

Влияние отжига на магнитооптические свойства нанокристаллических плёнок $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{V}_{19.2}\text{O}_{3.0}$

Н.Н. Перова,^{1,*} Е.А. Ганьшина,^{1,†} И.М. Припеченков,¹ Д.М. Гридин,¹
Е.В. Харин,² В.А. Теджетов,² Е.Н. Шефтель,² А.Б. Грановский^{1,3}

¹Московский государственный университет имени М. В. Ломоносова,
физический факультет, кафедра магнетизма
Россия, 119991, Москва, Ленинские горы, д. 1, стр. 2

²Институт металлургии и металловедения имени А. А. Байкова РАН
Россия, 119334, Москва, Ленинский проспект, д. 49

³Институт теоретической и прикладной электродинамики РАН
Россия, 125412, Москва, ул. Инжорская, д. 13, стр. 6

(Поступила в редакцию 06.05.2024; после доработки 08.07.2024; подписана в печать 11.07.2024)

Приводятся результаты исследования магнитных свойств нанокристаллических пленок $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{V}_{19.2}\text{O}_{3.0}$, подвергнутых отжигу в вакууме при 200°, 300° и 400°С. Пленки со смешанной (нанокристаллическая + аморфная) структурой толщиной 0.52 мкм получены магнетронным осаждением на стеклянные подложки. Измерены петли гистерезиса на вибрационном магнитометре, полевые и спектральные зависимости экваториального эффекта Керра (ЭЭК), визуализированы процессы перемагничивания на магнитооптическом керровском магнитометре. Показано, что происходящие в результате отжига процессы частичной кристаллизации исходной аморфной фазы и перераспределения Ti и V соответственно внутри кристаллических зерен и межзеренных границах, приводящие к формированию новых фаз, проявляются в двухступенчатом процессе перемагничивания и в модификации спектров ЭЭК.

PACS: 81.07.-b УДК: 537.622

Ключевые слова: магнитомягкие плёнки, петля гистерезиса, экваториальный эффект Керра, магнитооптический Керр-магнитометр.

DOI: [10.55959/MSU0579-9392.79.2450504](https://doi.org/10.55959/MSU0579-9392.79.2450504)

ВВЕДЕНИЕ

Плёнки сплавов на основе Fe с нанокристаллической и дисперсно-упрочнённой структурой, получаемые магнетронным осаждением с последующим отжигом, способны обладать высокой намагниченностью насыщения, низкой коэрцитивной силой, высокой магнитной проницаемостью вплоть до гигагерцовых частот, стабильностью [1, 2], что делает их конкурентными лучшим аморфно-нанокристаллическим магнитомягким материалам, получаемым главным образом в виде лент закалкой расплава [3]. Структуру и свойства плёнок на основе Fe оптимизируют путем варьирования условий и режимов напыления и последующего отжига. Магнитные свойства плёнок сплавов критически зависят от химического и фазового состава материала, от его структуры (размер зерна, микродеформация в зерне, структура межфазовой границы и др.) и микромагнитной структуры (объёмной и поверхностной) [4, 5]. В данной работе в качестве модельной системы выбраны полученные методом магнетронного осаждения пленки состава $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{V}_{19.2}\text{O}_{3.0}$, в которых формируется нано-

кристаллическая дисперсно-упрочнённая структура. Для них выполнены магнитоэлектрические измерения, а также, используя комплекс магнитооптических методик, исследованы объёмные и приповерхностные магнитные свойства, позволившие не только выявить их различие, но и визуализировать процесс перемагничивания.

