



Рыбакова Александра Николаевна

**МАГНИТОАНИЗОТРОПНЫЕ СВОЙСТВА ПЛЕНОЧНЫХ СИСТЕМ
CoPd, CoCr и CoPt, ПОЛУЧЕННЫХ С ПОМОЩЬЮ ТВЕРДОФАЗНОГО
СИНТЕЗА**

01.04.07 – физика конденсированного состояния

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Сибирский государственный университет науки и технологий имени академика М.Ф. Решетнева» и в Федеральном государственном бюджетном научном учреждении «Федеральный исследовательский центр «Красноярский научный центр Сибирского отделения Российской академии наук» (ФИЦ КНЦ СО РАН), Институт физики им. Л.В. Киренского Сибирского отделения Российской академии наук - обособленное подразделение ФИЦ КНЦ СО РАН (ИФ СО РАН).

Научный руководитель: Жигалов Виктор Степанович, доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник

Официальные оппоненты: Чжан Анатолий Владимирович, доктор физико-математических наук, доцент, ФГАОУ ВПО «Красноярский государственный аграрный университет», заведующий кафедрой физики

Кузовникова Людмила Александровна, кандидат физико-математических наук, доцент кафедры физики, Красноярский институт железнодорожного транспорта –филиал ФГБОУ ВО "Иркутский государственный университет путей сообщения", доцент кафедры «Математические и естественнонаучные дисциплины»

Ведущая организация: Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого президента России Б.Н. Ельцина»

Защита состоится «13» октября 2017 г. в ____ часов на заседании диссертационного совета 003.075.01 при Институте физики им. Л.В. Киренского Сибирского отделения Российской академии наук - обособленное подразделение ФИЦ КНЦ СО РАН (ИФ СО РАН), по адресу: 660036, г. Красноярск, Академгородок – 50, стр. 38.

С диссертацией можно ознакомиться в научной библиотеке ИФ СО РАН и на сайте института <http://kirensky.ru>.

Автореферат разослан «__» _____ 2017 г.

Ученый секретарь диссертационного совета
доктор физико-математических наук,



А.Н. Втюрин

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. В современной электронике многослойные тонкопленочные элементы (ТПЭ) являются основой микро- и нанoeлектроники. Фактором, нарушающим микроструктуру и фазовый состав ТПЭ и тем самым работоспособность устройств микроэлектроники на их основе, являются химические межслойные взаимодействия. С этой целью многие исследователи занимаются исследованиями твердофазных реакций (ТФР) в тонкопленочных объектах с целью минимизировать потери от межслойных химических взаимодействий в устройствах микроэлектроники. В пленках эти реакции инициируются при сравнительно низких температурах, что значительно усложняет ситуацию [1-6]. С другой стороны, твердофазные реакции в системе реагентов приводят к образованию сплавов и соединений, по своим свойствам отличающихся от свойств исходных элементов. Это обстоятельство все в большей степени используется при разработке новых технологий синтеза материалов.

В настоящее время в литературе существует интерес к синтезу и исследованию высококоэрцитивных материалов, имеющих большую константу магнитокристаллической анизотропии, которые широко исследуются в связи с потенциальной возможностью их использования для высокоплотной магнитной записи информации, создания специальных магнитных сред или в качестве материалов для пленочных постоянных магнитов.

Многочисленные исследования показывают, что пленки, полученные из сплавов на основе Со, обладают подобными структурными и магнитными свойствами. Так, например, пленки из сплава СоPt обладают уникальными свойствами [7-8], включающими наличие высококоэрцитивных фаз, перпендикулярной и вращающейся магнитной анизотропии (ВМА) с высокими значениями, которая наводится изменением направления магнитного поля.

Возникающие механизмы появления вращающейся магнитной анизотропии в рассматриваемой системе остаются не до конца изученными и на данный момент выдвигаются лишь предположения о возможных причинах.

Целью работы является исследование фазового состава и структуры, а также магнитных свойств в продуктах твердофазного синтеза (ТФС) бинарных систем Co/Pd, Co/Cr и Co/Pt.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие задачи:

1. Экспериментально исследовать структурные и фазовые превращения, а также изменения магнитных свойств в пленочных системах Co-Pd, Co-Cr и Co-Pt при твердофазных реакциях в результате термической обработки.
2. Рассмотреть возможные механизмы появления магнитной перпендикулярной анизотропии в пленках системы Co-Cr и Co-Pt.
3. Исследовать магнитную вращающуюся и «конусообразную» анизотропии в пленках системы Co-Pt: возможные механизмы.

Научная новизна работы:

1. Разработаны новые подходы получения тонкопленочных элементов с помощью твердофазных реакций и установлены температуры инициирования фазовых превращений в двухслойных системах Co/Pd, Co/Cr, Co/Pt и последовательности образования фаз в зависимости от температуры и от соотношения толщин реагентов.
2. Установлено, что в двухслойных системах Co/Cr и Co/Pt в определенных условиях формируются структуры, в которых наблюдается появление гигантской магнитной перпендикулярной анизотропии. В синтезированных образцах CoPt(111) получена магнитная анизотропия специфического «конусообразного» типа.
3. Исследованы механизмы формирования магнитной вращательной анизотропии в пленочной системе Co-Pt(111). Предполагается, что таковым механизмом может быть межфазное обменное взаимодействие в случае синтеза гибридизированных двух фаз (CoPt(111) и CoPt₃(111)).
4. Установлено, что данный вид анизотропии может устанавливаться во всех направлениях относительно плоскости подложки.

Практическая значимость работы:

Магнитожесткие материалы в пленочном исполнении являются перспективными для электронных приложений в качестве специальных магнитных сред для сверхплотной записи информации, постоянных магнитов в микро- либо наноэлектромеханических системах с магнитной связью (MEMS, NEMS) и т.д.. Перспективность этих материалов резко возрастает, если в качестве магнетиков использовать магнитожесткие материалы с большой одноосной анизотропией (K_U порядка 10^7 эрг/см³).

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Формирование неупорядоченного твердого раствора Co(Pd) в температурном диапазоне $T_{an} = 400 - 500$ °С.
2. Механизмы появления перпендикулярной магнитной анизотропии:
 - а. в синтезированных пленках Co(Cr) за счет текстурированного роста,
 - б. в пленках CoPt за счет формирования фазы $L1_0$ CoPt(200) с тетрагональным искажением.
3. Возможные механизмы появления разного типа магнитной анизотропии в пленочной системе Co/Pt при термообработке:
 - а. вращательной анизотропии в плоскости пленки и нормально к ней,
 - б. кристаллографической «конусообразной» анизотропии.

Личный вклад автора заключается в получении пленочных элементов, проведении измерений магнитных и структурных характеристик, обработке и интерпретации полученных результатов, подготовке их к публикации, участии в написании статей и докладов.

Апробация работы. Основные результаты исследований по теме диссертации были представлены и обсуждались на следующих симпозиумах, конференциях и совещаниях: Международная научная конференция «Решетневские чтения». – Красноярск, 2011, 2012, 2013, 2014, 2015; Всероссийская научно-практическая конференция творческой молодежи «Актуальные проблемы авиации и космонавтики». – Красноярск, 2012, 2013, 2014; Всероссийская научная конференция студентов-физиков и молодых ученых –Ижевск, 2014; VI Euro-Asian

Symposium «Trends in Magnetism». – Красноярск, 2016 (3 доклада); Материалы XIX Международного, Междисциплинарного Симпозиума «Порядок, Беспорядок и Свойства Оксидов» (ODPO-19). -г. Ростов-на-Дону – п. Южный, 2016 (2 доклада).

