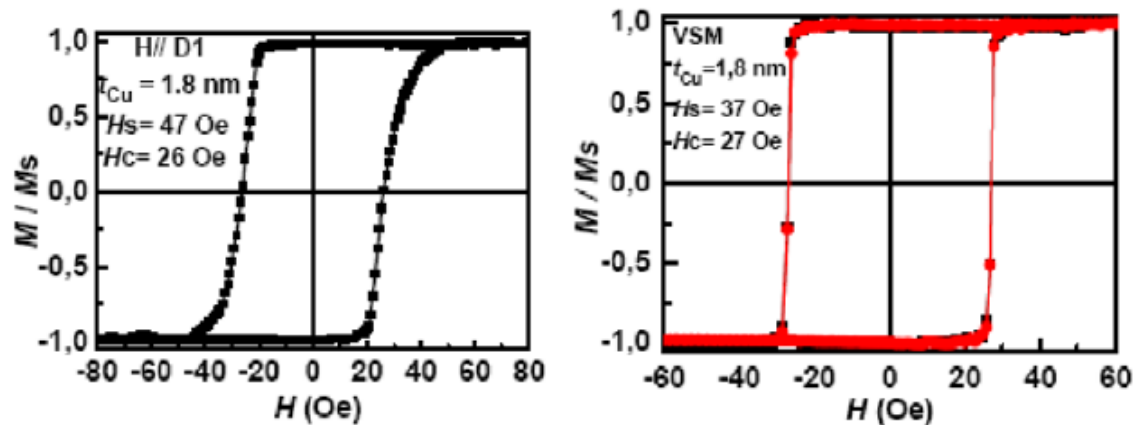


Рис. 3.6. Петли гистерезиса, измеренные на магнитооптическом и вибрационном магнитометрах для образца с  $t_{Cu} = 1,8$  нм.

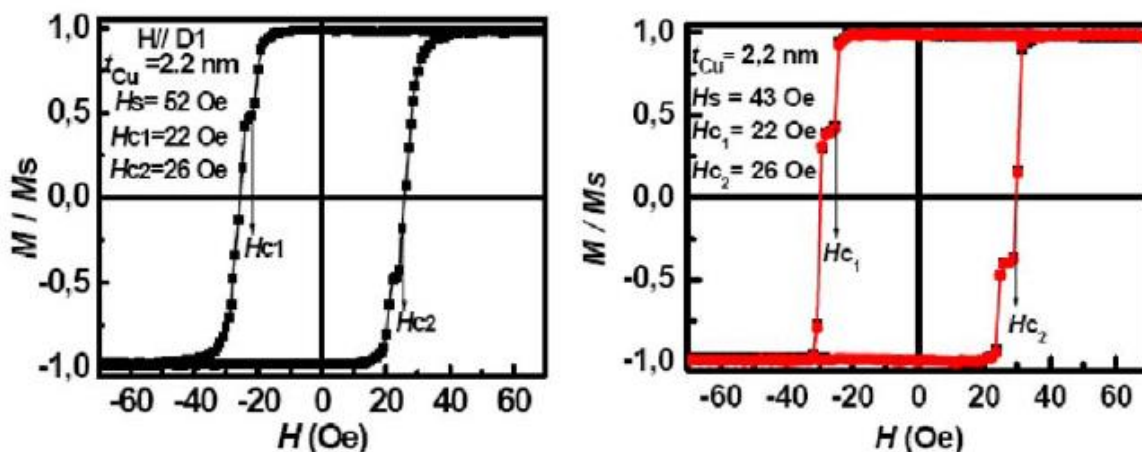


Рис. 3.7. Петли гистерезиса, измеренные на магнитооптическом и вибрационном магнитометрах для образца с  $t_{Cu} = 2,2$  нм.

