

Л. В. КИРЕНСКИЙ, А. А. НЕДЕЛЬКО, В. А. БУРАВИХИН  
и И. М. ПУЗЕЙ

## ТОНКИЕ ПЛЕНКИ ЖЕЛЕЗО-ГАДОЛИНИЕВЫХ СПЛАВОВ

В последнее время проявляется особый интерес к изучению магнитных свойств редкоземельных металлов и их сплавов, в том числе и гадолиния [1—10]. Однако в периодической литературе не было сообщений об изучении свойств железо-гадолиниевых пленок. Исследование тонких пленок гадолиния и его сплавов с другими элементами представляет большой интерес с точки зрения теории магнетизма и фазовых переходов.

В данной работе описываются экспериментальные результаты по исследованию зависимости коэрцитивной силы, петель гистерезиса и доменной структуры тонких пленок железо-гадолиниевых сплавов от температуры.

Пленки получались путем одновременного испарения из молибденовой лодочки железа и гадолиния в определенных весовых пропорциях в вакууме  $\sim 10^{-5}$  мм рт. ст. на стеклянные подложки, нагретые до  $150^\circ\text{C}$ . Испарение проводилось в магнитном поле 100 э. Направление поля совпадало с плоскостью пленок.

Состав пленок определялся химическим анализом. Вакуум во время испарения повышался и становился тем выше, чем больше испарялось гадолиния. Исследование магнитных свойств пленок проводилось с помощью меридионального магнитооптического эффекта Керра. При исследовании пленки из вакуума не вынимались. Толщина пленок во время их получения определялась с помощью кварцевого индикатора толщины. Контрольные измерения толщины проводились оптическим путем. Исследованные пленки имели толщину 600—700 Å.

### Зависимость коэрцитивной силы и формы петель гистерезиса пленок от температуры

Исследование железо-гадолиниевых пленок разного состава показало, что в соответствии с температурной зависимостью коэрцитивной силы пленки можно разделить на 4 группы: 1) 100% Fe, 98,2% Fe — 1,8% Gd, 2) 84,5% Fe — 15,5% Gd, 78,2% Fe — 21,8% Gd, 3) 62,3% Fe — 37,7% Gd, 69,7% Fe — 30,3% Gd, 4) 46,2% Fe — 53,8% Gd; 10,5% Fe — 89,5% Gd. Составы пленок даны в атомных процентах.

1. 100% Fe; 98,2% Fe — 1,8% Gd. На рис. 1, а показано изменение коэрцитивной силы железной пленки в результате ее периодического нагрева до  $300^\circ$ ,  $400^\circ$  и  $500^\circ$  и охлаждения до комнатной температуры. Из графика видно, что  $H_c$  имеет наименьшее значение при температуре около  $250^\circ$  при первом нагреве. При дальнейшем повышении температуры  $H_c$  возрастает и это увеличение особенно значительно при охлаждении от  $500^\circ$  до  $-50^\circ$ .  $H_c$  пленки резко уменьшается при ее дальнейшем охлаждении. Изменение коэрцитивной силы пленки в зависимости от температуры в интервале  $20 \div 350^\circ$  совпадает с данными работы [11]. Влияние изменения температуры на  $H_c$  пленки 98,2% Fe — 1,8% Gd показано на

рис. 1, б. Из графика видно, что при нагревании пленки ее  $H_c$  уменьшается незначительно, а при охлаждении до комнатной температуры  $H_c$  принимает почти исходное значение.

2. 84,5% Fe — 15,5% Gd, 78,2% Fe — 21,8% Gd. На графике рис. 1, в показано изменение  $H_c$  пленки состава 78,2% Fe — 21,8% Gd в зависимости от температуры. Коэрцитивная сила при нагревах пленки до 300

