

Л. В. КИРЕНСКИЙ, Р. В. СУХАНОВА, В. Г. ПЫНЬКО
и И. С. ЭДЕЛЬМАН

МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ ПЛЕНКИ ЖЕЛЕЗО-НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ

Исследованию тонких ферромагнитных пленок посвящено большое количество как теоретических, так и экспериментальных работ, и в настоящее время намечаются пути их практического использования. Исследование поликристаллических пленок, как и исследование массивных образцов, может быть плодотворно, если будут изучены их монокристаллы.

Особое внимание при исследовании тонких ферромагнитных пленок уделяется пленкам Fe — Ni-сплавов, обладающих, как известно, малыми коэрцитивными силами, что делает их перспективными при использовании в качестве элементов памяти в информационно-логических машинах.

Получение монокристаллических пленок, как и получение массивных монокристаллов, представляет собой самостоятельную научную задачу.

Цель данной работы — выяснить оптимальные условия получения монокристаллических пленок Fe — Ni-сплавов, исследовать их кристаллическую структуру и изучить их некоторые магнитные свойства.

1. Технология получения монокристаллических пленок Fe — Ni-сплавов

Получение монокристаллических пленок осуществлялось методом эпитаксии [1]. Обычно процесс эпитаксиального выращивания пленок требует, чтобы материал отлагался на монокристаллическую нагретую подложку. Такой подложкой служил кристалл NaCl. Напыление тонких пленок толщиной до 800 Å производилось на универсальном вакуумном распылителе УВР-2 известным методом термического распыления в вакууме. Рабочий вакуум, достигаемый в этой установке, 10^{-4} — $5 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст. Подложки, подогреваемые контактной печью, устанавливались на расстоянии 6 см от конического вольфрамового тигля, из которого производилось распыление исследуемого материала.

Для нахождения оптимальных условий выращивания монокристаллических пленок пермаллоя варьировались как температура подложки, так и вакуум, в котором производилось напыление. Температура подложек, изменявшаяся в пределах от 250 до 400° С, контролировалась термопарой, имеющей непосредственный контакт с подложкой на напыляемой стороне. Кроме того, при напылении варьировался вакуум в пределах от $5 \cdot 10^{-5}$ до 10^{-3} мм рт. ст. Перед установлением маски с подложками тигель и распыляемый материал отжигались для устранения загрязнений поверхности и для обезгаживания. Подложки прогревались в течение 30 мин при температуре 350—400°, напыление же проводилось после охлаждения их до 250—300°. Время распыления 30—40 сек.

При таком температурном режиме и вакууме 10^{-3} — 10^{-4} мм рт. ст. на свежем сколе NaCl вырастает монокристаллическая пленка пермаллоя, хотя ряд авторов [2, 3] получали монокристаллические пленки Fe — Ni-

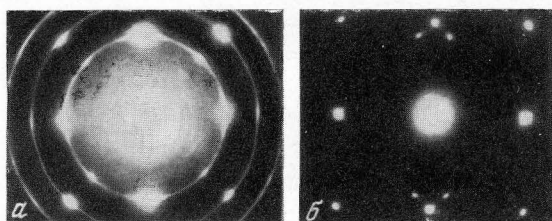


Рис. 1. Электронограммы Fe — Ni-монокристаллических пленок: *а* — пленки с составом от 5 до 20% никеля, имеющие объемноцентрированную кристаллическую решетку; *б* — пленки с составом от 40 до 95% никеля, имеющие гранецентрированную кристаллическую решетку

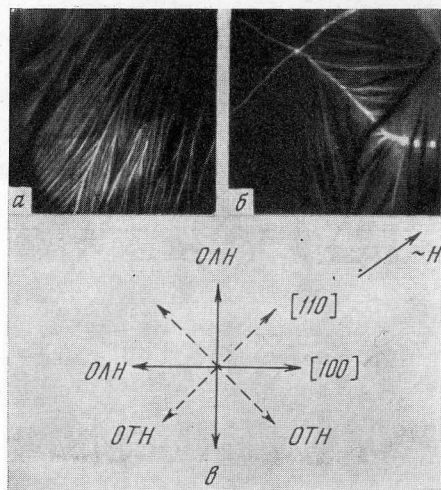


Рис. 4. Доменная структура монокристаллических Fe — Ni-пленок с двухосной анизотропией: *а* — однодоменная структура (исходное состояние пленки); *б* — доменная структура пленки после размагничивания переменным полем с уменьшающейся амплитудой в трудном направлении $[110]$, границы 90- и 180-градусные; *в* — схематичное представление направления легких и трудных осей

