

**Received:** 31.05.2018

**Revised:** 25.06.2018

**Accepted:** 20.07.2018

**DOI:** 10.17804/2410-9908.2018.4.006-013

**EFFECT OF HEAT TREATMENT ON THE PHASE COMPOSITION  
AND MAGNETIC PROPERTIES OF SINGLE-LAYER  
NANOSTRUCTURES (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>0.6</sub>Mn<sub>0.4</sub>**

I. V. Blinov

*M.N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,  
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620108, Russian Federation*

 <http://orcid.org/0000-0002-4126-9351>;  [blinov@imp.uran.ru](mailto:blinov@imp.uran.ru)

Corresponding author. E-mail: [blinov@imp.uran.ru](mailto:blinov@imp.uran.ru)

Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620108, Russian Federation  
Tel.: +7 (343) 378 35 92

The influence of heat treatment on the phase composition and magnetic properties of single-layer Ni-Fe-Mn films are investigated. Samples of (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>60</sub>Mn<sub>40</sub>(50nm)/Ta (5nm) were prepared by direct current magnetron sputtering on glass substrates. It is shown that annealing leads to a phase separation of the fcc solid solution of Ni-Fe-Mn on permalloy and manganese. In annealed samples, when the sample is cooled in a magnetic field, unidirectional anisotropy is formed due to the exchange interaction of the ferromagnetic regions of Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub> and the antiferromagnetic regions of Mn. The exchange bias of the magnetic hysteresis loop is  $H_{ex} = 317$  Oe.

**Keywords:** phase separation, Ni-Fe-Mn alloy, permalloy, manganese, unidirectional anisotropy.

**Acknowledgment**

*The work was done within the frame of the state assignment on the subject "Spin", No. AAAA-A18-118020290104-2, and project No. 18-10-2-37 of the UB RAS Program. Magnetic measurements were made on the equipment of the magnetic measurement department of the Test Center of Nanotechnologies and Advanced Materials collective use center; X-ray studies were conducted in the X-ray analysis department of the TC NAM collective use center.*

**References**

1. Ennen I., Kappe D., Rempel T., Glenske C., Hütten A. Giant Magnetoresistance: Basic Concepts, Microstructure, Magnetic Interactions and Applications. Sensors, 2016, vol.16, no. 6, pp. 904. DOI: 10.3390/s16060904.
2. Freitas P.P., Ferreira R., Cardoso S., Cardoso F. Magnetoresistive sensors. J. Phys.: Condens. Matt., 2007, vol. 19, no. 16, pp. 165221-1–21. DOI: 10.1088/0953-8984/19/16/165221.
3. Coehoorn R. Giant Magnetoresistance and Magnetic Interactions in Exchange-Biased Spin-Valves // Handbook of magnetic materials / ed. by K. H. J. Buschow. – Amsterdam : Elsevier B.V., 2003. – Vol. 15. – P. 1–199.
4. Nogues J., Schuller I. K. J. Magn. Magn. Mat., 1999, vol.192, pp. 203–232. DOI: 10.1016/S0304-8853(98)00266-2.
5. Men'shikov A.Z., Kazantsev V.A., Kuz'min N.N. Amorphous magnetism in iron-nickel manganese alloys. Pis'ma v JETP, 1976, vol. 23, no. 1, pp. 6–10. (In Russian)