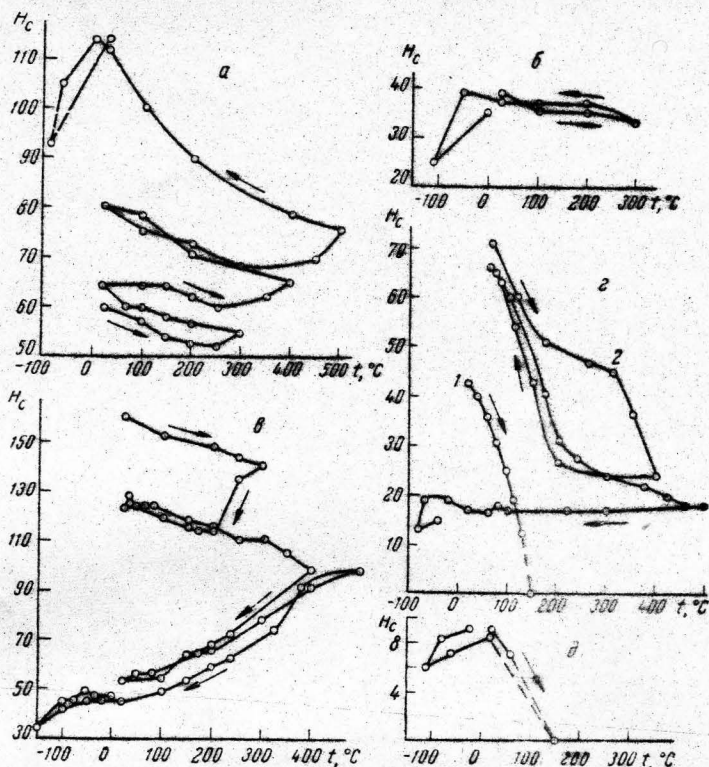


Рис. 1. Температурная зависимость коэрцитивной силы железо-гадолиниевых пленок. Состав и толщина: а — 100% Fe, 600 Å; б — 98,2% Fe — 1,8% Gd, 650 Å; в — 78,2% Fe — 21,8% Gd, 630 Å; г — 62,3% Fe — 37,7% Gd, 630 Å; д — 46,2% Fe — 53,8% Gd, 700 Å

и 400° понижается. При последующем нагреве до 500°  $H_c$  пленки возрастает, но при охлаждении уменьшается. Такая же закономерность наблюдалась на пленках 84,5% Fe — 15,5% Gd.

3. 62,3% Fe — 37,7% Gd; 69,7% Fe — 30,3% Gd. Пленка 62,3% Fe — 37,7% Gd после получения была охлаждена до комнатной температуры. При последующем нагреве снимались петли гистерезиса (рис. 2, а) и измерялась  $H_c$  (рис. 1, г, 1).

При температуре 160° петли гистерезиса вырождаются в прямую линию (рис. 2, а, 5). После этого пленка охлаждалась до появления закрытой петли (рис. 2, а, 6). Затем пленка нагревалась до 300°. Во время охлаждения при температуре 250° было замечено появление петли гистерезиса (рис. 2, а, 7), коэрцитивная сила при охлаждении пленки возрастала и при температуре 60° достигла 71 э (рис. 1, г, 2).

Последующее нагревание пленки до 400° приводит к уменьшению  $H_c$  до 24 э, но при охлаждении  $H_c$  снова увеличивается до 66 э (рис. 1, г, 2).

Нагрев до температуры  $500^\circ$  приводит к необратимому уменьшению  $H_c$ . Петли гистерезиса, снятые при температурах  $400$  и  $500^\circ$ , показаны на рис. 2, а (8, 9). Нагревание пленки выше  $500^\circ$ , так же как и у пленок предыдущей группы, почти не оказывает влияния на изменение  $H_c$ . Такая же закономерность в изменении петель гистерезиса и коэрцитивной силы от температуры была установлена и для пленок состава  $69,7\% \text{ Fe} - 30,3\% \text{ Gd}$ .

4.  $46,2\% \text{ Fe} - 53,8\% \text{ Gd}$ ;  $10,5\% \text{ Fe} - 89,5\% \text{ Gd}$ . При нагревании пленок состава  $46,2\% \text{ Fe} - 53,8\% \text{ Gd}$ ;  $10,5\% \text{ Fe} - 89,5\% \text{ Gd}$  их петли

