

УДК 537.62

## МЁССБАУЭРОВСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ В ПЛЕНКАХ $Tb_xFe_{1-x}$ -СПЛАВОВ С ПЕРПЕНДИКУЛЯРНОЙ МАГНИТНОЙ АНИЗОТРОПИЕЙ

© 2013 г. Р. С. Исхаков<sup>1,2</sup>, О. А. Баюков<sup>1,2</sup>, В. А. Середкин<sup>1,2</sup>, С. В. Столяр<sup>1,2</sup>,  
В. Ю. Яковчук<sup>1,2</sup>, Г. И. Фролов<sup>1</sup>, Г. В. Бондаренко<sup>1</sup>

E-mail: rauf@iph.krasn.ru

Получены аморфные ферримагнитные пленки  $Tb_xFe_{1-x}$  с перпендикулярной магнитной анизотропией и обменно-связанные структуры  $Tb_xFe_{1-x}/NiFe$ , характеризующиеся однонаправленной анизотропией. На основе мёссбауэровских исследований этих систем установлена магнитная и химическая неоднородность сплавов  $Tb_xFe_{1-x}$  компенсационных составов.

DOI: 10.7868/S0367676513030150

В пленочных структурах  $Tb_xFe_{1-x}/NiFe$ ,  $Dy_xCo_{1-x}/NiFe$  [1], в которых слои аморфных ферримагнитных сплавов  $Tb_xFe_{1-x}$ ,  $Dy_xCo_{1-x}$  изготовлены в области компенсационных составов и характеризуются интегральной перпендикулярной магнитной анизотропией, а в слое  $NiFe$  анизотропия типа легкая ось расположена в плоскости пленки, обнаружена однонаправленная анизотропия. Проведенные исследования магнитных свойств однослойных аморфных пленок  $DyCo$ , а также обменно-связанных структур  $DyCo/NiFe$  позволили выдвинуть гипотезу о наногетерофазности аморфных ферримагнитных сплавов компенсационных составов. На основе анализа результатов многочисленных экспериментов для этих систем было введено понятие двух магнитных фаз [2, 3]: нанофаза  $\Phi_1$  (для которой  $M_{Co} > M_{Dy}$ ) и нанофаза  $\Phi_2$  (для которой  $M_{Co} < M_{Dy}$ ). В зависимости от состава пленки сплава  $Dy_xCo_{1-x}$  одна из нанофаз в спиновой системе сплава выступает как основная (матричная), в то время как другая — в виде примесной. Намагниченность основной фазы в компенсационной области ориентирована ортогонально плоскости пленки из-за существующей здесь перпендикулярной анизотропии. В примесной фазе намагниченность подрешетки  $3d$ -металла из-за обменного взаимодействия с намагниченностью подрешетки  $3d$ -металла основной фазы имеет плоскостную составляющую, которая участвует в обменном взаимодействии с намагниченностью слоя сплава  $NiFe$  [4]. Несмотря на то что компенсационным составом (намагниченность насыщения при комнатной температуре равна нулю) пленок ферримагнитных сплавов  $Tb_xFe_{1-x}$  и  $Dy_xCo_{1-x}$  является состав  $x \approx 22$  ат. %, аморфные сплавы

$Tb_xFe_{1-x}$  отличаются от аморфных сплавов  $Dy_xCo_{1-x}$  рядом особенностей. Температура Кюри, среднее значение сверхтонкого поля на ядре  $Fe$  аморфных ферримагнитных сплавов  $Tb_xFe_{1-x}$  при увеличении содержания  $Fe$  в широком интервале концентраций уменьшается (для аморфных сплавов  $Dy_xCo_{1-x}$ , как известно, увеличение концентрации  $3d$ -металла повышает температуру Кюри [5]).

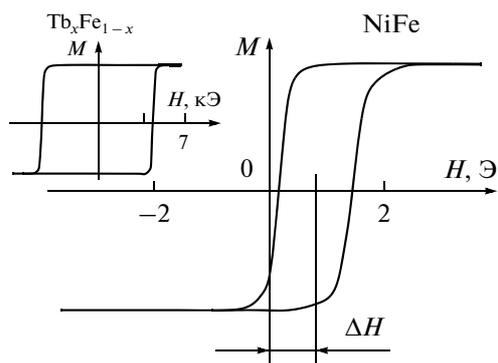
Данная работа посвящена синтезу, исследованию магнитных характеристик однослойных аморфных сплавов  $Tb_xFe_{1-x}$ , а также двухслойных обменно-связанных структур  $Tb_xFe_{1-x}/NiFe$  методом мёссбауэровской спектроскопии. Использование методики ЯГР для изучения гетерофазных пленок аморфных сплавов  $Tb_xFe_{1-x}$  обусловлено чувствительностью спектра ЯГР к локальной ориентации вектора намагниченности в пленке относительно направления пучка  $\gamma$ -квантов [6].

