

ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА

УДК 539.216.2:537.624

ОСОБЕННОСТИ ГИСТЕРЕЗИСНЫХ СВОЙСТВ И МАГНИТОСТРИКЦИИ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПЛЕНОК $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$

© 2024 г. К. Г. Балымов^{a,*}, Е. В. Кудюков^a, М. А. Калинин^a,
Н. В. Лепаловский^a, Е. А. Кравцов^{a,b}, В. О. Васьковский^{a,b}

^a Уральский федеральный университет, ул. Мира, 19, Екатеринбург, 620002 Россия

^b Институт физики металлов УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108 Россия

* e-mail: k. g. balymov@urfu.ru

Поступила в редакцию 02.11.2023 г.

После доработки 22.11.2023 г.

Принята к публикации 29.11.2023 г.

Работа посвящена исследованию гистерезисных и магнитострикционных свойств однослойных пленок $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$ и наноструктурированных пленок $[\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}/\text{Cu}]_p/\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$, где магнитострикционные слои разделены немагнитной прослойкой. Показано, что магнитострикционный эффект зависит от общей толщины слоев, при этом в пленочных структурах $[\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}/\text{Cu}]_p/\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$ магнитострикция оказывается выше, чем в однослойных пленках $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$. Указанная особенность связывается с ослаблением закрепляющего действия со стороны подложки.

Ключевые слова: тонкие пленки, прослойки, анизотропия, магнитострикция

DOI: 10.31857/S0015323024030013, **EDN:** WVACWT

ВВЕДЕНИЕ

При решении задачи увеличения магнитоэлектрического эффекта в композиционных пленочных мультиферроиках на основе PVDF [1, 2] важную роль играют свойства магнитострикционного компонента, которые определяют эффективность передачи магнитоупругого воздействия сегнетоэлектрическому слою. Среди многообразия пленочных сред, обладающих магнитострикцией, для использования в составе композиционных мультиферроиков можно выделить сплав Fe–Ni, который при определенном составе (~10 ат.% Fe) может характеризоваться довольно высокой константой магнитострикции $\lambda_s \sim 20$ ppm [3] и, что немаловажно, относительно низкой коэрцитивной силой (~5 Э). Поскольку в тонкопленочном состоянии способность деформироваться под действием магнитного поля сильно ограничивается жестким закреплением пленки с подложкой, можно предположить, что эффективным способом усиления магнитоупругого воздействия на сегнетоэлектрический слой мультиферроика может быть увеличение толщины магнитострикционного слоя. Однако, как показывают исследования [4, 5], это может приводить к нежелательному появлению так называемого “закритического состояния”, характеризующего-

ся наличием устойчивых страйп-доменов и повышенным гистерезисом топологической природы. С перпендикулярной составляющей магнитной анизотропии, ответственной за реализацию такого состояния, можно бороться путем наноструктурирования, т.е. формирование магнитной пленки нужной толщины за счет набора из более тонких слоев, разделенных ультратонкой немагнитной прослойкой [6]. В данной работе исследовано влияние наноструктурирования на гистерезисные и магнитострикционные свойства пленок $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Пленочные образцы получены методом магнетронного распыления мишеней из меди и сплава $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$ на покровные стекла Corning в присутствии однородного технологического магнитного поля, напряженностью 250 Э, ориентированного в плоскости подложки. Предварительный вакуум в камере напыления составлял 5×10^{-7} Торр. Осаждение пленок осуществляли в атмосфере аргона при давлении 1.6×10^{-3} Торр. Для проведения экспериментов получены образцы двух типов: первый тип — однослойные пленки $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$, толщиной L_{FeNi} от 100 до 1000 нм, и второй тип — многослойные пленки $[\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}/\text{Cu}]_p/\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$,

в которых варьировали количество одинаковых бислоев $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}/\text{Cu}$ в диапазоне от 2 до 8. При этом максимальная суммарная толщина магнитных слоев во втором типе пленок была 900 нм. Толщина медной прослойки во втором типе образцов составляла 3 нм.

Измерение магнитных характеристик проводили при комнатной температуре на вибрационном магнитометре LakeShore. Толщинные характеристики образцов контролировали с помощью профилометра Dektak 150. Магниторезистивные петли измеряли четырехзондовым методом на образцах размером 2×16 мм с короткой стороной, параллельной оси технологического поля (ОТП). При этом была предусмотрена возможность их деформации путем прогиба с помощью микрометрического транслятора.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Дифрактограмма, наблюдаемая на пленке $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$ с $L_{\text{FeNi}}=100$ нм, приведена для примера на рис. 1. По представленным данным можно сделать заключение, что поликристаллический образец имеет ГЦК-решетку, присутствует сильная кристаллическая текстура типа (111). Подобная картина имеет место для всех исследованных образцов.