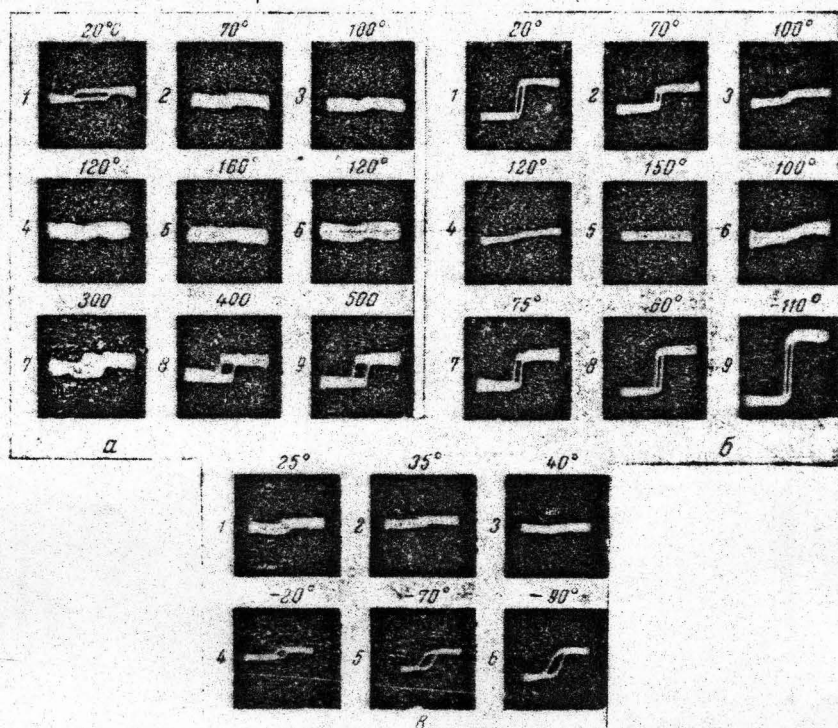


Рис. 2. Петли гистерезиса железо-гадолиниевых пленок при различных температурах. Состав и толщина: а —  $62,3\% \text{ Fe} - 37,7\% \text{ Gd}$ ,  $670 \text{ \AA}$ ; б —  $46,2\% \text{ Fe} - 53,8\% \text{ Gd}$ ,  $700 \text{ \AA}$ ; в —  $10,5\% \text{ Fe} - 89,5\% \text{ Gd}$ ,  $700 \text{ \AA}$

гистерезиса вырождаются в прямые линии соответственно при температурах  $150^\circ$  (рис. 2, б, 5) и  $40^\circ$  (рис. 2, в, 3).

При повторных нагревах пленок этих составов до  $500^\circ$  их петли вырождались в прямые примерно при тех же температурах. Изменение  $H_c$  пленки состава  $46,2\% \text{ Fe} - 53,8\% \text{ Gd}$  от температуры приведено на рис. 1, в. Разнообразие зависимости  $H_c$  железо-гадолиниевых пленок различных составов от температуры, по-видимому, обусловлено различными причинами. В работе [10] приведены химические и фазовые составы железо-гадолиниевых сплавов. Сопоставляя экспериментальные результаты, описанные в этой статье, с данными работы [10], можно предположить, что каждая из вышеперечисленных групп имеет разный фазовый состав.

Состав исследуемых пленок

$98,2\% \text{ Fe} - 1,8\% \text{ Gd}$   
 $78,2\% \text{ Fe} - 21,8\% \text{ Gd}$   
 $46,2\% \text{ Fe} - 53,8\% \text{ Gd}$

Данные фазового состава по работе [10]

$\text{Fe}_7\text{Gd} + \text{Fe}_{17}\text{Gd}$   
 $\text{Fe}_5\text{Gd} + \text{Fe}_2\text{Gd}$   
 $\text{Fe}_2\text{Gd} + \text{Gd}_7$



Поскольку ферромагнитная точка Кюри зависит только от состава фазы и не зависит от ее количества в двухфазной смеси, то возможно, что пленки третьей группы 69,7% Fe — 30,3% Gd и 62,3% Fe — 37,7% Gd после их получения имели фазовый состав  $\text{Fe}_2\text{Gd} + \text{Gd}$  (следы). Такой фазовый состав по данным работы [10] заключен в интервале составов 69,7% Fe — 30,3% Gd ÷ 60,2% Fe — 39,8% Gd. После нагрева до 300° фазовый состав пленок изменился, что и привело к появлению петли гистерезиса при температуре 250°.