6. Blinov I.V., Krinitsyna T.P., Korolev A.V., Matveev S.A., Arkhipova N.K., Milyaev M.A., Popov V.V., Ustinov V.V. Formation of Ordered NiFeMn Antiferromagnetic Phase in Permalloy/Manganese Bilayers in the Course of Thermomagnetic Treatment. *Physics of Metals and Metallography*, 2014, vol. 115, pp. 335–341. DOI: 10.1134/S0031918X14040036.
7. Blinov I.V., Krinitsina T.P., Milyaev M.A., Popov V.V., Ustinov V.V. Unidirectional Anisotropy In Nanostructures With Antiferromagnetic NiFeMn Layer. *Sol. Stat. Phenomena*, 2015, vol. 233–234, pp. 517–521. DOI: 10.4028/www.scientific.net/SSP.233-234.517.
8. Yoon C.S., Kim S.J., Kim C.R. Structure and magnetic properties of termally annealed (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>1-x</sub>Mn<sub>x</sub> thin films. *J. Appl. Phys.*, 2003, vol. 94, no. 1, pp. 539–543. DOI: 10.1063/1.1583151.
9. Kim S.J., Lim D.H., Kim Suk Jun, Chong S., Yoon C.S., and Chang K. Magnetic properties of Phase-Separated (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>1-x</sub>Mn<sub>x</sub> Thin Magnetic Films. *IEEE Trans. Magn.*, 2003, vol. 39, no. 5, pp. 2690–2692. DOI: 10.1109/TMAG.2003.815561.
10. Peng Xilin, Morrone Augusto, Nikolaev Konstantin, Kief Mark, Ostrowski Mark. Effect of material selection and background impurity on interface property and resulted CIP-GMR performance. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2009, vol. 321, pp. 2902–2910. DOI: 10.1016/j.jmmm.2009.04.047.

Подана в журнал: 31.05.2018  
УДК 669.1'24'74:539.216.2:537.621  
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.4.006-013

## ВЛИЯНИЕ ТЕРМООБРАБОТКИ НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ОДНОСЛОЙНЫХ НАНОСТРУКТУР $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{0,6}\text{Mn}_{0,4}$

И. В. Блинов

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,  
ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, Российская Федерация*

 <http://orcid.org/0000-0002-4126-9351>;  [blinov@imp.uran.ru](mailto:blinov@imp.uran.ru)

Ответственный автор. Электронная почта: [blinov@imp.uran.ru](mailto:blinov@imp.uran.ru)  
Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, 620108, Екатеринбург, Российская Федерация  
Тел.: +7 (343) 378-35-92

В работе исследовано влияние термообработки на фазовый состав и магнитные свойства однослойных пленок Ni-Fe-Mn. Образцы  $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Mn}_{40}(50\text{нм})/\text{Ta}(5\text{нм})$  были приготовлены магнетронным напылением на постоянном токе на стеклянные подложки. Показано, что отжиг приводит к распаду ГЦК твердого раствора Ni-Fe-Mn на пермаллой ( $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ ) и марганец. В отожженных образцах при охлаждении образца в магнитном поле формируется однонаправленная анизотропия, обусловленная обменным взаимодействием ферромагнитных областей  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  и антиферромагнитных областей Mn. Смещение петли магнитного гистерезиса составляет  $H_{\text{ex}} = 317$  Э.

**Ключевые слова:** фазовый распад, сплав Ni-Fe-Mn, пермаллой, марганец, однонаправленная анизотропия.

### 1. Введение

Эффект обменного смещения или однонаправленная анизотропия, возникающая за счет обменного взаимодействия на интерфейсе между ферромагнитными (ФМ) и антиферромагнитными (АФ) материалами, привлекает внимание исследователей как в плане решения фундаментальных вопросов взаимодействия в тонкопленочных объектах, так и в плане возможного практического применения. В последние десятилетия тонкие антиферромагнитные пленки обширно исследуются из-за их высокого потенциала для создания устройств, широко используемых в различных технических приложениях, таких как датчики магнитного поля, магнитная память и другие [1]. Антиферромагнитные материалы, включающие марганец, являются основой для приготовления систем с обменным смещением [2, 3]. За последнее время исследовано достаточно много металлических антиферромагнитных материалов, демонстрирующих в контакте с ФМ эффект однонаправленной анизотропии. Большинство из них – двойные сплавы, содержащие марганец как основной элемент (FeMn, IrMn, CrMn, NiMn, PtMn) [4]. В свою очередь малоисследованные тройные сплавы металлической системы Ni-Fe-Mn также могут быть использованы для формирования обменного смещения в ФМ-материалах, поскольку объемная фазовая диаграмма показывает, что неупорядоченные твердые растворы в системе Ni-Fe-Mn с определенной концентрацией компонентов являются антиферромагнетиками [5].

