

Магнитные и резонансные свойства пленок в системе Fe-Bi

© Г.С. Патрин^{1,2}, В.Ю. Яковчук², С.А. Яриков^{1,2}, Я.Г. Шиян^{1,2}, В.П. Фурдык¹

¹ Сибирский федеральный университет,
Красноярск, Россия

² Институт физики им. Л.В. Киренского ФИЦ КНЦ СО РАН,
Красноярск, Россия

E-mail: patrin@iph.krasn.ru

Поступила в Редакцию 15 апреля 2019 г.

В окончательной редакции 22 апреля 2019 г.

Принята к публикации 24 апреля 2019 г.

Представлены результаты экспериментальных исследований пленочных структур в системе Fe-Bi. Методом электронного магнитного резонанса показано, что для двухслойных структур магнитное состояние зависит от очередности напыления магнитного и немагнитного слоев. В трехслойных структурах обнаружен эффект обменного смещения, величина которого зависит от толщины висмутовой прослойки.

Ключевые слова: прослойка висмута, обменное смещение, гранулированная подсистема, магнитная анизотропия.

DOI: 10.21883/0000000000

1. Введение

Магнитные наноразмерные слоистые структуры с полуметаллической прослойкой являются слабо изученными объектами, и представляют значительный интерес для физики конденсированного состояния. Большая часть исследований посвящена изучению Bi-содержащих полупроводниковых сплавов в качестве материала для инфракрасных приемников [1] или многослойных пленок 3d-металл–висмут [2] для микроэлектромеханических (MEMS) устройств. В этом направлении продолжают работы, как в плане разработки технологии, так и в плане изучения фундаментальных свойств, в частности, влияние интерфейса на магнитные и транспортные свойства.

Ранее были изучены пленочные структуры с промежуточной немагнитной прослойкой висмута. В структуре CoFe/Bi/Co [3] было установлено, что межслоевое взаимодействие проявляет два периода осцилляций 9 и 25 nm. Исследование образцов Co/Bi/Co [4] также подтвердило наличие связи между магнитными слоями в широком диапазоне толщин прослойки (от 0.2 до 50 nm). Здесь зависимость коэрцитивной силы H_C и намагниченности насыщения H_S носит осциллирующий характер с разными периодами колебаний. В пленочных структурах системы Fe-Bi [5] обнаружено, что если толщина слоя железа была меньше 1.5 nm, то пленки Fe/Bi обладали перпендикулярной магнитной анизотропией, тогда как при больших толщинах железного слоя намагниченность лежала в плоскости пленки. В трехслойных структурах FeNi/Bi/FeNi [6,7] с толщиной ферромагнитного слоя $t_{\text{FeNi}} 10$ nm анизотропные эффекты отсутствуют и признаков анизотропии в плоскости пленки также не наблюдается. В этом случае было установлено, что имеет место осцилляция межслоевого обмена с периодом $t_{\text{Bi}} \sim 8$ nm и смена знака анизотропии в районе $t_{\text{Bi}} \sim 15$ nm.

В зависимости от технологии получают либо твердые растворы [8] при больших скоростях и высоких температурах напыления (пленки $\text{Fe}_x\text{Bi}_{1-x}$), либо пленочные структуры при малых скоростях напыления (Fe/Bi) [5]. В первом случае, как правило, реализуется магнитное состояние типа „спиновое стекло“, а во втором случае спектр проявлений гораздо шире.

С целью прояснить особенности влияния технологических условий на формирование магнитных свойств и направлено настоящее исследование.