### ПОЛУЧЕНИЕ ОБРАЗЦОВ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

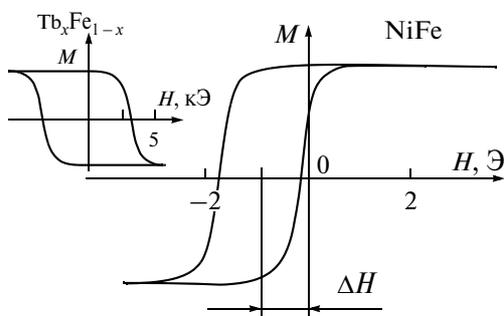
Исследуемые пленки  $Tb_xFe_{1-x}$ ,  $Tb_xFe_{1-x}/NiFe$  ( $10 < x < 35$  ат. %) были получены методом термического испарения [1–3]. В качестве экспериментальных методик использованы магнитооптический эффект Керра в полях до 15 кЭ и петлескоп с полями до 250 Э (прикладываемыми в плоскости пленки) на частоте  $f = 50$  Гц. Термообработка при  $T = 250^\circ C$  в течение 10 мин осуществлялась в вакуумной камере, давление остаточных газов в которой не превышало  $p = 5 \cdot 10^{-6}$  мм рт. ст. Спектры ЯГР исследуемых пленок  $Tb_xFe_{1-x}$  были получены при комнатной температуре. При напылении пленок сплава проводилось обогащение по изотопу  $Fe^{57}$  на 95%.

<sup>1</sup> Учреждение Российской академии наук Институт физики им. Л.В. Киренского СО РАН, Красноярск.

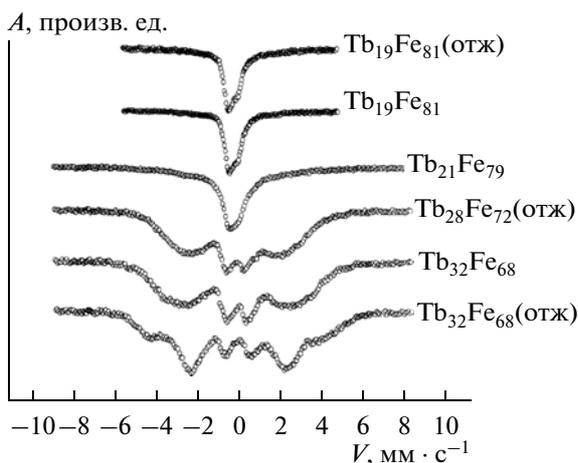
<sup>2</sup> Сибирский федеральный университет, Красноярск.



**Рис. 1.** Петля гистерезиса слоя NiFe в обменно-связанной структуре  $Tb_xFe_{1-x}/NiFe$ . На вставке приведена магнитооптическая петля гистерезиса слоя  $Tb_xFe_{1-x}$ ,  $x = 20$  ат. %.



**Рис. 2.** Петля гистерезиса слоя NiFe в обменно-связанной структуре  $Tb_xFe_{1-x}/NiFe$ . На вставке приведена магнитооптическая петля гистерезиса слоя  $Tb_xFe_{1-x}$ ,  $x = 23$  ат. %.