Ранее было показано, что на основе неупорядоченного тройного АФ-сплава Ni-Fe-Mn возможно создание сред с внутренним магнитным смещением [6]. Также установлено, что в системе Ni-Fe-Mn возможно образование упорядоченной АФ фазы Ni-Fe-Mn, которая харак-

теризуется высокими значениями температуры блокировки и полем обменного смещения, по сравнению с тройными сплавами Ni-Fe-Mn. Данная упорядоченная фаза была получена при помощи термомагнитной обработки двухслойных пленок, содержащих слои пермаллоя и марганца [7]. Авторы работ [8, 9] пытались получить эту фазу путем отжига однослойных пленок состава  $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{1-x}\text{Mn}_x$  при концентрации марганца в диапазоне (5–60) ат. %. Однако при отжиге образцов происходил фазовый распад сплава Ni-Fe-Mn на марганец и пермаллой. Таким образом, в отожженных пленках  $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{1-x}\text{Mn}_x$  можно ожидать возникновение однонаправленной анизотропии, однако такие исследования не были выполнены.

Цель настоящей работы состоит в исследовании влияния термообработки на фазовый состав и магнитные свойства однослойных пленок  $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{0,6}\text{Mn}_{0,4}$ . Согласно [5] состав этого тройного сплава соответствует области упорядоченной фазы NiMn.

## 2. Образцы и методика эксперимента

Образцы стекло/ $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Mn}_{40}$ (50нм)/Ta(5нм) были приготовлены магнетронным напылением на модернизированной установке УИПН-2 на стеклянные подложки (Corning) при комнатной температуре. Толщина пленок контролировалась по известному времени напыления. Полученные образцы были подвергнуты термообработке при давлении  $P = 10^{-5}$  Па при температурах 300 °С; 400 °С и 500 °С в течение 3 ч. Исследование структуры поверхности образцов проводилось с помощью сканирующего мультимикроскопа СММ 2000, работающего в режиме атомно-силового микроскопа (АСМ). Исследование фазового состава образцов проводилось методом рентгеновской дифракции. Измерения выполнялись на рентгеновском дифрактометре ДРОН-6 в излучении  $\text{CrK}_\alpha$ . Магнитные измерения были выполнены на СКВИД-магнитометре MPMS-5XL (Quantum Design). Коэрцитивная сила  $H_c$  и поле смещения  $H_{ex}$  определялись из петель гистерезиса как половина ширины петли и сдвиг центра петли гистерезиса относительно нуля по оси магнитного поля.

## 3. Результаты и обсуждение

Для исследования возможности образования упорядоченной АФ-фазы, образцы  $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Mn}_{40}$  были подвергнуты термообработке в интервале температур 300–500 °С в течение 3 ч. Оказалось, что начиная с температуры отжига  $T_{отж} = 300$  °С в исследуемых образцах происходит распад гомогенного твердого раствора  $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Mn}_{40}$  на ФМ-области, содержащие пермаллой  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ , и АФ-области высокой концентрацией марганца. На рис. 1 показаны рентгеновские дифрактограммы образца стекло/ $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Mn}_{40}$ (50нм)/Ta(5нм) до (а) и после термообработки при  $T_{отж} = 400$  °С в течение 3 ч (б).

Анализ дифрактограмм показал, что до термообработки на дифрактограмме присутствуют только рефлексы, соответствующие твердому раствору Ni-Fe-Mn: (111), (200), имеющему ГЦК-структуру с параметром кристаллической решетки  $a = 0,368$  нм.