1. ОБРАЗЦЫ И МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

Образцы в виде пленок толщиной 0.52 мкм на стеклянных подложках получены магнетронным осаждением в МИСиС по методике, подробно описанной в [2]. Для сравнения была также получена плёнка нанокристаллического Fe. Образцы отжигались при температуре 200°, 300° и 400°С в течение 1 ч в вакууме 2×10^{-4} Па. До отжига пленки характеризуются смешанной структурой, представленной нанокристаллической и аморфной фазами. Соотношение этих фаз изменяется в результате отжига [6]. Измерение петель гистерезиса выполнено на вибрационном магнитометре Lake Shore 7407. Использовались три магнитооптические методики в геометрии экваториального и меридионального эффектов Керра (ЭЭК/МЭК):

1. измерение полевых зависимостей при разных длинах волн (ЭЭК);

* E-mail: perova.n@physics.msu.ru

† E-mail: eagan@mail.ru

2. измерение спектральных зависимостей ЭЭК в диапазоне 0.5–3.5 эВ;
3. измерение петель гистерезиса и визуализация перемагничивания на магнитооптическом Керр-магнитометре (МЭК).

Все измерения выполнены при комнатной температуре.

2. РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 представлены объемные петли гистерезиса, полученные на вибрационном магнитометре. Петли представлены в нормированном виде и в целом обладают достаточно схожей формой. Среди них выделяется приведенная для сравнения петля нанокристаллической пленки Fe, обладающей большей коэрцитивной силой. Стоит также отметить, что все пленки обладают подобными петлями гистерезиса вне зависимости от угла приложения поля в плоскости пленки, то есть они изотропны. Исключением является пленка, отожжённая при 200°C. У нее заметна небольшая угловая анизотропия при измерении на магнитометре (см. левую вставку на рис. 1).

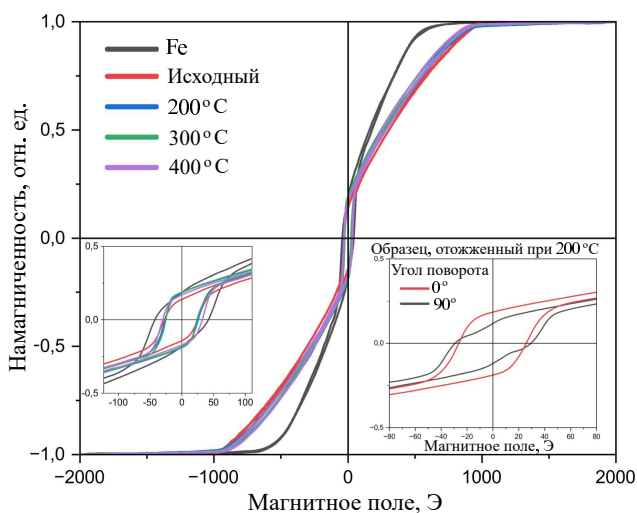


Рис. 1. Объемные петли гистерезиса для нанокристаллического Fe, пленок $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{B}_{19.2}\text{O}_{3.0}$ в исходном состоянии и после отжига при разных температурах. На левой вставке — увеличенная центральная часть петли, на правой вставке показана анизотропия гистерезиса при повороте на 90° образца после отжига при 200°C

На рис. 2 показаны петли гистерезиса приповерхностной области, на которой формируется магнитооптический сигнал. Магнитооптический сигнал формируется на глубине порядка $\lambda/4k$, где λ — длина волны излучения, а k — коэффициент поглощения на этой длине волны [7], что составляет не более 20–30 нм. То есть петли гистерезиса, определя-

емые с помощью МЭК, отражают перемагничивание приповерхностного слоя толщиной 20–30 нм. В результате отжига изменяется форма как объемной, так и приповерхностной петли гистерезиса, причем приповерхностные петли гистерезиса существенно отличаются от объемных. Во-первых, они анизотропны (см. рис. 3, а, б), во-вторых, на них наблюдается излом при приложении поля в одном из направлений в плоскости пленки, тогда как он практически незаметен в объемных петлях. В-третьих, их значения коэрцитивной силы отличаются от таковых на объемных петлях.