2. Техника и методика эксперимента

Пленки были получены методом термического испарения при базовом вакууме $P \sim 10^{-6}$ Тор. В качестве магнитного материала было выбрано железо в силу того, что в нашем случае легко контролировать образование метастабильных модификаций железа, чтобы не затушевывать межслоевое взаимодействие. К тому же среди полуметаллических элементов висмут выделяется тем, что он практически не образует химических соединений с 3d-металлами [9]. При напылении для наведения оси легкого намагничивания в плоскости пленки прикладывалось магнитное поле ~ 200 Ое. В одном цикле на стеклянные подложки напылялись пленки композиций Fe/Fe, Fe/Bi и Bi/Fe. Пленки Fe/Bi/Fe напылялись в другом цикле независимо. Для всех пленок толщина магнитного слоя составляла $t_{\text{Fe}} \approx 10$ nm, а толщины висмута были $t_{\text{Bi}} = 15$ nm для двухслойных структур, и $t_{\text{Bi}} = 3.5, 4.5, 6, 8, 10, 12$ nm для трехслойных пленок. Величина t_{Fe} была выбрана из соображений, чтобы она была довольно малой, но в то же самое время достаточной для того, чтобы намагниченность магнитного слоя не менялась при флуктуациях его толщины.

Толщины слоев определялись методами рентгеновской спектроскопии. Электронно-микроскопические измерения показали, что слои являются сплошными по площади и их состав соответствует номинальному. Никаких следов наличия соединений $3d$ -металл–висмут не обнаружено. Присутствие окислов железа также не обнаружено. На пленки сверху наносилось покрытие

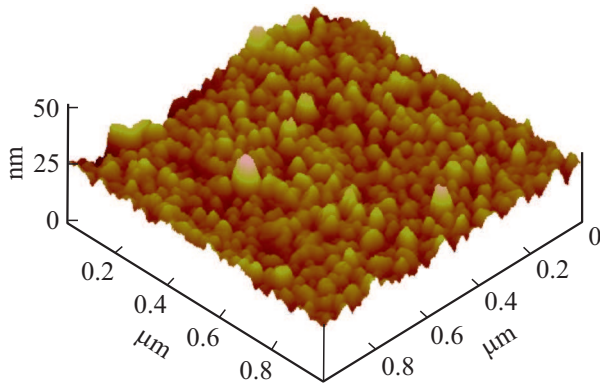


Рис. 1. Морфология пленки Bi/Fe, полученная методом АСМ.

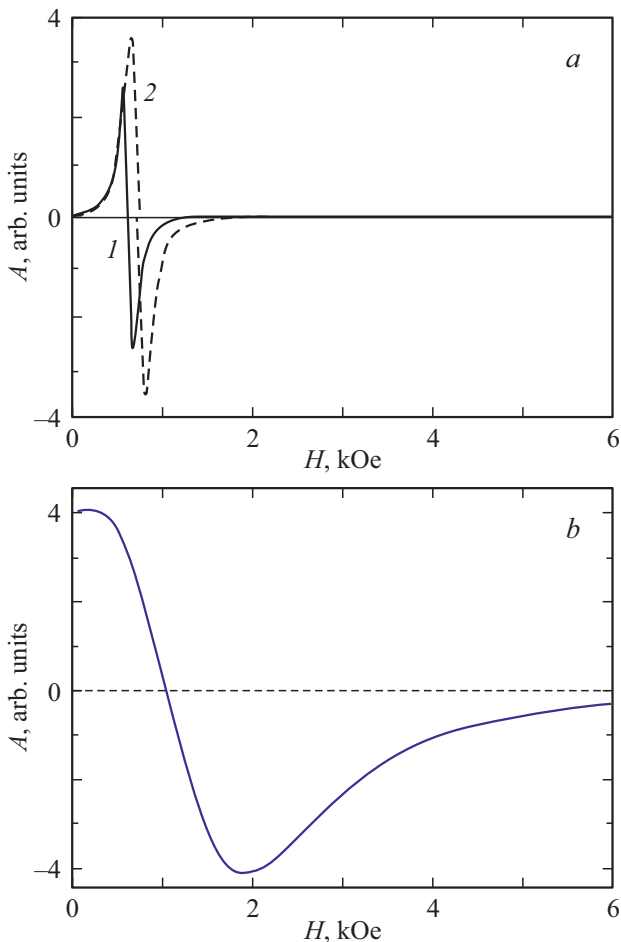


Рис. 2. Спектр магнитного резонанса пленок: a — 1 — Fe, 2 — Fe/Bi, b — Bi/Fe. Поле вдоль легкого направления в плоскости пленки. $T = 300$ К.

