На правах рукописи

Комогорцев Сергей Викторович

# ИССЛЕДОВАНИЕ АМОРФНЫХ И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ФЕРРОМАГНЕТИКОВ С ДВУХ- И ТРЕХМЕРНЫМИ НЕОДНОРОДНОСТЯМИ СЛУЧАЙНОЙ АНИЗОТРОПИИ МЕТОДОМ КОРРЕЛЯЦИОННОЙ МАГНИТОМЕТРИИ

01. 04. 11. - физика магнитных явлений

ΑΒΤΟΡΕΦΕΡΑΤ

диссертации на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

Красноярск - 2001

Работа выполнена в Институте физике им. Л.В.Киренского СО РАН.	
Научный руководитель:	доктор физико-математических наук,
	Исхаков Р.С.
Официальные оппоненты:	доктор физико-математических наук,
	О.А. Иванов
	Уральский государственный
	Университет
	кандидат физико-математических наук,
	Ю.И. Маньков
	Институт Физики Сибирского
	Отделения РАН
Ведущая организация:	Институт Физики Металлов
	Уральского Отделения РАН
Защита состоится	
««	2001 года в часов
на заседании диссертационного совета Д 003.55.02 по присуждению ученых степеней	
при Институте физики им. Л.В. Киренского СО РАН.	
Адрес: 660036, г. Красноярск, Академгородок, ИФ СО РАН.	
С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Института физики	
им. Л.В. Киренского СО РАН.	
Автореферат разослан «	2001 года
Ученый секретарь	
диссертационного совета	
доктор физико-математическ	ких наук С.С. Аплеснин

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Уровень технического развития общества характеризуется уровнем использования материалов с необычными свойствами. В электротехнике и микроэлектронике сегодня такими материалами являются аморфные и нанокристаллические магнитные сплавы, уникальные свойства которых имеют большие перспективы для приложений. Великолепные магнитомягкие свойства этих материалов, в сочетании с дешевыми технологиями получения, уже около двух десятилетий вызывают повышенный интерес инженеров и исследователей. В последнее десятилетие сделано несколько важных шагов в понимании природы этих необычных свойств. Так, выяснилось, что непосредственной причиной магнитомягкости этих материалов является не столько ориентационный хаос магнитной анизотропии неоднородной на субмикронном уровне, сколько сформированная в них специфическая магнитная микроструктура. Изучение такой магнитной микроструктуры сегодня может проводиться разными способами, но самым простым является исследование кривых намагничивания до насыщения метод корреляционной магнитометрии, разработанный в ИФ СО РАН им. Л.В. Киренского [1]. С начала 80х годов этим методом здесь изучается неоднородная магнитная анизотропия аморфных сплавов (корреляционные радиусы R<sub>c</sub> и величины среднеквадратичной флуктуации локальной магнитной анизотропии D<sup>1/2</sup>K). С начала 90-х этот метод получил широкое распространение в работах магнитологов России [2], ближнего [3] и дальнего зарубежья [4-7] связанных с исследованием нанокристаллических и аморфных ферромагнетиков. Дальнейшее развитие этих методов исследования остается актуальным и в настоящее время. Так, в теоретическом исследовании Игнатченко и Исхакова [8] показано, что кривая намагничивания содержит информацию о размерности d неоднородностей случайной анизотропии. Далее, в магнитной системе аморфных и нанокристаллических ферромагнетиков в малых полях проявляется хорошо известный эффект Имри и Ма [9], заключающийся в неустойчивости ферромагнитного состояния по отношению к действию случайно ориентированной локальной магнитной анизотропии. В этом случае формируется специфическая магнитная структура таких материалов, которая может быть описана ансамблем слабосвязанных магнитных блоков размером R<sub>f</sub> и анизотропией <K>. Наша работа посвящена дальнейшему средней экспериментальному развитию метода корреляционной магнитометрии и, в частности, направлена на создание методики измерения величин  $R_f u < K > .$ Цель работы.

 Исследовать на эксперименте влияние размерности d неоднородностей случайной анизотропии на особенности кривых намагничивания и изучить возможность измерения величины d в нанокристаллических и аморфных сплавах, изготовленных различными технологиями в виде фольг, покрытий, моно- и мультислойных пленок.

2. Выявить эффекты, обусловленные микромагнитной блочной структурой аморфных и нанокристаллических ферромагнетиков, по особенностям кривой намагничивания; измерить величины параметров, характеризующих эту магнитную микроструктуру: R<sub>f</sub> и <K>, а также установить связь этих параметров с интегральными магнитными свойствами материала.

<u>Научная новизна.</u> Впервые экспериментально установлено, что пространственная размерность системы (d) ферромагнитно - связанных зерен (2R<sub>c</sub>) в исследуемых материалах определяет показатель степенной зависимости приближения намагниченности к насыщению в области полей H< 2A/MR<sub>c</sub><sup>2</sup>. Для нанокристаллических и аморфных пленок с трехмерной упаковкой зерен справедлива зависимость  $\Delta M \propto H^{-1/2}$ , в мультислойных пленках с двумерной упаковкой зерен в индивидуальном магнитном слое приближение к насыщению осуществляется по закону  $\Delta M \propto H^{-1}$ .

Проведено прямое и косвенное экспериментальное определение характеристик магнитной микроструктуры - ферромагнитный корреляционный радиус  $R_{f_s}$  среднеквадратичная флуктуация средней анизотропии в этой области  $D^{1/2} < K > -$ аморфных и нанокристаллических ферромагнетиков со случайной анизотропией, характеризующейся величинами  $R_c$ ,  $D^{1/2}K$  соответственно. На кривых намагничивания аморфных и нанокристаллических ферромагнетиков впервые обнаружена зависимость от H, обусловленная ориентацией по полю намагниченностей магнитных блоков. Обнаружена корреляция коэрцитивного поля с этими характеристиками случайной анизотропии.

Данные положения совместно с экспериментальными результатами выносятся автором на защиту.