Работа поддержана грантами: 1 - Грант РФФИ № 16-03-00069: «Твердофазный синтез и исследование физико-химических свойств ферромагнитных нанокompозитов», 2 – Грант РФФИ № 15-02-00948: «Большая вращающаяся анизотропия в $L1_0$ -FePt и $L1_0$ -CoPt тонких пленках» (2015-2017 годы), 3 - АВЦП «Развитие научного потенциала высшей школы (2009-2010 годы) № 2.1.1/4399.

Публикации. По теме диссертации опубликовано 4 работы в российских журналах по списку ВАК и в материалах 10 конференций. Список публикаций приведен в конце автореферата.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав основного текста, основных выводов. Объем диссертации составляет 110 страниц, включает: 41 рисунка, 3 таблицы и библиографический список из 93 наименований.

Основное содержание работы:

Во введении обоснована актуальность темы исследования, сформулированы цели исследования, показана научная новизна и практическая значимость результатов работы, представлена степень апробации, количество публикаций и структура диссертации.

Первая глава является обзорной, в которой сделан краткий обзор литературных источников, посвященный возможным механизмам твердофазных реакций в слоистых структурах и использованию этих реакций для синтеза пленочных материалов с необходимыми свойствами. На примере пленочной системы FePd [5,9] рассмотрены особенности протекания твердофазных реакций, установлена последовательность формирования фаз. Также рассмотрены другие методы получения тонкопленочных образцов.

Рассмотрены характеристики высокоанизотропных материалов Nd-Fe-B, CoSm, CoCr, FePt, FePd и CoPt. Проведены исследования возможных механизмов появления гигантской магнитной перпендикулярной и вращательной анизотропии в двухслойных системах при термических обработках.

Во второй главе описана технология получения двухслойных тонкопленочных образцов методом термического вакуумного испарения. Глава содержит также описание методов исследования процессов твердофазного синтеза, определения магнитных и структурных изменений в пленочных системах в процессах термообработки. Приведены описания используемых аналитических методик и оборудования для исследования образцов: рентгеновская дифракция, метод подготовки cross-section образцов с помощью установки фокусируемого ионного пучка (ФИП), рентгеновский флуоресцентный анализ, ф-сканирование образцов, квазистатическое перемангничивание в тонких магнитных пленках, а также рассмотрен метод крутящих моментов для определения анизотропных свойств, констант магнитной анизотропии, методы определения намагниченности насыщения.

В третьей главе изложены результаты исследования процессов твердофазного синтеза в Co/Pd двухслойных пленках вблизи эквиатомного состава и измерения структурных и магнитных свойств в полученных образцах после отжига. Подробные исследования этой системы потребовались с целью изучения возможности формирования высокоанизотропной фазы типа $L1_0$. Слои кобальта в двухслойной структуре изготавливались двух модификаций (α - и β -Co).

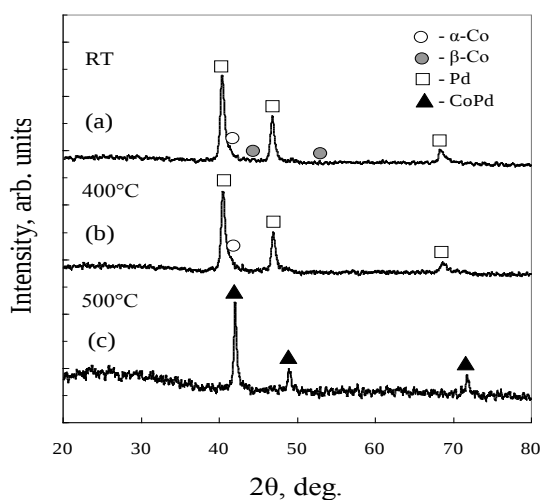


Рисунок 1. Дифрактограммы поликристаллического Pd/Co плёночного образца при различных температурах отжига: (a) 200 °C; (b) – 400 °C; (c) – 500 °C.

Образцы для исследования изготавливались с помощью межслойных химических взаимодействий при последовательном вакуумном отжиге поликристаллической пленочной системы Co/Pd.

Дифрактограммы исходных поликристаллических Pd/Co плёнок, осаждённых на стеклянные подложки, содержали отражения от Pd и α -Co, а также слабые пики от β -Co фаз (рисунок 1а), которые не изменялись при отжигах до 400 °С (рисунок 1б). После отжига при 500 °С отражения от Pd и Co исчезали и появлялись рефлексы с параметром решётки $a = 0.372$ нм, соответствующие $\text{Co}_{50}\text{Pd}_{50}$ твердому раствору (рисунок 1с). Это указывает, что перемешивание Co и Pd слоёв т.е. синтез неупорядоченного CoPd сплава имеет температуру инициирования выше 400 °С. В результате исследований магнитных свойств было показано, что формирование фазы $L1_0$ с тетрагональным искажением, не происходит.

В четвертой главе представлены исследования возможных механизмов возникновения перпендикулярной анизотропии в пленочных образцах Co/Cr и Co/Pt, полученных с помощью твердофазного синтеза.

В системе поликристаллических Co(Cr) плёнок изучены механизмы появления перпендикулярной магнитной анизотропии, для чего рассмотрены процессы образования твердых растворов Co(Cr). Для этого были получены зависимости намагниченности насыщения от величины температуры и от концентрации Cr и представлены на рисунке 2.

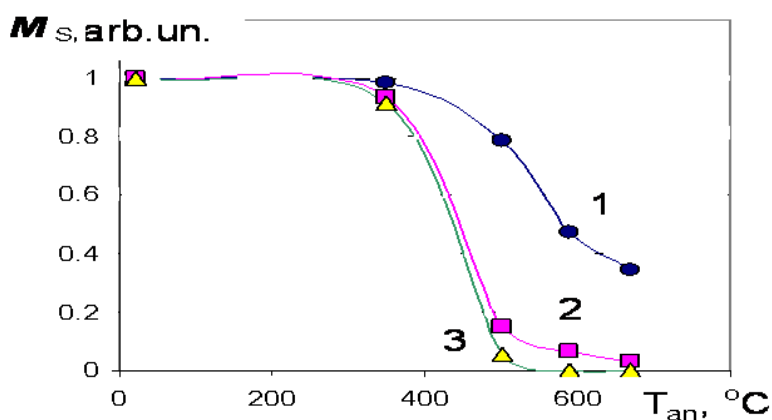


Рисунок 2. Влияние температуры отжига (T) и состава на намагниченность насыщения (M_s):
 1 – Концентрация Cr = 25 ат.%;
 2 – 33 ат.%;
 3 – 50 ат.%.

Как видно из рисунка, значения намагниченности M_s уменьшаются с повышением температуры отжига, начиная с $T_{\text{ан}} > 400$ °С, что связано с началом процесса образования твердого раствора.