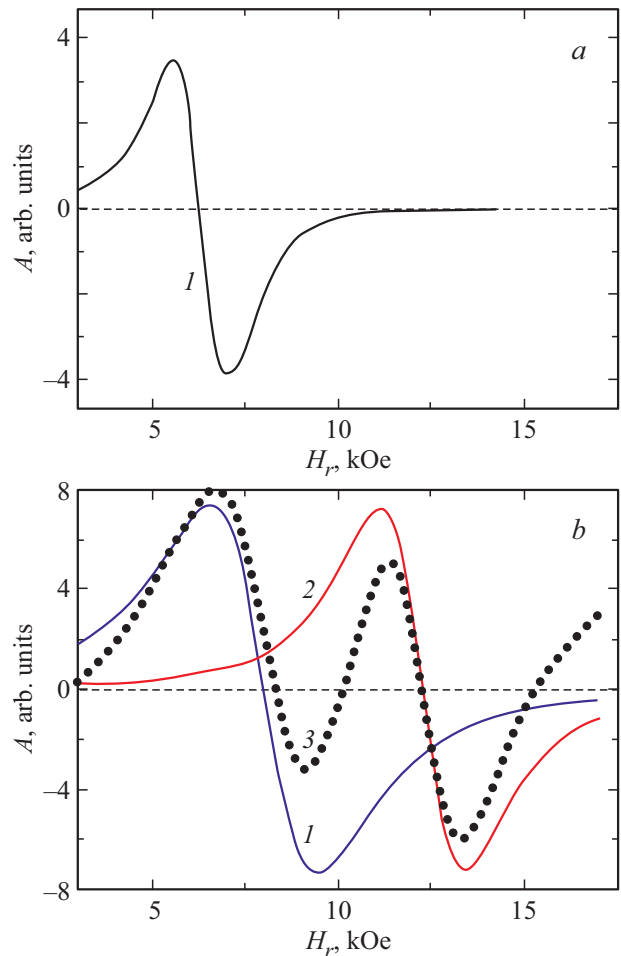


Рис. 3. Спектр магнитного резонанса пленок. a : 1 — Fe; b : Bi/Fe — 1 и 2 — разложение на составляющие линии, 3 — экспериментально наблюдаемая кривая. Поле перпендикулярно плоскости пленки. $T = 300$ К.

либо из Ag, либо из Cu толщиной 100–200 nm. Структура поверхности пленок исследовалась на атомном силовом микроскопе (АСМ) Veeco Multi Mode (разрешение 1 nm). Установлено, что высота шероховатости поверхности не превышает 2.5 nm (рис. 1), а это значит, что нет прямого контакта между ферромагнитными слоями железа. Намагниченность измерялась на СКВИД-установке MPMS-XL. При магнитостатических измерениях внешнее поле лежало в плоскости пленки и было направлено вдоль наведенной легкой оси. Для измерения резонансных свойств использовался ЭПР-спектрометр „Bruker E 500 CW EPR“, действующего на частоте $f_{\text{MWF}} = 9.48$ GHz.