Для косвенной оценки величины магнитострикции использована методика, основанная на измерении магниторезистивных петель пленочных образцов, которые подвергали деформации сжатием [7]. В основу данной методики положено предположение, что все изменение поля анизотропии связано с изменением магнитоупругого вклада в анизотропию, при этом в используемой нами методике напряжения можно считать одноосными. Возьмем известную формулу для константы магнитоупругой анизотропии [8] $K_\sigma = 3\lambda_s\sigma/2$, где σ – величина упругих напряжений в пленке [7, 9], λ_s – константа магнитострикции,

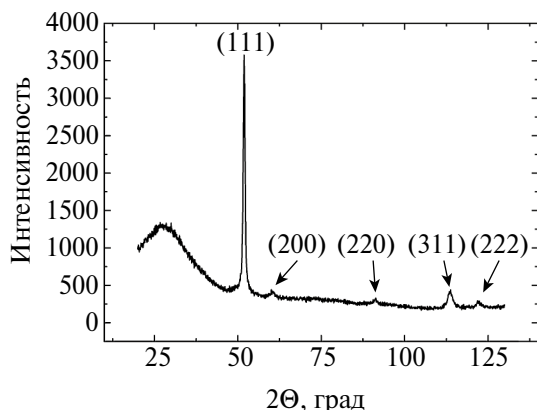


Рис. 1. Рентгеновская дифрактограмма пленки $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$ толщиной 100 нм.

и выражение для поля анизотропии $\Delta H_a = 2K_u/M_s$, где K_u – константа магнитной анизотропии, M_s – намагниченность насыщения пленки, получим выражение для определения величины константы магнитострикции:

$$\lambda_s = \frac{\Delta H_a M_s L^2}{12 E \delta d}. \quad (1)$$

Здесь E – модуль Юнга, δ – стрела прогиба, d – толщина подложки, L – расстояние между упорами, на которые помещали пленку при прогибе. Стоит отметить что в выражение (1) входит расчет напряжений в пленке σ , при изгибе пленки по цилиндрической поверхности, как $4\delta d E/L^2$ [9]. На рис. 2 представлена типичная магниторезистивная петля на примере наноструктурированной пленки $[\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}(100 \text{ нм})/\text{Cu}]_6/\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}(100 \text{ нм})$. На основе подобных петель измеряли величину ΔH_a для каждой пленки и находили константу магнитострикции по формуле (1).

Результаты расчетов магнитострикции предоставлены на рис. 3. Из графиков видно, что с ростом толщины однослойных пленок $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$, а в случае многослойной пленочной структуры $[\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}/\text{Cu}]_p/\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$ – суммарной толщины всех слоев $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$, величина магнитострикции монотонно возрастает. Однако можно заметить, что в наноструктурированных пленках константа магнитострикции увеличивается несколько быстрее и достигает сопоставимых значений при меньшей суммарной толщине $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$, чем у образцов первого типа. Указанная особенность может быть следствием различий в упругих свойствах образцов двух типов.

Исследования гистерезисных свойств пленок с помощью вибрационного магнитометра показало, что в интервале толщин от 100 до 300 нм магнитные свойства однослойных пленок $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$

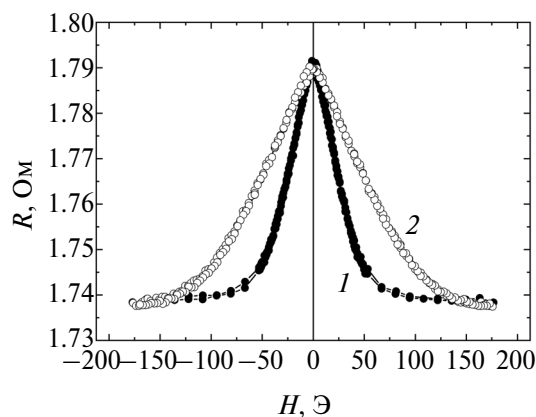


Рис. 2. Магниторезистивные кривые для пленки $[\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}(100 \text{ нм})/\text{Cu}]_6/\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}(100 \text{ нм})$, измеренные в поле параллельном длинной стороне образца в исходном состоянии (кривая 1) и при относительной деформации сжатия 0.055 % (кривая 2).