Следует отметить, что спад намагниченности тем больше, чем больше содержания хрома в системе. Уменьшение значения M_s с необходимостью приводит к уменьшению величины поля плоскостной анизотропии формы ($H_{\uparrow} = 4\pi M_s$), которое способствует формированию оси легкого намагничивания (ОЛН) в плоскости пленки.

Увеличение содержания хрома до 33 ат.% способствует выходу вектора намагниченности из плоскости пленки на угол примерно в 45° . Содержание хрома в системе, равное 50 ат.%, способствует появлению перпендикулярной анизотропии, при этом угол выхода намагниченности близко к 90° .

Для появления перпендикулярной магнитной анизотропии в пленочных образцах необходимо, чтобы механизмы, ответственные за перпендикулярную анизотропию преобладали над механизмами, определяющими плоскостную анизотропию ($H_{\perp} > H_{\parallel}$). Одним из таких механизмов, как показано в диссертационной работе, является текстурированный рост пленки *c*-осью нормально к плоскости пленки.

В системе двухслойных эпитаксиальных **Pt(200)/ β -Co(200)** плёнок вблизи эквиатомного состава в результате твердофазного синтеза формируется фаза с тетрагональным искажением в ГЦК- решетке (CoPt- L_{10}) при температуре более 550°C , как это показано на рисунке 3. Из рентгеновских спектров видно, что эта фаза сохраняется при дальнейшем отжиге. Как показали дополнительные исследования рентгеновским ф-сканированием кристаллиты синтезированной фазы (CoPt- L_{10}) растут эпитаксиально, т.е. куб на куб. Отжиг при температуре 850°C способствует формированию фазы L_{12} .

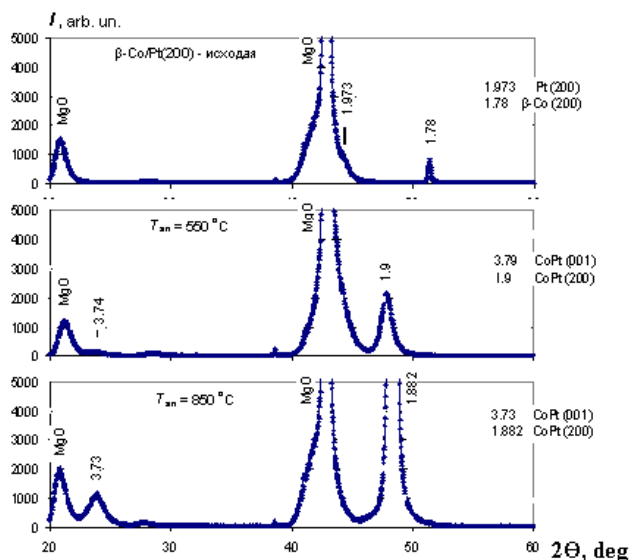


Рисунок 3. Рентгеновские спектры, демонстрирующие процесс твердофазного синтеза упорядоченной пленки (CoPt- L_{10}) под влиянием температуры.

На рисунке 4 представлена зависимость коэрцитивной силы от температуры отжига. Хорошо видно, что максимум значений H_C приходится на температурный диапазон формирования фазы (CoPt- L_{10}) (рисунок 3), при этом в этом же температурном диапазоне возникает перпендикулярная анизотропия, как это показано на этом же рисунке.

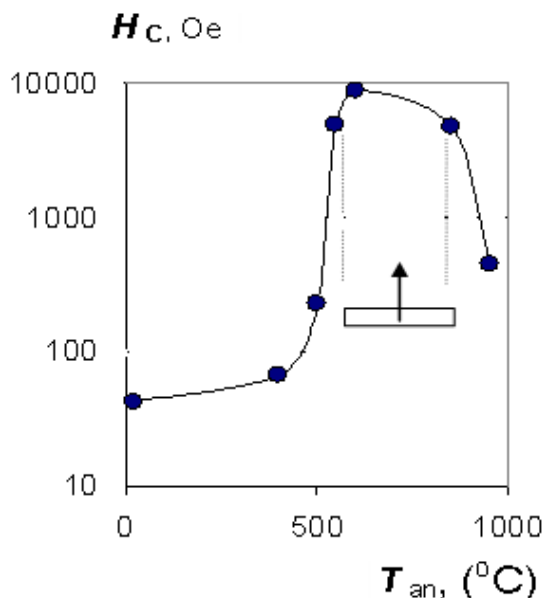


Рисунок 4. Зависимость коэрцитивной силы в системе двухслойных пленок **Pt(200)/β-Co(200)** от температуры отжига. На вставке указан температурный диапазон существования перпендикулярной анизотропии.

Отжиг при температуре 550 °C и выше приводит к появлению магнитной вращательной анизотропии, что на наш взгляд, связано с фазовым превращением части L_{10} -фазы в L_{12} и обменным взаимодействием этих магнитных фаз.

В пятой главе приведены исследования магнитных свойств и возможных механизмов вращательной магнитной анизотропии на примере пленочной гибридизированной структуре, состоящей из двух фаз $L_{12}\text{CoPt}_3(111) + L_{10}\text{CoPt}(111)$. Вращающаяся магнитная анизотропия изучалась различными исследователями [10-15]. Магнитная вращающаяся анизотропия (МВА) была открыта в первых работах, изучавших магнетизм в тонких плёнках, и состоит в том, что легкая ось следует за направлением магнитного поля.

В отличие от других видов анизотропий, МВА не описывается синусоидальным законом, и поэтому нет однозначной характеристики её величины. Часто для характеристики МВА используется поле H^{rot} , которое находится как разница $H^{\text{rot}} = H_k^{\text{dyn}} - H_k^{\text{stat}}$ между динамическим полем магнитной анизотропии H_k^{dyn} , измеренной ферромагнитным резонансом и статическим полем магнитной анизотропии H_k^{stat} .

При измерении методом крутящих моментов характеристикой МВА может служить величина L^{rot} , которая определяется как средняя величина крутящего момента при больших углах вращения магнитного поля. Литературный обзор показывает, что источников формирования МВА существует большое количество, одними из которых может быть, например, связан с существованием страйповой доменной структуры, либо за счет обменного взаимодействия между антиферромагнитными и ферромагнитными зёрнами.

Однако в настоящее время нет общепринятой интерпретации механизмов МВА. Вращающаяся анизотропия в плоскости тонких пленок отличается от обычной (наведенной) анизотропии тем, что в последнем случае легкую ось можно повернуть только путем отжига и охлаждения в магнитном поле замораживанием корреляций между спинами.

Нами предполагается, что одним из возможных механизмов может быть обменная связь между магнитожесткой и магнитомягкой фракциями. Для этого основная часть пятой главы посвящена созданию гибридизированной системы $L1_0$ -CoPt и $L1_2$ -CoPt₃ и исследованию ее магнитоанизотропных свойств.

Исследование МВА в плоскости пленки первоначально осуществлялись на пленке CoPt₃(111), так как процесс создания гибридизированной структуры первоначально осуществлен с синтеза фазы CoPt₃(111). Для ее получения использовалась твердофазная химическая реакция в двухслойной системе Co/Pt(111) с соотношением элементов примерно 1/3 на подложке MgO в процессе отжига [5, 6].