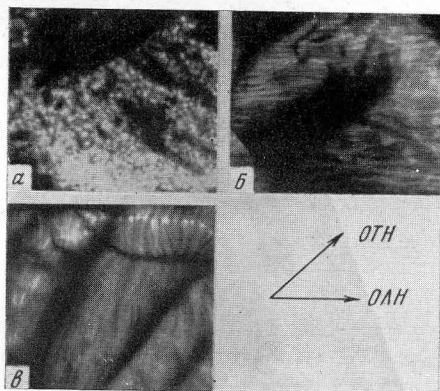


Рис. 5. Доменная структура монокристаллических Fe — Ni-пленок с двухосной анизотропией: *а* — пленка с крапчатой доменной структурой (исходное состояние); *б* — пленка после размагничивания переменным полем в направлении легкой оси; *в* — пленка после размагничивания переменным полем в направлении трудной оси; границы 180-градусные. Справа указано направление легких и трудных осей

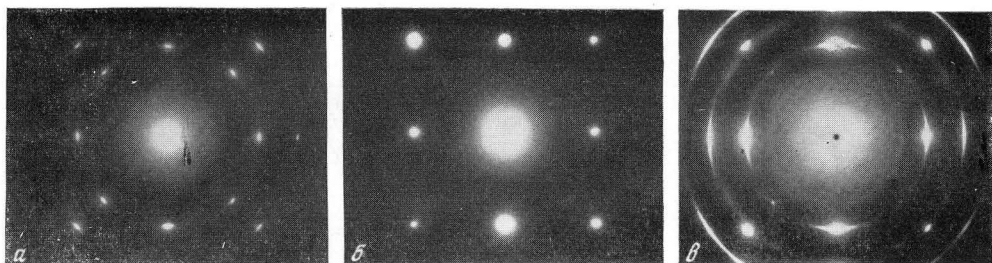


Рис. 1. Электронограммы эпитаксиальных пленок Fe

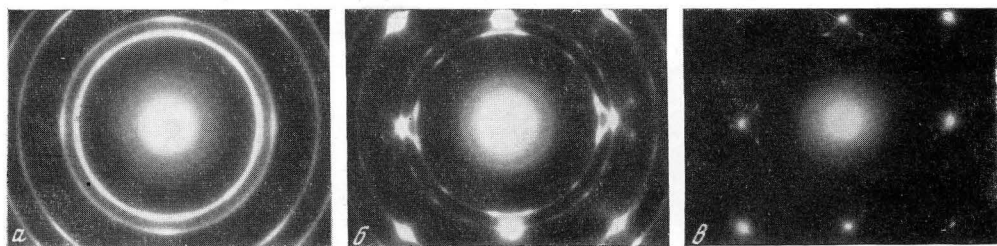


Рис. 2. Электронограммы пленок никеля, напыленных на кристаллы каменной соли:
 а — при $t = 40-60^\circ$; б — при $t = 100-120^\circ$; в — при $t = 250^\circ$

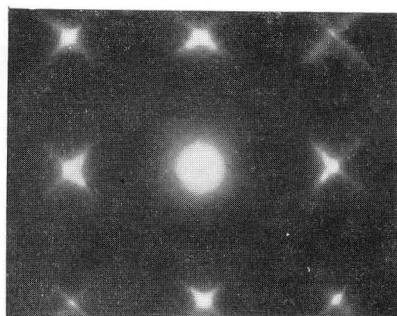


Рис. 3. Электронограмма пленки кобальта, напылявшейся на подложку, имеющую температуру 200°

сплава лишь в сверхвысоком вакууме (10^{-9} мм рт. ст.) и только после отжига.