3. Результаты и обсуждение

При исследовании пленочных структур в системе Fe–Bi было обнаружено, что магнитное поведение двухслойных пленок сильно зависит от очередности напыления магнитного и немагнитного слоев. Наиболее

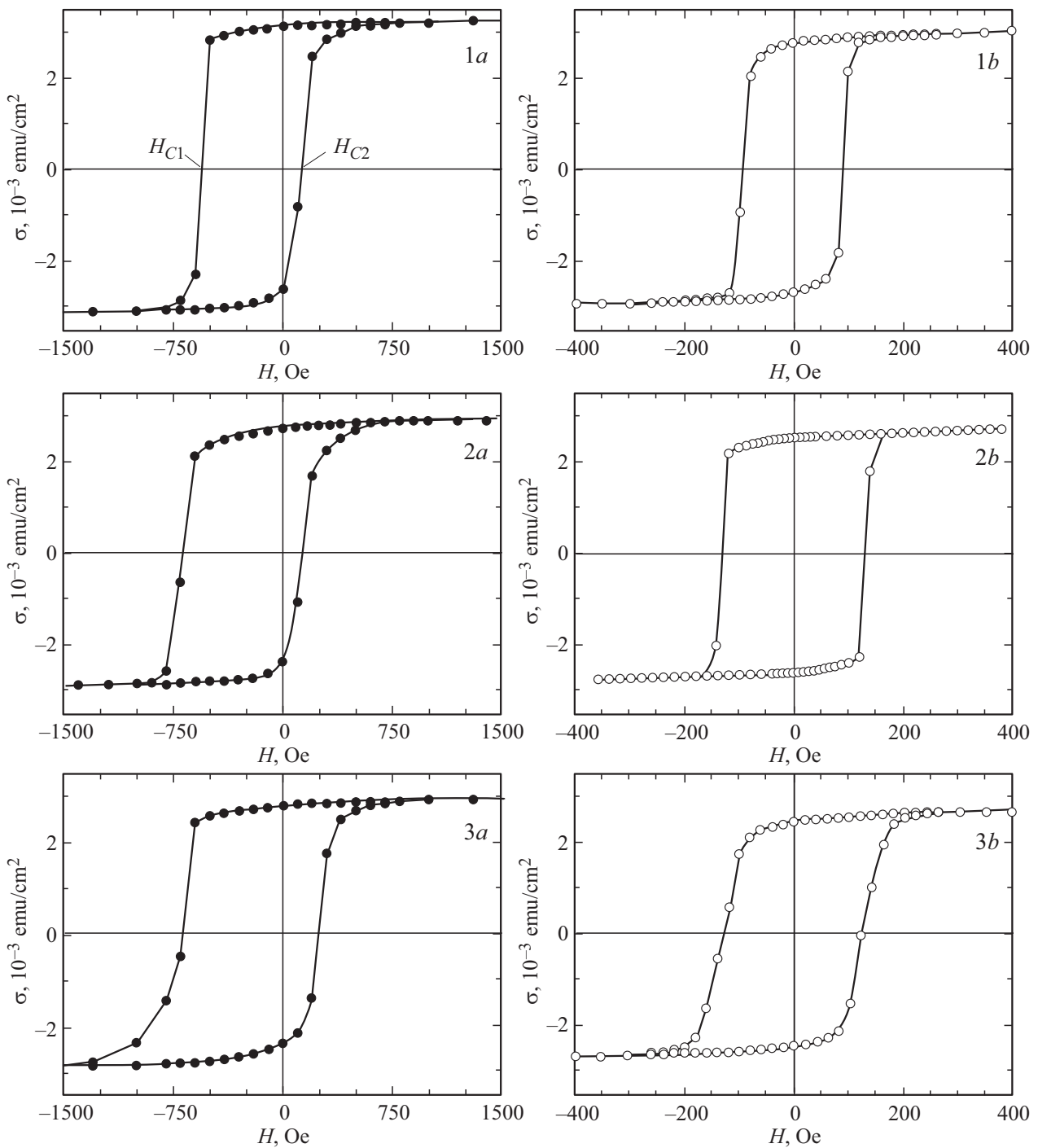


Рис. 4. Кривые намагничивания пленок: *a* — $T = 4.2\text{ K}$, *b* — 300 K . *1–3* — $t_{\text{Bi}} = 3.5, 4.5, 8.0\text{ nm}$ соответственно. Поле вдоль легкого направления в плоскости пленки.