После отжига возникают новые структурные пики, соответствующие пермаллою  $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})$ : (111), (200), – и  $\alpha$ -Mn: (330), (332), (431). Параметр кристаллической решетки  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ , определенный из дифрактограммы, равен  $a = 0,354$  нм и согласуется с данными работы [10]. После напыления образцы характеризуются малым значением шероховатости поверхности ( $R_{rms}$ ) = 0,9 нм (рис. 2 а). С ростом температуры отжига происходят значительные изменения рельефа поверхности пленки. Это иллюстрирует рис. 2 б. После термообработки при температуре 400 °С – 3 ч увеличение шероховатости до ( $R_{rms}$ ) = 2,5 нм сопровождается изменениями рельефа поверхности. На отдельных участках пленки образуются кристаллиты со средними размерами 300–500 нм. Такие изменения могут быть вызваны процессами рекристаллизации под воздействием отжига, релаксации дефектов структуры на поверхности образца и фазовым распадом.

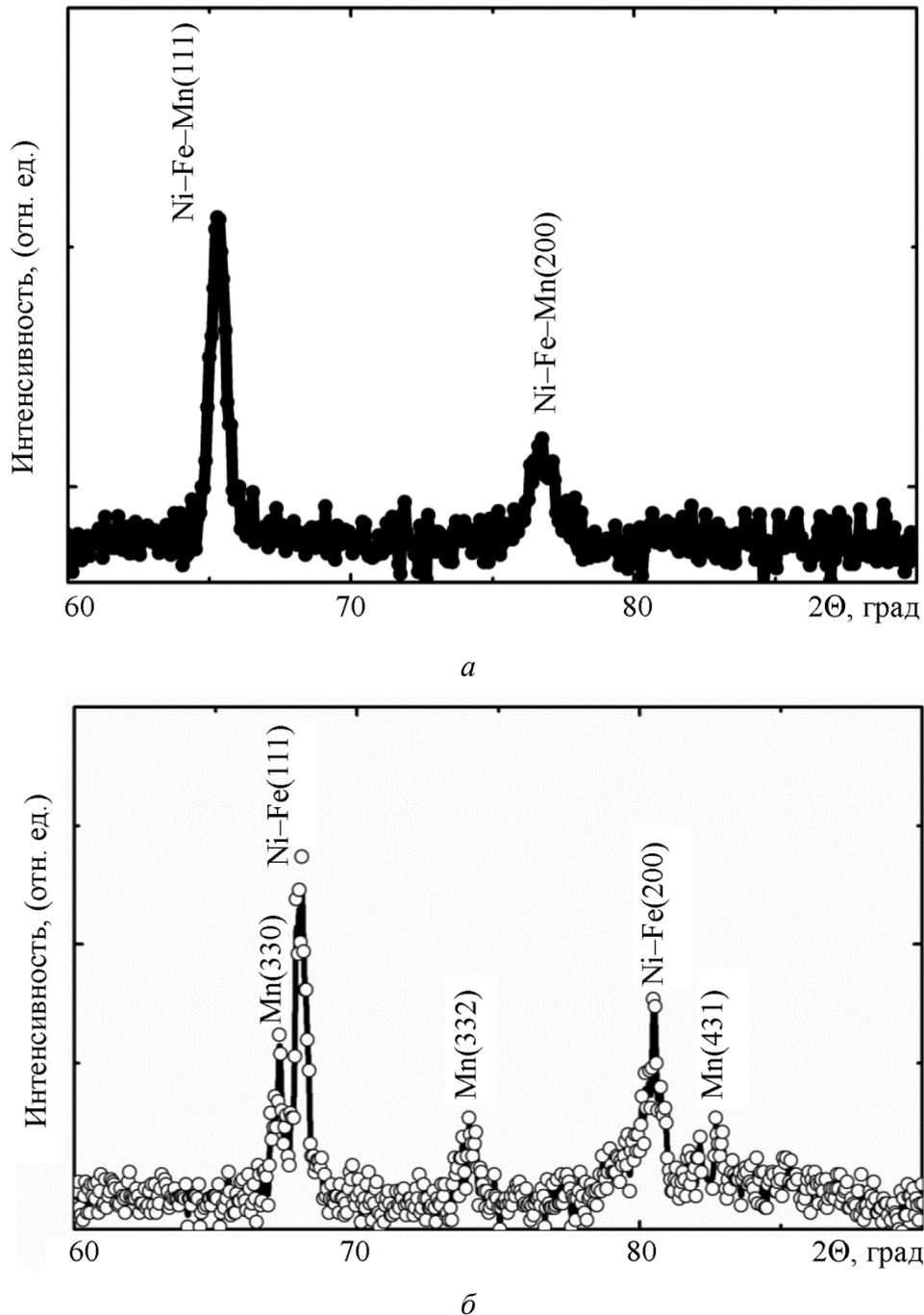


Рис. 1. Рентгеновские диффрактограммы образца стекло/ $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Mn}_{40}$ (50нм)/Ta(5нм) до (а) и после (б) термомагнитной обработки при  $T_{\text{отж}} = 400\text{ }^{\circ}\text{C} - 3\text{ ч}$ . Излучение  $\text{CrK}\alpha$ .

Магнитные измерения показали, что магнитный момент образца после напыления близок к нулю. Согласно [5] сплав  $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Mn}_{40}$  находится в АФ-состоянии. Отжиг образца приводит к возникновению магнитного момента и появлению петли магнитного гистерезиса с коэрцитивной силой  $H_c = 50\text{ Э}$  (рис. 3). Таким образом, структурные данные, свидетельствующие о формировании фазы  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  при отжиге, подтверждаются данными магнитных измерений. Высокое значение коэрцитивной силы после отжига, по-видимому, обусловлены неоднородностью по составу ФМ-материала, приводящей к неоднородности магнитных характеристик. Эта неоднородность может быть обусловлена образованием ФМ-областей с различной концентрацией марганца при фазовом распаде сплава  $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Mn}_{40}$ .

