

Магнитные наноструктуры: получение и свойства

1. Введение. Историческая справка

Магнитными наноструктурами мы занялись в начале 90-х годов. Таким образом, эта тематика является традиционной для Института физики микроструктур, двадцатилетию которого посвящен настоящий сборник. Основным стимулом к исследованию магнитных наноструктур послужило для нас открытие эффекта гигантского магнитосопротивления и последовавший за этим всплеск интереса к сверхтонким магнитным пленкам и многослойным структурам на их основе. К этому времени в Институте прикладной физики, из которого мы исходим, был накоплен значительный опыт в изготовлении и исследовании интерференционных рентгеновских зеркал, которые, как известно, представляют собой многослойные структуры из сверхтонких металлических пленок. По совету С.В. Гапонова и Н.Н. Салашенко мы (С.А.Гусев, Н.И. Полушкин, Д.Б.Розенштейн, М.Г.Тетельман, А.А.Фраерман) решили заняться магнитными многослойными структурами, предполагая, что нам поможет опыт в изучении рентгеновских зеркал. Другим важным обстоятельством, повлиявшим на развитие «магнитных» исследований в ИФМ, была активность небольшой магнитной группы под руководством Г.М.Генкина (Г.М.Генкин, Ю.Н.Ноздрин, И.Д. Токман). Этой группой были выполнены интересные экспериментальные и теоретические работы в области фотомagnetизма, магнитоакустики, гибридных структур ферромагнетик-сверхпроводник. Мы объединили наши усилия и довольно быстро сделали неплохую работу по изучению многослойных структур кобальт/палладий, о которой речь пойдет ниже.

За прошедшие 20 лет многое изменилось и, надо сказать, к лучшему. Существенно улучшилось экспериментальное оборудование, увеличилось финансирование, налажена работа по подготовке кадров. По «магнитной» тематике защищено 2 докторских (А.А.Фраерман, В.Л.Миронов) и 6 кандидатских (Д.Б.Розенштейн, М.В.Сапожников, С.Н.Вдовичев, Б.А.Грибков, О.Г.Удалов, О.Л.Ермолаева) диссертаций. Впервые в Нижегородском университете читается курс «Введение в магнетизм» (И.Д.Токман). В 2008 году в ИФМ создан отдел «Магнитных наноструктур», а в рамках традиционной конференции «Физика наноструктур и наноэлектроника», организуемой ИФМ РАН, появилась секция магнитных наноструктур.

В этой статье дан обзор наиболее интересных, на наш взгляд, работ, выстроенных в хронологическом порядке от самых первых к совсем недавним.

2. «Перпендикулярные» магнитные среды

Хорошо известно, что кривая намагничивания ферромагнитного образца существенно зависит от его формы. Магнитные пленки обладают анизотропией типа «легкая плоскость», т.е. магнитному моменту выгодно ориентироваться вдоль плоскости пленки. Для того, чтобы намагнитить пленку перпендикулярно ее поверхности необходимо приложить внешнее поле, превышающее поле размагничивания и составляющее для пленок ферромагнитных металлов переходной группы (Fe, Co, Ni) более 10 000 эрстед. Для целого ряда приложений (см. ниже) важно качественно изменить ситуацию и добиться таких условий, при которых магнитному моменту выгодно ориентироваться перпендикулярно поверхности пленки. Для реализации этой программы существует два способа. Во-первых, можно поменять форму пленки путем ее наноструктурирования. Другими словами, нужно нарезать пленку на систему ферромагнитных цилиндров или нитей, не связанных друг с другом обменным взаимодействием. При этом диаметр ферромагнитных цилиндров должен быть меньше толщины пленки. Во-вторых, можно создать искусственную анизотропию типа «легкая ось» на границе пленок ферромагнитного и благородного (как правило, Pt, Pd) металлов. Из общих соображений ясно, что наличие границы раздела приведет из-за спин-орбитального взаимодействия к существованию поверхностной анизотропии. Предсказать же ее знак и величину из симметричных соображений невозможно. К тому времени было показано теоретически и экспериментально, что для некоторых пар материалов поверхностная анизотропия является анизотропией типа «легкая ось», а ее величина превышает величину размагничивающего поля. Проблема «борьбы» с размагничивающими полями ферромагнитных пленок показалась нам интересной и мы реализовали оба описанных способа получения «перпендикулярных» магнитных сред.

2.1 Многослойные структуры Co/Pd

Интерес к этим системам связан с возможностью создания на их основе сред для термомагнитооптической записи информации [2]. Почему «перпендикулярные» магнитные носители лучше «продольных»? В случае продольной ориентации магнитного момента, с уменьшением размера домена магнитостатическая энергия возрастает. При записи с ориентацией намагниченности перпендикулярно плоскости магнитного носителя, с увеличением плотности записи поля размагничивания уменьшаются, что делает запись более стабильной. Методом магнетронного напыления нам (Д.Б. Розенштейн) удалось получить многослойные структуры Co/Pd, обладающие анизотропией типа «легкая ось» и

имеющие остаточную намагниченность после приложения магнитного поля по нормали к пленке равную намагниченности насыщения. Решающими факторами для получения таких образцов являются резкость границ раздела и толщина пленки ферромагнетика в многослойной структуре. Последнее подтверждает «поверхностный» характер наведенной анизотропии. Были проведены эксперименты по термомагнитооптической записи и считыванию информации. Таким образом, мы повторили результаты ведущих зарубежных групп в этой области.

Оригинальными являются наши исследования зависимости магнитных свойств этих многослойных структур от температуры. Известно, что с понижением пространственной размерности магнитных систем роль термических флуктуаций возрастает. Необычные свойства многослойных структур Co/Pd обусловлены конкуренцией магнитостатического взаимодействия и одноосной анизотропии. Эти взаимодействия по-разному зависят от температуры, что приводит к так называемому «ориентационному» переходу, заключающемуся в смене знака эффективной анизотропии системы с изменением температуры. Теория этого интересного явления для магнитных пленок была построена нашим сотрудником М.Г.Тетельманом одновременно с В.Л. Покровским и Д. Песчия (D. Pescia). Далее мы предположили, что если взаимодействие между ферромагнитными слоями относительно мало, то подобный ориентационный переход должен наблюдаться и в многослойных структурах.

Действительно, при исследовании кривых намагничивания образцов методом регистрации аномального эффекта Холла, было обнаружено, что форма петли существенно меняется при изменении температуры образца. При низких температурах петля является почти прямоугольной. При температуре больше некоторой T_r перпендикулярный магнитный момент в нулевом поле оказывается неустойчивым, что проявляется в значительном уменьшении остаточной намагниченности по сравнению с

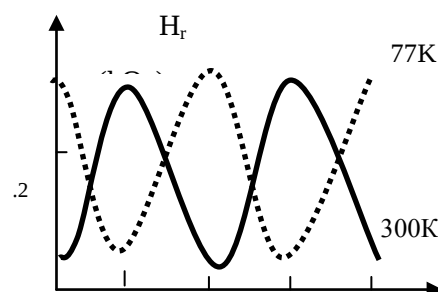


Рис.1: Зависимость поля ФМР для многослойной структуры 30x[1нм Co/3.1 нм Pd] от угла между намагничивающим полем и плоскостью образца ϕ . Пунктирная линия $T=77K$ (аннизотропия «легкая ось»), сплошная линия $T=300K$ (аннизотропия «тяжелая ось»)

намагниченностью насыщения. Величина температуры T_r зависит от толщин пленок Co и Pd в многослойной структуре и существенно меньше температуры Кюри. Описанный эффект является обратимым и кривые намагничивания воспроизводятся при изменении температуры пленок от 4K до 400K. На основе полученных результатов было сделано предположение о существовании в многослойных структурах магнитного ориентационного перехода при температуре T_r . Для проверки этого предположения мы применили метод ферромагнитного резонанса, позволяющий определять поле магнитной анизотропии в образце. Зафиксирована смена знака эффективной анизотропии при изменении температуры (рис.1). Таким образом, в М.С. Co/Pd зарегистрирован температурный ориентационный переход.

2.2 Система сверхтонких ферромагнитных нитей в матрице пористого кремния

Методы литографии сталкиваются с серьезными трудностями при получении двумерных систем наночастиц, размер которых в плоскости существенно меньше размера вдоль нормали к образцу. Нами предложена и экспериментально реализована идея использования пористого кремния для получения системы сверхтонких ферромагнитных нитей [11,12]. В те годы интерес к пористому кремнию резко возрос в связи с перспективами использования этого материала в оптоэлектронике. Идея получения системы сверхтонких магнитных нитей состоит в использовании пористой подложки Si

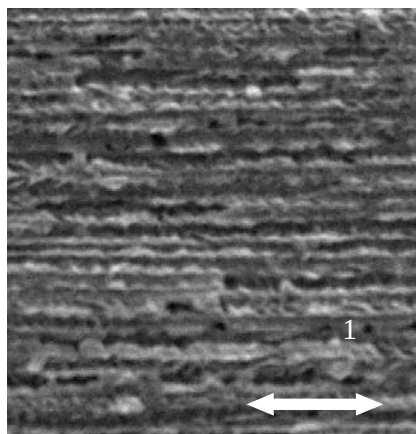


Рис.2 Изображение поверхности скола образца пористого кремния в электронном микроскопе.

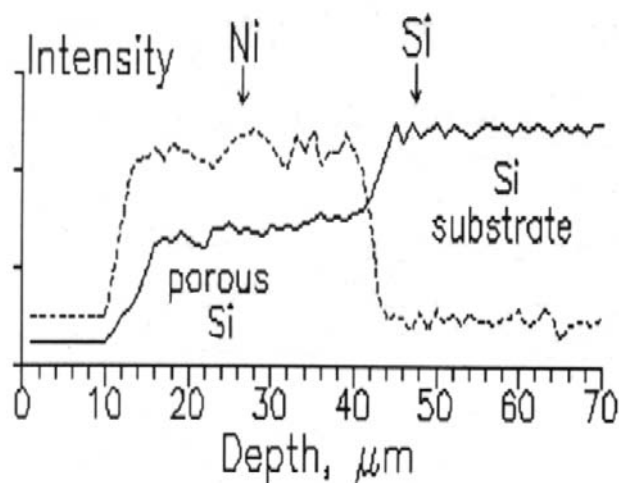


Рис.3 Распределение интенсивностей линий характеристического излучения SiKa и NiKa вдоль скола образца пористого кремния, заполненного никелем.

для последующего гальванического высаживания ферромагнитного материала.

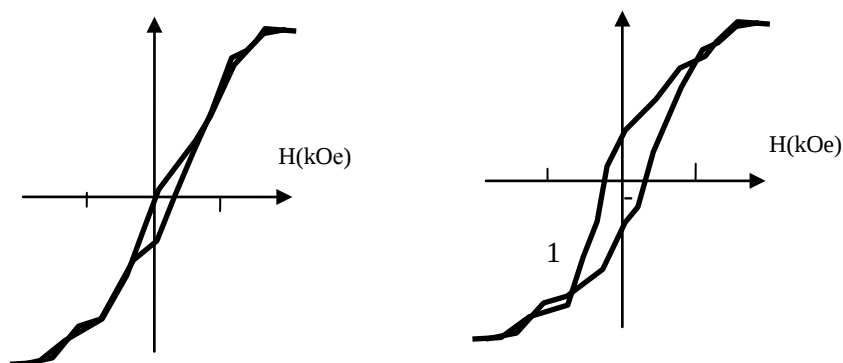


Рис.4: Петли гистерезиса от образца пористого кремния
заполненного Ni.
никелем, измеренные методом вибромагнитометрии. а). в
плоскости образца, б). по нормали к образцу.