<u>Практическая ценность.</u> Благодаря проведенным исследованиям в рамках метода корреляционной магнитометрии становится возможным одновременное определение параметров неоднородной структуры аморфных сплавов (корреляционные радиусы  $R_c$  и величины среднеквадратичной флуктуации локальной магнитной анизотропии  $D^{1/2}$ K) и основных параметров магнитной микроструктуры (ферромагнитного корреляционного радиуса  $R_f$  и среднеквадратичной флуктуации средней анизотропии  $D^{1/2}$ K> магнитного блока размером  $2R_f$ ) с помощью кривых намагничивания до насыщения. Таким образом, стало возможным непосредственно исследовать корреляционные связи: структурная микронеоднородность  $\Rightarrow$  магнитная микронеоднородность  $\Rightarrow$  физические свойства. Знание этих закономерностей необходимо для эффективного управления свойствами материала путем вариации неоднородности нанокристаллических и аморфных сплавов.

<u>Апробация работы.</u> Результаты работы докладывались на конференциях: "Новые Магнитные Материалы Микроэлектроники- XV", XV Всероссийская школа-

семинар, 18-21 июня 1996г., Москва.; Моscow International Symposium on Magnetism, June 20-24, 1999, Моscow; Вторая межрегиональная конференция с международным участием (Ставеровские чтения) "Ультрадисперсные порошки, наноструктуры, материалы", Красноярск, 5-7 октября 1999 г.; "Новые Магнитные Материалы Микроэлектроники- XVI" XVI международная школа-семинар, 23-26 июня 1998г.; "Новые Магнитные Материалы Микроэлектроники- XVII" XVII международная школа-семинар, 23-26 июня 2000г.; "Аморфные прецизионные сплавы: технология-свойства- применение" VII Всероссийская конференция с международным участием, Москва, 2000г.; Euro-Asian Symposium "Trends in magnetism" EASTMAG-2001 February 27 – March 2, Ekaterinburg, 2001.

<u>Структура и объем работы.</u> Диссертация состоит из введения, четырех глав и заключения. Содержание работы изложено на 107 страницах машинописного текста, включая 33 рисунка и списка литературы из 113 наименований.

## СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во <u>Введении</u> обоснована актуальность темы, сформулированы цели исследования, показана практическая значимость проведенных исследований.

<u>Глава 1. Высокополевая магнитометрия нанокристаллических и аморфных</u> ферромагнетиков. Обзор литературы. В первой главе приводится обзор методов исследований основных магнитных параметров и их флуктуаций в аморфных и нанокристаллических ферромагнетиках из исследования статического отклика спиновой системы в высоких полях и низких температурах. Также приводятся некоторые экспериментальные результаты, полученные к сегодняшнему дню с использованием этих методик. Дается обзор общих представлений и экспериментов, касающихся особенностей магнитной структуры и свойств ферромагнетиков со случайной анизотропией. Далее рассматриваются существующие теоретические подходы к исследованию случайной анизотропии аморфных и нанокристаллических ферромагнетиков из измерений закона приближения намагниченности к насыщению (ЗПН). Приводятся экспериментальные результаты исследования неоднородностей анизотропии методом ЗПН в аморфных и нанокристаллических ферромагнетиках. В конце главы приводится постановка задачи настоящего исследования.

<u>Глава 2. Специфика исследования тонких ферромагнитных пленок на</u> <u>вибрационном магнитометре. Магнитные свойства исследуемых образцов.</u> Во второй главе приводится учет источников погрешности, необходимый для достоверности дальнейшего исследования полевой зависимости дисперсии намагниченности вблизи насыщения при измерении тонких пленок на вибрационном магнитометре. Далее приводятся общие сведения о материале исследуемых образцов, приводятся результаты их магнитной паспортизации (результаты измерения констант A и M с помощью исследования низкотемпературного хода намагниченности). Для нанокристаллических пленок анализ констант указывает на их неравновесную структуру. Для мультислойных пленок анализ зависимости магнитных констант от толщины магнитных слоев позволяет получить дополнительную информацию о специфике их субмикроструктуры.

<u>Глава3.</u> Размерность системы обменно-связанных зерен и приближение намагниченности к насыщению в нанокристаллических и аморфных ферромагнетиках. Аморфные и нанокристаллические ферромагнетики представляют собой систему обменно-связанных зерен со случайно-ориентированной осью локальной магнитной анизотропии К.

В достаточно высоких магнитных полях (H > 2A/M R<sub>c</sub><sup>2</sup>) для приближения намагниченности к насыщению в неоднородных ферромагнетиках выполняется закон Акулова, впервые полученный для поликристалла [10]:

$$\frac{\Delta M}{M_s} = \left(\frac{2 \cdot D^{1/2} \cdot K}{H \cdot M_s}\right)^2,\tag{1}$$

независимо от размерности d упаковки зерен (D - симметрийный числовой коэффициент равный 1/15 для одноосной анизотропии), условие на величину поля H определяется неравенством  $R_c > R_H$ , где магнитный корреляционный радиус  $R_H = (2A/MH)^{1/2}$ . В полях ниже так называемого обменного поля  $H_{ex} = 2A/MR_c^2$ , выполняется неравенство  $R_H > R_c$ . Обменная связь между зернами здесь приводит к тому, что среднюю анизотропию материала можно получить в результате усреднения локальной анизотропии K в пределах сферы радиусом  $R_H$  по N зернам радиусом  $R_c$ :

$$\langle K \rangle_{H} = \frac{K}{\sqrt{N}} = K \cdot \left(\frac{R_{c}}{R_{H}}\right)^{\frac{a}{2}} = K \cdot \left(\frac{H}{H_{ex}}\right)^{\frac{a}{4}}.$$
 (2)

В этом случае зависимость дисперсии магнитного момента от внешнего поля, в данной области полей, можно получить подстановкой в выражение (1) <K><sub>Н</sub> вместо К. Теперь это выражение будет выглядеть так:

$$\frac{\Delta M}{M_s} = \left(\frac{2D^{1/2}\langle K \rangle_H}{H \cdot M_s}\right)^2 = \left(\frac{D^{1/2}H_a}{H_{ex}}\right)^2 \cdot \left(\frac{H_{ex}}{H}\right)^{\frac{4-d}{2}}, \qquad H < H_{ex}, \qquad (3)$$

(H<sub>a</sub>=2K/M<sub>s</sub>), указывая на изменение показателя степенной зависимости рассеяния магнитного момента от внешнего поля, или другими словами на кроссовер.