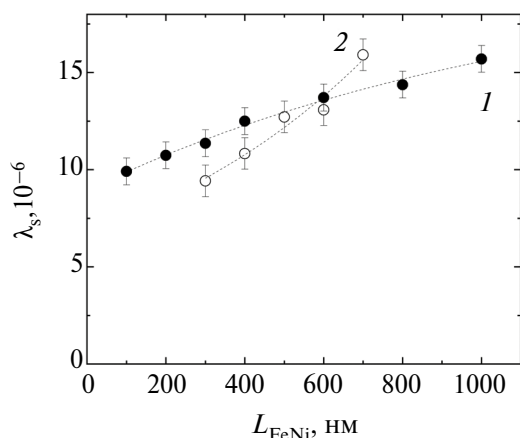


Рис. 3. Зависимости константы магнитострикции λ_s , определенной из магниторезистивных петель, от толщины однослойных пленок $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$ (кривая 1) и суммарной толщины слоев $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$ пленочной структуры $[\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}/\text{Cu}]_p/\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$ (кривая 2).

изотропны, тогда как более толстые пленки характеризуются одноосной магнитной анизотропией. При этом ориентация оси легкого намагничивания совпадает с ориентацией технологического магнитного поля (ОТП), в связи с чем ее можно считать M -наведенной [9, 10]. Типичные петли гистерезиса, измеренные вдоль и перпендикулярно ОТП, представлены на рис. 4а и рис. 4б.

Наноструктурированные пленки $[\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}(100 \text{ нм})/\text{Cu}]_p/\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}(100 \text{ нм})$, состоящие из слоев $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$ толщиной 100 нм, разделенных медной прослойкой 3 нм, также демонстрируют изотропность свойств в плоскости в диапазоне p от 2 до 4 (рис. 4в). Однако при большем количестве слоев $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$ в плоскости пленок второго типа также формируется одноосная магнитная анизотропия с ориентацией легкой оси намагничивания вдоль ОТП. Петли гистерезиса при этом качественно похожи на петли образцов первого типа, имеющих толщину более 400 нм (сравним рис. 4б и рис. 4г).