Для образцов кремния с различным типом легирования нами были определены параметры электрохимического травления, при которых пористый слой имеет структуру ориентированных перпендикулярно поверхности тонких каналов. Диаметр пор определяется типом легирования используемого кремния, а длина - временем обработки. Были получены пористые матрицы с диаметром каналов от 15 до 100 нм и длиной до 30 мкм (рис.2). Далее были определены параметры процесса гальванического высаживания, при которых происходит заполнение пор ферромагнитным материалом (Ni) (рис.3). Таким образом, получена система тонких изолированных ферромагнитных нитей, ориентированных перпендикулярно поверхности кремниевой пластины. Магнитные свойства образцов изучены методом ФМР и вибромагнитометрии (рис.4) (измерения на вибромагнитометре были проведены Н.Н.Перовым, физический ф-т, МГУ). Показано, что образцы с диаметром никелевых нитей менее 20 нм и плотностью упаковки (отношение суммарного объема нитей к объему образца) 0.2 обладают одноосной магнитной анизотропией в направлении нитей с полем анизотропии 1кЭ. Поле коэрцитивности при перпендикулярном намагничивании составляет 0.25 кЭ. Эти параметры существенно меньше анизотропии и коэрцитивности тонкого магнитного цилиндра. Известно, что для бесконечного магнитного цилиндра, радиус которого меньше так называемой магнитной длины (для Ni эта длина составляет ~ 20 нм), поле анизотропии совпадает с полем коэрцитивности и равно размагничивающему полю (3 кЭ). Отличие магнитных свойств полученных образцов от свойств изолированных сверхтонких ферромагнитных нитей связано со сложной микроструктурой нитей и их магнитостатическим взаимодействием между собой. При микроскопическом исследовании структуры нитей обнаружено, что они представляют собой цепочки кристаллитов с размерами порядка диаметра нитей.

Цепочечное строение нитей и магнитодипольное взаимодействие кристаллитов приводят к существованию веерной моды перемангничивания и уменьшению коэрцитивности. Уменьшение магнитной анизотропии в такой системе связано с большим вкладом магнитодипольного взаимодействия нитей, который пропорционален плотности упаковки ферромагнитных частиц в матрице. В частности нами было показано, что при объемной доле ферромагнитных нитей равной $1/3$ система становится магнитоизотропной.

Проведенные исследования позволили накопить необходимый опыт работы с магнитными наноструктурами. Полученные результаты не утратили своего значения и в настоящее время. В частности, многослойные структуры с «перпендикулярной» анизотропией по-прежнему интересны для применений в устройствах записи и хранения информации, исследовании свойств гибридных систем ферромагнетик/сверхпроводник. Система ферромагнитных нитей в матрице пористого кремния представляет интересную возможность для изучения транспортных свойств квазиодномерных магнитных систем. К сожалению, нам не хватило (и не хватает) сил и настойчивости для продолжения этих работ.

3. Создание и магнитные состояния ферромагнитных наночастиц

3.1. Формирование решеток ферромагнитных частиц

Методы формирования магнитных структур с помощью электронной литографии стали развиваться в ИФМ в середине 90-х годов. Начало работ было инициировано С.В.Гапоновым с довольно неожиданной стороны. В это время в институте проводились эксперименты по получению и исследованию свойств фуллереновых пленок. Оказалось, этот материал, помимо прочих своих интересных свойств, может изменять структуру (например, полимеризоваться) под действием различного излучения, что приводит к уменьшению его растворимости в органических жидкостях. Одно из первых сообщений о том, что облучение плёнки из фуллерена-60 видимым и ультрафиолетовым светом вызывает полимеризацию молекул и делает плёнку нечувствительной к воздействию органических растворителей появилось в 1993 г. (A. M. Rao, P. Zhou, et al., Science 259 (1993) 955). Это означало, что фуллерен может быть использован в качестве негативных резистов в литографических технологиях. В 1996 г. была продемонстрирована высокая разрешающая способность C_{60} , как негативного электронного резиста (T. Tada, T. Kanayama, Jpn.J.Appl.Phys.,35, L63 (1996)), что было использовано авторами для

формирования кремниевых точек. Именно на эту статью обратил внимание С.В. Гапонов и предложил нам попробовать применить фуллерен для формирования металлических наноструктур из тонких пленок с помощью электронно-лучевой литографии. Развитием этой технологии занималось несколько человек из разных отделов. Л.А. Мазо производил напыление металлических пленок и фуллереновых слоев необходимого качества, чуть позже к изготовлению металлических пленок был также привлечен В.В. Рогов. Поиск режимов электронно-лучевой литографии (определение необходимых доз, дизайн структур, проявление рисунка и т.д.) выполнял С.А. Гусев. Поскольку в институте в это время ещё не было электронно-литографической установки, экспонирование фуллереновых пленок проводилось в электронном микроскопе JEM 2000EX, который можно было использовать в режиме сканирующего электронного микроскопа. Переносом рисунка, сформированного из пленки C_{60} , в металлические слои с помощью методов сухого травления в первых экспериментах занимался Л.В. Суходоев. Основной целью создаваемой технологии было формирование упорядоченных решеток ферромагнитных наночастиц, и к измерению их магнитных свойств были привлечены Ю. Н. Ноздрин и М. В. Сапожников, а идеологическим обеспечением этой работы занимался А.А. Фраерман. Особенно хочется отметить, что достаточно быстро удалось отработать методику формирования магнитных структур благодаря ценным советам А.Ю. Климова, который уже имел большой опыт в применении оптической литографии. Вскоре вышла первая наша статья, где приводились результаты экспериментов с решетками ферромагнитных наночастиц, сформированных по этой технологии (Гусев С. А., Мазо Л. А., Ноздрин Ю. Н., Сапожников М. В., Суходоев Л. В., Фраерман А. А., Письма в ЖЭТФ **68**, 475 (1998)).

В настоящее время для формирования магнитных структур в ИФМ используется широкий набор методик оптической и электронной литографии. Но, если говорить о создании структур субмикронного и нанометрового размера, то электронно-лучевая литография (ЭЛЛ) пока является единственным методом, способным обеспечить изготовление магнитных элементов требуемой топологии. Примерная общая схема технологических циклов создания решеток ФМ частиц с помощью ЭЛЛ при использовании позитивных электронных резистов приведена на рис.1. Первым этапом ЭЛЛ является формирование рисунка с требуемым дизайном в слое электронного резиста, при выборе которого приходится учитывать многие факторы. Наиболее распространено в ЭЛЛ применение позитивных резистов (при проявлении после экспозиции удаляется материал в экспонированных областях) на основе полиметилметакрилата (ПММА). Этому способствует такие его эксплуатационные характеристики, как малая токсичность, нечувствительность к видимому свету, хорошее пленкообразование, высокая

чувствительность и контраст, предел разрешения менее 10 нм. Однако, если говорить об изготовлении массивов в виде периодических решеток ферромагнитных частиц, часто единственный недостаток ПММА не позволяет нам использовать его в своих целях.

Так главной особенностью формируемых объектов является то, что такие величины как планарные размеры, расстояния между частицами и их толщина соизмеримы и составляют ~10 - 100 нм. При магнетронном нанесении магнитных слоев из-за осаждения материала на боковые поверхности маски из резиста часто исключается прямое применение традиционного способа взрывной литографии (lift-off, правая нижняя часть рис. 1). С некоторыми модификациями этот способ используется нами для формирования изолированных магнитных объектов с размерами >100нм. При размерах элементов менее 100 нм более технологически оптимальным вариантом формирования массивов магнитных наночастиц может быть способ, предполагающий сухое травление пленок магнитных материалов. Однако, получение магнитной структуры травлением с применением масок из ПММА (рис.5, слева внизу) сильно ограничено из-за плохой стойкости этого материала в процессах ионного и плазмо-химического травления. В таких ситуациях оказалось удобнее применять негативные резисты (при проявлении остается материал в экспонированных зонах), т.к. они оказались более устойчивы к распылению в процессах плазменной обработки при сухом травлении.

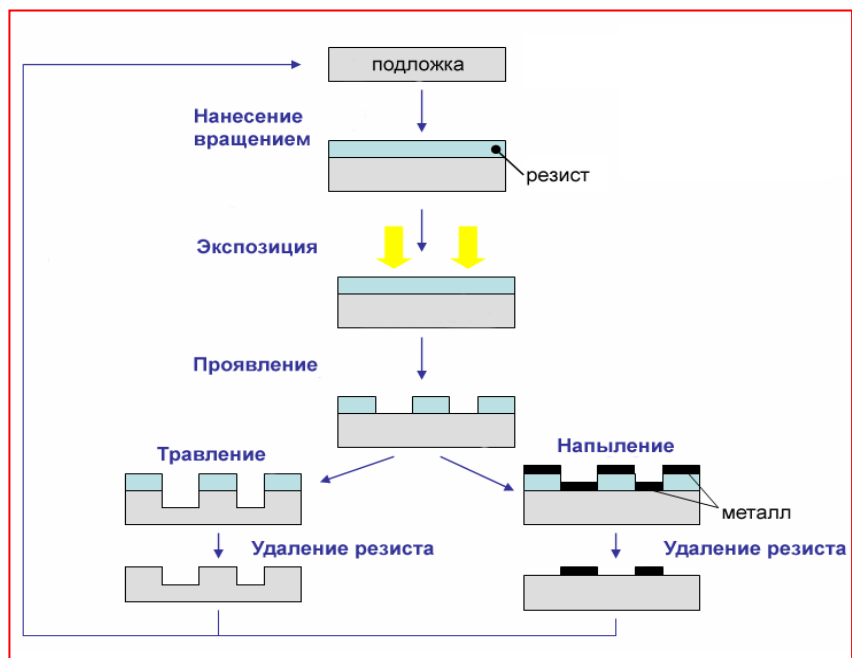


Рис. 5. Схематичное изображение литографического процесса с использованием позитивного резиста

При отработке технологии изготовления магнитных структур мы экспериментировали с

несколькими типами материалов, которые могут быть использованы как негативные электронные резисты. Это фуллерены и позитивные резисты для фотолитографии ультрафиолетового диапазона длин волн (импортный ma-N 2403 и материалы отечественного производства на основе фенолальдегидных смол ФП 9120 и ФП 051).

По сравнению с ПММА только ma-N 2403 имеет сопоставимую по величине электронную чувствительность – менее 100 мкКл/см^2 (при энергии электронов 10 кЭв). Это хорошо с точки зрения производительности литографического процесса. Однако, при формировании структур нанометрового масштаба ведет к появлению дефектов, связанных с дробовым шумом. Так, если оценить дозу, необходимую для экспозиции при формировании маски в виде диска диаметром $d = 10 \text{ нм}$, исходя из указанной выше чувствительности резиста, мы получим, что нам потребуется примерно 50 электронов. Из-за вероятностного характера процессов эмиссии электронов из источника и взаимодействия с материалом резиста ожидать хорошей воспроизводимости размеров маски в такой ситуации нельзя. Влияние такой статистики на качество маски хорошо видно на микрофотографии «точек» (средний поперечный размер маски $\sim 40 \text{ нм}$), сформированных в слое резиста ma-N 2403 толщиной 100 нм (рис.6). Для полноты картины следует отметить, что эффекты, вызванные дробовым шумом, здесь усугубляются меньшей разрешающей способностью этого резиста по сравнению с ПММА, и сказываются как на размерах, так и на форме дисков.