На рис.1 приведены высокополевые участки кривых намагничивания M(H) пленок нанокристаллических сплавов ГЦК Ni(C), полученных методом термического испарения (TII) и ГПУ Ni(C), полученных методом импульсно плазменного испарения (ИПИ). Толщины пленок, с которых сняты эти кривые, значительно превосходят размеры составляющих их зерен либо кластеров (2 $R_c \sim 100$ Å), таким образом, магнитные области, размером 2 $R_h$ , упакованы в них зернами размером 2 $R_c$ 



Рис.1 Зависимость дисперсии намагниченности в пленках Ni(C) от поля вблизи ферромагнитного насыщения: (•) - пленка полученная методом ИПИ, (•) - пленка полученная методом ТИ

трехмерным образом. Согласно уравнению (3), в этом случае приближение намагниченности к насыщению в этих материалах должно следовать степенной зависимости ΔM/M<sub>s</sub> ∝ H<sup>-1/2</sup>. Прямолинейные участки в логарифмической системе координат на рис.1. указывают, что полевой ход намагниченности в пленке ИПИ Ni(C) следует степенной зависимости M<sub>z</sub>(H)  $\propto$  H<sup>-1/2</sup>, для полей больших H<sub>ex</sub>=8кЭ намагничивание осуществляется по закону M<sub>z</sub>(H) ∝ H<sup>-2</sup>. Для пленки ТИ Ni(C) во всем диапазоне полей наблюдается только зависимость М∝H<sup>-2</sup> (рис.1). Известно, что следствием высокой степени неравновесности технологии ИПИ (скорость конденсации в ней на четыре порядка превышает скорость конденсации металла в методе ТИ) является реализация метастабильной фазы Ni<sub>3</sub>C, т.е. упорядоченного твердого раствора. В методе ТИ равновесные условия конденсации приводят к тому, что углерод здесь не входит в элементарную ячейку металла, а в материале пленки он, в основном представлен в виде графита. Характер кривой приближения намагниченности к насыщению для пленки ТИ Ni(C) (М∝Н<sup>-2</sup>) свидетельствует об отсутствии обменных корреляций между зернами Ni в этих пленках, тогда как характер приближения намагниченности к насыщению пленки Ni(C), полученной методом ИПИ (M∞H<sup>-1/2</sup>), соответствует изотропным ферромагнитным корреляциям между зернами. Отсутствие ферромагнитной связи между зернами в пленке полученной методом ТИ естественно объясняется магнитной изоляцией зерен Ni(C),

т.е. формированием углеродной "шубы". В пленках ИПИ такой изоляции нет. Зависимость приближения намагниченности к насыщению  $M_z(H) \propto H^{-1/2}$  наблюдалась также и в нанокристаллических пленках Fe(C), Co(C), полученных методом ИПИ, свидетельствуя о наличии изотропных обменных корреляций между ферромагнитными зернами этих материалов. Как и в случае пленок Ni(C), такие обменные корреляции в пленках Fe(C), Co(C) - следствие образования метастабильных твердых растворов, установленного для данных пленок детальными структурными исследованиями [11,12].

На рис.2а,b приведены кривые намагничивания мультислойных пленок Co(P)/Pd. Размеры зерен либо кластеров, из которых состоят индивидуальные магнитные слои этих пленок, порядка толщины таких слоев. Замощение индивидуального слоя по высоте в одно зерно приводит к формированию в этих пленках двумерной системы ферромагнитно- связанных зерен. Двумерной упаковке зерен, согласно выражению (3), соответствует закон приближения намагниченности к насыщению вида:  $\Delta M/M_s \propto H^{-1}$ . Прямолинейные участки на высокополевых кривых намагничивания мультислойных пленок Co(P)/Pd, как с аморфными так и с нанокристаллическими слоями Co, в координатах ( $\Delta M/M_s H^{-2}$ , H) указывают на выполнение зависимости  $\Delta M/M_s \propto H^{-1}$  в диапазоне полей вплоть до 20-25 кЭ.

Результаты представленные на рис.1,2 описываются формулой (3) и демонстрируют, что показатель степенной зависимости кривых приближения намагниченности к насыщению не связан с ближним порядком в ферромагнитном материале, а определяется только таким параметром субструктуры как размерность упаковки обменно-связанных зерен d. Принципиальная возможность экспериментального определения пространственной размерности упаковки системы ферромагнитно-связанных зерен, которая в общем случае может быть и нецелым числом, имеет немаловажное значение для магнитного материаловедения.

Размерность d впервые появляющаяся в наших рассуждениях в выражении (2) представляет собой не что иное, как размерность массового фрактала, определение



Рис.2 Высокополевые участки кривых намагничивания M(H) мультислойных пленок Co/Pd: a)  $[Co_{93}P_7(x)/Pd(14Å)]_{20}$  (1 - x = 30Å; 2 - 45Å; 3 - 55Å; 4 - 80Å), b)  $[Co_{90}P_{10}(x)/Pd(14Å)]_{20}$  (1 - x = 20Å; 2 - 45Å; 3 - 60Å; 4 - 65Å; 5 - 115Å).

8

которой можно получить, переписав выражение для N, использованное в (2) следующим образом:

d

$$= \frac{\ln N}{\ln \frac{R_{H}}{R_{C}}}$$

(4)

На рис.3 приведены высокополевые участки кривой намагничивания пленки [Fe20Å/Pd20Å]<sub>20</sub>, измеренные при температурах 4.2К и 250К, в координатах ( $\Delta$ M/M<sub>s</sub>, H<sup>-1</sup>). Прямолинейные участки на экспериментальных зависимостях  $\Delta$ M/M<sub>s</sub> исследуемой мультислойной пленки Fe/Pd, указывают на возможность описания кривой M(H) этой пленки зависимостью  $\Delta$ M/M<sub>s</sub>  $\propto$  H<sup>-1</sup> в диапазоне полей вплоть до 25 кЭ. Таким образом, размерность упаковки зерен d в них равна двум (d=2). Следовательно, индивидуальные слои Fe в этой пленке хорошо морфологически определенны и обмен внутри индивидуального слоя существенно превышает обмен между индивидуальными слоями. На вставке к рис.3 приведен фрагмент рентгенограммы пленки [Fe20Å/Pd20Å]<sub>20</sub> вблизи пика, соответствующего отражению [110]. Основной рефлекс сопровождается сателлитными отражениями.