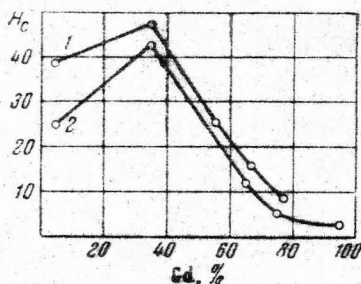


Рис. 3. Зависимость коэрцитивной силы железо-гадолиниевых пленок от состава: 1 — при 20°, 2 — при 100°С

Можно предположить, что на величину  $H_c$  при нагревании пленок влияют следующие факторы: 1) напряжения, возникающие в результате разных термических коэффициентов расширения пленки и подложки; 2) изменение магнитострикции и магнитной анизотропии с изменением температуры; 3) уменьшение структурных дефектов пленки при ее нагревании; 4) рекристаллизация, приводящая к укрупнению кристаллов; 5) изменение фазового состава (иногда необратимого).

Предполагая, что первые две причины приводят в основном к обратимым изменениям  $H_c$ , а последние три — к необратимым, анализируя графики рис. 1, а, б,

в, г, можно сделать некоторые выводы о том, какие факторы в различных случаях влияют на изменение  $H_c$  при изменении температуры. Например,  $H_c$  для пленки железа при первичном нагреве имеет наименьшее значение, около 250°. Дальнейшее увеличение температуры приводит к возрастанию  $H_c$  (рис. 1, а).

В работе [12] такая зависимость  $H_c$  пленки железа от температуры объясняется тем, что при нагреве до 200—250° происходит уменьшение структурных дефектов пленки, а дальнейший нагрев приводит к укрупнению ее кристаллитов, что в свою очередь обуславливает увеличение  $H_c$ . Очевидно, у пленки состава 98,2% Fe — 1,8% Gd (рис. 1, б) при нагреве до 300° изменение  $H_c$  происходило в основном за счет протекания обратимых процессов. При нагреве пленок 2-й группы (рис. 1, в) до 300 и 400° изменение  $H_c$  происходило под влиянием необратимых процессов, а при нагреве до 500° в основном на изменение  $H_c$  влияли обратимые процессы. Можно также предположить, что при нагревании пленок 3-й группы до 300°  $H_c$  изменилось за счет необратимых фазовых переходов. Нагрев до 400° характеризуется протеканием обратимых, а до 500° — необратимых процессов.

Изменение  $H_c$  железо-гадолиниевых пленок в зависимости от весового содержания гадолиния представлено на рис. 3.

### Доменная структура железо-гадолиниевых пленок

Доменная структура железо-гадолиниевых пленок с содержанием гадолиния примерно до 27,1% хорошо выявлялась во всех пленках непосредственно после их получения.

Для обнаружения доменной структуры пленок с содержанием гадолиния от 27,1 до 66,8% (в весовых процентах соответственно 50% Gd и 85% Gd), требовался хотя бы кратковременный нагрев пленок до 300°. На пленках с содержанием гадолиния более 66,8% доменную структуру магнитооптическим эффектом Керра наблюдать не удалось.

На рис. 4. показана доменная структура железо-гадолиниевых пленок разного химического состава. Доменная структура выявлялась после размагничивания пленок переменным полем с медленно убывающей до нуля амплитудой. Размагничивание проводилось вдоль направления поля, приложенного во время получения пленок.

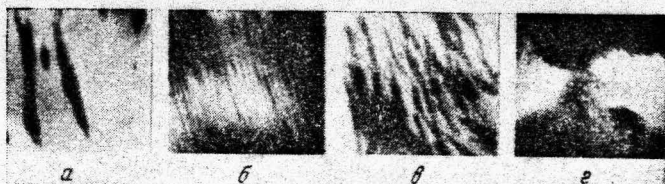


Рис. 4. Доменная структура железо-гадолиниевых пленок. Состав и толщина: а — 98,2% Fe — 1,8% Gd, 650 Å; б — 84,5% Fe — 15,5% Gd, 640 Å; в — 62,3% Fe — 37,7% Gd, 670 Å; г — 46,2% Fe — 53,8% Gd, 700 Å

Домены, возникающие при размагничивании указанных железо-гадолиниевых пленок, обычно имеют искривленные границы, что, по-видимому, связано с неоднородностью пленок. Доменная структура пленки 84,5% Fe — 15,5% Gd относительно мелкая (рис. 4, б), коэрцитивная сила пле-