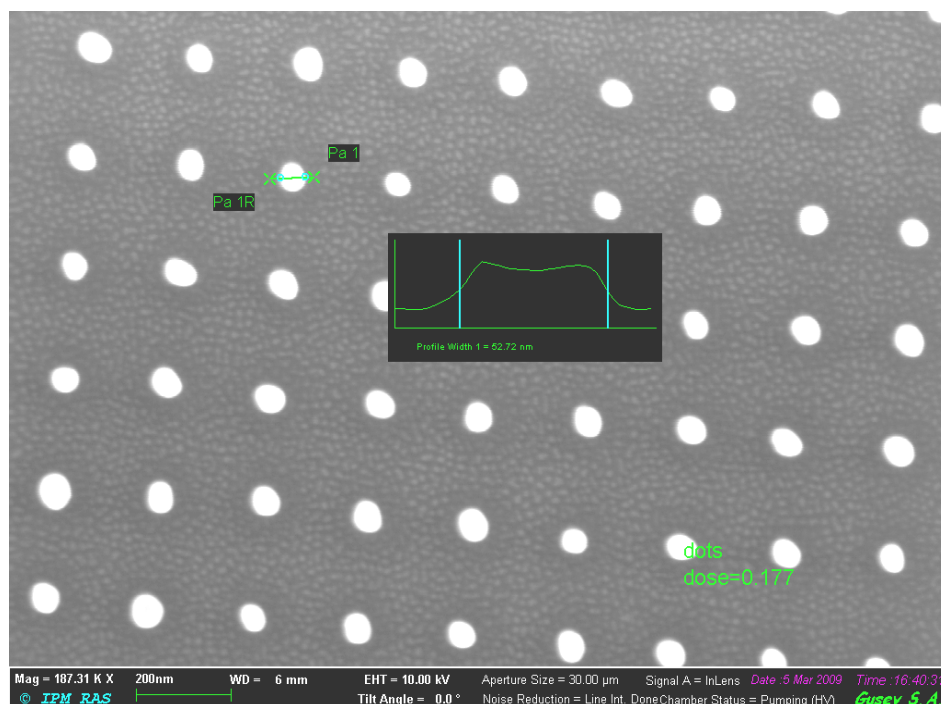


Рис.6 Микрофотография резистивной маски

Все другие применявшиеся в качестве негативных электронных резистов материалы имеют существенно более низкую чувствительность к облучению. Резисты ФП 9120 и ФП 051 имели примерно одинаковые эксплуатационные характеристики. На рис.7 приведена

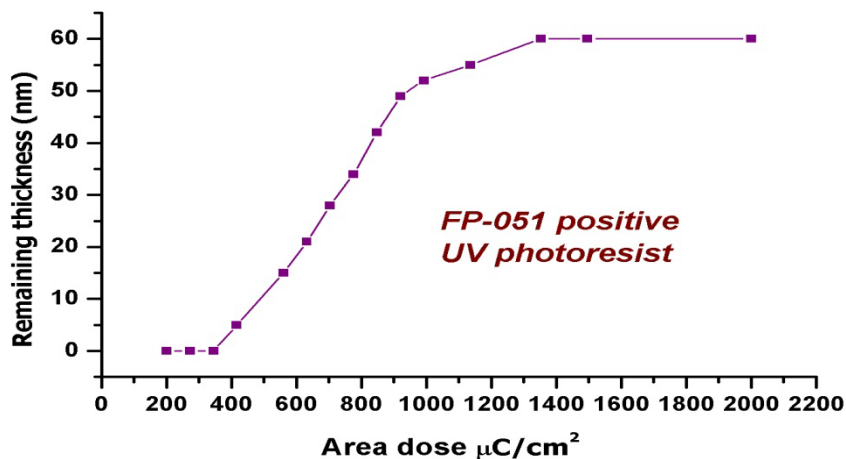


Рис7. Кривая чувствительности УФ резиста ФП-051 (экспозиция электронами 10 keV)

дозовая кривая, измеренная нами для ФП 051, которому по сравнению с ПММА требуется примерно на порядок большая доза, чтобы этот материал выполнял функции негативного электронного резиста. Следует отметить также высокую технологичность материалов на основе фенолальдегидных смол. Раствор резиста наносится на центрифуге при скоростях вращения от 3000 до 8000 об/мин. Вязкость раствора можно менять введением в него метил-этилкетона, что позволяет контролируемым образом получать достаточно однородные по толщине слои резиста в диапазоне от ~ 0.05 до ~ 1 мкм на площади в несколько см^2 . Сушка нанесенного слоя проводится в воздушной атмосфере при температуре 90°C , что существенно ниже температуры сушки ПММА. При этом меньше нежелательные эффекты, связанные со взаимной диффузией материалов исходной структуры (которая обычно представляет собой многослойную структуру из тонких пленок). Также меньше и упругие напряжения, вызываемые разницей коэффициентов термического расширения материалов, которые могут привести к отслоению структуры от подложки.

Скорости распыления масок из фенолальдегидных резистов при ионном, плазмо-химическом или ионно-химическом травлении соизмеримы со скоростями травления нужных нам неорганических материалов. Так, скорости травления маски из ФП9120 и золота при обработке ионным пучком аргона одинаковы и составляют 20 нм/мин. Так же

совпадают и скорости ионно-химического травления ФП9120 и SiO_2 во фреоне (30 нм/мин). При этом механические свойства резистов позволяют формировать маски с высоким аспектным соотношением: для резистов серии ma-N 2403 производитель в рекламных проспектах показывает структуры с аспектным соотношением 10, для ФП9120 и ФП051 мы получали маски в форме цилиндров с аспектным соотношением >5 (рис. 8).

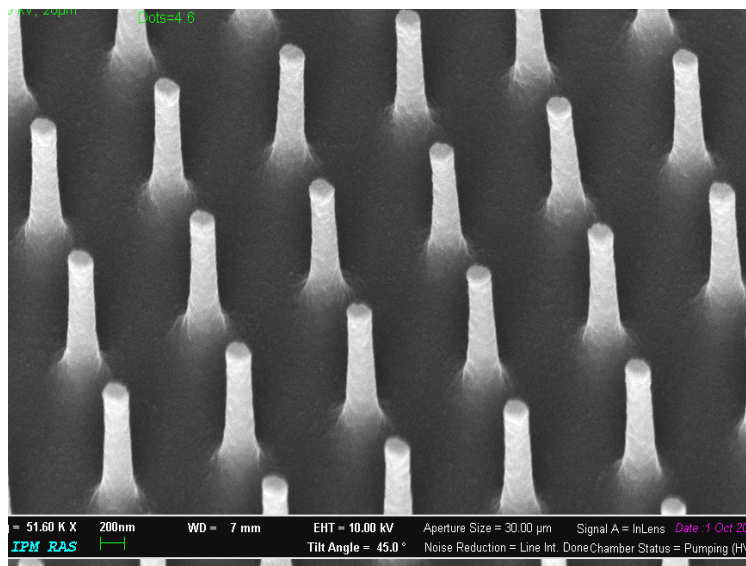


Рис.8. Микрофотография маски из резиста.

Из существенных недостатков для этих резистов следует отметить малую величину контраста (которая равна ~ 2), необходимость применения щелочного раствора при постэкспозиционной обработке (проявлении) и плохую адгезию к поверхности металлических пленок. Первый недостаток делает эти резисты очень чувствительными к эффектам близости, что не позволяет формировать структуры с плотным расположением элементов. Кроме того, даже вокруг каждого изолированного элемента маски образуется ореол – тонкий слой остатков недоэкспонированных резистов, толщиной 2-5 нм, и шириной 50 – 100 нм (при энергии электронов 10 кЭв), что при последующих технологических операциях локально блокирует распыление материала при сухом травлении и может привести к искажению формы и размеров конечных структур. Необходимость применения щелочных растворов для проявления экспонированного рисунка накладывает дополнительное ограничение на выбор материалов структуры или технологические операции, поскольку эти растворы являются электролитами и способны привести к возникновению нежелательных электрохимических реакций при контакте с разнородными материалами. Слабая адгезия резиста к металлическим поверхностям (с которой, впрочем, можно бороться) также является сильным технологическим

ограничителем, т.к. может вызывать коллапс маски. В частности, в наших экспериментах с материалами на основе фенолальдегидных смол при проявлении экспонированного рисунка с размерами элементов менее ~ 100 нм эти элементы свободно перемещались по подложке под действием потоков раствора проявителя. Несмотря на все эти ограничения, именно эти резисты позволили нам разработать технологию по формированию элементов памяти на основе туннельного магнитного сопротивления с минимальными планарными размерами до $\sim 100 \times 200$ нм.

Предельная разрешающая способность резистов может определяться разными причинами, и одним из главных факторов, определяющих эту характеристику, является размер молекулы полимера или иного чувствительного вещества, которое используется

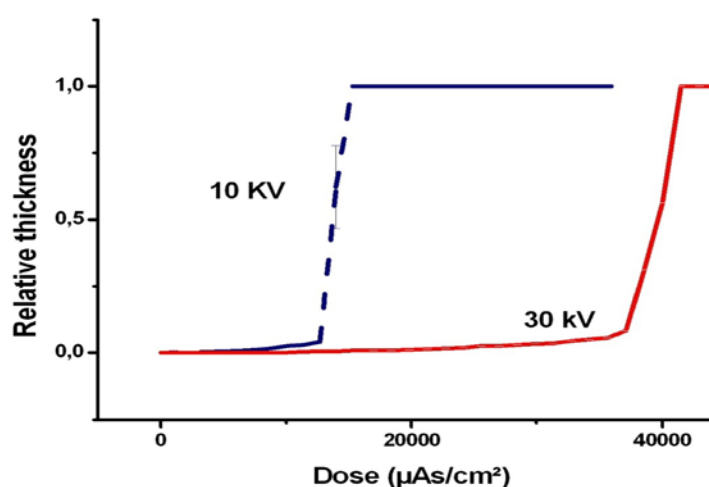


Рис. 9 Зависимость остаточной толщины пленки C_{60} от дозы.

для литографии. В этом смысле очень перспективным материалом оказался фуллерен. Размер молекулы C_{60} составляет чуть менее 1 нм, т.е. намного меньше размера молекулы ПММА. Первые наши эксперименты по электронной литографии с этим материалом проводились при облучении его электронами с энергией 200 и 100 Кэв, с применением электронного микроскопа JEM 2000EX, который функционировал в стандартном режиме сканирующего электронного микроскопа под управлением компьютера. При этом у нас не было специальной литографической программы, но можно было управлять электронным пучком, задавая такие параметры: увеличение микроскопа, количество точек на кадр и время, в течении которого пучок оставался неподвижным в каждой точке. Эмпирическим путем были подобраны экспозиции, которые позволили нам использовать фуллерен (тонкие пленки 20 – 100 нм) в качестве негативного резиста. Электронная чувствительность этого материала по грубым оценкам оказалась на 2 – 3 порядка хуже,

чем у ПММА. Например, после экспозиции электронами с энергией 100 Кэв при дозе облучения $\sim 0.1 \text{ С/см}^2$ фуллерен перестает растворяться в толуоле, который используется в качестве проявителя. Также экспериментально было обнаружено, что при формировании рисунка из единичных обособленных объектов (точек) минимальное расстояние между точками в фуллереновой маске может достигать величины $\sim 5 \text{ нм}$, что свидетельствовало о хорошем контрасте и потенциально высокой разрешающей способности материала.

Более точные измерения чувствительности фуллерена для электронов более традиционного для электронной литографии диапазона энергий были выполнены значительно позже, с появлением у нас сканирующего электронного микроскопа SUPRA 50VP, оснащенного литографической приставкой ELPHY Plus. На рис. 9 приведены дозовые кривые фуллерена, полученные по стандартной методике измерения остаточной толщины резиста после экспозиции и проявления. Чувствительность C_{60} равнялась 0.015 С/см^2 для электронов с энергией 10 Кэв, и примерно 0.04 С/см^2 – для 30 Кэв. Величина контраста материала, определенная из этих зависимостей составила 8.4, т.е. значительно больше, чем у предыдущих негативных резистов, что позволяет формировать маски с высокой плотностью элементов и резкими вертикальными границами (рис.10)..

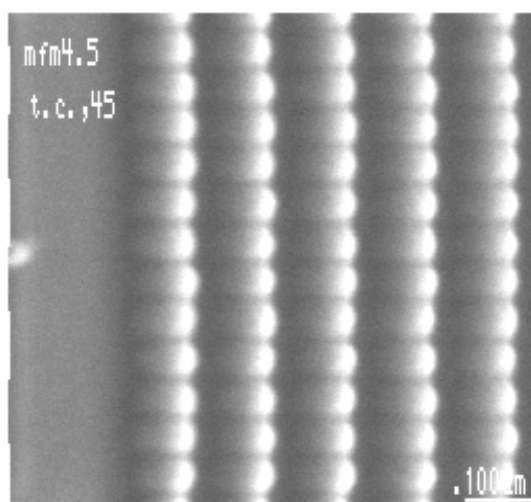


Рис.10 Решетка точек, сформированных из пленки фуллерена толщиной $\sim 100 \text{ нм}$.