Рис.3 Высокополевые участки кривых намагничивания М(H) мультислойной пленки [Fe20Å/Pd20Å]<sub>20</sub> при 4К (○) и 250К (□) на вставке - фрагмент рентгенограммы мультислойной пленки [Fe20Å/Pd20Å]<sub>20</sub>.

Наблюдение этих отражений подтверждает наличие хорошо определенной модуляции электронной плотности, а период модуляции, вычисленный по сателлитным отражениям, хорошо согласуется с периодом, заданным технологическим регламентом.

В мультислойных пленках Co/Pd для толщин Co меньших 20Å, происходит нарушение сплошности ферромагнитных индивидуальных слоев. Материал пленки [Co6Å/Pd14Å]<sub>20</sub> представляет собой фазу неоднородного сплава CoPd образованную за счет смешения (вследствие диффузии) элементов соседних слоев. Величина показателя  $\delta$  в зависимости приближения намагниченности к насыщению  $\Delta M \propto H^{-\delta}$ для данной пленки оказалась равна 0,7±0,1. Так как показатель степенной зависимости M(H) связан с размерностью d как  $\delta = (4-d)/2$ , то зная  $\delta$  можно определить размерность упаковки ферромагнитно-связанных зерен d. Для пленки [Co6Å/Pd14Å]<sub>20</sub> размерность упаковки ферромагнитно-связанных зерен оказалась равной d  $\approx 2,5$ .

Кривые намагничивания мультислойных пленок  $[Co(t_{Co}) / Cu(t_{Cu})]_{120}$  (где  $t_{Cu}$  меняется от 2.7Å до 26Å,  $t_{Co}$  - от 2.4Å до 3.5Å.) разделяются на 3 группы, соответствующие разным  $t_{Co}$ . В 1ю группу попадают образцы с  $t_{Co}$  от 2.4Å до 3Å (серия а), Во 2ю группу - образцы с  $t_{Co}$  = от 3Å до 3.2Å (серия b), В 3ю - с  $t_{Co}$  от 3.4Å до 3.6Å (серия c). В области полей H<  $H_{ex}$ , в которой на зависимостях M(H) проявляется размерность упаковки системы ферромагнитных кластеров, обработкой указанных зависимостей было установлено: для образцов серий (а), (b) показатель степенной зависимости  $\Delta M(H) \propto H^{-\delta}$  равен  $\delta$ =0.5, для образцов серии (c) показатель  $\delta \approx 0.75$ . Последнее говорит о том, что обменные корреляции ферромагнитных кластеров в исследуемых пленках Co/Cu серий (a), (b) имеют изотропный характер, размерность упаковки этих кластеров d =4-2 $\delta$  здесь равна трем (d=3). Для образцов с максимальной  $t_{Co}$ , (образцы серии (c)) размерность упаковки ферромагнитных кластеров d =4-2 $\delta$  оказалась равной d  $\approx$  2.5. Таким образом, эти образцы Co/Cu с наибольшей (заданной технологически) толщиной слоя  $t_{Co}$  уже характеризуются некоторыми признаками анизотропни обменных корреляций.

<u>Глава 4. Характеристики магнитной микроструктуры аморфных и</u> нанокристаллических ферромагнетиков с трех- и двухмерными неоднородностями случайной анизотропии. В малых полях в магнитной системе аморфных и нанокристаллических ферромагнетиков проявляется хорошо известный эффект Имри и Ma [9], заключающийся в неустойчивости ферромагнитного состояния по отношению к действию случайно ориентированной локальной магнитной анизотропии. В этом случае ферромагнитный порядок реализуется на характерных корреляционных длинах  $R_f = R_c (H_{ex}/D^{1/2}H_a)^2$  [13, 14], так что магнитная структура таких материалов может быть описана ансамблем слабосвязанных магнитных блоков (см. рис.4). Размер блока равен  $2R_f$ , средняя анизотропия в блоке  $<K > = K/N^{1/2}$  $= K (R_c/R_f)^{3/2}$ , орт этой анизотропии **n** ориентирован случайным образом. В

приближении сплошной среды такая система может быть описана плотностью внутренней энергии следующего вида:

$$U \quad -\frac{1}{2}\beta^{e}(Mn)^{2} - HM , \qquad (5)$$

где параметр  $\beta^e = \langle H_a \rangle / M = 2 \langle K \rangle / M$  определяется константой средней анизотропии  $\langle K \rangle$  в магнитном блоке. В нулевом поле намагниченность магнитного блока ориентируется вдоль орта **n**. Следовательно, здесь корреляционные свойства



Рис. 4 Схематическое представление ферромагнетика со случайной анизотропией. Малые стрелки показывают случайную ориентацию локальной магнитной анизотропии l(x), большие - случайную ориентацию средней анизотропии магнитного блока n(x).

неоднородной ориентации **M**(**x**) полностью повторяют корреляционные свойства флуктуаций средней анизотропии <K>. Последнее означает, что в области малых полей кривая намагничивания должна описываться модифицированной зависимостью (1):

$$\Delta M / M_s = \left( D^{1/2} \langle H_a \rangle / H \right)^2 = (R_H / R_f)^4, H > D^{1/2} \langle H_a \rangle$$
или  $R_H < R_f.$  (1')

В тоже время выражение (3), вследствие определения характеристик системы магнитных блоков ( $R_f$ ,  $D^{1/2}$ < $H_a$ >) через характеристики системы зерен ( $R_c$ ,  $D^{1/2}H_a$ ), (для случая d=3) может быть представлено в виде:

$$\Delta M / M_{s} = \left( D^{1/2} \langle H_{a} \rangle / H \right)^{1/2} = R_{H} / R_{f}, \qquad R_{c} < R_{H} < < R_{f}. \quad (3')$$

К зависимости (1') приводят также прямые теоретические оценки корреляционных свойств неоднородной ориентации **M**(**x**), при рассмотрении