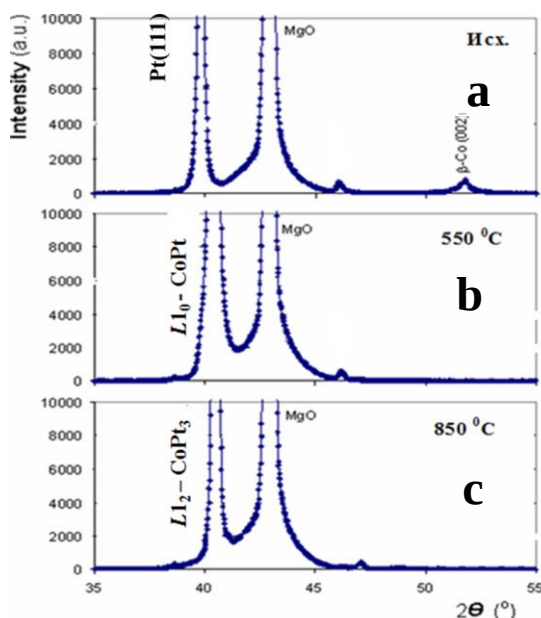


Рисунок 5. Формирование фазы CoPt₃(111) при отжиге двухслойной системы Co/Pt с атомным соотношением элементов 24/76, осажденной на подложке - MgO:
 а – исходная слоистая структура MgO(001)/Pt(111)/β-Co(001); б – температура 550 °C;
 с – пленка CoPt₃(111) после отжига при 850 °C.

На рисунке 5 показаны дифрактограммы исходного двухслойного образца Co/Pt и того

же образца после отжига при 550 °С и 850 °С. Видно, что отжиг при температуре 550 °С приводит к формированию фазы CoPt-L1_0 , а отжиг при температуре 850 °С способствует формированию фазы $\text{CoPt}_3(111)$ – (рисунок 5, *с*) на основе предварительно осажденного слоя Pt с той же ориентацией (111) – (рисунок 5, *а*).

В качестве доказательства на рисунке 6 приведены эпитаксиальные ориентации кристаллитов $\text{Pt}(111)$ – (рисунок 6, *а*) в исходной двухслойной структуре и $\text{CoPt}_3(111)$ – (рисунок 6, *д*), определенные с помощью рентгенографических исследований с использованием асимметричного φ -сканирования. Результаты сканирования отражений (311) от пленки $\text{Pt}(111)$ и тех же отражений от синтезированной пленки $\text{CoPt}_3(111)$, полученной путем термоотжига при $T = 850$ °С, имеют аналогичный вид. Темные пятна на рисунке 6 соответствуют дифракционным отражениям, зарегистрированным при соответствующем угле φ поворота образца вокруг оси, перпендикулярной подложке на 360 градусов. При сканировании регистрируются 12 затенений.

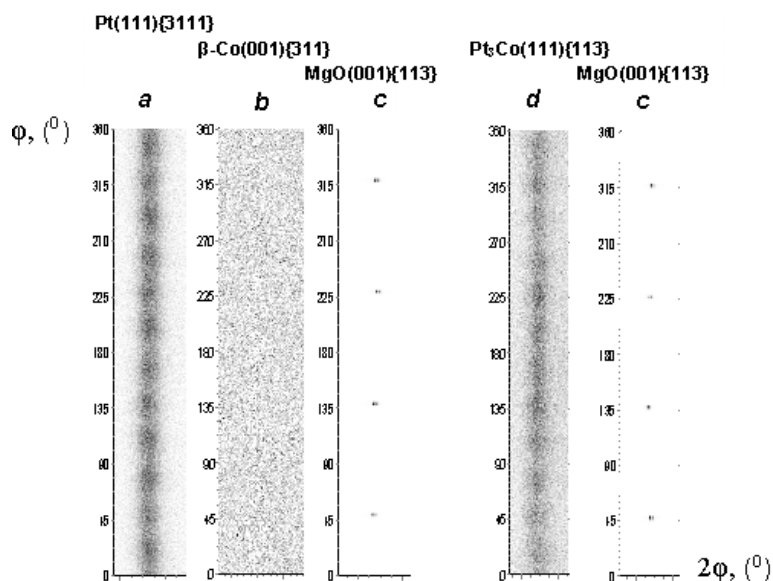


Рисунок 6. Результаты асимметричного φ -сканирования отражений (311) от кристаллитов $\text{Pt}(111)$ и тех же отражений от пленки $\text{CoPt}_3(111)$ – (*а*, *д*), отражения (113) от подложки MgO (*с*), температура синтеза $\text{CoPt}_3(111) \sim 850$ °С.

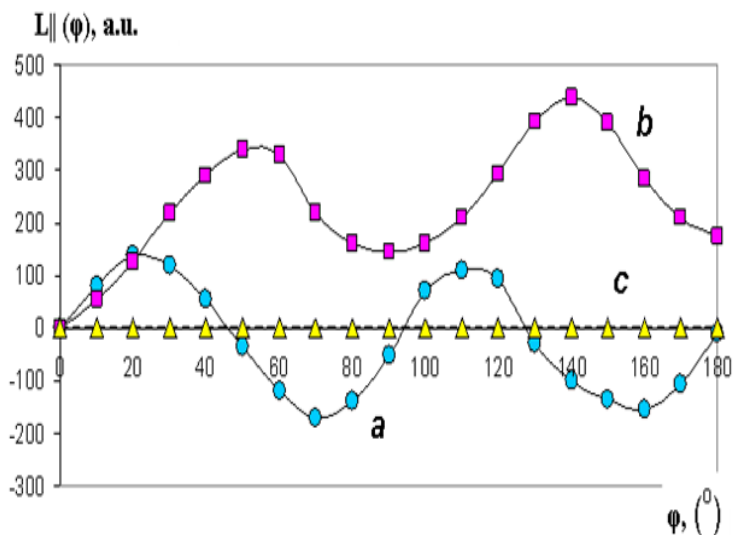


Рисунок 7. Эволюция кривых крутящего момента $L_{||}$ в плоскости $\beta\text{-Co}(001)/\text{Pt}(111)/\text{MgO}(001)$ плёночной системы: исходный образец (*а*), после отжига при $T = 550$ °С (*б*) и 850 °С (*с*).

Анизотропные свойства полученной фазы $\text{CoPt}_3(111)$ исследовались с использованием метода крутящих моментов. Из анализа кривых крутящих моментов для исходного двухслойного образца и для пленок, синтезированных путем отжига при 550 – (рисунок 7, *b*) и 850 °С – (рисунок 7, *c*), видно, что:

1. – слой кубического кобальта в исходной структуре имеет двухосную анизотропию $K_1(\beta\text{-Co})$ с лёгкими осями, направленными вдоль $[110]$ и $[1-10]$ подложки $\text{MgO}(001)$ и константой, равной $\sim 5.0 \cdot 10^5 \text{ erg/cm}^3$ – (рисунок 7, *a*), что характерно для металлического $\beta\text{-Co}$;

2. – пленка, отожженная при $T = 550 \text{ }^\circ\text{C}$, характеризуется наличием вращательной анизотропии при сохранении характера кривой исходной пленки; – (рисунок 7, *b*);

3. – в пленке, отожженной при $T = 850 \text{ }^\circ\text{C}$, полностью отсутствуют анизотропные свойства в силу кубической симметрии синтезированного образца $\text{CoPt}_3(111)$ – (рисунок 7, *c*), где параметры решетки $a = b = c$.