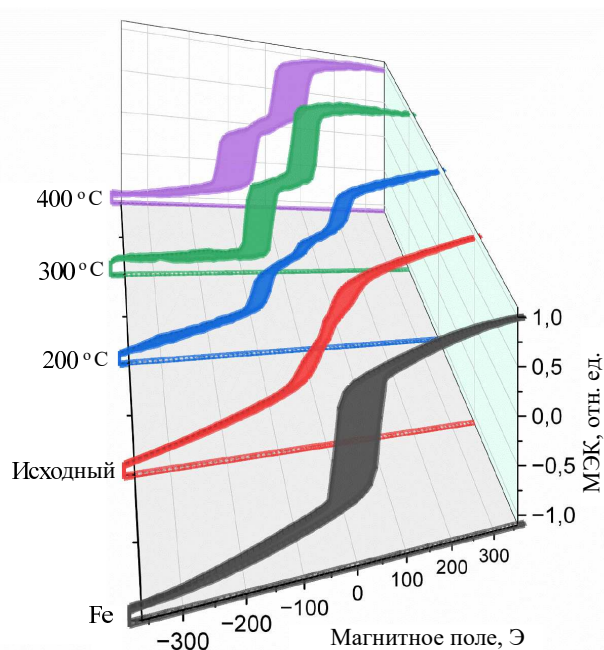


Рис. 2. Петли гистерезиса приповерхностной области для пленок $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{B}_{19.2}\text{O}_{3.0}$ в исходном состоянии и после отжига при разных температурах

Такую форму петли с изломом можно представить как суперпозицию двух петель с разными коэрцитивными силами. В качестве примера на рис. 4 показано построение подобной петли гистерезиса по методике, описанной в работе [8]. Надо сказать, что такое построение не учитывает подмагничивание одной фазы другой, поэтому точного соответствия с экспериментально измеренными кривыми добиться не удается, оно только демонстрирует образование двух фаз с различной коэрцитивной силой.

Наличие излома в приповерхностных петлях гистерезиса в слабых магнитных полях говорит о двухступенчатом процессе перемагничивания, свидетельствующем об образовании в этих слоях дополнительной магнитной фазы. Большая выраженность «перетяжки» петли гистерезиса в магнитооптических петлях свидетельствует о том, что формирование дополнительной фазы при отжиге плёнок начинается с их поверхности. Как показано в [6], в результате отжига происходит частичная кристаллизация исходно аморфной фазы, а так-

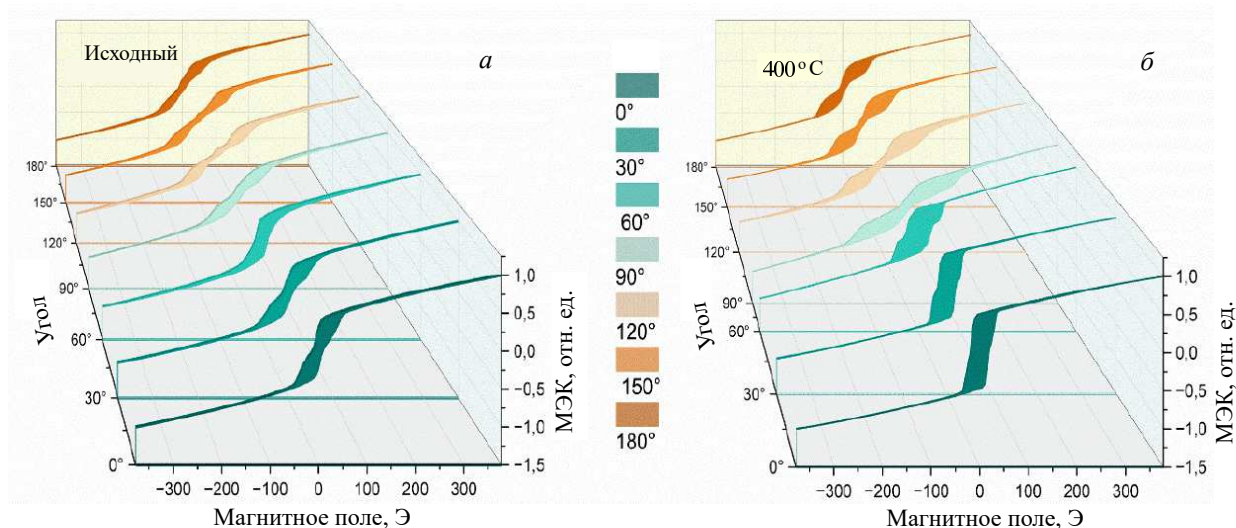


Рис. 3. Петли гистерезиса приповерхностной области для пленок $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{V}_{19.2}\text{O}_{3.0}$ в исходном состоянии (а) и после отжига при 400°C (б). Шаг угла поворота 30°