**Рис. 3.** Мёссбауэровские спектры пленок аморфных сплавов  $Tb_xFe_{1-x}$ , измеренные при комнатной температуре.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Вид магнитооптической петли гистерезиса, измеренной методом полярного эффекта Керра, для аморфных пленок сплавов РЗМ-ПМ с перпендикулярной магнитной анизотропией позволяет здесь выявить доминирующую подрешетку. В случае  $M_{Fe} > M_{Tb}$  петля гистерезиса будет “правой”. На вставке рис. 1 представлен данный вид петли гистерезиса для аморфного сплава докомпенсационного состава  $Tb_{20}Fe_{80}$ . При условии  $M_{Fe} < M_{Tb}$  магнитооптическая петля гистерезиса будет “левой”. Данный вид петли характеризует пленку аморфного сплава послекомпенсационного состава  $Tb_{23}Fe_{77}$  (вставка рис. 2). В дальнейшем нами были синтезированы двухслойные обменно-связанные пленки  $Tb_xFe_{1-x}/NiFe$ . На рис. 1, 2 приведены петли гистерезиса магнитомягкого слоя NiFe, измеренные на данных обменно-связанных структурах  $Tb_xFe_{1-x}/NiFe$ . Вид этих петель свидетельствует об однонаправленной анизотропии в планарных структурах.

Температурный отжиг приводил к уменьшению (или полному исчезновению) как величины перпендикулярной анизотропии в пленках сплавов  $Tb_xFe_{1-x}$ , (о чем свидетельствует уменьшение величины коэрцитивного поля и прямоугольности магнитооптической петли гистерезиса однослойных пленок  $Tb_xFe_{1-x}$ ), так и величины однонаправленной анизотропии обменно-связанных пленок  $Tb_xFe_{1-x}/NiFe$ , о чем свидетельствует уменьшение (или исчезновение) величины поля смещения  $\Delta H$ .

Спектры мёссбауэровской спектроскопии однослойных ферромагнитных пленок  $Tb_xFe_{1-x}$  характеризующихся перпендикулярной анизотропией, представлены на рис. 3. Линии спектра оказались широкими, что характерно для аморфных систем.

Для пленок  $Tb_xFe_{1-x}$  с содержанием железа более  $x > 25$  ат. % спектры представляют собой зеемановские секстеты с небольшой примесью квадрупольного дублета. Увеличение содержания Fe в исследуемых образцах приводило к увеличению объемной доли парамагнитного дублета. Для пленок  $Tb_xFe_{1-x}$  ( $x < 19$  ат. % Tb) спектры представляют парамагнитные дублеты с малой примесью секстета, что затрудняло обработку данных спектров. Обнаруженные концентрационные особенности спектров ЯГР исследуемых пленок согласуются с ранее выполненными исследованиями аморфных сплавов  $Tb_xFe_{1-x}$  [6].

В работе использована двухэтапная расшифровка мёссбауэровских спектров. На первом этапе определяется функция  $P(H)$ . На втором этапе по положениям максимумов определяются число и параметры сверхтонкой структуры (СТС) неэквивалентных позиций и состояний железа в спла-

ве. На основе этой информации строили модельный спектр, который подгоняли к экспериментальному спектру при варьировании всего набора сверхтонких параметров. При этой подгонке “ложные” составляющие спектра задуляются.

Задача определения углов  $\theta$  (угол между направлением пучка  $\gamma$ -квантов и локальным вектором намагниченности) для нескольких фаз неоднородного ферромагнитного сплава при подгонке всех остальных параметров СТС в общем случае не имеет однозначного решения. Необходимо или вводить ограничения на углы  $\theta$ , или их фиксировать. В данной работе, согласно развиваемому нами подходу о магнитной гетерофазности аморфных ферромагнитных сплавов компенсационных составов, мы ввели предположение о том, что в пленке существуют две магнитные фазы железа: магнитный момент одной фазы ориентирован параллельно ( $\theta = 90^\circ$ ,  $\leftrightarrow$ ), а другой – перпендикулярно ( $\theta = 0^\circ$ ,  $\updownarrow$ ) плоскости пленки. В этом случае для определения функций  $P(H)$  использована сумма двух групп секстетов с  $\theta = 0^\circ$  и  $\theta = 90^\circ$ . Определенные функции  $P(H)$  для двух составов  $x = 28$  и  $32$  ат. % Tb, а также термообработанного сплава Tb<sub>32</sub>Fe<sub>68</sub> показаны на рис. 4. Здесь проявляется структура на зависимостях  $P(H)$ , свидетельствующая о четко оформленном химическом и топологическом ближнем порядке обнаруженных магнитных фаз. На рис. 4 видно, что независимо от составов изучаемых пленок, области сплава с  $\theta = 0^\circ$  (магнитный момент перпендикулярен плоскости пленки) характеризуются меньшими величинами сверхтонких полей, чем области с  $\theta = 90^\circ$ . Анализируемые нами составы сплавов являются послекомпенсационными, поэтому области  $\theta = 0^\circ$  обогащены редкоземельным элементом относительно интегрального состава пленки. Примесные области, у которых вектор намагниченности расположен в плоскости пленки ( $\theta = 90^\circ$ ), неоднородного сплава обогащены Fe, а следовательно, характеризуются большими величинами сверхтонкого поля.