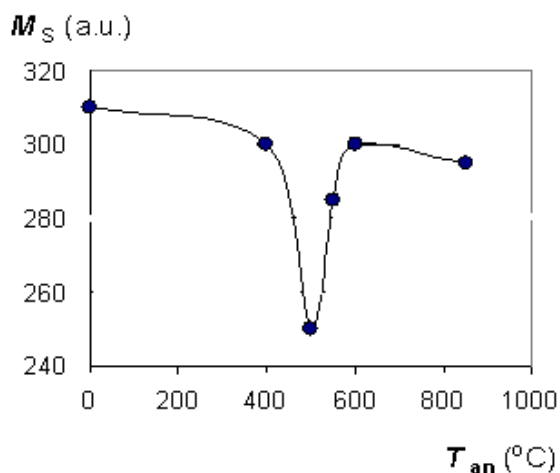


Рисунок 8. Зависимость намагниченности насыщения от температуры отжига в относительных единицах относительно намагниченности исходной структуры.

Наличие МВА в пленке, отожженной при 550 °С, предполагает начало формирования небольшой доли высокоанизотропной $L1_0$ -фазы. В пользу такого предположения свидетельствует зависимость намагниченности насыщения от температуры отжига (рисунок 8), которая при данной температуре имеет особенность, заключающуюся в уменьшении величины намагниченности практически на 20 %.

Исследования МВА на образцах с гибридизацией двух фаз $L1_0$ и $L1_2$. Структура из двух фаз формировалась следующим образом: на пленку предварительно изготовленного образца $\text{CoPt}_3(111)$ – (см. текст выше) наносился слой Co до выполнения концентрационного соотношения элементов $\sim 1/1$. На

рисунке 9 показан рентгеновский спектр вновь сформированной структуры после отжига при $T = 850\text{ }^{\circ}\text{C}$. Из спектра видно, что в системе формируются эпитаксиальная структура, составляющая гибридизацию $L1_2\text{-CoPt}_3(111) + L1_0\text{-CoPt}(111)$ - фаз.

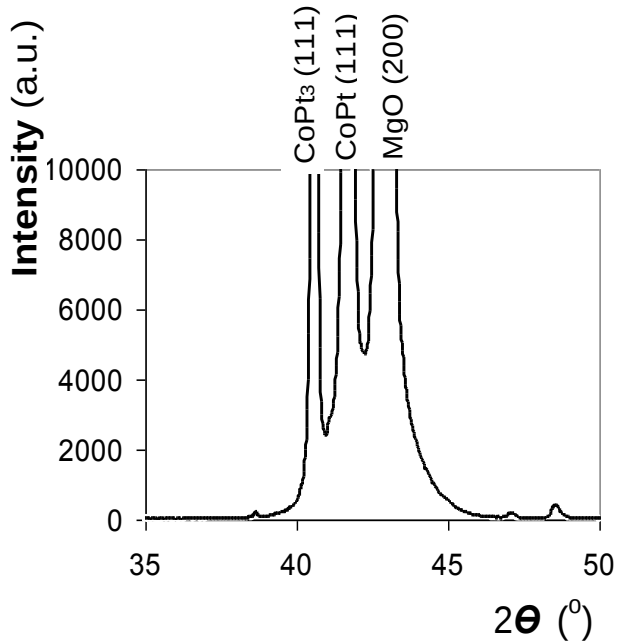


Рисунок 9. Формирование кубических фаз в системе $\text{Co/CoPt}_3(111)/\text{MgO}$ с атомным отношением элементов $\text{Pt/Co} = 46.3/53.7$ после отжига при $T = 850\text{ }^{\circ}\text{C}$.

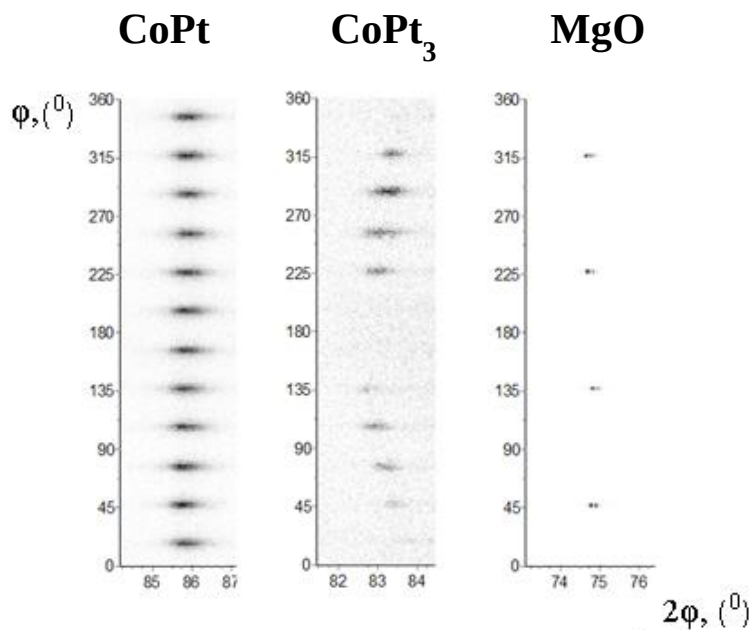


Рисунок 10. Результаты асимметричного ϕ -сканирования отражений (311) от кристаллитов $\text{CoPt}(111)$ (a) и тех же отражений от пленки $\text{CoPt}_3(111)$ – (b), отражения (113) от подложки MgO (c).

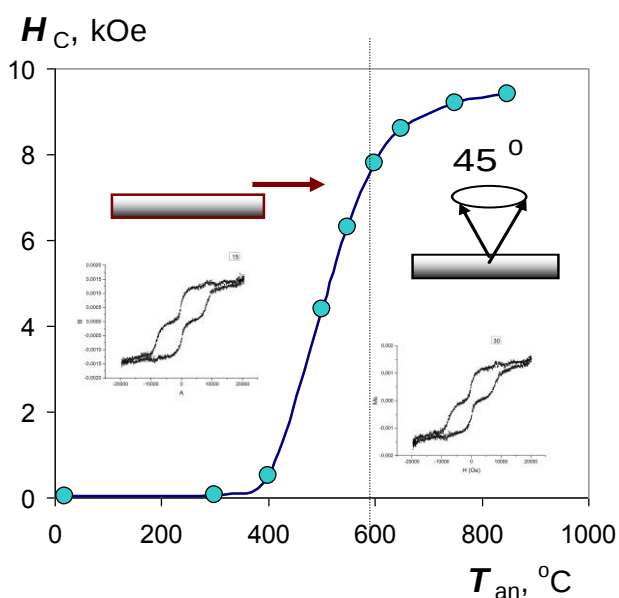
ϕ -Сканирование отражений (311) от фазы $\text{CoPt}(111)$ – (рисунок 10, a) и тех же отражений от $\text{CoPt}_3(111)$ – (рисунок 10, b) и для сравнения отражения (113) от подложки MgO (рисунок 10, c) подтверждают указанные кристаллографические ориентации всей синтезированной структуры – (111).