Для выяснения механизма, который приводит к изменению свойств C_{60} при облучении электронами, были выполнены специальные измерения. Первые результаты сравнительного анализа структуры фуллерита до и после электронной экспозиции были получены методом статического ВИМС на установке TOF.SIMS-5 и приведены ниже. Для повышения интенсивности тяжелых вторичных ионов мы использовали в качестве анализирующего пучка ионы Bi_3^+ . В установке TOF.SIMS-5 используется очень малая величина зондирующего пучка ионов Bi^+ - длительность импульса составляет 0.5 – 1нс, а

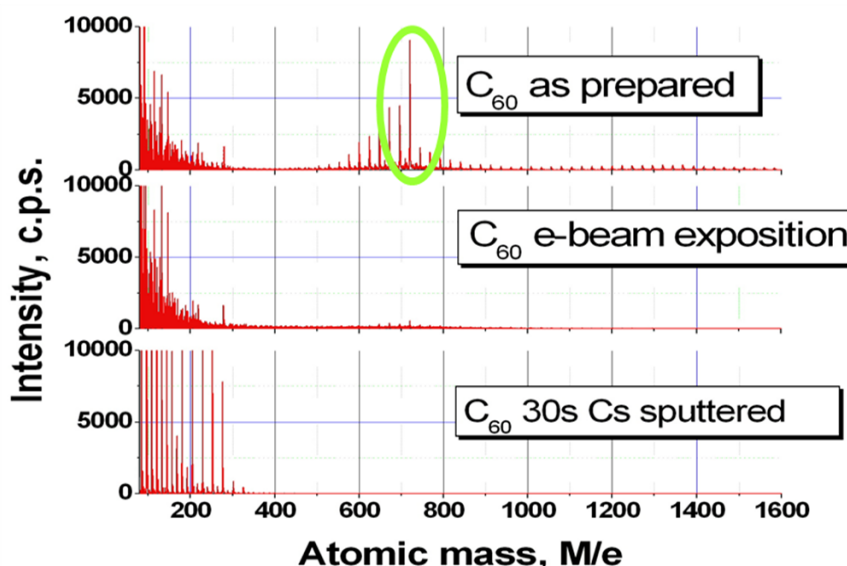


Рис.11 Масс-спектры фуллереновых пленок до и после электронного облучения

величина тока 1пА. При этом в зондирующем импульсе содержится не более 500 ионов Bi^+ , что позволяет проводить практически неразрушающий анализ в статическом режиме.. На рис.11 приведены масс-спектры пленки фуллерена C_{60} – исходной, экспонированной электронным пучком с энергией 10 КэВ и после распыления ионами Cs^+ . Как видим, в исходной пленке присутствуют сильные линии в области 720а.е.м. типичные для C_{60} (указаны зеленым овалом). Воздействие электронным пучком практически полностью разрушает эти линии, в результате весь углерод оказывается в виде кластеров C_N с малыми номерами N до 5-7 в области низких масс. Отметим, что к разрушению линии C_{60} приводит и распыление ионами Cs^+ , используемыми в TOF.SIMS-5 для проведения послойного анализа. Однако в этом случае в спектре остаются тяжелые фрагменты молекулы C_{60} , что позволяет проводить послойный анализ по этим линиям. Таким образом, можно утверждать, что облучение электронами фуллереновой пленки приводит к деструкции молекул C_{60} до графитоподобных форм, которые нерастворимы в органических растворителях. Это и делает возможным проявление экспонированного пучком электронов рисунка с помощью толуола.

Стойкость к процессам сухого травления у фуллеренов также оказалась сравнимой с этим параметром других негативных резистов, что и позволило нам развить технологию создания магнитных наноструктур. После формирования маски из материала резиста необходимо этот рисунок с минимальными искажениями перенести в конечный слой, который в нашем случае представляет собой пленку (иногда многослойную) магнитного материала. Оптимальным вариантом было бы применение реактивного ионного распыления (плазмо-химическое) – селективное травление в газовой среде, содержащей компоненты, образующие летучие соединения со травливаемым металлом (например во фреоне). При этом можно подобрать режимы минимизирующие искажения формы и размеров элементов из-за переосаждения распыляемого материала на боковых стенках маски. При формировании магнитных структур нами применяются такие материалы, как Fe, Ni, Co и их сплавы. Отдельный магнитный элемент может также быть и многослойным, т.е. содержать прослойки немагнитных материалов. Даже для травления только ферромагнитных пленок сложно подобрать состав газовой смеси, обеспечивающей изготовление структуры только с применением плазмо-химического травления, а для многослойной структуры такое вообще невозможно. Такие пленки можно травить методом физического распыления с использованием ионного пучка Ar^+ . Кроме того, ионно-лучевое травление обеспечивает достаточно высокую анизотропию, что важно при формировании решеток частиц, расстояние между которыми и их толщины соизмеримы. В таблице ниже представлены скорости травления некоторых материалов, при

Газ	Материал, скорость травления нм/мин								
	Co	CoFe	V	Ti	Ta	Cu	Sc	Si	C_{60}
Ar^+	3,5	2	1,8	2	2	10	3	7	20
CF_4	-	-	5	5	4	1	0,5	20	50

использовании ионного источника с холодным катодом при плотности тока луча $\sim 1 \text{ mA/cm}^2$ и энергией ионов $\sim 400 \text{ эВ}$ в атмосфере разных газов. Из приведенных скоростей травления видно, что для изготовления магнитного элемента под защитой только маски резиста, толщина последней должна на порядок и больше превышать толщину магнитной пленки. Для типичной толщины магнитного элемента $\sim 30 \text{ нм}$ требуемые значения толщин резистов могут быть использованы при субмикронных планарных размерах, но при переходе к нанометровым размерам (порядка 100 нм и менее) такой подход неприменим. Однако достаточно большой разброс скоростей ионного и реактивного распыления других материалов позволяет нам формировать промежуточные маски из тонких слоев других металлов при толщине слоя резиста не более 100 нм . В качестве дополнительных маскирующих металлических слоев обычно используются двух- или трехслойные пленки

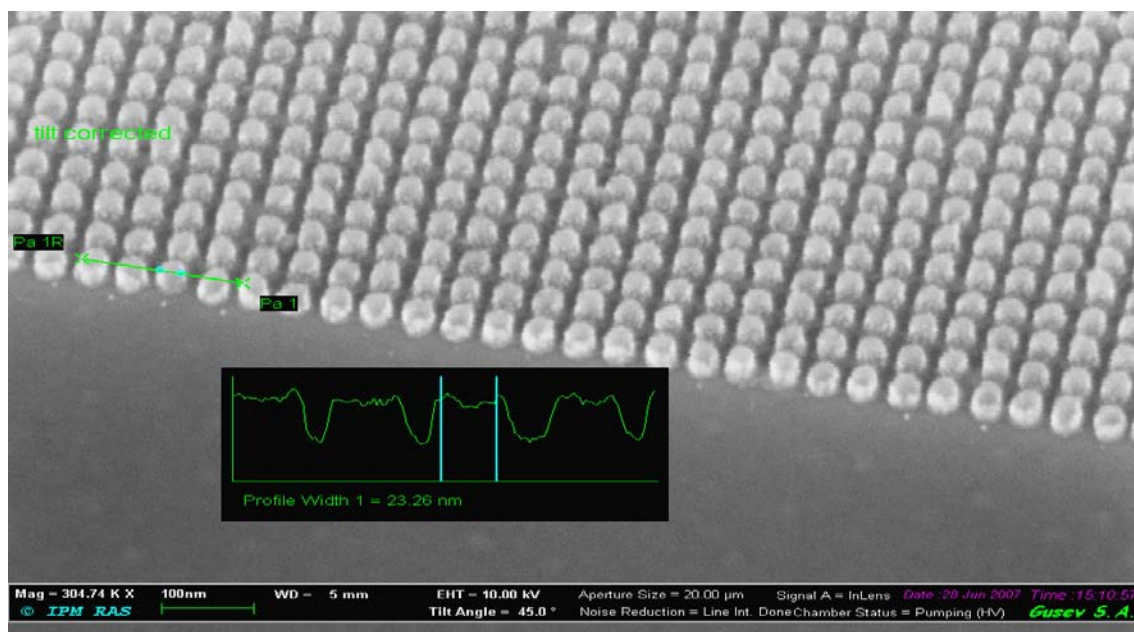


Рис. 12 Массив многослойных магнитных частиц Co-Pt
диаметром ~20 нм.

материалов один из которых имеет низкую скорость плазмохимического травления во фреоне (например, Cu, Sc), а другой материал должен иметь низкую скорость ионно-лучевого травления (V, Ti, Ta). При этом материал маскирующих слоев должен удаляться реактивным ионно-лучевым или плазмохимическим травлением в газовой среде, содержащей компоненты, также образующие летучие соединения (например, при обработке в том же CF_4). Таким образом можно добиться, что суммарная толщина маскирующих слоев не будет превышать 100 – 150 нм, включая исходную маску резиста. При этом вся технологическая цепочка литографического процесса изготовления структуры, изображенная на рис.5, становится чуть длиннее и состоит из следующих этапов:

- 1) формирование исходной маски заданного дизайна в слое электронного резиста;
- 2) перенос рисунка в слои промежуточных металлических слоев с помощью поочередного применения методов ионного и плазмохимическим травления;
- 3) формирование магнитной структуры из пленки ферромагнитного материала ионным травлением в атмосфере аргона;
- 4) если необходимо, то удаление остатков дополнительных металлических масок реактивным плазмохимическим травлением.

В результате применения дополнительных маскирующих металлических слоев удалось развить технологию формирования магнитных наноструктур с разрешением порядка 10 нм (рис.12). Исследованию свойств магнитных структур с элементами планарных размеров менее 100 нм посвящены следующие разделы главы.

3.2 Магнитносиловая микроскопия: однородное, вихревое и антивихревое состояния

Развитие магнитно-силовой микроскопии ферромагнитных наноструктур началось в ИФМ РАН в 2003 году, и было связано с задачами наблюдения однородного и вихревого магнитных состояний в круглых и эллиптических дисках субмикронных латеральных размеров. Несмотря на то, что к этому времени методики измерений с помощью магнитно-силового микроскопа (МСМ) в мире были достаточно развиты и составляли рутинную процедуру исследований, мы столкнулись с определенными трудностями, обусловленными, прежде всего, отсутствием опыта таких измерений. На этом этапе важную роль сыграло то, что с нами поделились опытом российское сообщество зондовых микроскопистов. Большую роль сыграли две командировки Б.А.Грибова на стажировку в Стокгольмский университет (группа профессора K.V.Rao) и в компанию “НТ-МДТ” (г. Зеленоград). Существенную практическую помощь оказал Алексей Тимирязев, работавший в то время в компании “НТ-МДТ”. В теоретическом плане много полезной информации о моделировании распределений намагниченности и расчете модельного МСМ контраста мы почерпнули из работ группы А.А.Бухараева (КФТИ КазНЦ РАН, г. Казань) и, в частности, из диссертационной работы его аспиранта Д.В.Овчинникова. Первые работы по магнитно-силовой микроскопии ферромагнитных наночастиц были выполнены на микроскопе “Solver P7LS”. Данный прибор снабжен оптическим микроскопом и имеет перемещаемый столик образца, так что была возможность наведения зонда на область массива наночастиц. Впоследствии нами был приобретен зондовый микроскоп “Solver PRO”, оборудованный оптическим микроскопом, телекамерой и монитором, что сделало процесс наведения зонда на нужную область образца значительно более удобным. Наконец после приобретения некоторого опыта работы был заказан универсальный вакуумный зондовый микроскоп “Solver HV”. В данном приборе измерительная головка, выполненная из немагнитных материалов, располагается в вакуумной камере. При откачке воздуха значительно увеличивается добротность колебаний консоли зондового датчика, что приводит к увеличению чувствительности. Кроме того, в основании прибора встроен электромагнит постоянного тока, который создает однородное магнитное поле величиной до 1 кЭ в плоскости образца.

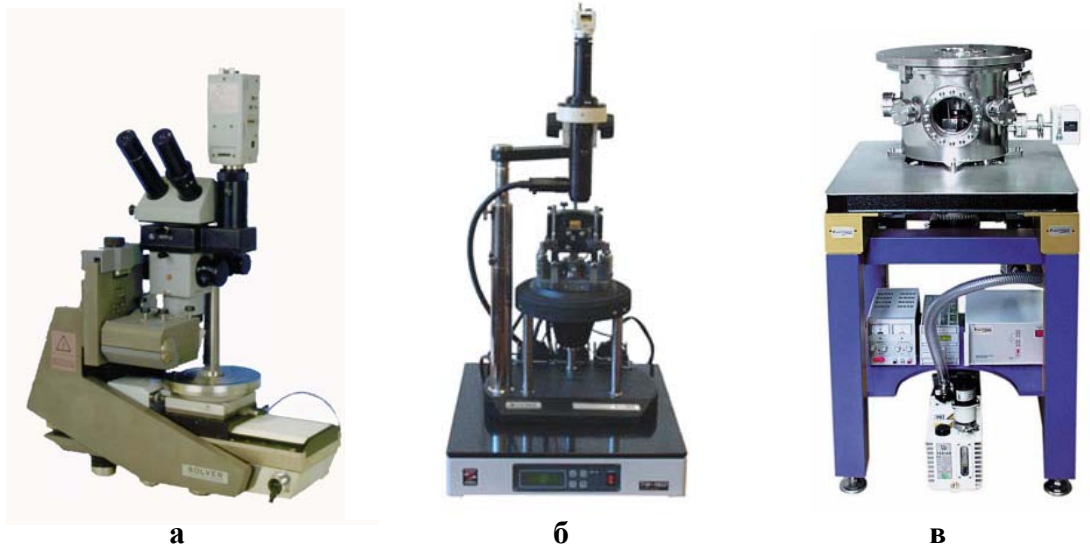


Рис. 13. Зондовые микроскопы фирмы “НТ-МДТ”, используемые для исследования ферромагнитных наноструктур. (а) – микроскоп “Solver P7LS”4; (б) – микроскоп “Solver PRO”; (в) – микроскоп “Solver HV”.