показательно это проявляется на магниторезонансных параметрах. Когда магнитное поле лежит в плоскости пленки, то наблюдается одиночная линия поглощения, положение которой зависит от очередности напыления слоев (см. рис. 2). В случае, когда внешнее поле направлено перпендикулярно плоскости для двухслойной пленки композиции Vi/Fe наблюдаются две линии поглощения (рис. 3, *b*), а для двух других композиций (Fe/Vi и

Fe) по-прежнему имеем одиночную линию поглощения с близкими значениями резонансных полей (рис. 3, *a*). Эти данные свидетельствует о том, что в случае структуры Vi/Fe в процессе напыления возникает еще одна подсистема, обладающая более сильной анизотропией. Так для пленок в системе Co-Vi было установлено, что в структуре $[\text{Co/Vi}]_{19}/\text{Co}$ [10] с суммарной толщиной $< 100\text{ nm}$ и разными толщинами слоев Co и Vi четкой

слоистой структуры не получается, а возникает последовательность слоев висмута с вкраплениями гранул кобальта. Основываясь на том, что температура плавления железа равна ≈ 1812 К, а температура плавления висмута всего ≈ 545 К, можно предположить, что в случае пленок Bi/Fe сильно разогретые высоко энергетичные ионы железа падают на слой висмута, который является легкоплавким. Железо проникает достаточно глубоко в толщину висмутового слоя. В результате образуются слой наноразмерных гранул железа. Эти обстоятельства и сказываются на резонансных свойствах двухслойных систем. В случае Fe/Bi модифицированной подсистемы железа не образуется, более того, как видно на рис. 2, *a* влияние интерфейса на границе Fe-Bi практически не изменяет свойства слоя железа (резонансные поля линий 1 и 2 различаются очень незначительно). Для пленки Bi/Fe наличие гранулярного слоя проявляется отчетливо. Эти данные подтверждаются магнитостатическими измерениями на двухслойных пленках. От очередности нанесения слоев зависит коэрцитивная сила (различие почти в 5 раз), а намагниченности насыщения в пределах ошибки эксперимента совпадают. Особенно это видно из резонансного спектра в геометрии, когда внешнее магнитное поле направлено перпендикулярно плоскости пленки (перпендикулярная геометрия). Спектр магнитного резонанса состоит из двух линий (рис. 3, *b*). Здесь видно, что одна линия (линия 1 на рис. 3, *b*) лежит в области полей, присущих магнитному резонансу железной пленки (рис. 3, *a*), а другая линия (линия 2 на рис. 3, *b*) лежит в области гораздо больших полей. Такое поведение находит свое объяснение, если учесть, что напыление происходит в магнитном поле, в результате чего сильно анизотропные гранулы железа [11] ориентированы преимущественно вдоль индуцированной легкой оси. В перпендикулярной геометрии самостоятельно проявляется гранулярная подсистема, для которой добавляется анизотропия, кладущая магнитный момент гранул в плоскость пленки, что приводит к смещению резонанса в область больших полей.

Ясно, что эта особенность должна проявиться в магнитных свойствах многослойных структур. На рис. 4 представлены кривые намагничивания трехслойных пленок Fe/Bi/Fe с различными толщинами полуметаллической прослойки ($\sigma_{Fe} = M_{Fe} \cdot t_{Fe}$ — магнитный момент единицы поверхности пленки). В гелиевых температурах кривые намагничивания имеют смещенный вид. Причем как коэрцитивная сила, так и величина обменного смещения зависят от толщины прослойки висмута. При комнатной температуре смещение пропадает.