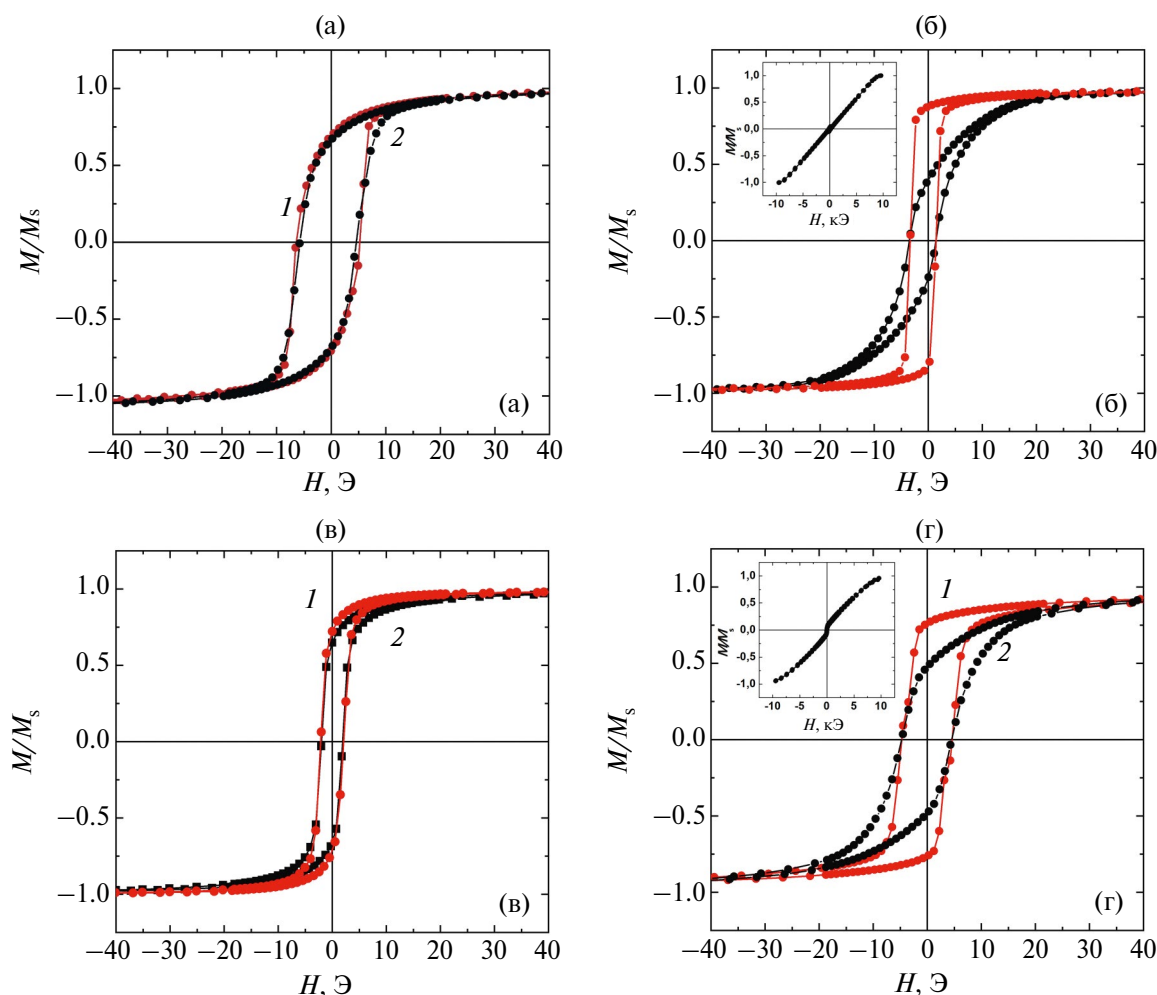


Рис. 4. Петли гистерезиса, измеренные на вибрационном магнитометре вдоль (кривые 1) и перпендикулярно (кривые 2) ОТП: (а) — $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$ (200 нм), (б) — $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$ (400 нм), (в) — $[\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}(100 \text{ нм})/\text{Cu}]_2/\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}(100 \text{ нм})$ и (г) — $[\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}(100 \text{ нм})/\text{Cu}]_7/\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}(100 \text{ нм})$. На вставках рисунков (б) и (г) показаны петли гистерезиса, измеренные перпендикулярно плоскости пленки.

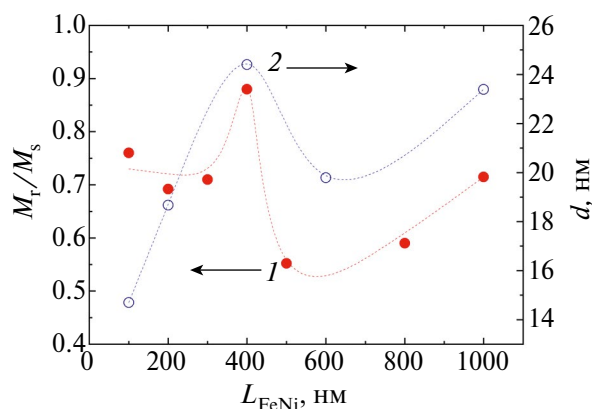


Рис. 5. Зависимости отношения M_r/M_s (кривая 1), определенных из петель гистерезиса, измеренных вдоль ОТП, и размера зерна (кривая 2) от толщины пленок $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$.

Анализ отношения остаточной намагниченности к намагниченности насыщения M_r/M_s образцов первого типа показывает, что форма петель гистерезиса, измеренных вдоль ОТП, с ростом толщины пленки меняется. На это, в частности, указывает зависимость $M_r/M_s(L_{\text{FeNi}})$ (рис. 5, кривая 1). Как видно из рисунка, зависимость немонотонна, что может отражать изменение соотношения нескольких составляющих в результирующей магнитной анизотропии и ее дисперсии. К числу таких составляющих наряду с анизотропией формы можно отнести перпендикулярную анизотропию, формирующуюся из-за наличия столбчатой структуры, магнитоупругую анизотропию, отражающую неоднородную деформацию магнитоэлектрических пленок при их закреплении на подложке, анизотропию, связанную с неоднородным распределением дефектов по границам зерен (магнитоэлектрическая модель) и, наконец, кристаллическую анизотропию отдельных зерен.

Такое многообразие источников магнитной анизотропии затрудняет детальный анализ полученной закономерности. Но интересно отметить, что она коррелирует с зависимостью среднего размера кристаллитов d от толщины пленки (рис. 5, кривая 2). Сама по себе зависимость $d(L_{\text{FeNi}})$ может быть предметом отдельного изучения. В данном же контексте обнаруженная корреляция говорит о том, что рост d в условиях сильной кристаллической текстуры приводит к превосхождению кристаллической составляющей над остальными вкладами в магнитную анизотропию.