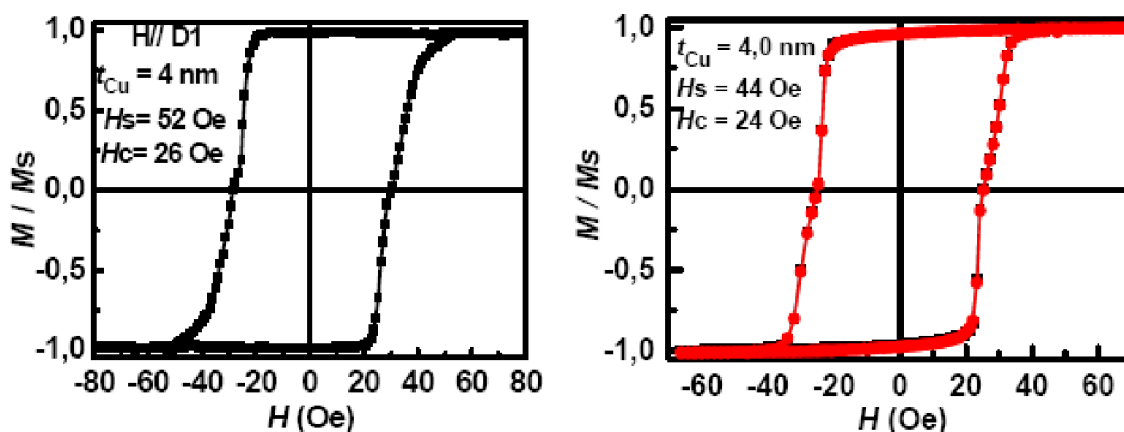
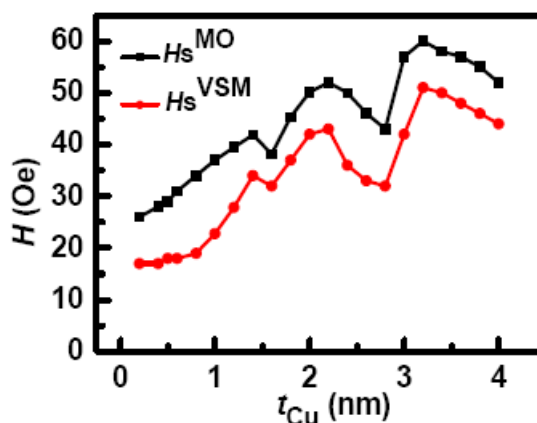


Рис. 3.8. Петли гистерезиса, измеренные на магнитооптическом и вибрационном магнитометрах для образца с  $t_{Cu} = 4,0$  нм.

Результаты магнитных измерений, выполненных на магнитооптическом (МО) и вибрационном (VSM) магнитометрах позволили построить график зависимости поля насыщения от толщины медного слоя.



*Рис. 3.9. Зависимость значений поля насыщения от толщины медного слоя, наблюдаемая для изучаемых Co/Cu/Co образцов.*

### 3.4 Обсуждение результатов

Анализ приведенных выше данных показал следующее. Поле насыщения,  $H_s$ , изучаемых образцов осциллирует по величине с изменением толщины медного слоя. Период осцилляций  $H_s$  порядка 1 нм. Максимальные значения  $H_s$  наблюдаются для образцов с  $t_{Cu} = 1.4, 2.2$  и  $3.2$  нм. Петли гистерезиса при этих значениях  $t_{Cu}$ , измеренные в магнитном поле, приложенном вдоль D1 направления, имеют двухступенчатую форму. При этом для образцов с другими значениями  $t_{Cu}$  петли гистерезиса имеют прямоугольную форму. Согласно расчётам, выполненными К.А. Звездиным в работе [20], и экспериментальным результатам [5-7, 21, 22] двухступенчатые и прямоугольные петли гистерезиса наблюдаются соответственно при наличии антипараллельных и параллельных компонент намагниченности в соседних магнитных слоях. Таким образом, полученные экспериментальные данные можно объяснить наличием обменного взаимодействия между ферромагнитными слоями и его осциллирующим поведением с изменением толщины медного слоя (переход от ферромагнитного (Ф) к антиферромагнитному (АФ) взаимодействию). В случае АФ обмена поле насыщения  $H_s$  больше, чем  $H_s$  в образцах с ферромагнитным обменом, что обусловлено дополнительными затратами энергии на преодоление антиферромагнитного обмена между магнитными слоями.