Рис. 14. Лаборатория «Зондовой микроскопии». Сотрудники Б.А.Грибков и В.Л.Миронов у микроскопа “Solver HV”.

3.2.1 Однородные и вихревые состояния в однослойных эллиптических нанодисках

На первом этапе 2001-2004 г. нами был наработан опыт по изготовлению эллиптических наночастиц с однородным и вихревым состоянием намагниченности.

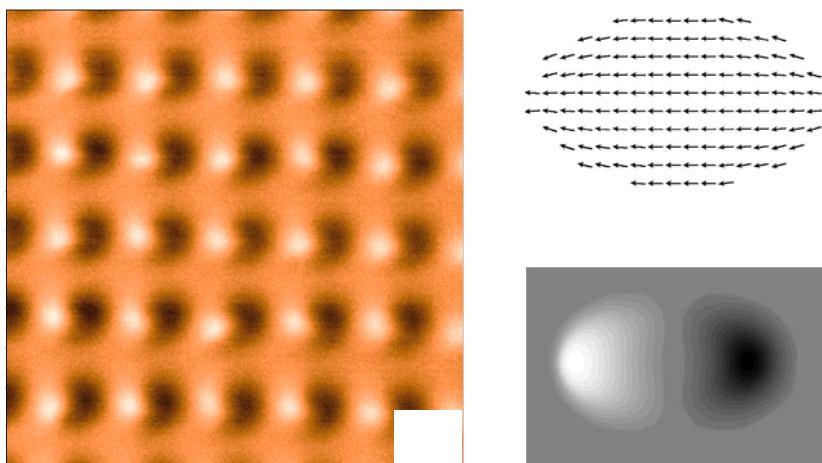
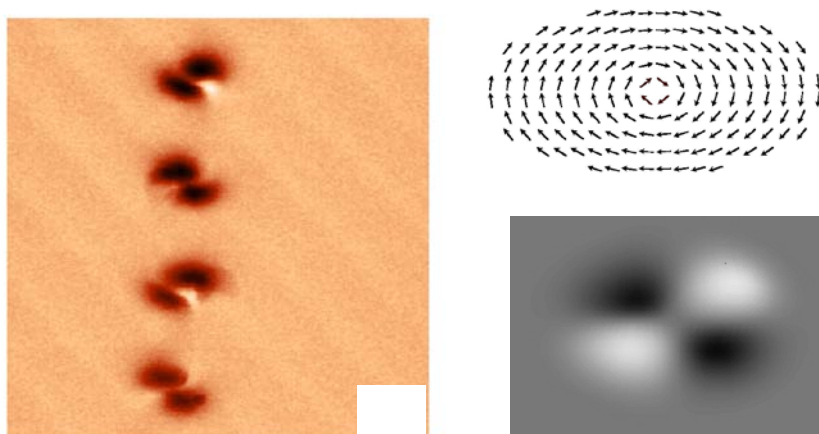


Рис. 15. (а) - МСМ изображение частиц Со размером $600 \times 400 \times 20$ нм. (б) - распределение намагниченности, соответствующее однородному состоянию. (в) - модельное МСМ изображение однородно намагниченной частицы.

Рис. 16. (а) - экспериментальное МСМ изображение эллиптических дисков Со размером $600 \times 400 \times 27$ нм. (б) - распределение намагниченности, соответствующее одновихревому состоянию в частице Со данных размеров. (в) - модельное МСМ изображение эллиптического магнитного вихря.



Проведенные микромагнитные расчеты и последующие МСМ исследования

показали, что для субмикронных эллиптических частиц Co при толщине порядка 25 нм происходит смена состояний намагниченности. При толщинах менее 25 нм в частицах в основном реализуются квазиоднородные состояния (Рис. 15), в то время как при толщинах более 25 нм вихревые (Рис. 16) [20].

В дальнейшем полученный на данном этапе опыт позволил нам, управляя толщиной и латеральными размерами, конструировать магнитные состояния в различных многослойных частицах, состоящих из ферромагнитных слоев с немагнитными прослойками.

3.2.2. Магнитные состояния двухслойных частиц

При исследовании магнитных состояний в двухслойных частицах особое внимание нами уделялось изучению особенностей магнитостатического взаимодействия между слоями ферромагнетика. На рис. 17 приведено характерное MCM изображение массива двухслойных частиц.

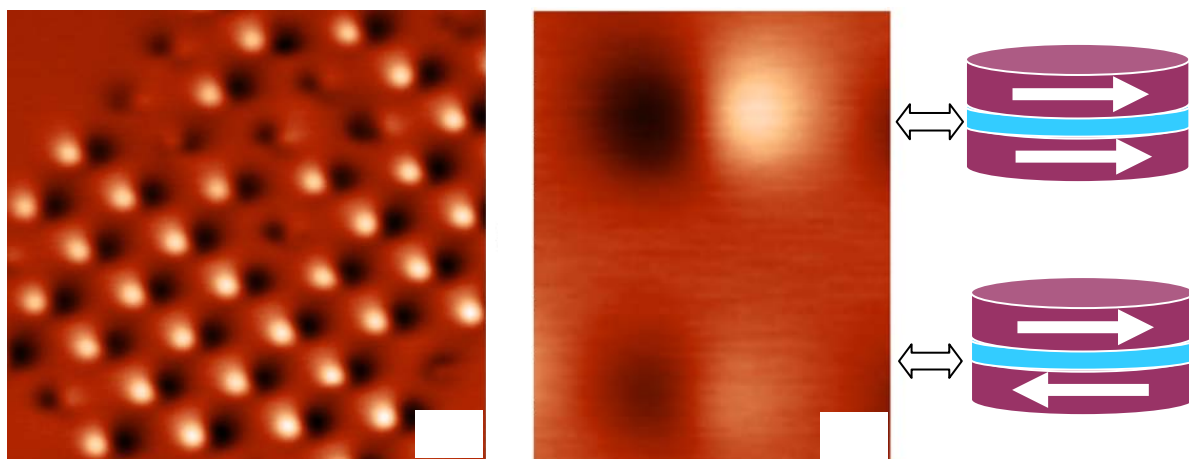


Рис. 17. (а) - MCM изображение массива двухслойных частиц. Соответствие MCM контраста (б) и упорядочения намагниченности в соседних слоях Co (в) двухслойной частицы.

На рисунке ясно различимы два сорта состояний частиц, отличающиеся интенсивностью MCM контраста. Распределение MCM контраста с большей амплитудой соответствует ферромагнитной упорядоченности магнитных моментов в слоях Co (вектора магнитных моментов в соседних Co слоях сонаправлены), распределение же с меньшей амплитудой свидетельствует об антиферромагнитной упорядоченности магнитных моментов (вектора магнитных моментов в соседних слоях Co направлены в противоположные стороны). Состояния с ферромагнитной упорядоченностью являются метастабильными. Они формируются только после приложения внешнего поля и реализуются за счет анизотропии формы частиц.

В дальнейшем полученный опыт был использован при исследовании TMR элементов на основе двухслойных наночастиц с туннельным барьером.

3.2.3. Геликоидальное состояние в круглом трехслойном нанодиске

Нами в 2007 г. были проведены экспериментальные MCM исследования состояний намагниченности в круглых многослойных дисках [Рис. 18(а)], состоящих из трех слоев Co, разделенных немагнитными прослойками Si [21]. Теоретически было предсказано, что в таких частицах возможна реализация как коллинеарных состояний различной симметрии, так и состояний с неколлинеарным (геликоидальным) распределением намагниченности. Для наблюдения неколлинеарного состояния была предложена оптимальная структура частицы, в которой толщина слоев Co увеличивалась с увеличением расстояния между слоем и зондом. При этом вклады различных слоев в формирование MCM контраста становятся приблизительно одинаковыми и возможно наблюдение спирального MCM контраста, соответствующего геликоидальному состоянию. Модельные расчеты показали, что частицы диаметром 300 нм с толщинами слоев Co 8-11-16 нм и толщиной Si прослойки 3 нм имеют геликоидальное состояние с углами между магнитными моментами слоев 109° и 257° и являются оптимальными для наблюдения спирального MCM контраста. При исследованиях оптимизированных частиц было экспериментально зарегистрировано спиральное распределение MCM контраста, соответствующее геликоидальной конфигурации магнитных моментов слоев Co [Рис. 18(б)].

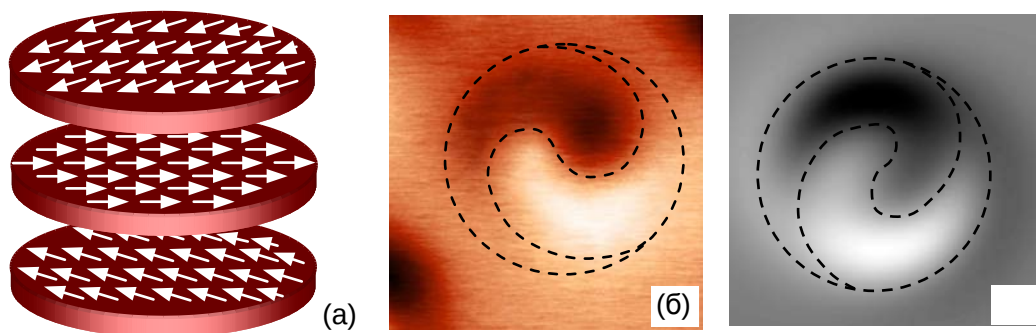


Рис. 18. (а) – геликоидальная конфигурация магнитных моментов в трехслойном наномagnите. (б) – экспериментальное MCM изображение трехслойного диска. (в) – соответствующее модельное MCM изображение.

В дальнейшем полученный нами опыт был использован при исследовании TMR элементов на основе трехслойных наночастиц с туннельными барьерами между слоями ферромагнетика.

3.2.4. Магнитные состояния в магнитных островках крестообразной формы

Наш интерес к магнитным состояниям ферромагнитных частиц крестообразной формы был обусловлен несколькими аспектами. Во-первых, такая сложная форма частиц должна приводить к формированию сильно неоднородных состояний намагниченности, которые могут оказывать сильное влияние на транспортные свойства спин-поляризованных электронов. Во-вторых, ожидалось, что в таких частицах должно реализоваться так называемое анти-вихревое распределение намагниченности. Данное распределение является топологическим антиподом магнитного вихря (обладает топологическим зарядом противоположным заряду магнитного вихря) и в связи с этим представляет значительных интерес с точки зрения исследования электронных транспортных свойств, которые могут проявляться в топологическом эффекте Холла.

Теоретический анализ, в рамках простых моделей, показал, что основной вклад в функционал полной энергии дает обменная энергия системы и как следствие квазиоднородное состояние в таких частицах является основным, а антивихревое - метастабильным. Это означает, что вероятность спонтанного зарождения антивихревых состояний очень низка. Для реализации анти-вихревого состояния нами были предложены крестообразные частицы специальной несимметричной формы, у которых два сектора имели заострения на концах, повышающие коэрцитивность, а два другие имели утолщения, понижающие коэрцитивность. Была предложена методика перевода таких частиц из квазиоднородного в антивихревое состояние намагниченности, заключающаяся в следующем. Под действием внешнего однородного магнитного поля, частица намагничивалась вдоль несимметричной диагонали, после чего направление внешнего поля менялось на противоположное и частица перемагничивалась [22].

Для реализации анти-вихревого состояния нами были изготовлены крестообразные частицы Со со следующими параметрами: Латеральные размеры составляли $a = 1$ мкм, $b = 100$ нм, ширина части с утолщением – 150 нм, толщина частицы - 40 нм.