В образцах второго типа, которые имеют периодическую структуру с одинаковой толщиной магнитных составляющих, остаточная намагниченность с ростом количества периодов p практически не меняется (рис. 6). Такая устойчивость свойств показывает определенное преимущество

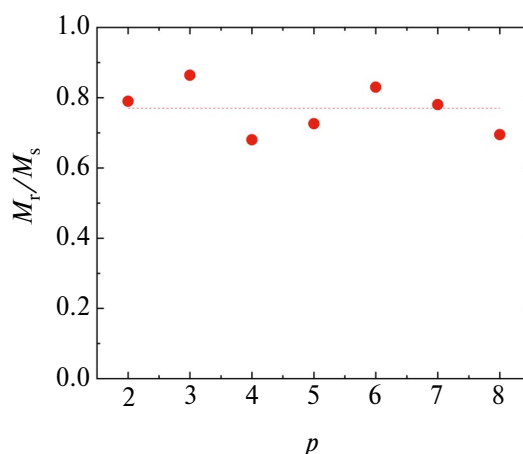


Рис. 6. Зависимость отношения M_r/M_s от количества периодов в структуре $[\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}(100 \text{ нм})/\text{Cu}]_p/\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}(100 \text{ нм})$.

структурированных образцов перед однослойными пленками большой толщины, имея в виду их применение в слоистых композитах с магнитоэлектрическим эффектом.

Важность фактора толщины магнитоэлектрической составляющей в указанных композитах можно проиллюстрировать результатом моделирования механических свойств многослойной пленочной структуры $[\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}(100 \text{ нм})/\text{Cu}]_8/\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}(100 \text{ нм})$, выполненного методом конечных элементов в программном пакете COMSOL Multiphysics. Он представлен на рис. 7 в форме цветовой диаграммы распределения упругих напряжений, возникающих в намагниченной до насыщения магнитоэлектрической структуре из-за ее жесткой связи с подложкой. Из этой диаграммы можно заключить, что приподложечные слои, испытывая сильное напряжение, менее способны давать вклад в результирующую магнитоэлектрическую, и рациональным можно считать использование пленок толщиной более 500 нм. Это коррелирует с экспериментальной зависимостью константы магнитоэлектричества от толщины пленки $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$ или суммарной толщины слоев $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$ пленочной структуры $[\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}/\text{Cu}]_p/\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$.

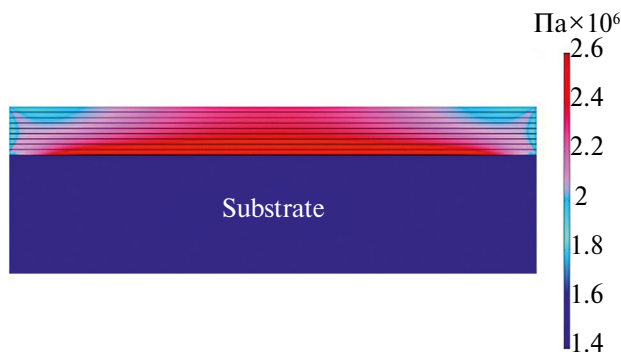


Рис. 7. Распределение напряжений по Мизесу по толщине пленки $[\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}(100 \text{ нм})/\text{Cu}]_8/\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}(100 \text{ нм})$.

(см. рис. 3). В случае образцов второго типа наличие медных прослоек, по-видимому, способствует дополнительному ослаблению механической жесткости пленки, и как следствие обуславливает более резкий рост кривой 2 на рис. 3.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследованы гистерезисные свойства и магнитострикция однослойных пленок $\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$ и наноструктурированных пленок $[\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}/\text{Cu}]_p/\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{90}$.

Показано, что в однослойных пленках имеет место значительное изменение гистерезисных свойств с толщиной, которое, по-видимому, связано с изменением относительной роли различных составляющих в результирующей магнитной анизотропии. Наноструктурирование нивелирует влияние этого фактора, обеспечивая лучшую воспроизводимость свойств пленок, и может рассматриваться как рациональный прием улучшения их функциональных свойств.

Установлено, что величина магнитострикции насыщения увеличивается с ростом толщины пленки, при этом в наноструктурированных пленках это происходит более эффективно. Отмеченные особенности связываются с ослаблением влияния подложки на магнитострикционную деформацию пленок.