Темные пятна соответствуют дифракционным отражениям, зарегистрированным при соответствующем угле ϕ поворота образца вокруг оси

на 360° перпендикулярно подложке и имеют то же количество затенений, характерное для пленки Pt – 12.

Особенности магнитных и магнитоанизотропных свойств в процессе изготовления гибридизированной структуры $L1_2\text{-CoPt}_3(111) + L1_0\text{-CoPt}(111)$ исследовались путем измерения коэрцитивной силы (H_C) от температуры отжига ($T_{\text{ан}}$) – рисунок 11. Существенный рост H_C начинается при $T > 400^\circ\text{C}$ и вплоть до $T \sim 600^\circ\text{C}$ приобретает эффект вращательной магнитной анизотропии в плоскости, при этом максимальная коэрцитивная сила возрастает практически до 8 кОе. Петля гистерезиса в стилизованном виде на рисунке представлена в виде вставки.

С температуры $T > 600^\circ\text{C}$ в синтезированной гибридизированной структуре появляется **специфический вид анизотропии** – «конусообразный», при этом вектор намагниченности выходит из плоскости пленки под углом примерно 45° и представляет собой веер возможных направлений ОЛН. Величина H_C приближается к 10 кОе. Вид петель гистерезиса указывает на существование высококоэрцитивных и низкокоэрцитивных фаз с величиной коэрцитивной силы



0.7 и 8 кОе, что свидетельствует о присутствии высоко- и низкоанизотропных – $L1_0$ и $L1_2$ - фаз.

Рисунок 11. Зависимость величины коэрцитивной силы от температуры отжига.

Наличие и тип МВА (в плоскости пленки) на гибридизированных образцах выявляется измерениями кривых вращательных моментов в магнитных полях выше коэрцитивной силы в плоскости пленки – (рисунок 12) и нормально к ней – (рисунок 13). Из рисунка 12 видно, что с увеличением температуры отжига эффект МВА растет и максимально достигает величины первой константы

анизотропии фазы $L1_0$, что примерно равно $2 \cdot 10^7$ эрг/см³ – (рисунок 12), при отжигах $T_{an} < 600$ °С.

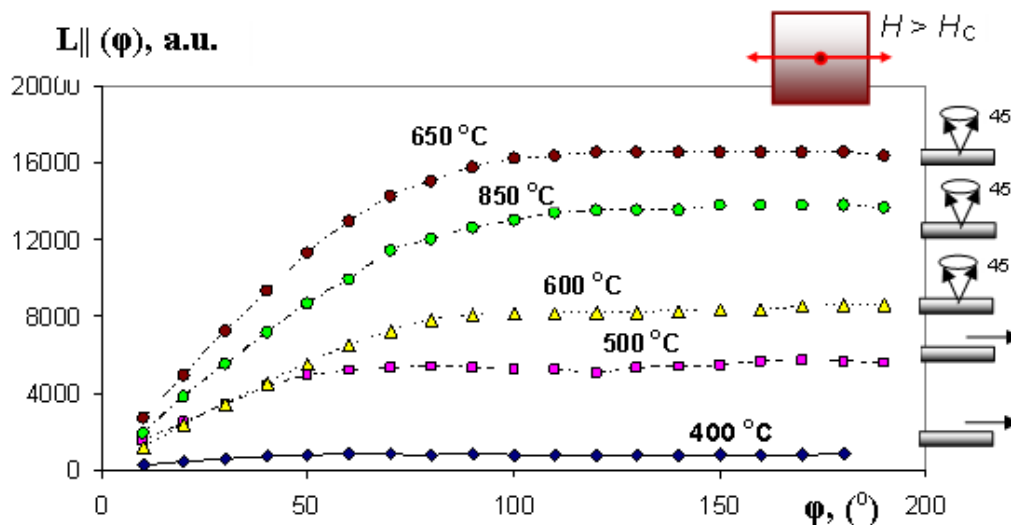


Рисунок 12. Эволюция кривых крутящего момента $L_{\parallel}(\phi)$ в системе β -Co(001)/Pt(111)/MgO(001) от температуры отжига в диапазоне от 400⁰ до 850⁰ °С.

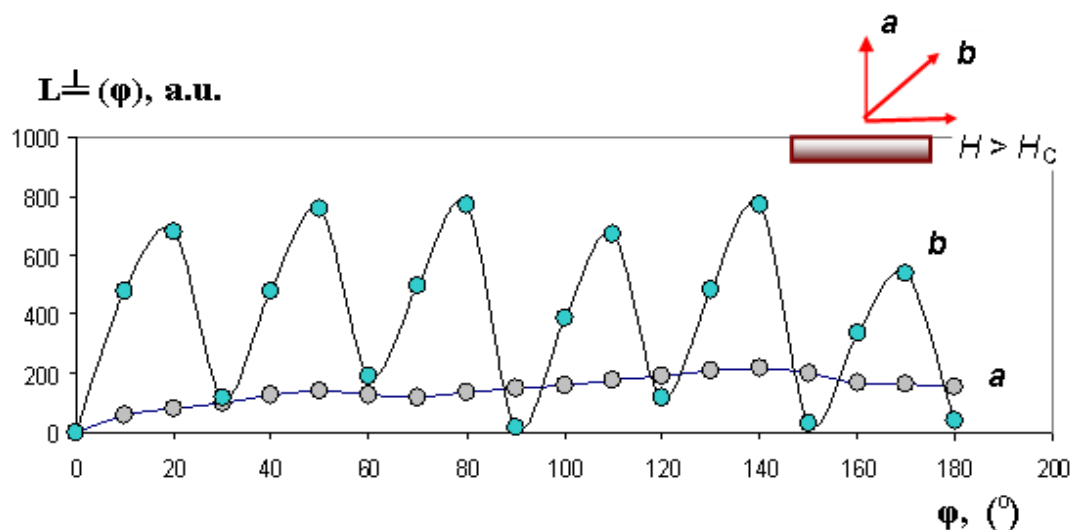


Рисунок 13. Эволюция кривых крутящего момента $L_{\perp}(\phi)$ в плоскости пленки Co(001)/Pt(111)/MgO(001) для двух температур отжига: $T = 850$ °С, (a) - перпендикулярное направление плоскости пленки, (b) – под углом.

Из рисунка 13а, на котором изображены кривые вращательных моментов, полученные при вращении магнитного поля перпендикулярно плоскости пленки, и рисунок 13b под углом примерно 45⁰, видно, что при отжиге при $T = 850$ °С присутствует МВА небольшой величины. Отжиг при $T = 850$ °С способствует возникновению специфического эффекта вращательной магнитной анизотропии

(конусообразной), кривая которой имеет характерную субструктуру из 12 максимумов.

Таким образом, анализируя представленные результаты исследований в данной главе можно предположить следующее.

1 – Фаза $\text{CoPt}_3(111)$ в двухслойной структуре $\beta\text{-Co/Pt}(111)$ с концентрационным соотношением 1/3 формируется на базе $\text{Pt}(111)$ -слоя за счет химического взаимодействия слоев под воздействием термообработки. При отжиге в 550°C появляется МВА в плоскости пленки небольшой величины, при отжиге в 850°C анизотропные свойства исчезают.