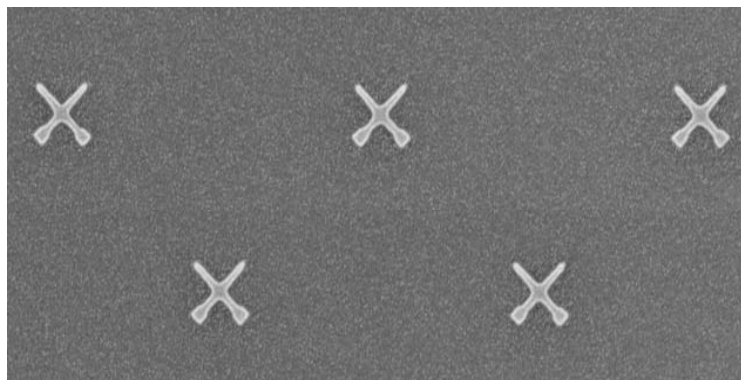


Рис. 19. SEM изображение массива частиц крестообразной формы.

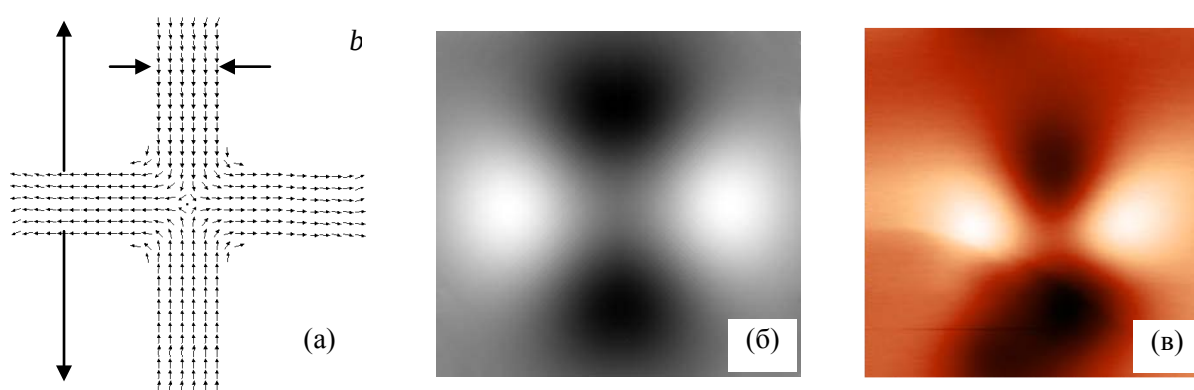


Рис. 20. Анти-вихревое состояние в крестообразной частице. (а) – модельное распределение намагниченности. (б) – модельное распределение МСМ контраста. (в) – экспериментальное МСМ изображение несимметричного креста с латеральными размерами $a = 1$ мкм, $b = 100$ нм ($g = 10$). Толщина частицы 40 нм.

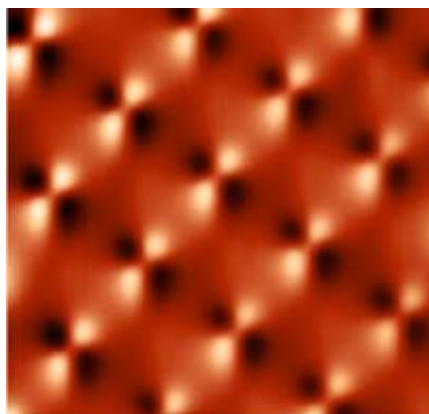


Рис. 21. МСМ изображение массива крестов в анти-вихревом состоянии.

3.2.5. Перемагничивание ферромагнитных наноструктур полем зонда МСМ

Начиная с первых исследований по магнитно-силовой микроскопии ферромагнитных наноструктур группу ИФМ РАН отличало то, что одной из ее приоритетных задач стало целенаправленное изучение возможностей локального перемагничивания ферромагнитных нанообъектов с помощью неоднородного поля зонда МСМ [23-30]. Первый опыт был связан с наблюдением и осознанием того факта, что артефакты МСМ изображений являются на самом деле фактами локального перемагничивания частиц, стимулированного зондом МСМ, движущимся в непосредственной близости к поверхности образца. В дальнейшем нами были изучены процессы и разработаны методики локального перемагничивания частиц зондом МСМ, связанные с переходами между однородными состояниями [25,26], трехстадийные процессы перемагничивания вихревых состояний со сменой направления завихренности эллиптического вихря [27,28]; процессы формирования антивихревых состояний в крестообразных частицах [29]; процессы перемагничивания двухслойных частиц [29,30].

Для перемагничивания эллиптических частиц в однородном состоянии нами применялась методика несимметричного прохода зонда над поверхностью частицы. Результаты перемагничивания отдельной частицы показаны на Рис. 22.

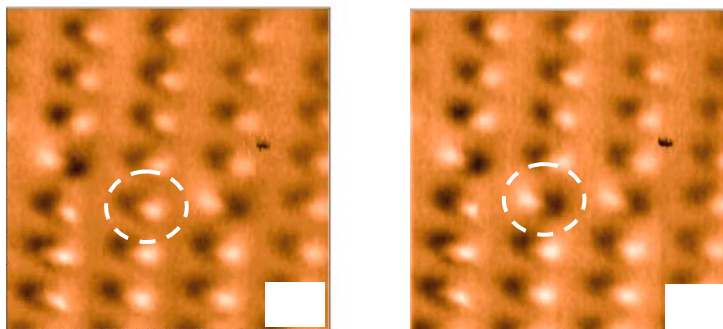


Рис. 22. Последовательные МСМ изображения участка частиц в эксперименте по перемагничиванию. Частица, изменившая направление магнитного момента выделена пунктирным контуром.

Идея экспериментов по изменению знака завихренности оболочки магнитного вихря с помощью зонда МСМ заключалась в следующем. Смена знака завихренности может быть произведена посредством двухстадийного процесса, в котором вначале производится переход из вихревого состояния с определенным направлением завихренности (например BC^+) в однородное состояние (ОС), а затем посредством несимметричного сканирования

МСМ зондом переход из однородного состояния в вихревое с противоположным направлением завихренности оболочки магнитного вихря (BC^-). Эксперименты проводились на частицах Co с размерами $600 \times 400 \times 27$ нм. Последовательные стадии процесса изменения завихренности магнитного вихря под действием поля МСМ зонда представлены на Рис. 23.

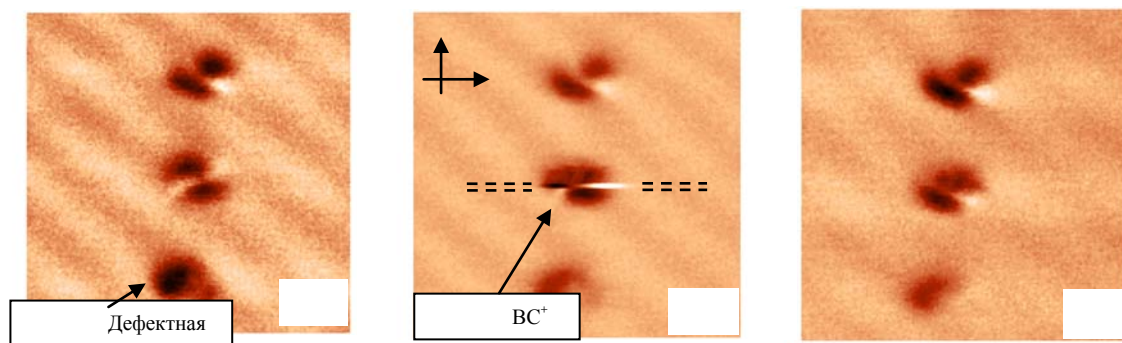


Рис. 23. МСМ изображения одного и того же участка массива частиц Co , полученные в процессе перемангничивания магнитного вихря зондом. (а) - исходное состояние. Центральная частица в состоянии BC^+ . (б) - МСМ изображение тех же частиц, полученное в процессе сканирования образца с переменной высотой (в области между линиями 1-2); (в) - конечное состояние (центральная частица в состоянии BC^-).

Нами была разработана методика формирования антивихревого состояния в частицах крестообразной формы. Здесь также вход антивихря был связан с несимметричным движением зонда над поверхностью креста. Результаты экспериментов по формированию антивихревых состояний представлены на Рис. 24

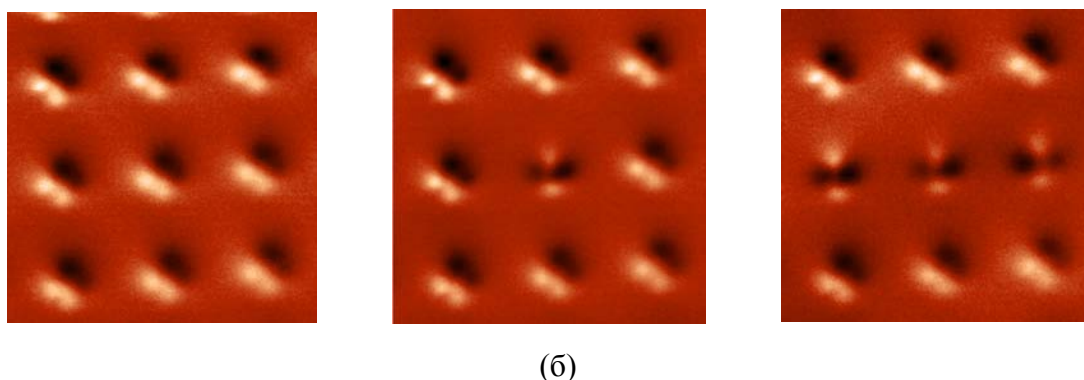


Рис. 24. Формирование анти-вихревых состояний под действием поля зонда МСМ. (а) – исходное состояние. (б) – анти-вихревое состояние, сформированное МСМ зондом в центральной частице. (в) - анти-вихревое состояние сформированное в трех частицах.

В заключении, мы не будем подводить итоги, т.к. работа по исследованию

ферромагнитных наночастиц далека от своего завершения и будет продолжена. Приведенные в этой статье результаты были получены большим коллективом научных сотрудников, которые перечислены в списке авторов наших совместных публикаций. Каждого из них следует считать соавтором данного обзора.

3.3 Разностная Холловская магнитометрия: коллективное поведение двумерных решеток

Интерес к этим системам связан с возможностью создания на их основе так называемых "квантовых" дисков. Идея состоит в том, что каждая анизотропная однодоменная частица несет один бит информации. Возможная плотность записи при этом может достигать значений $\sim 10^{11}$ бит/см². Существуют принципиальные ограничения на размер и плотность частиц в "квантовых" дисках. Во-первых, размер однодоменной частицы должен быть такой, чтобы время суперпарамагнитных переходов из одного равновесного положения в другое было достаточно велико, т.е. $Kv \gg T$, K - константа магнитной анизотропии частицы, v - ее объем, T - температура. Во-вторых, расстояние между частицами должно быть достаточно велико, чтобы пренебречь их магнитодипольным взаимодействием. С другой стороны, в двумерной системе дипольно взаимодействующих суперпарамагнитных частиц возможно возникновение дальнего порядка, тип которого зависит от симметрии решетки. Температура перехода в упорядоченное состояние определяется характерной величиной энергии магнитодипольного взаимодействия частиц $T_c \sim M^2 v^2 / R^3$, M - магнитный момент частиц, R - расстояние между ними. Такие магнитные материалы можно назвать дипольными супермагнетиками. Их отличительной чертой является управляемость как типом дальнего порядка, так и критической температурой его разрушения.

Наши усилия были сфокусированы на создании решеток ферромагнитных наночастиц, пригодных для сверхплотной записи информации и исследовании коллективного поведения таких систем, обусловленного магнитостатическим взаимодействием частиц. Для решения этих задач были проведены комплексные исследования, включающие разработку оригинальных методов нанолитографии, методов исследования двумерных решеток ферромагнитных наночастиц и теоретические исследования.