Экспериментально найденный период осцилляций поля насыщения,  $\Lambda$ , приблизительно равен 1 нм. В настоящее время изучено много многослойных систем таких, как Fe/Cu [23], Fe/Mo [24], Fe/Cr [25], в которых обнаружены осцилляции между АФ- и Ф-обменом с периодичностью порядка 1 нм. Согласно механизму обменного взаимодействия между магнитными слоями посредством РККИ-взаимодействия [26], период осцилляций  $\Lambda$  должен быть порядка  $\pi/k_F$ , где  $k_F$  – волновой вектор Ферми. Для большинства металлов  $\pi/k_F$  порядка 0.3 – 0.4 нм. Обнаруженное нами значение  $\Lambda$  больше, чем  $\pi/k_F$ . В тонкопленочных системах с металлическими немагнитными прослойками наличие более длинного периода осцилляций  $H_s$  объяснено влиянием квантовых размерных эффектов, проявляющихся в изменении электронной структуры ультратонкого магнитного слоя (появление так называемых Quantum Well States, QWS's) по сравнению с объемными образцами. Рассчитанное с учетом QWS's значение  $\Lambda$  равно 1 – 1.2 нм.



Кроме того, из рисунка 3.9 можно видеть, что значения полей насыщения, измеренные на магнитооптическом магнитометре, больше  $H_S$ , полученных на вибрационном. Объяснение этого факта может состоять в следующем. Как было указано выше, магнитооптические измерения были выполнены при фиксированной энергии квантов падающего света, равной 2.5 эВ, при которой  $t_{\text{прон.}} \approx 20$  нм. Это значение превышает значение полной толщины образца при максимальной толщине медного слоя. Таким образом, при магнитооптических измерениях свет многократно отражается от интерфейсов. Наличие шероховатости на интерфейсах может обуславливать усиление влияния полей рассеяния на измеряемые магнитные характеристики изучаемых образцов. В частности, увеличивать значения полей насыщения.

### 3.5 Основные результаты и выводы

1. Трехслойные Co/Cu/Co образцы имеют нанокристаллическую структуру.
2. Шероховатость поверхности Co/Cu/Co образцов порядка 0.3 – 0.5 нм.
3. Co/Cu/Co образцы характеризуются плоскостной магнитной анизотропией с осью легкого намагничивания, совпадающей с направлением магнитного поля, приложенного в процессе напыления пленок.
4. Петли гистерезиса Co/Cu/Co образцов с  $t_{Cu} = 1.4, 2.2$  и  $3.2$  нм имеют двухступенчатую форму, что свидетельствует о наличии антипараллельных компонент намагниченности и соответственно об антиферромагнитном взаимодействии между слоями кобальта.
5. Петли гистерезиса Co/Cu/Co образцов с  $t_{Cu} \neq 1.4, 2.2$  и  $3.2$  нм имеют прямоугольную форму, что свидетельствует о наличии параллельных компонент намагниченности и соответственно о ферромагнитном взаимодействии между слоями кобальта.
6. Значение поля насыщения  $H_S$  трехслойных Co/Cu/Co образцов зависит от толщины медной прослойки.
7. Поле насыщения  $H_S$  осциллирует по величине с изменением толщины медного слоя. Период этих осцилляций порядка 1 нм.