Поле обменного смещения обычно определяется как $H_E = (H_{C2} + H_{C1})/2$ [12] (см. рис. 4, 1*a*), где H_{C1} и H_{C2} коэрцитивные поля кривой намагничивания. В нашем случае $H_E < 0$, а это означает, что обменное взаимодействие между пиннигующим и перемагничиваемым слоями является антиферромагнитным. В качестве пиннигующего слоя, по-видимому, является

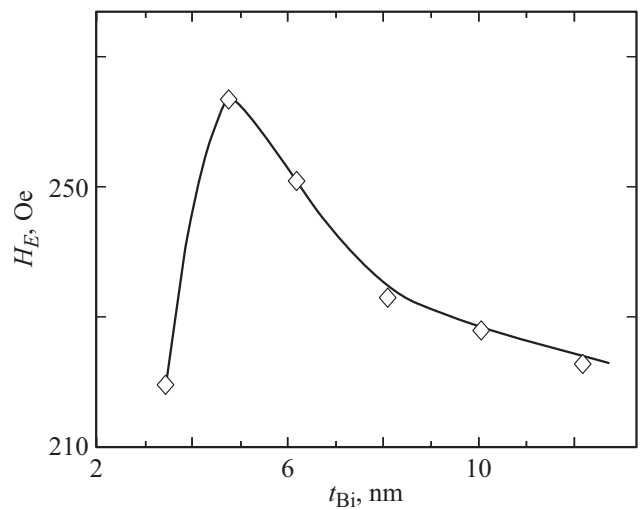


Рис. 5. Зависимость обменного смещения H_E от толщины немагнитной прослойки в пленках Fe/Bi/Fe при $T = 4.2$ К.

гранулированный подслой железа, образованный на интерфейсе Bi-Fe. На рис. 5 приведена зависимость поля обменного смещения от толщины немагнитного слоя висмута. Видно, что имеется максимум кривой в окрестности $t_{Bi} = 4.5$ nm, при дальнейшем увеличении толщины висмута происходит уменьшение H_E . Если предложить модель для нашей ситуации, то систему можно представить в композиции $Fe_1/Bi/FeGr/Fe_2$, где $FeGr$ подсистема гранулированного железа. Как показывает эксперимент $M_{Fe1} \approx M_{Fe2} + M_{FeGr}$, при условии, что подсистемы M_{Fe2} и M_{FeGr} взаимодействуют ферромагнитно. Взаимодействие же через прослойку висмута является антиферромагнитным. При этом особенности анизотропии будут определяться гранулированной подсистемой. Эта ситуация в некоторой степени аналогична той, что рассмотрена в работе [13] для двухслойной системы спиновое стекло(SG)/ферромагнетик(FM), где роль пиннигующего слоя играет слой спинового стекла. Здесь обнаружено сильное влияние поля охлаждения и температуры на величину обменного смещения.

Современное состояние теории обменного смещения в наноструктурах представлено в работе [14], где в качестве пиннигующего слоя рассматривается антиферромагнитный слой. Однако для таких экзотических ситуаций как в [13] или в нашем случае строгой теории не построено. Зависимость обменного смещения от толщины висмутовой прослойки качественно понятно. При малых толщинах висмута при нанесении железа оно, по-видимому, проникает на глубину до значения $t_{max} = 4.5$ nm. При толщинах висмута $t_{Bi} < t_{max}$ происходит увеличение толщины гранулярной подсистемы железа, которая достигает максимального значения при t_{max} . Одновременно с этим растет объем и анизотропия гранулированной подсистемы. При дальнейшем увеличении t_{Bi} начинает преобладать

эффект ослабления межслоевого взаимодействия, что ведет к уменьшению обменного смещения. Пиннирующий слой при намагничивании не проявляется самостоятельно в виде ступеньки, поскольку его доля достаточно мала, он обладает сильной анизотропией (анизотропия гранулы диаметром $d \sim 5.5$ nm составляет $L \approx 1.3 \cdot 10^6$ erg/cm³ [15]) и четкого выхода на насыщение в полях $H < 1.5$ kOe не происходит, а наблюдается „парапроцесс“ (рис. 4).