Отличные от нулевого значения функции  $P(H)$  для малых полей соответствуют парамагнитной составляющей спектра. Термообработка приводит к значительному уменьшению объемной доли магнитной фазы с перпендикулярной ориентацией вектора намагничивания относительно плоскости пленки и исчезновению перпендикулярной анизотропии. Данный результат согласуется с выполненными нами магнитооптическими измерениями термообработанных пленок Tb<sub>x</sub>Fe<sub>1-x</sub>. На втором этапе расшифровки спектров были получены параметры парциальных секстетов, которые сведены в таблицу (см. табл.).

Из данных, приведенных в таблице, видно, что величины сверхтонких полей обнаруженных локальных нанодоменов, сплава Tb<sub>28</sub>Fe<sub>72</sub> характе-

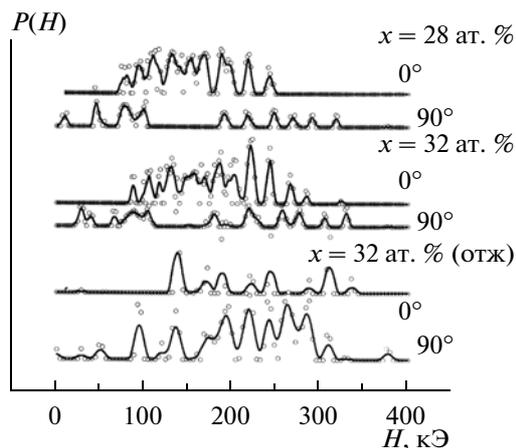


Рис. 4. Распределение сверхтонких полей  $P(H)$  для случая двух ориентаций векторов намагничивания:  $\theta = 0^\circ$  – магнитный момент перпендикулярен плоскости пленки;  $\theta = 90^\circ$  – магнитный момент лежит в плоскости пленки.

ризуются меньшими величинами, по сравнению с величинами  $H$  нанодоменов сплава Tb<sub>32</sub>Fe<sub>68</sub>. Данные особенности согласуются с имеющимися на сегодняшний день представлениями о концентрационных зависимостях температуры Кюри и среднего значения сверхтонкого поля для аморфных ферромагнитных сплавов Tb<sub>x</sub>Fe<sub>1-x</sub>. Необходимо отметить, что в пленках изучаемых составов, характеризующихся перпендикулярной анизотропией, регистрируются нанодомены с  $IS = 0$  и  $W/34 = W/16$ , составляющие около 20% объема материала. По установленным значениям сверхтонких полей  $H = 170$  кЭ (Tb<sub>28</sub>Fe<sub>72</sub>) и  $H = 196$  кЭ (Tb<sub>32</sub>Fe<sub>68</sub>) их разумно отнести к матричной магнитной фазе  $\Phi_2$ , для которой должно выполняться неравенство  $M_{Fe} < M_{Tb}$ . Вектор намагниченности данных областей, следовательно, должен быть ориентирован перпендикулярно плоскости пленки. В эксперименте же наблюдается обратная ситуация. Данные области характеризуются  $\theta = 90^\circ$ . Обнаруженные особенности, возможно, обусловлены особым магнитным упорядочением данных нанодоменов и требуют дополнительных исследований.

По данным таблицы можно определить объемные доли (долевую заселенность позиции  $S$ ) магнитных фаз  $\Phi_1$  и  $\Phi_2$ . Для пленок состава Tb<sub>28</sub>Fe<sub>72</sub>  $S(\Phi_1) = 23\%$ ,  $S(\Phi_2) = 48\%$ . Для пленок состава Tb<sub>32</sub>Fe<sub>68</sub>  $S(\Phi_1) = 24\%$ ,  $S(\Phi_2) = 42\%$ . Широкое распределение сверхтонких полей, в фазах  $\Phi_1$  и  $\Phi_2$  указывает на локальную химическую неоднородность как фазы  $\Phi_1$ , так и фазы  $\Phi_2$ . Заселенность парамагнитных областей составляет около 10%. Термообработка приводит к изменению фазового состава сплава: повышается сверхтонкое поле и исчезает перпендикулярная анизотропия.