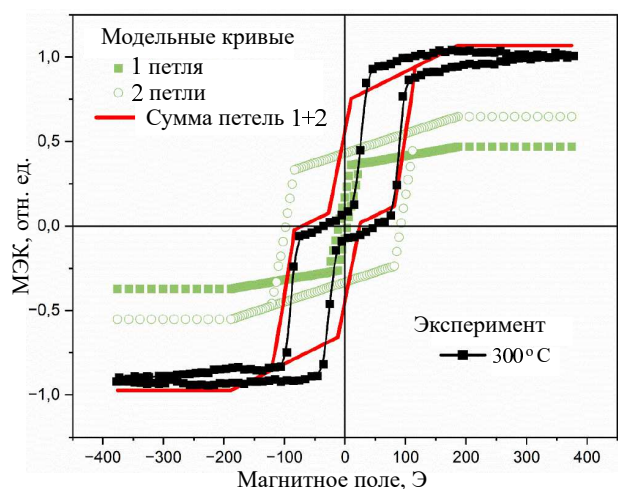


Рис. 4. Модель двухступенчатой петли как суммы двух петель гистерезиса с разной коэрцитивной силой

же перераспределение Ti внутри зерен и V в межзеренных границах с образованием дополнительной фазы/фаз. Подтверждением этому могут служить спектральные зависимости ЭЭК (рис. 5). При повышении температуры отжига спектр ЭЭК изменяется и характерный для нанокристаллического железа пик при 2.0 эВ становится все более выраженным.

На рис. 1 видно, что после быстрого намагничивания в плоскости пленки полем вблизи коэрцитивной силы, намагниченность монотонно и практически линейно возрастает в достаточно сильных полях, но намагниченность для нанокристаллического железа выходит на насыщение в меньших полях. Такое поведение говорит о том, что в отожженных образцах существует магнитомягкая фаза и фаза с перпендикулярной магнитной анизотропией. Наличие перпендикулярной анизотропии

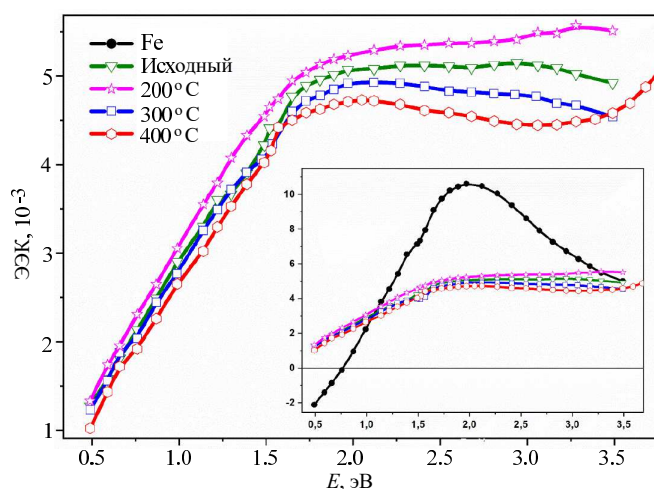


Рис. 5. Спектральные зависимости экваториального эффекта Керра (ЭЭК) для пленок $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{V}_{19.2}\text{O}_{3.0}$ в исходном состоянии и после отжига при разных температурах. На вставке сравнение спектров ЭЭК нанокристаллических пленок $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{V}_{19.2}\text{O}_{3.0}$ со спектром нанокристаллического Fe

позволяет объяснить полосовую доменную структуру, визуализированную с помощью Керр-микроскопа (рис. 6, а). Ранее полосовая доменная структура для аналогичного класса пленок наблюдалась с помощью магнитного силового микроскопа [9, 10].