случайной функции  $\langle \mathbf{m}(\mathbf{x}) \rangle_{R_f}$ , которая образуется путем усреднения случайной функции  $\mathbf{m}(\mathbf{x}) = \mathbf{M}(\mathbf{x})/M$  по пространственному интервалу ( $\mathbf{x}$ -| $R_f$ |,  $\mathbf{x}$ +| $R_f$ |):

$$\left\langle \boldsymbol{m}(\boldsymbol{x})\right\rangle_{R_{f}} = \frac{1}{(2R_{f})^{3}} \int_{\boldsymbol{x}-|R_{f}|}^{\boldsymbol{x}+|R_{f}|} \boldsymbol{m}(\boldsymbol{x}) d\boldsymbol{x} \,. \tag{6}$$

Эти оценки показывают, что в области полей  $D^{1/2} < H_a > \leq H < 5D^{1/2} < H_a >$  величина магнитной восприимчивости обусловленной процессом вращения средних намагниченностей магнитных блоков, превышает величину восприимчивости заданную вращением локальных намагниченностей зерен. Полный сценарий приближения намагниченности к насыщению в аморфном и нанокристаллическом ферромагнетике с учетом вклада системы магнитных блоков может быть проиллюстрирован кривой представленной на рис.5. Здесь зависимость  $\Delta M/M_s \propto f(H)$  построена в координатах ( $\Delta M/M_s, R_H$ ), где  $\Delta M/M_s -$  дисперсия случайного распределения намагниченности – экспериментально измеряемая величина,  $R_H -$  однозначно задаваемый полем параметр, имеющий размерность длины (на рис.5)



Рис.5. Приближение намагниченности к насыщению в нанокристаллическом и аморфном ферромагнетике с учетом вклада системы магнитных блоков (сплошная линия). Пунктиром показаны ассимптотические режимы определяемые выражениями (1)-(3)



Рис.6. Участки локальных кривых намагничивания M(H) снятых с различных участков аморфной ленты  $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$  (20µm) - (а) и аморфной пленки:  $Co_{90}P_{10}$  (t = 500Å) - (b).

переменная  $R_H$  приведена в единицах  $R_f$ ). Участок (а) на кривой рис.5 соответствует режиму намагничивания, описываемому выражениями (1); участок (б) описывается выражениями (3, 3'); участок (в) описывается выражением (1').

Для вычисления характеристик случайной анизотропии: R<sub>c</sub>, D<sup>1/2</sup>H<sub>a</sub>.необходимо провести измерение кривой намагничивания как в области полей H < H<sub>ex</sub> (где  $\Delta M \propto H^{-1}$ <sup>1/2</sup>), так и в полях  $H > H_{ex}$  (где  $\Delta M \propto H^{-2}$ ). Если величины  $H_{ex}$  превышают величины максимальных полей, использованных в эксперименте для измерения М(Н) (см. например [6, 16]), то тогда размер зерна (либо кластера)  $2R_c$  определяется прямыми методами рентгеноструктурного анализа или просвечивающей электронной микроскопии. Затем величины H<sub>ex</sub> и D<sup>1/2</sup>H<sub>a</sub> вычисляются (последняя из линейной зависимости  $\Delta M \propto H^{-1/2}$  аналогичной представленной на рис.1 для пленки ГПУ Ni(C) в полях H<H<sub>ev</sub>). Для косвенного определения характеристик магнитной микроструктуры (R<sub>f</sub>, D<sup>1/2</sup><H<sub>a</sub>>) вполне достаточно регистрации линейных зависимостей приведенных на рис.1 для "трехмерных" ферромагнетиков либо зависимостей типа приведенных на рис.2 для ферромагнетиков с "двумерной" магнитной микроструктурой. Измерение коэффициента линейной зависимости позволяет вычислить среднеквадратичную флуктуацию поля анизотропии в магнитном блоке D<sup>1/2</sup><H<sub>a</sub>>=2A/MR<sub>f</sub>. Подстановка в D<sup>1/2</sup><H<sub>a</sub>> величины А позволяет определить величину R<sub>f</sub>. Так, для аморфных и нанокристаллических сплавов из кривых намагничивания до насыщения по данному методу получены следующие величины D<sup>1/2</sup><H<sub>a</sub>>, R<sub>f</sub>.: для аморфных лент - Fe<sub>73 5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13 5</sub>B<sub>9</sub> (20µm) - 340 Э, 130 Å; Co<sub>80</sub>Zr<sub>10</sub>V<sub>10</sub> (30µm)-25 Э, 640 Å; нанокристаллической ленты Fe<sub>735</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>135</sub>B<sub>9</sub> (20µm) -100 Э, 240 Å; аморфных пленок - Со<sub>90</sub>Р<sub>10</sub> ( 500Å ) -120 Э, 380 Å;

 $Co_{90}P_{10}(2000\text{\AA})$  - 9 Э, 1430 Å; аморфного покрытия  $Co_{90}P_{10}$  (30µm) - 3 Э, 2460 Å соответственно.

Для прямого определения величин R<sub>f</sub>, D<sup>1/2</sup><H<sub>a</sub>> необходима регистрация части кривой зависимости M(H), описываемой выражениями (1'), а не выражениями (3) либо (3'). Провести такое измерение на вибромагнитометре, по-видимому, невозможно. Дело в том, что реальные аморфные и нанокристаллические сплавы характеризуются микротрещинами, порами, включениями второй фазы и т. д., которые приводят к магнитостатическим механизмам рассеяния магнитного момента (не включенным в выражение для полной энергии использованное при выводе формулы (1'). Последние приводят к тому, что истинные значения H внутри образца при H ~ D<sup>1/2</sup><H<sub>a</sub>> не совпадают с напряженностью внешнего магнитного поля.