Напылялись пленки различных составов от 5 до 95% никеля.

2. Электронографическое исследование монокристаллических Fe—Ni-пленок

Кристаллическая структура полученных пленок исследовалась при помощи электронографа ЭГ «на просвет». Для этого пленки снимались с кристалла соли растворением его в воде и вылавливались на металлическую сетку, покрытую коллодиевой пленкой.

Анализ электронограмм полученных пленок, представленных на рис. 1 (см. оборот вкл. 1 к стр. 45), показал следующее.

1. Монокристаллическая пленка пермаллоя кристаллизуется либо в объемноцентрированную, либо в гранецентрированную кубическую систему в зависимости от ее состава. Объемноцентрированную решетку с постоянной $d = 2,828 \text{ \AA}$ имеют пленки с составом до 20% никеля; пленки с составом выше указанного имеют гранецентрированную кубическую решетку с постоянной $d = 3,576 \text{ \AA}$.

2. Рост монокристаллической пленки Fe—Ni-сплава с составом до 20% никеля на кристалле NaCl происходит по диагональной схеме с ориентацией (001) , $[100]_{\text{Fe-Ni}} \parallel (001)$, $[110]_{\text{NaCl}}$, а пленки с составом выше 20% никеля растут по прямой схеме с ориентацией (001) , $[100]_{\text{Fe-Ni}} \parallel (001)$, $[100]_{\text{NaCl}}$.

3. Наблюдаются рефлексы микродвойников у основных межплоскостных отражений, которые появляются вследствие дефектов упаковки в местах, где сливаются зародыши роста пленки. Такое явление микродвойникования наблюдали и другие авторы.

3. Магнитные свойства монокристаллических пленок

Исследование магнитных свойств, а именно: магнитной анизотропии, снятие петель гистерезиса, измерение коэрцитивной силы, осуществлялось на установке Фарадея с осциллографированием.

В результате исследования петель гистерезиса оказалось, что все напыленные монокристаллические Fe—Ni-пленки анизотропны, они имеют две взаимно перпендикулярные оси легкого намагничивания, чего не наблюдалось в других работах [4]. О том, что полученные пленки обладают двухосной анизотропией, свидетельствует периодичность формы петли гистерезиса через 90° при вращении образца в магнитном поле (рис. 2, а, б).

Гистерезисные петли в направлении оси легкого намагничивания (ОЛН) прямоугольны, петли в трудном направлении несколько уже. Поперечные петли в этих направлениях отсутствуют. Продольная петля в легком направлении при наложении поперечного постоянного поля обладает чуть заметной ступенькой (рис. 2, в), а поперечные петли при этом несимметричны (рис. 2, д). Петля в направлении оси трудного намагничивания (ОТН) при наложении поперечного постоянного поля симметрично стягивается (рис. 2, е).

При определении направления легких осей монокристаллических пленок и знака константы анизотропии было найдено, что у пленок с составом от 0 до 79,4% никеля константа анизотропии положительная ($K > 0$) и легкие оси их совпадают с кристаллографическим направлением $[100]$, несмотря на то, что пленки до 20% никеля имеют объемноцентрированную решетку, а выше — гранецентрированную. У пленок с составом от

82% никеля и выше константа анизотропии отрицательна ($K < 0$), и легкие оси совпадают с кристаллографическим направлением [110].

Измерения показали, что у монокристаллических Fe—Ni-пленок коэрцитивная сила зависит от температуры подложки при напылении. В интервале температур 250—350° К резко возрастает от 9 до 80 э (рис. 3). Кроме того, чем совершеннее кристалл, тем больше H_c пленки. При температурах ниже 250° пленки получаются поликристаллическими. Снятие пленки с кристалла NaCl на стекло не приводит к заметному изменению H_c .