На рис. 6 а, б показано изображение распределения намагниченности в двух ортогональных направлениях. Если в одном направлении четко видна преимущественная ориентация полосовых доменов, то в другом направлении наблюдается более хаотичная структура. Это и является причиной анизотропии, наблюдаемой на петлях гистерезиса.

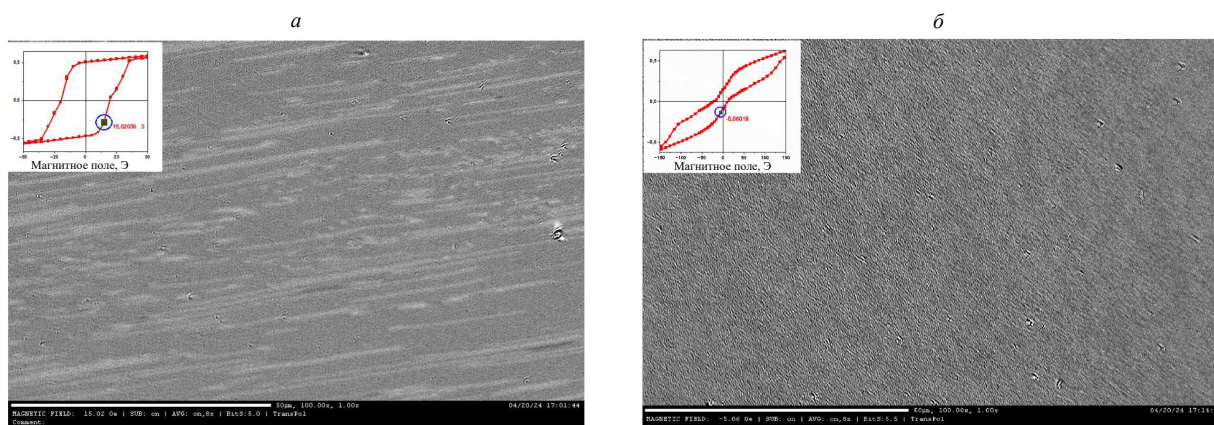


Рис. 6. Визуализация приповерхностного перемagnичивания образца после отжига при 400°C на магнитооптическом Керр магнитометре: *a* — положение образца соответствует условному 0° , *б* — после поворота на 90° . Область пятна 110×70 мкм

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Выполненные магнитооптические исследования показали, что магнитные свойства приповерхностной области пленок $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{B}_{19.2}\text{O}_{3.0}$ существенно отличаются от объемных. Для приповерхностной петли гистерезиса получена петля с перетяжкой, указывающая на наличие двух различных магнитных фаз. Происходящие в результате отжига процессы частичной кристаллизации исходно аморфной фазы и перераспределения Ti и B внутри нанокристаллических зерен и межзеренных границ соответственно, приводящие к формированию

новых фаз, начинаются с поверхности пленок. Наличие полосовой доменной структуры, причем анизотропной, подтверждается как данными магнитных измерений, так и прямой визуализацией доменной структуры.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 23-23-00434, <https://rscf.ru/project/23-23-00434>) с использованием оборудования, приобретенного за счет средств Программы развития Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова.