Выходом может служить экспериментальная методика, с помощью которой можно отстроится от магнитостатических механизмов. Такая методика реализована на магнитооптическом микромагнитометре, позволяющем измерять локальные кривые намагничивания с помощью экваториального эффекта Керра  $\delta(H) \propto M(H)$  с диаметром светового пятна 1÷30 µm в области полей до 200 Э (что оказалось достаточным для отстройки от значимых магнитостатических источников). На рис.6 приведены локальные кривые намагничивания M(H) аморфной фольги  $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$  (а) и аморфной пленки  $Co_{90}P_{10}$  (b), измеренные на различных участках образцов. Видно, что в координатах ( $\Delta M/M_s$ ,  $H^{-2}$ ) экспериментальные кривые намагничивания зависимостями вида (1'). Величины тангенсов наклона прямолинейных участков на рис.6 характеризуют величины среднеквадратичных флуктуаций поля средней анизотропии магнитного блока  $D^{1/2}$ < $H_a$ > $\approx$  3÷6 Э,  $R_f \approx$  970 ÷ 1300Å; для пленки  $Co_{90}P_{10}(500Å)$   $D^{1/2}$ < $H_a$ > $\approx$  60÷70 Э,  $R_f \approx$  500÷570Å соответственно.

Видно, что для аморфной пленки  $Co_{90}P_{10}$  различие в величинах  $D^{1/2} < H_a >$ ,  $R_f$  определенных прямым (1') и косвенным (3') методами не превышает 50%. Расхождение же аналогичных величин для ленты  $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$  не удивительно. Дело в том, что локальный сигнал  $\delta(H) \propto M(H)$  снимается с тонкого приповерхностного слоя толщиной ~200Å. Поэтому совпадения "поверхностного" сигнала M(H) с интегральным M(H) следует ожидать для пленок с толщиной, сопоставимой с глубиной проникновения в магнитооптической методике. Это условие реализуется в аморфной пленке  $Co_{90}P_{10}$  (500 Å), и не реализуется в фольгах, где наблюдаются отличия объемных величин  $D^{1/2} < H_a > u R_f$  от аналогичных, измеренных на приповерхностной части материала.

На рис.7 приведена зависимость величины коэрцитивной силы  $H_c$  от величины  $D^{1/2}$ < $H_a$ > в двойных логарифмических координатах для аморфных и нанокристаллических сплавов как изученных в данной работе, так и взятых из литературных данных, т.е. из опубликованных другими авторами кривых M(H). В

последнем случае величины  $D^{1/2} < H_a >$  вычислялись нами из этих кривых M(H). Видно, что экспериментальные точки неплохо укладываются на линейную зависимость  $H_c = pD^{1/2} < H_a >$ , где  $p \approx 1$ . Наблюдаемая корреляция величины коэрцитивной силы  $H_c$  и



Рис.7 Связь среднеквадратичной флуктуации анизотропии магнитного блока и коэрцитивной силы в трехмерных нанокристаллических и аморфных ферромагнетиках: 1 - компактированное нанокристаллическое (НК) Fe [4], 2 - компактированное НК Fe [15]; 3 – аморфное (Ам) Fe [6]; 4 – Ам сплав Fe<sub>74</sub>Dy<sub>6</sub>B<sub>20</sub> [7]; 5 – компактированный НК Ni [5]; 6 - пленка НК сплава Co<sub>93</sub>P<sub>7</sub>; 7 – покрытие Ам сплава Co<sub>90</sub>P<sub>10</sub>; [1]; 8 - пленка НК сплава Fe(B,C) (T=4K); 9 -тоже (T=200K); 10 - пленка НК сплава Fe(D) (исходн.); 11 - тоже ( $T_{oттж}$ =200<sup>0</sup>C); 12 - тоже ( $T_{oттж}$ =400<sup>0</sup>C); 13 - Ам сплавы Fe<sub>80</sub>B<sub>20-x</sub>Nd<sub>x</sub> (x=0) [16]; 14 – тоже (x=4); 15 – тоже (x=10); 16 –

величины среднеквадратичной флуктуации  $D^{1/2}$ <br/> $H_a$ >средней анизотропии магнитного блока <br/> $H_a$ > доказывает, что последняя представляет собой эффективную анизотропию этих материалов.

Для мультислойных пленок Co/Pd величины среднего поля анизотропии <H<sub>a</sub>> и магнитного блока R<sub>f</sub>, можно вычислить двумя способами: 1) D<sup>1/2</sup><H<sub>a</sub>> непосредственно определяется из тангенсов наклона прямолинейных участков кривых намагничивания, представленных в системе координат ( $\Delta M/M_sH^{-2}$ , H) (см. рис.2), а величина магнитного корреляционного радиуса R<sub>f</sub> определяется по формуле R<sub>f</sub>=(2A/D<sup>1/2</sup><H<sub>a</sub>>M)<sup>1/2</sup>; 2) <H<sub>a</sub>> и R<sub>f</sub> определяются прямым пересчетом из известных H<sub>a</sub>, A, M и R<sub>c</sub>. Первый способ более прост, однако его недостаток в том, что он не

вскрывает взаимосвязи изменений параметров  $<H_a > u R_f c$  изменениями магнитных констант ( $H_a$ , A, M) и параметра субмикроструктуры ( $R_c$ ). Вычисленные таким образом величины  $<H_a > u R_f$ , для мультислойных пленок Co/Pd c различной толщиной ферромагнитного слоя показали близкое соответствие величин  $<H_a > u R_f$  полученных по методам 1) и 2), а также корреляцию величин  $<H_a > u H_c$  и обратную корреляцию величин  $R_f$  и  $H_c$ . Корреляция между величинами  $H_c$  и средней анизотропии магнитного блока  $<H_a >$  указывает на то, что  $<H_a >$  здесь играет роль эффективной анизотропии, а следовательно, величина  $H_c$  определяется величиной  $<H_a > u$  в материалах с низкомерными магнитными неоднородностями.

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Основные выводы, полученные в данной работе в результате развития и новых приложений метода корреляционной магнитометрии могут быть сформулированы следующим образом:

1. Экспериментально измерены кривые намагничивания в магнитных полях, соответствующих приближению к насыщению для ферромагнитных нанокристаллических и аморфных сплавов на основе Fe, Co, Ni, а также мультислойных пленок Co/Pd, Fe/Pd, Co/Cu, полученных различными технологическими методиками. Из сравнения этих кривых с теорией определены: среднеквадратичная флуктуация, величина корреляционного радиуса и эффективная размерность неоднородностей магнитной анизотропии. Определение размерности неоднородностей из закона приближения намагниченности к насыщению проведено впервые. Показано что:

а) в мультислойных пленках Co/Pd, Fe/Pd с толщиной магнитного слоя большей 20Å и толщиной палладия 14Å, которые характеризуются значительно более слабым обменным взаимодействием между слоями по сравнению с обменом в плоскости слоев, приближение намагниченности к насыщению осуществляется по закону  $\Delta M \propto H^{-1}$ , что соответствует эффективной размерности неоднородностей случайной анизотропии в плоскости каждого слоя d=2.