Двумерные решетки магнитных наночастиц формировались методом электронной литографии из пленок пермаллоя (Ni_3Fe), которые наносились на подложку методом лазерного напыления. Экспонирование электронного резиста и исследование

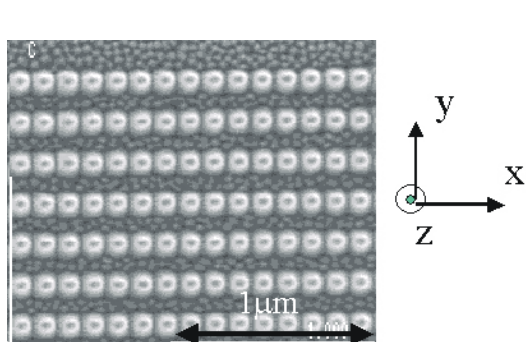


Рис25. Изображение решетки частиц пермаллоя во вторичных электронах, полученное в электронном микроскопе

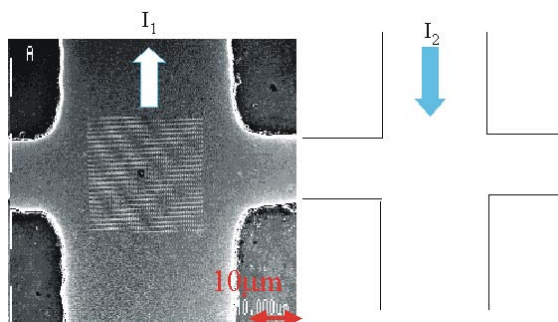


Рис26. Разностная схема, использованная для измерения магнитных свойств решетки ферромагнитных наночастиц.

морфологии получаемых решеток проводилось в электронном микроскопе JEM-2000EX [13].

Для формирования рисунков использовались пленки фуллерена C_{60} в качестве негативного электронного резиста и пленки Ti в качестве передающего слоя. Плазмохимическое травление слоев Ti осуществлялось в атмосфере CF_2Cl_2 , а для переноса рисунка в пленку пермаллоя применялось ионное травление в атмосфере Ar . Таким способом удастся формировать двумерные решетки, состоящие из частиц в виде цилиндров с диаметром от 15 до 100 нм и высотой, определяемой толщиной исходной пленки Ni_3Fe , в диапазоне от 10 до 50 нм [5]. Для магнитных измерений была изготовлена система, содержащая примерно 10^5 частиц диаметром $\sim 40-50$ нм и высотой ~ 45 нм, образующих решетку с прямоугольной элементарной ячейкой 90×180 нм (рис.25).

Для исследования магнитных свойств решеток наночастиц пермаллоя, нами использована разностная схема, состоящая из двух полупроводниковых (InSb) датчиков Холла с общим потенциальным и независимыми токовыми контактами [14]. Размер рабочей зоны датчиков 50х 100 мкм, толщина 10 мкм. Исследуемая система формировалась в рабочей зоне одного из датчиков. Расположение системы на холловском датчике показано на рис.26. Если принять, что частицы пермаллоя взаимодействуют магнитостатически, то из симметрии системы следует, что ось легкого намагничивания

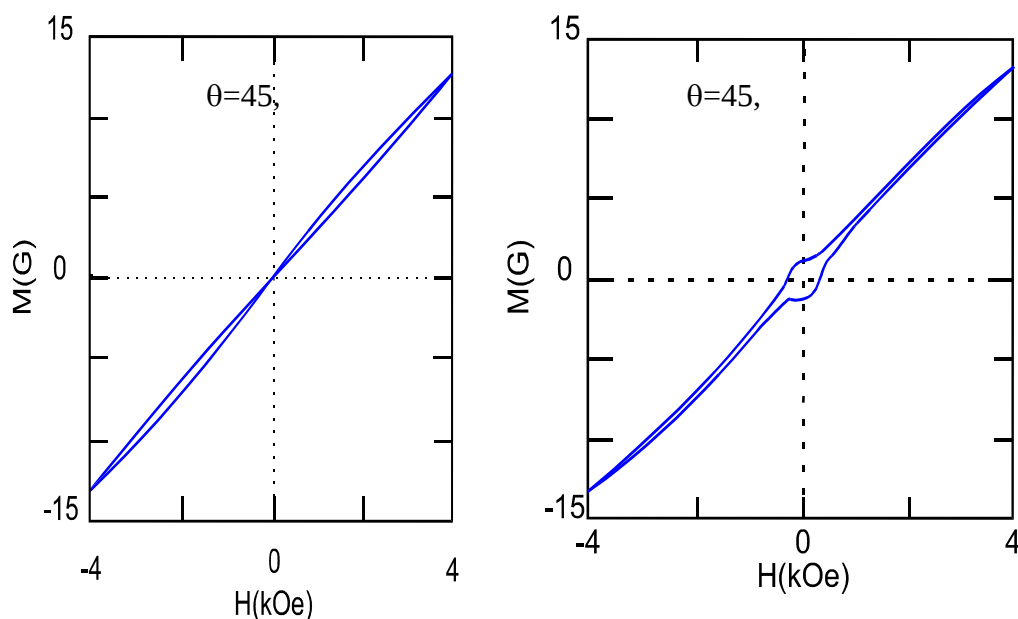


Рис27: Экспериментальные зависимости z-компоненты магнитного поля, индуцируемого решеткой нанометровых частиц пермаллоя с прямоугольной элементарной ячейкой от внешнего магнитного поля при $T = 4.2K$; а). $\theta = 45^\circ, \phi = 0^\circ$, б). $\theta = 45^\circ, \phi = 90^\circ$.

лежит в плоскости образца и параллельна меньшему из векторов решетки. Для обнаружения этой анизотропии мы снимали кривые намагничивания при различных ориентациях внешнего поля относительно осей решетки. Направление внешнего поля характеризуется двумя углами θ и ϕ , где θ - угол, отсчитываемый от нормали к образцу (ось Z), ϕ - азимутальный угол, отсчитываемый от оси параллельной цепочкам частиц (ось X). Мы провели измерения для различных ориентаций внешнего поля. Полученные кривые намагничивания при $T=4,2K$ приведены на рис.27. Зависимость кривых намагничивания от ориентации поля относительно осей решетки не может быть объяснена свойствами отдельной частицы и является проявлением их коллективного поведения. Неожиданным явилось существование остаточного магнитного момента при намагничивании в геометрии б). Возможно, что наблюдавшийся эффект связан с неоднородным распределением намагниченности в исследуемых частицах.

Микромагнитные расчеты показывают, что для табличных значений константы обменного взаимодействия, магнитного момента и константы анизотропии изолированные частицы пермаллоя с радиусом 20-40 нм и высотой 20-40 нм имеют вихревое распределение намагниченности. Критический радиус перехода в однородное состояние равен 10 нм. В связи с этим можно предположить следующий сценарий процесса намагничивания. Если внешнее поле направлено вдоль цепочек, то распределение намагниченности в частицах однородно. При этом магнитные моменты частиц параллельны и энергия их взаимодействия минимальна. Выигрыш в энергии взаимодействия приводит к однородному распределению намагниченности и в нулевом поле. При намагничивании в полях перпендикулярных цепочкам энергия взаимодействия частиц максимальна. Для ее уменьшения, а также для уменьшения собственной энергии частицы распределение намагниченности в ней "сворачивается" в вихрь. Если учесть, что вихревое распределение должно обладать конечным значением z-компоненты магнитного момента, то ситуация становится очень похожей на наблюдавшуюся экспериментально. Проведенное численное моделирование процесса намагничивания двух взаимодействующих частиц подтверждает эту гипотезу. Моделирование процесса основано на численном решении стохастических уравнений Ландау-Лифшица [15]. На рис.28 приведены результаты моделирования распределения намагниченности в частицах при различных ориентациях внешнего магнитного поля.

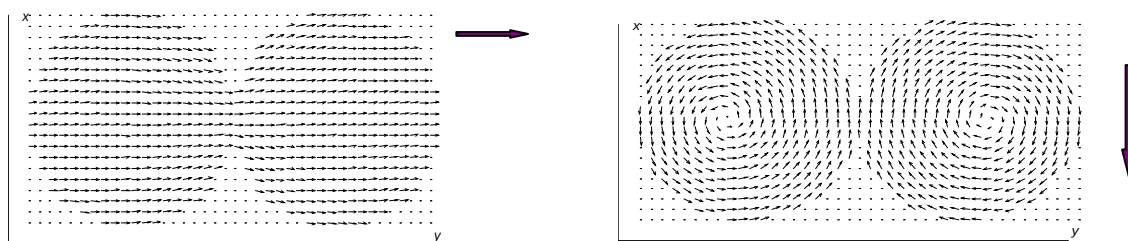


Рис.28 Результаты численного моделирования распределения намагниченности в двух магнитостатически взаимодействующих частицах при различной ориентации намагничивающего поля.

Существенные особенности имеют петли гистерезиса исследуемой системы при приложении внешнего магнитного поля вдоль цепочек [16,17]. Сам факт регистрации сигнала в этом случае является неожиданным. Действительно, методом холловской магнитометрии регистрируется средняя по площади z-компонента поля, создаваемого образцом. Возникновение нормальной составляющей при приложении поля в плоскости образца связано либо с асимметричным расположением решетки относительно датчика, либо с неидеальностью последнего (например, датчик имеет форму клина). Особенностью

наблюдавшегося процесса намагничивания являются переходы с одной ветви петли гистерезиса на другую при изменении знака внешнего поля.

В случае антиферромагнитного взаимодействия между цепочками, спадающего по степенному закону [18], и бесконечного числа цепочек следует ожидать фрактального поведения кривой намагничивания. Подобная ситуация возникает при анализе зависимости плотности одномерного решеточного газа с дальнедействующим антиферромагнитным взаимодействием от величины химического потенциала [19]. Существенное отличие задачи о перемагничивании цепочек заключается в их коэрцитивности. Проведенное нами прямое моделирование перемагничивания системы цепочек диполей показывает, что край гистерезиса состоит из ступенек, высота которых равна магнитному моменту одной цепочки, а длина определяется взаимодействием между цепочками. Причем для перемагничивания цепочек в обратном направлении необходимо пересечь петлю гистерезиса. Таким образом, мы связываем наблюдавшиеся особенности с мультистабильностью исследуемой системы дипольно взаимодействующих частиц.

3.4. Гибридные системы ферромагнитные наночастицы/сверхпроводник

Упорядоченная система ферромагнитных наночастиц является уникальным источником управляемого неоднородного магнитного поля. Характерный масштаб изменения поля определяется расстоянием между частицами, а его амплитуда величиной магнитного момента насыщения. Таким образом вполне реально создать периодическое магнитное поле с периодом порядка 100нм и амплитудой в несколько сот эрстед. Это простое соображение послужило основой активных исследований влияния ферромагнитных частиц на сверхпроводник. В прикладном аспекте эти работы представляют интерес с точки зрения создания сверхпроводников с управляемым пиннингом, а следовательно и критическим током.

Представляет интерес также изучение влияния полей рассеяния ферромагнитных частиц на "слабые" сверхпроводники, т.е. Джозефсоновские контакты. На этой задаче и сфокусированы наши усилия. Фактически, нами предлагается метод исследования распределения намагниченности системы частиц бесконтактным способом, используя переход Джозефсона [31].

Как известно [32], критический ток через контакт выражается формулой Джозефсона:

$$I = \iint_S j_c \sin \varphi dS ,$$

где φ есть разность фаз между двумя сверхпроводниками, составляющими переход, j_c – критическая плотность тока. Интеграл берется по площади контакта S . Критическая плотность тока в случае изолирующей прослойки пропорциональна $j_c \approx |\psi|^2$, где $|\psi|$ – модуль параметра порядка в сверхпроводнике. Из сказанного ясно, что влияние полей рассеяния, создаваемых ферромагнитными частицами, на «фраунгоферову картину» Джозефсоновского контакта может быть двояким.

Если рядом с джозефсоновским переходом расположить ферромагнитную частицу или систему частиц, то φ можно записать в виде:

$$\varphi = \varphi_{ext} + \varphi_{particle},$$

где φ_{ext} , $\varphi_{particle}$ – разности фаз обусловленные наличием прикладываемого магнитного поля и полей рассеяния магнитных частиц. Следует отметить, что «фазовая» модуляция критического тока возможна лишь в том случае, когда мейснеровские токи, наводимые частицей, имеют компоненту перпендикулярную плоскости контакта. Таким образом, для наблюдения влияния полей частиц на критический ток, обусловленный изменением разности фаз, необходимо использовать торцевой контакт. Магнитное поле, создаваемые частицами, может изменять не только фазу, но и модуль сверхпроводящего параметра порядка. Если пространственный масштаб изменения магнитного поля много больше длины когерентности, то относительная амплитуда модуляции критического тока пропорциональна $\delta j_c \approx (H/H_{cm})^2$, где H – поле создаваемое частицами, H_{cm} – критическое поле сверхпроводника. Отметим, что этот механизм влияния частиц должен работать при любой геометрии контакта. Итак, в случае простой геометрии расположения частиц по экспериментальной зависимости критического тока контакта от внешнего магнитного поля возможно восстановить намагниченность частиц.