- [1] Sheftel E.N., Harin E.V., Tedzhetov V.A. et al. // *J. Magn. Magn. Mater.* **561**. 169700 (2022).
- [2] Sheftel E.N., Harin E.V., Bobrovskii S.Y. et al. // *J. Alloys Compd.* **968**. 171981 (2023).
- [3] Zhou J., You J., Qiu K. // *J. Appl. Phys.* **132**(4). (2022).
- [4] Herzer G. // Chapter 3 Nanocrystalline soft magnetic alloys. In: *Handbook of Magnetic Materials*. 1997, pp. 415–462.
- [5] Liu T., Zhang H., Kong F. et al. // *Journal of Materials Research and Technology*, **9** (3). 3558 (2020).
- [6] Sheftel E.N., Tedzhetov V.A., Harin E.V. et al. // *Coatings*. **14**(4). 475 (2024).
- [7] Traeger G., Wenzel L., Hubert A. // *Phys. Stat. Sol. (a)*, **131**(1). 201 (1992).
- [8] Lapshin R.V. // *Rev. of Sci. Instr.* **91**, N 6. (2020).
- [9] Craus C.B., Chezan A.R., Siekman M.H. et al. // *J. Magn. Magn. Mater.* **240**(1–3). 423 (2002).
- [10] Чеченин Н.Г. // Магнитные наноструктуры и их применение. М.: Грант Виктория ТК, 2006.

Influence of Annealing on Magneto-Optical Properties of $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{B}_{19.2}\text{O}_{3.0}$ Nanocrystalline Films

N.N. Perova¹, E.A. Ganshina^{1,b}, I.M. Pripechenkov¹, D.M. Gridin¹, E.V. Harin², V.A. Tejetov², E.N. Sheftel², A.B. Granovsky^{1,3}

¹Department of magnetism, Faculty of Physics, Lomonosov Moscow State University
Moscow 119991, Russia

²Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science RAS
Moscow, 119334, Russia

³Institute for theoretical and applied electromagnetics RAS
Moscow 125412, Russia

E-mail: ^aperova@magn.ru, ^beagan@mail.ru

The results of a study of the magnetic properties of $\text{Fe}_{72.4}\text{Ti}_{5.4}\text{B}_{19.2}\text{O}_{3.0}$ nanocrystalline films subjected to annealing in vacuum at 200° , 300° and 400°C are presented. Films with a mixed

(nanocrystalline + amorphous) structure with a thickness of $0.52 \mu\text{m}$ were obtained by magnetron deposition on glass substrates. Hysteresis loops were measured on a vibrating magnetometer, field and spectral dependences of the transverse Kerr effect (ТКЕ), and magnetization reversal processes were visualized on a magneto-optical Kerr magnetometer. It is shown that the processes of partial crystallization of the initially amorphous phase and the redistribution of Ti and B, respectively, within crystal grains and grain boundaries, resulting in the formation of new phases, which occur as a result of annealing, manifest themselves in a two-stage process of magnetization reversal and in modification of the ТКЕ spectra.

PACS: 81.07.-b.

Keywords: soft magnetic films, hysteresis loop, transverse Kerr effect, magneto-optical Kerr magnetometer.

Received 06 May 2024.

English version: *Moscow University Physics Bulletin*. 2024. **79**, No. 5. Pp. .

Сведения об авторах

1. Перова Наталья Николаевна — инженер, тел.: (495) 939-18-47, e-mail: perova.n@physics.msu.ru.
2. Ганьшина Елена Александровна — доктор физ.-мат. наук, профессор, вед. науч. сотрудник; тел.: (495) 939-40-43, e-mail: eagan@mail.ru.
3. Припеченков Илья Михайлович — аспирант; тел.: (495) 939-40-43, e-mail: pruil@yandex.ru.
4. Гридин Дмитрий Михайлович — аспирант; тел.: (495) 939-47-87, e-mail: master.sudbi@yandex.ru.
5. Харин Евгений Васильевич — канд. техн. наук, ст. науч. сотрудник; тел.: (499) 135-96-63, e-mail: ekharin@imet.ac.ru.
6. Теджетов Валентин Алексеевич — канд. физ.-мат. наук, науч. сотрудник; тел.: (499) 135-96-63, e-mail: vtedzhetov@imet.ac.ru.
7. Шефтель Елена Наумовна — доктор техн. наук, профессор, гл. науч. сотрудник; тел.: (499) 135-96-63, e-mail: esheftel@imet.ac.ru.
8. Грановский Александр Борисович — доктор физ.-мат. наук, профессор; тел.: (495) 939-47-87, e-mail: granov@magn.ru.