б) при уменьшении толщины магнитного слоя для пленок Co/Pd с толщиной Co 6Å и для пленок Co/Cu с толщиной Co 3.5Å получено  $\Delta M \propto H^{-0.7}$ , что соответствует эффективной размерности неоднородностей анизотропии d=2.5, а для пленок Co/Cu с толщиной Co меньше 3Å наблюдается зависимость  $\Delta M \propto H^{-0.5}$ , что соответствует размерности неоднородностей анизотропии d=3.

Этот эффект может быть объяснен следующим образом: при уменьшении толщины Со непрерывность структуры каждого слоя нарушается и образуется структура изолированных зерен, в результате чего обменное взаимодействие в слое становится сравнимым с взаимодействием между слоями.

в) в системах с изотропным обменным взаимодействием между зернами (в аморфных и нанокристаллических пленках Fe(C), Co(C), Ni(C), Co(P)) наблюдались закономерности  $\Delta M(H)$ , соответствующие d=3.

2. Экспериментально исследованы кривые намагничивания в области магнитных полей соответствующих процессам вращения среднего значения намагниченности магнитных блоков размером  $2R_f$ , много большим размера зерен  $2R_c$ . Полученная зависимость  $\Delta M \propto H^{-2}$  подтверждает независимый характер вращения намагниченности в каждом блоке и позволяет определить величину средней анизотропии блока  $\langle K \rangle$  и его размер  $2R_f$ . Определение этих величин из кривых намагничивания проведено впервые.

### Цитированная литература.

1. Игнатченко В. А., Исхаков Р. С., Попов Г.В. Закон приближения намагниченности к насыщению в аморфных ферромагнетиках // ЖЭТФ.-1982.- Т.82, в.5. - С.1518-1531.

2. В.А. Катаев, О.А. Иванов, Г.В. Иванова, М.В. Летов. Исследование формирования нанокристаллической структуры сплава методом корреляционной магнитометрии // ФММ. – 1997. – Т.84, в.3.- С.55-61.

3. Ю. А. Попков, З.И.Сизова, Ю.А. Николаенко, Е.В. Папуш Локальная магнитная анизотропия аморфных сплавов на основе Fe-Ni // Укр. физ. журн. – 1990. - Т.35, в.3.- С.410-414.

4. Löffler J.F., Meier J.P., Doudin B., Ansermet J.P., Wagner W. Random and exchange anisotropy in consolidated nanostructured Fe and Ni: Role of graine size and trace oxides on magnetic properties // Phys. Rev. B – 1998. - V.57, No.5- P.2915-2924.

5. Thomas L., Tuaillon J., Perez J.P., Dupuis V., Perez A., Barbara B. Approach to saturation in nanocrystallized films of iron and nickel // J.Magn. Magn. Mater. – 1995.-V.145. – P.437-438.

6. Grinstaff M.W., Salamon M.B., Suslick K.S. Magnetic properties of amorphous iron // Phys. Rev. B, – 1993. - V.48. - P.269-273.

7. Tejada J., Martinez B., Labarta A., Grossinger R., Sassik H., Vazquez M., Hernando A. Phenomenological study of the amorphous  $Fe_{80}B_{20}$  ferromagnet with small random anisotropy // Phys. Rev. B – 1990. - V.42, No1. - P.898 - 905.

8. Игнатченко В.А., Исхаков Р.С. Кривая намагничивания ферромагнетиков с анизотропными и низкомерными неоднородностями // ФММ – 1992. - в.6, С.75-86.

9. Imry Y., Ma S.-K. Random field Instability of the ordered state of continuos symmetry // Phys. Rev. Lett. – 1975. - V.35, №21, P.1399-1401.

10. Акулов Н.С. Ферромагнетизм. М: ГОНТИ, 1939.

11. Исхаков Р.С., Комогорцев С.В., Столяр С.В., Прокофьев Д.Е, Жигалов В.С. Структура и магнитные свойства нанокристаллических конденсатов Fe, полученных методом импульсно-плазменного испарения // ФММ. – 1999. – Т.88, в.3.- С.56-65.

12. Исхаков Р.С., Комогорцев С.В., Столяр С.В., Прокофьев Д.Е., Жигалов В.С, Балаев А.Д. Правило ступеней Оствальда в пленках метастабильных нанокристаллических сплавов Fe-C, полученных методом импульсно-плазменного испарения // Письма в ЖЭТФ. – 2000. - Т.70, в.11.- С.727-732.

13. Herzer G. Grain size dependence of coercivity and permeability in nanocrystalline ferromagnets // IEEE Trans. On Magn. – 1990. - V.26, №5.- P.1397 - 1402.

14. Alben R., Becker J.J., Chi. M.C. Random anisotropy in amorphous ferromagnets // J. Appl. Phys. – 1978. - V.49, №3.- P.1653 - 1658.

15. Hirscher M., Reisseer R., Wurschum R., Schaefer H.E., Kronmüller H. Magnetic after-effect and approach to ferromagnetic saturation in nanocrystalline iron // J.Magn.Magn.Mater. – 1995.-V.146. – P.117-122.

16. Hassanain N., Lassri H., Krishnan R., Berrada A. Influence of Nd content on magnetic properties of amorphous FeB alloys. // J.Magn. Magn. Mater. – 1995.-V.146, P.35-41.

Материалы диссертации опубликованы в следующих работах:

1. Балаев А.Д., Жигалов В.С., Комогорцев С.В., Столяр С.В., Магнитные свойства нанокристаллических тонких пленок железа. // Тезисы докладов XV Всероссийской школы-семинара, HMMM- XV, 18-21 июня 1996г., Москва С.49.

2. Комогорцев С.В., Прокофьев Д.Е., Столяр С.В. Исследование магнитных свойств метастабильного нанокристаллического железа. // Сборник научных статей аспирантов и студентов "Вестник красноярского государственного технического университета." 1997 г. Красноярск С.157–159.