4. Заключение

В результате проведенных исследований установлено, что в двухслойных пленочных структурах магнитное состояние зависит от очередности нанесения ферромагнитного слоя железа и немагнитного слоя висмута. При этом для структур композиции Bi/Fe образуется подсистема гранулированного железа, обладающая сильной магнитной анизотропией. Существование такой гранулированной подсистемы приводит к неэквивалентности магнитных слоев в многослойных пленочных структурах. Одним из проявлений такого эффекта является возникновение обменного смещения, зависящее от толщины немагнитной полуметаллической прослойки.

Финансирование

Настоящие исследования ведутся при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 18-02-00161-а).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] S.J. Sweeney, I.P. Marko, S.R. Jin, K. Hild, Z. Batool, N. Hossain, T.J.C. Hosea. Bismide-Based Photonic Devices for Near and Mid-Infrared Applications. In book: Bismuth-Containing Compounds / Ed. H. Li, Z.M. Wang. Springer, N.Y. (2013). P. 29.
- [2] T. Hozumi, P. Le Clair, G. Mankey, C. Mewes, Y. Seperi-Amin, J. Hono, T. Suzuki. J. Appl. Phys. **115**, 17A737 (2014).
- [3] Jen-Hwa Hsu, D.R. Sahu. Appl. Phys. Lett. **86**, 192501 (2005).
- [4] E.E. Shalygina, A.M. Kharlamova, G.V. Kurlyandskaya, A.V. Svalov. JMMM **440**, 136 (2017).
- [5] F.Z. Cui, Y.D. Fan, Y. Wang, A.M. Vredenberg, H.J.G. Draaisma, R. Xu. J. Appl. Phys. **68**, 701 (1994).
- [6] G.S. Patrin, V.Yu. Yakovchuk, D.A. Velikanov. Phys. Lett. A **363**, 164 (2007).
- [7] К.Г. Патрин, С.А. Яриков, Г.С. Патрин, В.Ю. Яковчук, А.И. Лямкин. ЖЭТФ **151**, 916 (2017).
- [8] Q.M. Chen, F.Z. Cui, Y.D. Fan, H.D. Li. J. Appl. Phys. **63**, 2452 (1988).
- [9] В.М. Денисов, Н.В. Белоусова, Г.С. Моисеев, С.Г. Бахвалов, С.А. Истомина, Э.А. Пастухов. Висмутсодержащие материалы. Структура и физико-химические свойства. УрО РАН, Екатеринбург (2000). 420 с.
- [10] S. Honda, Y. Nagata. J. Appl. Phys. **93**, 5538 (2003).
- [11] B. Mehdaoui, A. Meffre, L.-M. Lacroix, J. Carrey, S. Lachaize, M. Respaud, M. Gougeon, B. Chaudre. J. Appl. Phys. **107**, 09A324(3) (2010).
- [12] Ch. Binek. Tunable Exchange Bias Effects. In: Nanoscale Magnetic Materials and Applications / Ed. J.P. Liu, E. Fullerton, O. Gutfleish, D.J. Sellmer. Springer, N.Y. (2009). P. 159.
- [13] W.B. Rui, Y. Hu, A. Du, B. You, M.W. Xiao, W. Zhang, S.M. Zhou, J. Du. Sci. Rep. **5**, 13640 (2015).
- [14] J. Noguees, J. Sort, V. Langlais, V. Skumryev, S. Surinach, J.S. Munoz, M.D. Baro. Phys. Rep. **422**, 65 (2005).
- [15] B. Mehdaoui, A. Meffre, L.-M. Lacroix, J. Carrey, S. Lachaize, M. Respaud, M. Gougeon, B. Chaudret. J. Appl. Phys. **107**, 9, 09A324 (1–3) (2010).

Редактор К.В. Емцев