2 – Добавление к синтезированному образцу $\text{CoPt}_3(111)$ кобальта до концентрационного соотношения элементов $\text{Co/Pt} = 1/1$ способствует формированию гибридной структуры $L_{12}\text{-CoPt}_3(111) + L_{10}\text{-CoPt}(111)$ при отжиге в 850°C . В такой структуре величина магнитной вращательной анизотропии в плоскости пленки практически в 40 раз выше, чем величина МВА в пленке $\beta\text{-Co/Pt}(111)$, отожженной при 550°C . Из этого следует, что гибридизация двух фаз CoPt способствует появлению и резкому увеличению МВА.

3 – Кривая вращательных моментов, снятая в этой пленочной системе нормально к плоскости пленки, также показывает наличие МВА небольшой величины. Кривые, снятые под углом в 45° , имеют характерный вид из 12 максимумов – (рисунок 13), что аналогично 12 затенениям, установленным ф-сканированием – (рисунок 10). Выход вектора намагниченности из плоскости пленки под углом 45° обусловлен кристаллографической ориентацией (111) сформированных фаз с выходом кристаллографического направления $\langle 001 \rangle$ из

плоскости на тот же угол.

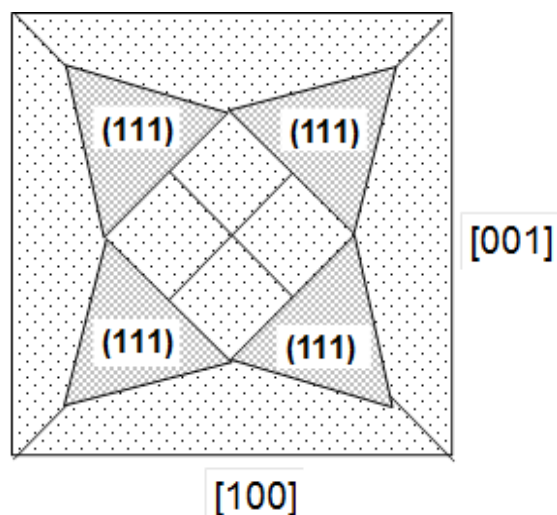


Рисунок 14. Схема ориентаций кристаллитов $\text{CoPt}(111)$ и $\text{CoPt}_3(111)$ относительно граней подложки $\text{MgO}(100)$.

Субструктура из 12 максимумов объясняется тем, что рост кристаллитов происходит плоскостью (111) по 4 направлениям (диагоналям подложки), как это схематично показано на рисунке 14.

В заключении приведены основные результаты работы и выводы:

1. Твердофазный синтез в двухслойных системах Pd/ α -Co(110) и Pd/ β -Co(001) приводит к формированию пленок эквиатомного неупорядоченного твердого раствора CoPd в следующих эпитаксиальных соотношениях с монокристаллической основой MgO: (110)[-111] $\parallel$ MgO(001)[100] и CoPd(001)[100] $\parallel$ MgO(001)[100] соответственно. В обоих случаях первая константа магнитокристаллографической анизотропии неупорядоченного твердого раствора CoPd фазы составляет $K_1(\text{CoPd}) = - (1.6 \pm 0.4) \cdot 10^5$ эрг/см³.

2. Исследованиями условий и продуктов твердофазного синтеза в двухслойных системах α -Co/Cr и β -Co/Pt установлено:

- Температура инициирования твердофазных реакций (~ 400 °C);
- Продуктом твердофазного синтеза двуслойной системы α -Co/(Cr) является пленка эквиатомного неупорядоченного твердого раствора. Пленки полученного сплава CoCr обладают перпендикулярной магнитной анизотропией (ПМА). Причиной ПМА, является уменьшение анизотропии формы и текстурированный рост пленки гексагональной с-осью нормально к плоскости пленки.

- Формирование фазы $L1_0$ CoPt(200) с тетрагональным искажением при синтезе системы β -Co/Pt(200)/MgO(001) с атомным соотношением элементов 1/3 является причиной появления ПМА в синтезированной пленке CoPt₃.

3. При синтезе из двухслойной системы β -Co(111)/Pt(111) при соотношении элементов Co/Pt = 1/1 и при температуре выше 600 °C образуется пленочная структура из двух гибридизированных фаз со структурами $L1_0$ и $L1_2$.

4. В пленочной структуре $L1_2$ -CoPt₃(111) + $L1_0$ -CoPt(111), получаемой при $T < 600$ °C в плоскости пленки возникает вращающаяся магнитная анизотропия, а при синтезе выше 600 °C в пленке формируется специфическая магнитная анизотропия характеризующаяся, наряду с вращающейся магнитной

анизотропией, 12 осями легкого намагничивания распределенных вдоль образующих конуса под углом 45^0 к плоскости. При увеличении времени синтеза наблюдается только вращающаяся магнитная анизотропия во всех направлениях относительно подложки. Возможным механизмом появления вращающейся магнитной анизотропии в пленках CoPt является обменное взаимодействие между двумя фазами $L1_0$ и $L1_2$.

Основное содержание и результаты диссертации отражены в следующих публикациях:

Публикации в журналах из перечня ВАК РФ:

1. **Рыбакова, А.Н.** Твердофазные реакции в пленочных двуслойных структурах переходных металлов / **А.Н. Рыбакова**, В.А. Семячков, В.С. Жигалов, В.Г. Мягков // Вестник СибГАУ. – 2012. выпуск 41. – С. 251.
2. Мягков, В.Г. Большая магнитная вращающая анизотропия в эпитаксиальных $L1_0\text{CoPt}(111)$ тонких пленках / В.Г. Мягков, В.С. Жигалов, Быкова Л.Е., **Рыбакова А.Н.** и др. // Письма в ЖЭТФ. – 2015. – Т.102. – В. 6. – С. 393-398.
3. Мягков, В.Г. Твердофазный синтез, структурные и магнитные свойства пленок CoPd / В.Г. Мягков, Л.Е. Быкова, В.С. Жигалов, И.А. Тамбасов, Г.Н. Бондаренко, А.А. Мацынин, **А.Н. Рыбакова** // ФТТ. – 2015. –Т. 57. – В. 5. –С. 999-1006.
4. Жигалов, В.С. Структурные и магнитные свойства CoPt(111) пленок, полученных с помощью твердофазных реакций / В.С. Жигалов, В.Г. Мягков, **Рыбакова А.Н.** и др. // Вестник СибГАУ. – 2015.

Публикации в материалах конференций:

1. Рыбакова, А.Н. Твердофазные реакции магнитоплёночных материалов / **А.Н. Рыбакова** // Труды XIII международной научно-практической конференции Решетневские чтения. – Красноярск. –2009. – С. 54-55.
2. Рыбакова, А.Н. Твердофазный синтез плёнок системы CoSm / **А.Н. Рыбакова** // Акт. проблемы авиации и космонавтики, научно-практическая конференция студентов и молодых ученых. – Красноярск. –2009. –С. 45-46.

3. Рыбакова, А.Н. Твердофазные реакции плёнок системы CoCr / А.Н. Рыбакова // Труды XIV международной научно-практической конференции Решетневские чтения. – Красноярск. –2010. –С. 592-593.