## Список литературы

1. Parkin S.S.P., Li Z.G., Smith D.J. // Giant magnetoresistance in antiferromagnetic Co/Cu multilayers // *Appl. Phys. Lett.* 58 (1991) 2710-2712.
2. Salamon M.B., Sinha S., Rhyne J.J., Cunningham J.E., Erwin R.W., Borchers J, Flynn C.P. // Long-range incommensurate magnetic order in a Dy-Y multilayer // *Phys. Rev. Lett.* 56 (1986) 259-262.
3. Parkin S.S.P., More N., Roche K.P. // Oscillations in exchange coupling and magnetoresistance in metallic superlattice structures: Co/Ru, Co/Cr, and Fe/Cr // *Phys. Rev. Lett.* 64 (1990) 2304-2307.
4. Coehoorn R. Giant magnetoresistance and magnetic interactions in exchange-biased spin-valves // Ed. by K. H. J. Buschow. Elsevier, *Handbook of Magnetic Materials* 15 (2003) 1–197.
5. Shalygina E.E., Maximova G.V., Komarova M.A., Shalygin A.N., Kozlovskii L.V. // Magneto-optical investigation thin-film magnetic systems // *Solid State Phenom.* 162-163, (2009) 253- 256.
6. Shalygina E.E., Rojnovskaya A.A., Shalygin A.N. // The Influence of Quantum Size Effects on Magnetic Properties of Thin-film Systems // *Solid State Phenom.* 190, (2012) 514-517.
7. Shalygina E.E., Gan'shina E.A., Kharlamova A.M., Mukhin A.N., Kurlyandskaya G.V., Svalov A.V. // The Influence of Si on Magnetic and Magneto-optical Properties of Co/Si/Co Thin-Film Systems // *Solid State Phenomena.* 233, (2015) 653-656.
8. Hathaway K.B. // Magnetic Coupling and Magnetoresistance // *Ultrathin Magnetic Structures II* (1994) 45-194.
9. Chelaru L.I. Microscopic studies of interlayer magnetic coupling across nonmagnetic and antiferromagnetic spacer layers PhD thesis // Martin-Luther-Universitat Halle-Wittenberg, Halle (2003).
10. Neel L. // L'anisotropie magnetiye superficielle et substructures d'orientation // *J. Phys. Rad.* 15, (1954) 225 - 239.
11. Оргин Ю.Ф., Луцкий В.Н., Елинсон М.И. // «О наблюдении квантовых размерных эффектов в тонких пленках висмута». // *ЖЭТФ*, Письма в редакцию, 3 (1966), 114-118.
12. Сандомирский В.Б. // Квантовый эффект размеров в пленке полуметалла // *ЖЭТФ*, 52 (1967) 158.
- 13 Stiles, M.D // Exchange coupling in magnetic heterostructures // *Phys.Rev. B* 48, (1993) 7238–7258.

14. Arthur J.R. // Interaction of Ga and As molecular beams with GaAs surfaces // J. Appl. Phys., 39 (1968) 4032-4034.
15. Беляев Б.А., Изотов А.В., Лексиков А.А. // Сканирующий спектрометр ферромагнитного резонанса для диагностики характеристик тонких магнитных пленок. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. Т.67, № 9, 2001, с. 23.
- 16 Zhang Z., Hammel P.C., Wigen P.E. // Observation of ferromagnetic resonance in a microscopic sample using magnetic resonance force microscopy. // Appl. Phys. Lett. 1996, Vol. 68, N. 14, pp. 2005-2007.
17. Traeger G., Wenzel L., Hubert A. // Computer experiments on the information depth and the figure of merit in magneto-optics Phys. Stat. Sol. 131 (1992) 201-227.
18. Е. Е. Шалыгина, В. Л. Козловский, Ду Сяньбо (кафедра магнетизма) //Магнитооптическое исследование ультратонких плёнок железа и кобальта // (1995) 51- 57.
19. Тикадзуми С. // Физика ферромагнетизма, магнитные характеристики и практическое применение // Москва: Мир 1987.
20. Звездин К. // Особенности перемагничивания трехслойных структур // Физика твердого тела. 42, (2000) 116-120.
21. Coehoorn R. // Period of oscillatory exchange interactions in Co/Cu and Fe/Cu multilayer systems // Phys. Rev. B 44 (1991) 9331-9337.
22. Lin C.J., Gorman G.L., Lee C.H., Farrow R.F.C., Marinero E.E., Do H.V., Notarys H. // Magnetic and structural properties of Co/Pt multilayers // J. Magn. Magn. Mater. 93 (1991) 194- 206.
23. Bennett W.R., Schwarzacher W., Egelhoff W.F. // Concurrent enhancement of Kerr rotation and antiferromagnetic coupling in epitaxial Fe/Cu/Fe structures // Phys. Rev. Lett. 65 (1990) 3169-3172.
24. Brubaker M.E., Mattson J.E., Sowers C.H., Bader S.D. // Oscillatory interlayer magnetic coupling of sputtered Fe/Mo superlattices // Appl. Phys. Lett. 58 (1991) 2306-2308.
25. Wang Y., Levy P.M., Fry J.L. // Interlayer magnetic coupling in Fe/Cr multilayered structures // Phys. Rev. Lett. 65 (1990) 2732-2735.
26. Yafet Y. // Ruderman-Kittel-Kasuya-Yosida range function of a one-dimensional free-electron gas // Phys. Rev. B 36 (1987) 3948-3949.