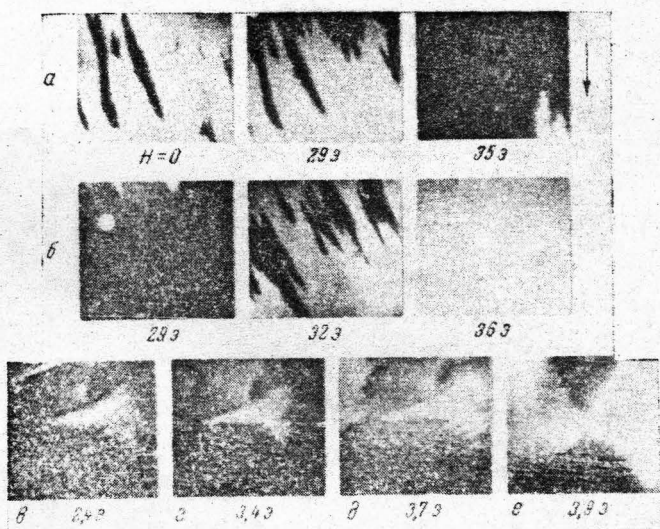


Рис. 5. Изменение доменной структуры пленки состава 98,2% Fe — 1,8% Gd,  $d = 650$  Å в магнитном поле: а — при намагничивании, б — при перемагничивании, в, г, д, е — перемагничивание пленки состава 46,2% Fe — 53,8% Gd,  $d = 700$  Å.

Направление магнитного поля указано стрелкой

нок этого состава до отжига достигает 160 э (рис. 1, в). На рис. 5, а показано изменение доменной структуры пленки 98,2% Fe — 1,8% Gd толщиной 650 Å.

Исходная доменная структура получена после размагничивания пленки вдоль того же направления. На первой фотографии видны домены неодинаковой ширины, что указывает на не совсем полное размагничивание

пленки. При возрастании поля до 28 э изменение доменной структуры не наблюдается. С дальнейшим увеличением поля доменная структура изменяется смещением границ, то есть примерно так же, как изменяется структура железных или пермаллоевых пленок такой же толщины.

На фотографиях рис. 5, 6 показано перемагничивание той же пленки. Сначала пленка была намагничена до насыщения. При уменьшении поля до нуля доменная структура не возникала, как не возникла и при наложении обратного поля до 28 э. В поле 29 э появились зародыши обратной намагниченности. При дальнейшем увеличении поля изменение доменной структуры происходит смещением границ и в поле 32 э домены с намагниченностью, направленной противоположно приложенному полю, остаются только в центре пленки. В поле 36 э пленка переходит в однодоменное состояние. На рис. 5 показано своеобразное перемагничивание пленки состава 46,2% Fe — 53,8% Gd. Размагниченное состояние этой пленки приведено на рис. 4, г. Пленка также была сначала намагничена до насыщения. При сведении поля до нуля доменная структура не возникала. При наложении обратного поля до 2,2 э доменная структура не появлялась. В поле —2,4 э возникли зародыши обратной намагниченности со слабым контрастом. С увеличением напряженности поля контраст возникших доменов увеличивается без заметного изменения величины центрального белого домена. По достижении поля —3,9 э эти домены начинают увеличиваться и в поле 6,8 э пленка переходит в однодоменное состояние.

Иркутский государственный  
педагогический институт

#### Литература

1. Corner W. D., Hutchinson F., Proc. Phys. Soc., 75, 781 (1960).
2. Белов К. П., Левитин Р. З., Никитин С. А., Педьяко А. В., Ж. эксперим. и теор. физ., 40, 1562 (1961).
3. Aagaas J., Colvink, J. Appl. Phys., 32, 3S (1961).
4. Белов К. П., Педьяко А. В., Ж. эксперим. и теор. физ., 42, 87 (1962).
5. Телеснин Р. В., Альменева Д. В., Погочев В. А., Физ. твердого тела, 4, 357 (1962).
6. Graham C. D., J. Phys. Soc. Japan, 17, 1310 (1962).
7. Чечерников В. А., Физ. металлов и металловедение, 13, 3 (1962).
8. Birss R. R., Wallis P. M., Phys. Lett., 4, 6, 313 (1963).
9. Бабушкина Н. А., Докл. АН СССР, 155, 1290 (1964).
10. Чечерников В. И., Буров И. В., Савицкий Е. М., Физ. металлов и металловедение, 16, № 3, 324 (1963).
11. Пак Н. Г., Кан С. В., Савченко М. К., Изв. АН СССР. Сер. физ., 28, 157 (1964).
12. Mitchell Cohen, J. Appl. Phys., 34, 7, 1841 (1963).