Параметры позиций, обнаруженных в пленках  $Tb_xFe_{1-x}$

	Позиция	$IS$	$H$	$QS$	$W34$	$W16$	$S$
$Tb_{28}Fe_{72}$	$\updownarrow \Phi_2$	0.12	84	0	0.58	2.64	0.28
	$\updownarrow \Phi_2$	-0.02	152	-0.03	0.51	1.15	0.14
	$\leftrightarrow$	0	170	0.04	0.82	0.82	0.20
	$\updownarrow \Phi_2$	0.01	194	0	0.37	0.58	0.06
	$\leftrightarrow \Phi_1$	-0.02	218	0.05	0.76	0.81	0.13
	$\leftrightarrow \Phi_1$	0.06	239	0.21	0.71	0.93	0.05
	$\leftrightarrow \Phi_1$	0.06	257	0.21	0.77	1.01	0.05
$Tb_{32}Fe_{68}$		0.21	0	1.39	0.65	—	0.09
	$\updownarrow \Phi_2$	0.15	95	0	0.39	1.8	0.16
	$\updownarrow \Phi_2$	-0.01	174	-0.01	0.50	1.01	0.14
	$\leftrightarrow$	0	196	0.01	0.91	0.91	0.22
	$\updownarrow \Phi_2$	0.04	221	-0.01	0.46	0.88	0.12
	$\leftrightarrow \Phi_1$	-0.01	241	0.02	0.54	0.55	0.06
	$\leftrightarrow \Phi_1$	0.08	260	0.08	0.81	1.73	0.10
$Tb_{32}Fe_{68}$ Отжиг 250°C, 10 мин	$\leftrightarrow \Phi_1$	0.09	271	0.07	0.59	0.95	0.08
		0.25	0	1.27	0.86	—	0.12
	$\updownarrow$	0.39	112	-0.12	0.77	0.88	0.08
	$\leftrightarrow$	-0.01	197	0.33	0.42	1.42	0.15
	$\leftrightarrow$	0.18	219	0.10	0.45	1.78	0.21
	$\leftrightarrow$	0.03	244	0.52	0.27	1.26	0.13
	$\leftrightarrow$	0.02	256	-0.36	0.61	0.65	0.09
$\leftrightarrow$	0.18	267	0	0.79	0.79	0.10	
	0.17	301	0.02	0.72	1.05	0.15	
	0.37	0	1.38	1.13	—	0.09	

Примечание.  $IS$  – изомерный химический сдвиг относительно  $\alpha$ -Fe,  $\pm 0.02$  мм/с;  $H$  – сверхтонкое поле на ядре,  $\pm 3$  кЭ;  $QS$  – квадрупольное расщепление,  $\pm 0.02$  мм/с;  $W34$  и  $W16$  – ширины внутренних и внешних линий секстета, соответственно,  $\pm 0.02$  мм/с;  $S$  – долевая заселенность позиции,  $\pm 0.03$ .

Работа выполнена Сибирским федеральным университетом (проект “Многослойные обменно-связанные пленочные структуры и наночастицы. Структура, магнитные свойства, приложения”) в рамках Государственного задания Министерства образования и науки Российской Федерации.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Середкин В.А., Фролов Г.И., Яковчук В.Ю. // Письма в ЖТФ. 1983. Т. 9. № 23. С. 1446.
2. Исхаков Р.С., Столяр С.В., Чеканова Л.А. и др. // Письма в ЖЭТФ. 2002. Т. 76. Вып. 11. С. 779.
3. Исхаков Р.С., Середкин В.А., Столяр С.В., Фролов Г.И., Яковчук В.Ю. // Письма в ЖЭТФ. 2004. Т. 80. Вып. 10. С. 743.
4. Фролов Г.И., Яковчук В.Ю., Середкин В.А., Исхаков Р.С. и др. // ЖТФ. 2005. Т. 75. Вып. 12. С. 69.
5. Хандрик К., Кобе С. Аморфные ферро-ферритмагнетики. М.: Мир, 1982. 296 с.
6. Русаков В.С., Введенский Б.С., Воропаева Е.Т., Николаева Е.Н. // ФТТ. 1992. Т. 34. № 8. С. 2438.