Исследования проведены за счет гранта Российского научного фонда (проект № 23–22–00394, <https://rscf.ru/project/23-22-00394/>, ФГАОУВО Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, Свердловская обл.) при использовании оборудования УЦКП “Современные нанотехнологии” УрФУ.

Авторы данной работы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Kudyukov E.V., Balymov K.G., Vas'kovskiy V.O.* Magnetic anisotropy and magnetoelastic properties of Fe-

- 10Ni90 films // *J. Phys.: Conference Series.* 2019. V. 1389. P. 012017.

2. *Yiwei Liu, Qingfeng Zhan, Guohong Dai, Xiaoshan Zhang, Baomin Wang, Gang Liu, Zhenghu Zuo, Xin Rong, Huali Yang, Xiaojian Zhu, Yali Xie, Bin Chen, Run-Wei Li.* Thermally assisted electric field control of magnetism in flexible multiferroic heterostructures // *Scientific Reports.* 2014. V. 4. P. 6925.

3. *Bonin R., Schneider M.L., Silva T.J., Nibarger J.P.* Dependence of magnetization dynamics on magnetostriction in NiFe alloys // *J. Appl. Phys.* 2005. V. 98. P. 123904.

4. *Coton N., Andres J.P., Molina E., Jaafar M., Ranchal R.* Stripe domains in electrodeposited $\text{Ni}_{90}\text{Fe}_{10}$ thin films // *J. Magn. Magn. Mater.* 2023. V. 565. P. 170246.

5. *Komogortsev S.V., Vazhenina I.G., Kleshnina S.A., Iskharov R.S., Lepalovskij V.N., Pasynkova A.A., Svalov A.V.* Advanced Characterization of FeNi-Based Films for the Development of Magnetic Field Sensors with Tailored Functional Parameters // *Sensors.* 2022. V. 22. P. 3324.

6. *Kurlyandskaya G.V., Elbaile L., Alves F., Ahamada B., Barrué R., Svalov A.V., Vas'kovskiy V.O.* Domain structure and magnetization process of a giant magnetoimpedance geometry $\text{FeNi/Cu/FeNi(Cu)FeNi/Cu/FeNi}$ sensitive element // *J. Phys.: Condens. Matter.* 2004. V. 16. P. 6561–6568.

7. *Balymov K.G., Kudyukov E.V., Lepalovskij V.N., Kulesh N.A., Vas'kovskiy V.O.* Using Magnetoresistive Films with Unidirectional Anisotropy to Register Elastic Deformations // *Russian Journal of Nondestructive Testing.* 2017. V. 53. P. 514–519.

8. *Okita K.* Magnetostriction Measurement of Giant Magnetoresistance Films on the Practical Substrates by using Inverse-magnetostriction Effect // *EPJ Web of Conference.* 2013. V. 40. P. 01004.

9. *Буравихин Б.А.* Влияние механических напряжений на магнитные свойства пленок. Иркутск: Восточно-сибирское книжное издательство, 1968. 123 с.

10. *Kneer G., Zinn W.* Origin of M-Induced Anisotropy // *Phys. stat. sol.* 1996. V. 17. P. 323.

11. *Лесник А.Г.* Наведенная магнитная анизотропия Текст / А.Г. Лесник. Киев: Наукова думка, 1976. 211 с.

Peculiarities of Hysteretic Properties and Magnetostriction of Nano-Structured Fe₁₀Ni₉₀ Films

K. G. Balymov^{1,*}, E. V. Kudyukov¹, M. A. Kalinin¹,
V. N. Lepalovskij¹, V. O. Vas'kovskiy^{1,2}, E. A. Kravtsov^{1,2}

¹ Ural Federal University Named after the First President of Russia B.N. Yeltsin,
Ekaterinburg, 620002 Russia

² Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch, Russian Academy of Sciences,
Ekaterinburg, 620108 Russia

*e-mail: k.g.balymov@urfu.ru

Abstract — The study is related to the investigation of hysteresis and magnetostrictive properties of single-layer Fe₁₀Ni₉₀ films and nano-structured [Fe₁₀Ni₉₀/Cu]p/Fe₁₀Ni₉₀ films, where the magnetostrictive layers are separated with a nonmagnetic interlayer. The magnetostriction effect is shown to depend on the total layer thickness; in this case, the magnetostriction of the [Fe₁₀Ni₉₀/Cu]p/Fe₁₀Ni₉₀ film structures was found to be higher than that of the single-layer Fe₁₀Ni₉₀ films. The observed peculiarity is associated with weakening the fixing effect of a substrate.

Keywords: thin films, interlayers, anisotropy, magnetostriction