4. Рыбакова, А.Н. Твердофазные реакции в плёночных двухслойных структурах переходных металлов / А.Н. Рыбакова // Труды XV международной научно-практической конференции Решетневские чтения. – Красноярск. –2011. – С. 406-407.

5. Рыбакова, А.Н. Возможные механизмы вращательной магнитной анизотропии в CoPt(111) – пленках / А.Н. Рыбакова // Труды XIX международной научно-практической конференции Решетневские чтения. – Красноярск. –2015. – С. 335-336.

6. Быкова, Л.Е. Твердофазный синтез ферромагнитных нанокompозитов: структурные и магнитные свойства / Л.Е. Быкова, В.С. Жигалов, В.Г. Мягков, М.Н. Волочаев, А.А. Мацынин, И.В. Немцев, А.Н. Рыбакова, Г.Н. Бондаренко // Труды XIXI Международного, материалы XIXI Международного, Междисциплинарного Симпозиума «Порядок, Беспорядок и Свойства Оксидов» (ODPO-19). – Ростов-на-Дону – п. Южный. –2016. –С. 44-47.

7. Мягков, В.Г. Твердофазный синтез, магнитные и структурные свойства L_{10} -FePt тонких пленок / В.Г. Мягков, Л.Е. Быкова, В.С. Жигалов, В.А. Середкин, И.А. Турпанов, В.И. Юшков, Г.С. Патрин, И.А. Тамбасов, А.А. Мацынин, А.Н. Рыбакова, Д.А. Великанов, Г.Н. Бондаренко // Труды XIXI Международного, Междисциплинарного Симпозиума «Порядок, Беспорядок и Свойства Оксидов» (ODPO-19). – Ростов-на-Дону – п. Южный. –2016. –С. 218-221.

8. Zhigalov, V.S. Magnetic, Structural, and Anisotropic Properties of the CoPt- Al_2O_3 Composite Films Synthesized by Aluminothermy / V.S. Zhigalov, V.G. Myagkov, L.E. Bykova, D.A. Velikanov, A.N. Rybakova, G.N. Bondarenko // Book of Abstracts, VI Euro-Asian Symposium “Trends in magnetism” EASTMAG-2016. – Krasnoyarsk. –2016. –P. 78.

9. Myagkov, V.G. High rotatable magnetic anisotropy in hard ferromagnetic thin films / V.G. Myagkov, V.S. Zhigalov, L.E. Bykova, G.N. Bondarenko, A.N.

Rybakova, A.A. Matsynin, I.A. Tambasov, M.N. Volochaev // Book of Abstracts, VI Euro-Asian Symposium "Trends in magnetism" EASTMAG-2016. –Krasnoyarsk. – 2016. –P. 475.

10. Rybakova, A. N. Magnetic properties of epitaxial $\text{Co}_x\text{Pt}_{1-x}(111)$ obtained by solid-phase synthesis / A. N. Rybakova, V. S. Zhigalov, V. G. Myagkov, L.E. Bykova, G. N. Bondarenko // Book of Abstracts, VI Euro-Asian Symposium "Trends in magnetism" EASTMAG-2016. –Krasnoyarsk. –2016. –P. 74.

Список цитируемой литературы:

1. Мержанов, А. Г. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез: сборник статей / А. Г. Мержанов; под общ. ред. Я.М. Колотыркина. –М.: Физическая химия, 1983. –157 с.

2. Третьяков, Ю.Д. Твердофазные реакции / Ю.Д. Третьяков // Соросовский образовательный журнал. –1999. –№4. – С. 35-39.

3. Мягков, В.Г. Исследование особенностей твердофазных реакций в двухслойных Al/Ni, Al/Co, Al/Mn, Al/Fe₂O₃, Pt/Co, Dx/Co, Ni₃N/SiO тонких пленках, проходящих в режиме СВС: дис. ...канд. физ.-мат. наук: 01.04.07 / Мягков Виктор Григорьевич. –Красноярск, 2004. –102 с.

4. Быкова, Л.Е. Твердофазный синтез в двухслойных тонких металлических пленках, вызванный мартенситными превращениями в продуктах реакции: автореф. дис. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.07 / Быкова Людмила Евгеньевна. – Красноярск, 2005. – 23 с.

5. Мягков, В.Г. Твердофазные реакции и фазовые превращения в слоистых наноструктурах: учебное пособие / В.Г. Мягков, В.С. Жигалов. –Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2011. –155 с.

6. Жигалов, В.С. Твердофазный синтез тонкопленочных материалов: учебное пособие для студентов, обучающихся по направлению 010700.62 "Физика" / В.С. Жигалов, В.Г. Мягков. –Красноярск: Изд-во СибГАУ, 2011. –124 с.

7. Alloyeau, D. Size and shape effects on the order–disorder phase transition in CoPt nanoparticles / D. Alloyeau, C. Ricolleau, C. Mottet et all. // Nature Mater. –2009. –V. 8. –P. 940.

8. Reichel, L. Initial preorder as condition for $L1_0$ ordering in ultrathin CoPt films / L. Reichel, S. Fahler, L. Schultz, K. Leistner // Journal of Applied Physics. –2013. –V. 4. –№ 3. –P. 114-116.
9. Мягков, В.Г. Твердофазный синтез эпитаксиальных $L1_0$ -FePd(001) тонких пленок: структурные превращения и магнитная анизотропия / В.Г. Мягков, В.С. Жигалов, Быкова Л.Е. и др. // Письма в ЖЭТФ. –2010. –Т.91. –В. 9. –С. 399-403.
10. Barmak, K. On the relationship of magnetocrystalline anisotropy and stoichiometry in epitaxial $L1_0$ CoPt (001) and FePt (001) thin films / K. Barmak, J. Kim, L.H. Lewis, K.R. Coffey / Journal of Applied Physics. –2005. –V. 10. –№ 2. –P. 98-103.
11. Жигалов, В.С. Твердофазный синтез магнитных пленок / В.С. Жигалов, А.А. Мацынин // Труды XII международной научно-практической конференции Решетневские чтения. –Красноярск. – 2008. –С. 204-205.
12. Zhang, H. Electric-field control of surface magnetic anisotropy: a density functional approach / H. Zhang, M. Richter, Koepf, I. Opahle, et al. // New Journal Physics. –2009. –V. 11. –№. 5. –P. 51-57.
13. Суху, Р. Магнитные тонкие пленки: монография / Р. Суху. –М.: Мир, 1967. –423 с.
14. Sun, A-Ch. Evolution of structure and magnetic properties of sputter-deposited CoPt thin films on MgO(111) substrates / A-Ch. Sun, Yuan Fu-Te, J-H. Hsu, H.Y. Lee // Scripta Materials. –2009. –V. 3. –№ 2. –P. 61-73.
15. Huang, J.C.A. Influence of crystal structure on the perpendicular magnetic anisotropy of an epitaxial CoPt alloy / J.C.A. Huang, A.C. Hsu, Y.H. Lee, T.H. Wu, C.H. Lee // Journal of Applied Physics. –1999. –V. 12. –№ 8. –P. 85-90.

Подписано к печати 7.06.2017. Заказ № Формат 60х90/16. Усл. печ. л. 1,2. Тираж 100 экз. Типография ФГБНУ ФИЦ КНЦ СО РАН, ИФ СО РАН 660036, Красноярск, Академгородок, 50