Для экспериментального исследования влияния намагниченности частиц на критический ток была изготовлена серия торцевых джозефсоновских переходов Nb/SiO₂/Nb (S-I-S переход) и на них нанесены цепочки ферромагнитных наночастиц Co, с характерными латеральными размерами частиц 100-200 нм и высотой 25 нм. Изображение во вторичных электронах одного из джозефсоновских переходов с цепочкой частиц, расположенной вдоль перехода, полученное в электронном микроскопе, представлено на рис.30. Джозефсоновские мостики были изготовлены с помощью фотолитографии и взрывной технологии, ширина в месте перехода составляла 1 мкм, толщина сверхпроводящих пленок Nb ($T_c=7.6$ К) составляла около 0.1 мкм. Магнитные частицы Co формировались с помощью электронной литографии. Измерение критического тока проводилось стандартным четырехконтактным методом, т.е. снимались ВАХ при

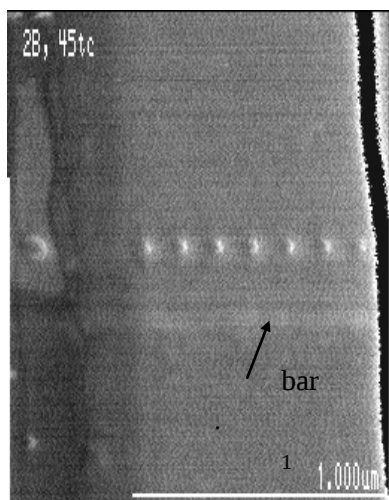


Рис.30 Расположение ферромагнитных частиц вблизи Джозефсоновского контакта.

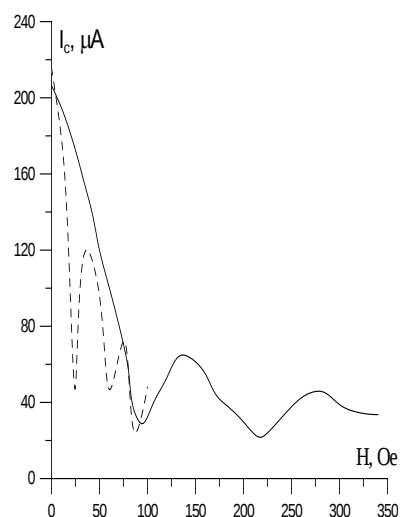


Рис.13 Зависимость критического тока контакта от внешнего магнитного поля при различном предварительном намагничивании частиц.

различных значениях магнитного поля, прикладываемого перпендикулярно плоскости мостика при $T=4.2\text{ K}$. Исследовалось влияние предварительного намагничивания частиц на интерференционную картину. Намагничивание частиц происходило при комнатной температуре, в поле величиной 20 кГс , прикладываемом в различных направлениях по отношению к цепочке частиц. Следует ожидать, что остаточное распределение намагниченности зависит от направления прикладываемого магнитного поля [14]. Это обусловлено как формой частиц, так и их магнитостатическим взаимодействием между собой в цепочке. Типичная дифракционная картина от джозефсоновского контакта без частиц и с намагниченными частицами представлена на рис.31. Видно, что период фраунгоферовой картины изменился более чем в два раза. При этом намагничивание проводилось в направлении под углом к цепочке частиц в плоскости перпендикулярной мостику. В тоже время существуют направления поля при предварительном намагничивании (перпендикулярно цепочке), когда период фраунгоферовой картины, такой же, как и в отсутствие частиц.

Таким образом наши первые эксперименты подтверждают возможность измерения остаточной намагниченности ферромагнитных наночастиц с помощью контакта Джозефсона.

Литература

1. Simonds J.L., Magnetoelectronics today and tomorrow // *Physics today* **48**(4) p. 26-32 (1995)
2. Carcia P.F., Meinhardt A.D., Suna A., Perpendicular magnetic anisotropy in Pd/Co thin film layered structures. // *Appl. Phys. Lett.* **47**(2) p.178 -180 (1985),
3. Розенштейн Д.Б., Тетельман М.Г., Фраерман А.А., К вопросу о величине поверхностной магнитной анизотропии в многослойных системах. // *Поверхность* N.4 с.15-18 (1993)
4. Гусев С.А., Ноздрин Ю.Н., Розенштейн Д.Б., Фраерман А.А., Тетельман М.Г., Неустойчивость перпендикулярной намагниченности в многослойных пленках Co/Pd. // *Письма в ЖЭТФ* **58**(1) с.35-38 (1993)
5. Gusev S.A., Nozdrin Yu.N., Rozenstein D.B., Fraerman A.A., Teitelman M.G., Shirokov M.G., Fluctuation induced reorientation transition in Co/Pd multilayered films. // *Physica B* N.198 p.177-180 (1994)
6. Gusev S.A., Fraerman A.A., Rozenstein D.B., Teitelman M.G., Thermally induced reversible spin reorientation transition in Co/Pd multilayers. // *Phys. Lett. A* **198**(5-6) p.437-440 (1995)
7. Гусев С.А., Ноздрин Ю.Н., Розенштейн Д.Б., Тетельман М.Г., Фраерман А.А., Магнитный ориентационный переход в многослойных структурах Co/Pd. // *УФН* **165**(11) с.1341-1343 (1995)
8. Тетельман М.Г., Анизотропный ферромагнетик Гейзенберга для тонкой пленки. // *ЖЭТФ* **98**(3) с. 1003-1010 (1990).
9. Pescia D., Pokrovsky V.L., Perpendicular versus in-plane magnetization in a 2D Heisenberg monolayer at finite temperature. // *Phys. Rev. Lett.* **65**(20) p.2599-2601 (1990)
10. Berkowitz A.E., Mitchell J.R., Carey M.J. et. al., Giant magnetoresistance in heterogeneous Cu-Co alloys // *Phys. Rev. Lett.* **68** p.3745 (1992)
11. Гусев С.А., Короткова Н.А., Розенштейн Д.Б., Фраерман А.А., Шенгуров В.Г., Получение и исследование ферромагнитных нитей в матрице из пористого кремния. // *Письма в ЖТФ* **20**(11) с.50-53 (1994)
12. Gusev S.A., Korotkova N.A., Rozenstein D.B., Fraerman A.A., Ferromagnetic filaments fabrication in porous Si matrix. // *J. Appl. Phys.* **76**(10) p.6671-6672 (1994)
13. Гусев С.А., Мазо Л.А., Нефедов И.М., Ноздрин Ю.Н., Сапожников М.В., Суходоев Л.В., Фраерман А.А., Коллективные эффекты при намагничивании двумерных решеток наночастиц // *Письма в ЖЭТФ* **68**(5-6) с.475-479 (1998)
14. А.А.Фраерман, С.А. Гусев, Ю.Н.Ноздрин, М.В. Сапожников, И.М. Нефедов, И.А.Шерешевский, Л.В.Суходоев, И.Р.Каретникова, Rectangular lattices of permalloy

nanoparticles: Interplay of single-particle magnetization and interparticle interaction, 65, 064424-1 - 064424-5, Physical Review; B, 2002.

15. А.А.Фраерман, М.В.Сапожников, И.М. Нефедов, И.А.Шерешевский, И.Р.Каретникова, Numerical simulation of the dipole interaction effects in the lattices of ferromagnetic particles, The Physics of Metals and Metallography, v.92, suppl.1, p. S226-S230, 2001.

16. А.А.Фраерман, С.А.Гусев, Ю.Н.Ноздрин, М.В.Сапожников, Коллективные эффекты в искусственных двумерных решетках ферромагнитных наночастиц, УФН, 2000, т.170, N3, с.331

17. A.A.Fraerman, S.A.Gusev, Y.N.Nozdrin et.al., Magnetization curves for 2D rectangular lattices of permalloy nanoparticles: experimental investigation and numerical simulation, J. Phys.: Condens. Matter, 13, 683 (2001)

18. А.А.Фраерман, М.В. Сапожников, Hysteresis model with dipole interaction: Devil's staircase like shape of the magnetization curve, Physical Review; B, 65, 184433 - 1 - 184433-8, 2002.

19. Bak P., Bruinsma R., The one-dimensional Ising model and the complete devil staircase, Phys.Rev.Lett., 49(4), p.249-252 (1982)

20. A.A.Fraerman, L.Belova, B.A.Gribkov, S.A.Gusev, A.Yu.Klimov, V.L.Mironov, D.S.Nikitushkin, G.L.Pakhomov, K.V.Rao, V.B.Shevtsov, M.A.Silaev, S.N.Vdovichev - Magnetic force microscopy to determine vorticity direction in elliptical Co nanoparticles // Physics of Low – Dimensional Structures, 2004, № 1/2, p. 35-40.

21. A.A.Fraerman, B.A.Gribkov, S.A.Gusev, A.Yu.Klimov, V.L.Mironov, D.S.Nikitushkin, V.V.Rogov, S.N.Vdovichev, B.Hjorvarsson, H.Zabel – Magnetic force microscopy of helical states in multilayer nanomagnets. // J. Appl. Phys. V. 103, 073916 1-4, (2008).

22. V.L.Mironov, O.L.Ermolaeva, S.A.Gusev, A.Yu.Klimov, V.V.Rogov, B.A.Gribkov, O.G.Udalov, A.A.Fraerman, R.Marsh, C.Checkley, R.Shaikhaidarov, and V.T.Petrashov - Antivortex state in crosslike nanomagnets // Physical Review B, **81**, 094436 1-5 (2010).

23. В.Л.Миронов, О.Л.Ермолаева, А.А.Фраерман - Влияние поля зонда магнитно-силового микроскопа на распределение намагниченности в исследуемых образцах // Известия РАН, серия физическая, т. 72, № 11, с. 1558-1561 (2008).

24. В.Л.Миронов, О.Л.Ермолаева - Взаимодействие магнитного вихря с полем зонда магнитно-силового микроскопа // Поверхность, № 8, с. 37-41, (2007).

25. A.A.Fraerman, B.A.Gribkov, S.A.Gusev, V.L.Mironov, N.I.Polushkin, S.N.Vdovichev - Observation of MFM tip induced remagnetization effects in elliptical ferromagnetic nanoparticles // Physics of Low – Dimensional Structures, 2004, № 1/2, p. 117-122.

26. J.Chang, V.L.Mironov, B.A.Gribkov, A.A.Fraerman, S.A.Gusev, S.N.Vdovichev - Magnetic state control of ferromagnetic nanodots by magnetic force microscopy probe // Journal of Applied Physics, 100, 104304-1-7 (2006).
27. V.L.Mironov, B.A.Gribkov, A.A.Fraerman, S.A.Gusev, S.N.Vdovichev, I.R.Karetnikova, I.M.Nefedov, I.A.Shereshevsky - MFM probe control of magnetic vortex chirality in elliptical Co nanoparticles // Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 312, 153-157 (2007).
28. V.L.Mironov, B.A.Gribkov, S.N.Vdovichev, S.A.Gusev, A.A.Fraerman, O.L.Ermolaeva, A.B.Shubin, A.M.Alexeev, P.A.Zhdan and C.Binns – “Magnetic force microscope tip induced remagnetization of CoPt nanodiscs with perpendicular anisotropy” // Journal of Applied Physics, **106**, 053911 1-8 (2009).
29. В.Л.Миронов, А.А.Фраерман, Б.А.Грибков, О.Л.Ермолаева, А.Ю.Климов, С.А.Гусев, И.М.Нефедов, И.А.Шерешевский - Управление магнитным состоянием массивов ферромагнитных наночастиц с помощью неоднородного поля зонда магнитно-силового микроскопа // Физика металлов и металловедение, 110, (7), 708-734 (2010).
30. В.Л.Миронов, А.А.Фраерман, Б.А.Грибков, О.Л.Ермолаева, С.А.Гусев, С.Н.Вдовичев - Перемагничивание эллиптических нанодисков Co/Si/Co полем зонда магнитно-силового микроскопа // Физика твердого тела, 52, № 11, с. 2153-2158 (2010).
31. A.Yu.Aladyshkin, S.A.Gusev, A.Yu.Klimov, Yu.N.Nozdrin, G.L.Pakhomov, V.V.Rogov, A.A.Fraerman, S.N.Vdovichev, Influence of ferromagnetic nanoparticles on the critical current of short Josephson junction, JMMM, **258-259**, 406-408, 2003
32. А. Бароне, Дж.Патерно. Эффект Джозефсона: физика и применения. Изд-во “Мир”, 1984.