3. Ким П.Д., Jeong Y.H., Турпанов И.А., Комогорцев С.В., Семенов Л.И., Song J.H., Магнитные свойства мультислойной системы Со/Си //Тезисы доклада на XVI международной школе-семинаре. - июнь 1998 г. - Москва С.49.

4. С. В. Комогорцев, Д.Е. Прокофьев, С.В. Столяр Структура и магнитные свойства нанокристаллических конденсатов железа, полученных методом ИПИ // Ставеровские чтения: Тезисы докладов Региональной научно-практической конференции- КГТУ.-1998г. – С. 47.

5. Балаев А.Д., Комогорцев С.В., Магнитные свойства тонких пленок метастабильного сплава Ni(C). // Тезисы докладов XV Всероссийской школысеминара,. HMMM XVI, 23-26 июня 1998г., Москва. С. 452-453.

6. Исхаков Р.С., Комогорцев С.В., Столяр С. В., Прокофьев Д.Е., Жигалов В.С.. Структура и магнитные свойства нанокристаллических конденсатов Fe, полученных методом импульсно-плазменного испарения //ФММ.- 1999.- Т.88.- в.3.- С.56-65.

7. Kim P.D., Song J.H., Turpanov I.A., Komogortsev S.V., Semenov L.I., Karpenko M.M., Jeong I.H. Microstructure and magnetic properties of Co/Cu multilayers // IEEE Trans. On Magn. – 1999. - V.35, №5.- P.3097 - 3099.

8. Iskhakov R.S., Komogortsev S.V., Balaev A.D. Investigation of approach to magnetic saturation in Co/Pd multilayers. //Abstracts of MISM. –Moscow.- June 1999.-P.157.

9. Komogortsev S.V., Balaev A.D., Shepeta N.A., Maltzev V.K. Magnetic properties of alloys formed at the interface of Co/Pd multilayers. //Abstracts of MISM. –Moscow.- June 1999.-P.158.

10. Исхаков Р.С., Комогорцев С.В., Балаев А.Д., Чеканова Л.А. Размерные эффекты в магнитных слоистых наноструктурах Со/Рd.// Сборник научных статей «Ультрадисперсные порошки, наноструктуры, материалы».- Красноярск.-КГТУ, 1999, С.115-116.

11. Исхаков Р.С., Столяр С.В., Комогорцев С.В., Жигалов В.С. Исследование атомной структуры и магнитных свойств нанокристаллического сплава Со(С), полученного методом импульсно-плазменного испарения. // Сб. научных статей «Ультрадисперсные порошки, наноструктуры, материалы».- Красноярск.-КГТУ, 1999, С.121-122.

12. Исхаков Р.С., Шепета Н.А., Комогорцев С.В., Чеканова Л.А. Переход из мультислойного в гранулированное состояние в многослойных пленках на основе Со. // Сб. научных статей «Ультрадисперсные порошки, наноструктуры, материалы».-Красноярск.-КГТУ, 1999, С.109-110.

13. Р.С.Исхаков, С.В. Комогорцев, А.Д. Балаев, Л.А. Чеканова. Размерность системы обменно-связанных зерен и магнитные свойства нанокристаллических и аморфных ферромагнетиков// Письма в ЖЭТФ. -2000.-Т.72, в.6.- С.440-444.

14. Р.С. Исхаков, С.В. Комогорцев, Ж.М. Мороз, Е. Е. Шалыгина. Характеристики магнитной микроструктуры аморфных и нанокристаллических ферромагнетиков со случайной анизотропией: теоретические оценки и эксперимент // Письма в ЖЭТФ. - 2000.-Т.72, в.12.- С.872-878.

15. Исхаков Р.С., Комогорцев С.В., Столяр С.В., Прокофьев Д.Е., Жигалов В.С, Балаев А.Д. Правило ступеней Оствальда в пленках метастабильных нанокристаллических сплавов Fe-C, полученных методом импульсно-плазменного испарения (ИПИ)// Письма в ЖЭТФ. –1999-Т.70, в.11.- С.727-732

16. Р.С. Исхаков, Е. Е. Шалыгина, Ж.М. Мороз, С.В. Комогорцев. Исследование параметров магнитных блоков аморфных и нанокристаллических ферромагнетиков из кривых намагничивания до насыщения.// Сборник трудов XVII междунар. школысеминара: Новые магнитные материалы микроэлектроники, Москва, 2000, С.619.

17. Iskhakov R.S., Komogortzev S.V., Balaev A.D.Investigation of approach to magnetic saturation of thin CoP films and CoP/Pd multilayers// Abstracts 8<sup>th</sup> European Magnetic Materials and Applications Conference, Kyiv,2000, P.89.

18. Р.С. Исхаков, С.В. Комогорцев, Л.А. Чеканова, С.А. Карпенко. Модель случайной анизотропии и магнитные свойства мультислойных пленок Co/Pd.// Сборник трудов XVII междунар. школы-семинара: Новые магнитные материалы микроэлектроники, Москва, 2000, С.540-541.

19. Р.С. Исхаков, Е.Е. Шалыгина, Ж.М. Мороз, С.В. Комогорцев. Характеристики локальной анизотропии и магнитной микроструктуры аморфных и нанокристаллических ферромагнетиков: теоретические оценки, эксперимент// Тезисы доклада на VII Всероссийской конференции с международным участием "Аморфные прецизионные сплавы: технология- свойства- применение", Москва, 2000 14-16 ноября, С.99.

20. Iskhakov R.S., Stoljar S.V., Prokof'ev D.E., Komogortsev S.V., Zhigalov V.S., Artem'ev E.M., Chekanova L.A. Structure transformation in Fe-C, Co-C, Ni(Fe)-C nanocrystalline films // Abstract Book, EASTMAG-2001, Ekaterinburg, February 27 – March 2, 2001, -P.218.

21. Iskhakov R.S., Komogortsev S.V., Balaev A.D. Determination the dimensionality of grains packing and magnetic block's parameters from approach to ferromagnetic saturation // Abstract Book, EASTMAG-2001, Ekaterinburg, February 27 – March 2, 2001, -P.251.