Наблюдения доменной структуры полученных монокристаллических пленок сплава Fe—Ni осуществлялось на электронном микроскопе УЭМВ-100 при увеличении 800×. В большинстве своем монокристаллические Fe—Ni-пленки получались либо однодоменными с подструктурой (рис. 4, а), либо крапчатыми (рис. 5, а). Подструктура доменов свиде-

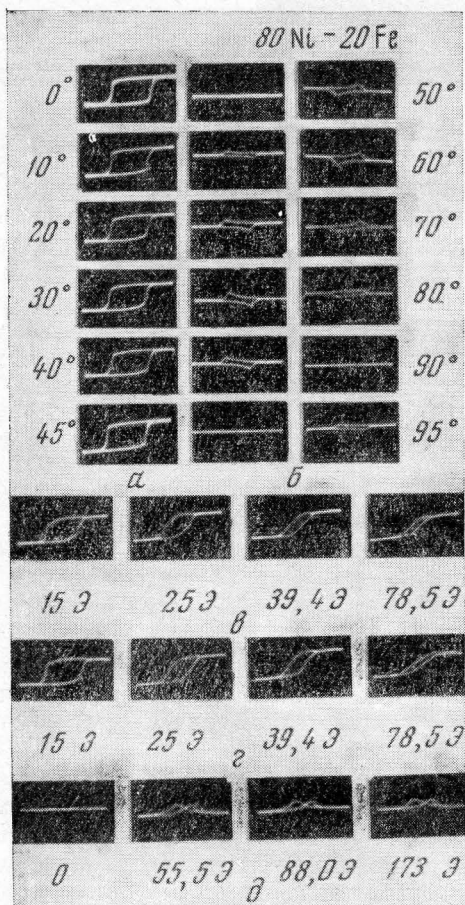


Рис. 2

Рис. 2. Петли гистерезиса двухосных монокристаллических пленок: а — продольные петли, снятые в легком направлении и под углом к нему от 10 до 45°; б — поперечные петли, снятые в легком направлении и под углом к нему от 50 до 95°; в — продольные петли в легком направлении при наложении постоянного поперечного поля 15, 25, 39,4 и 78,5 э; г — продольные петли, снятые в трудном направлении при наложении таких же поперечных постоянных полей; д — поперечные петли, снятые в легком направлении при наложении постоянных полей 55,5, 88 и 173 э

Рис. 3. Зависимость коэрцитивной силы монокристаллических пленок от температуры подложки при напылении

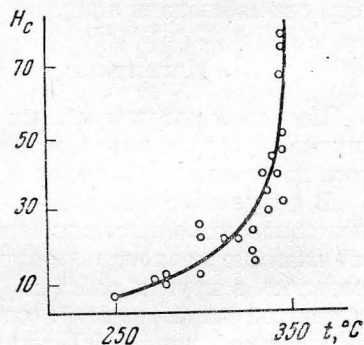


Рис. 3

детельствует, по-видимому, о некотором несовершенстве пленок и о неупорядоченности сплава.

После размагничивания пленок переменным полем 50 гц с уменьшающейся амплитудой в направлении трудной оси (рис. 4, б) в пленках по-

являются доменные границы как 90-градусные, идущие в направлении трудной оси, так и 180-градусные — в направлении легкой оси.

При размагничивании пленок с крапчатой магнитной структурой вдоль легкого направления крапинки выстраиваются в линии подструктуры (рис. 5, б), после размагничивания этой же пленки в направлении трудной оси появляются доменные границы, которые состоят из отдельных точек (рис. 5, в).

Линии подструктуры доменов дают возможность определить направление намагниченности I_s в каждом домене и его отдельных участках. Как видно из рисунка 4, б, пленка имеет две легкие оси, которые совпадают с направлением типа [100]. Доменные границы располагаются вдоль трудного направления [110]. Направления легких осей пленки, выявленные по доменной структуре, совпадают с направлением, установленным по форме петель гистерезиса.

Институт физики Сибирского отделения
Академии наук СССР

Красноярский государственный педагогический институт

Литература

1. Pashley D. W., *Advances Phys.*, **5**, 173 (1956).
 2. Heavens O. S., *Proc. Phys. Soc.*, **78**, 33 (1961).
 3. Baltz A., *J. Appl. Phys.*, **34**, 1575 (1963).
 4. Chikazumi S., *J. Appl. Phys.*, **32**, 815 (1961).
-