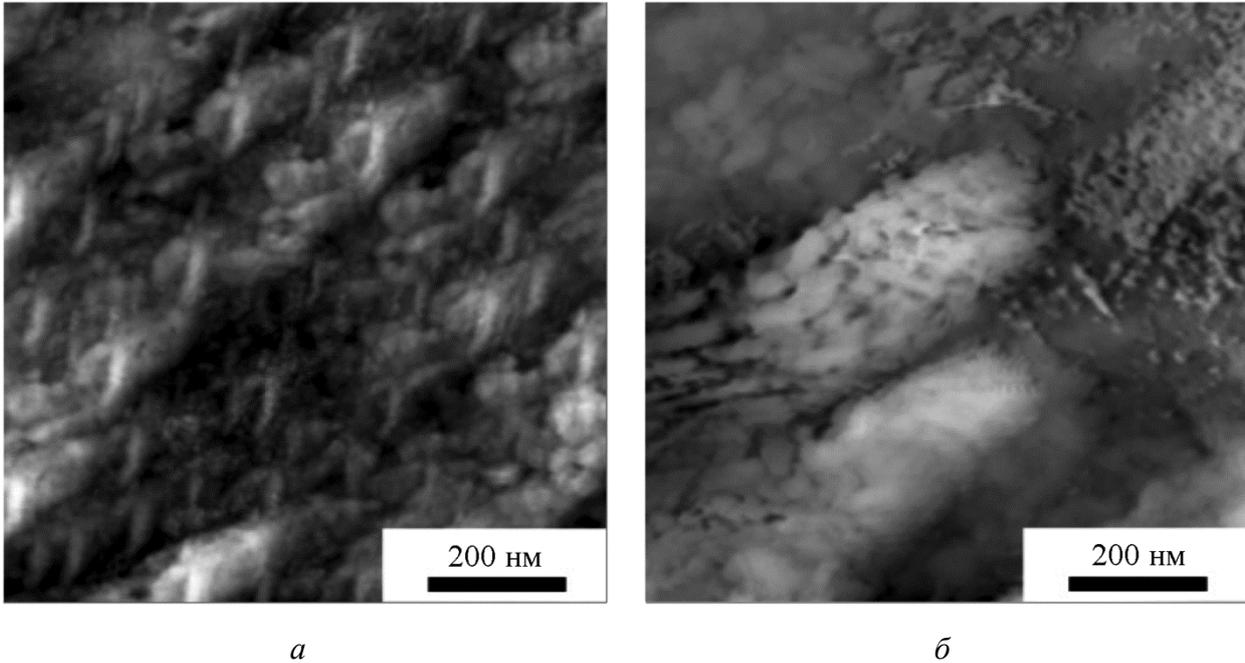


Рис. 2. АСМ-изображения поверхности образца (а) до и (б) после отжига 400 °С – 3 ч

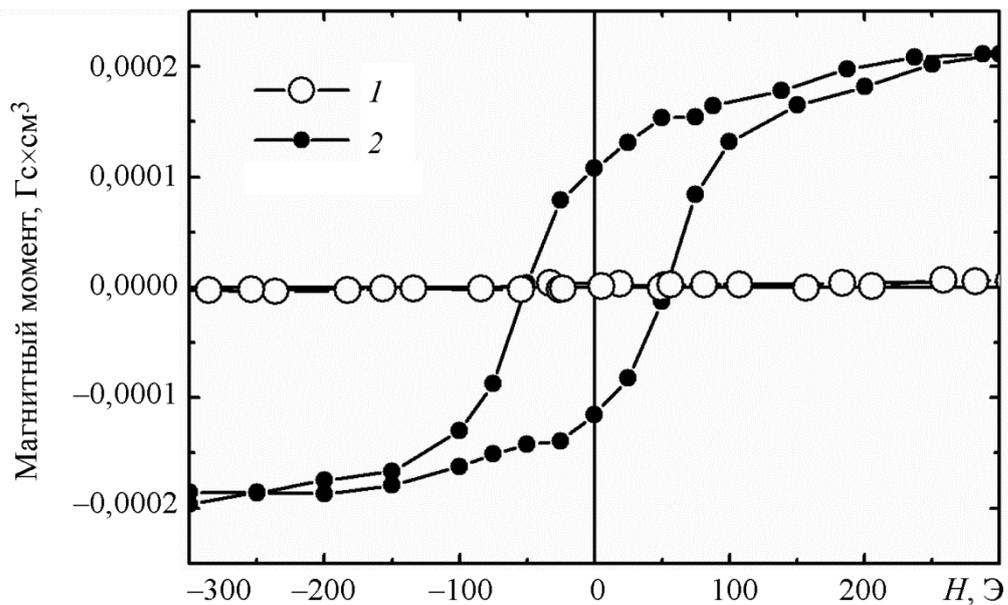


Рис. 3. Петли магнитного гистерезиса образца стекло/(Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>60</sub>Mn<sub>40</sub>(50нм)/Ta(5нм) после напыления (1) и после отжига при T<sub>отж</sub>= 400 °С (2)

На рис. 4 изображены петли магнитного гистерезиса отожженного образца после охлаждения в магнитном поле 50 кЭ до 120 К (1); до 10 К (2).

Скорость охлаждения составляла 3,5 К/мин. Как видно из рис. 4, при охлаждении пленки в магнитном поле до 10 К в образце формируется однонаправленная анизотропия. Коэрцитивная сила возрастает до  $H_c = 1050$  Э и происходит смещение петли магнитного гистерезиса на величину  $H_{cx} = 317$  Э. Это обусловлено обменным взаимодействием ферромагнитных областей Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub> и антиферромагнитных областей Mn. Смещение петли гистерезиса происходит только при охлаждении до 10 К, т. е. ниже температуры Нееля ( $T_N = 90$  К) [4].

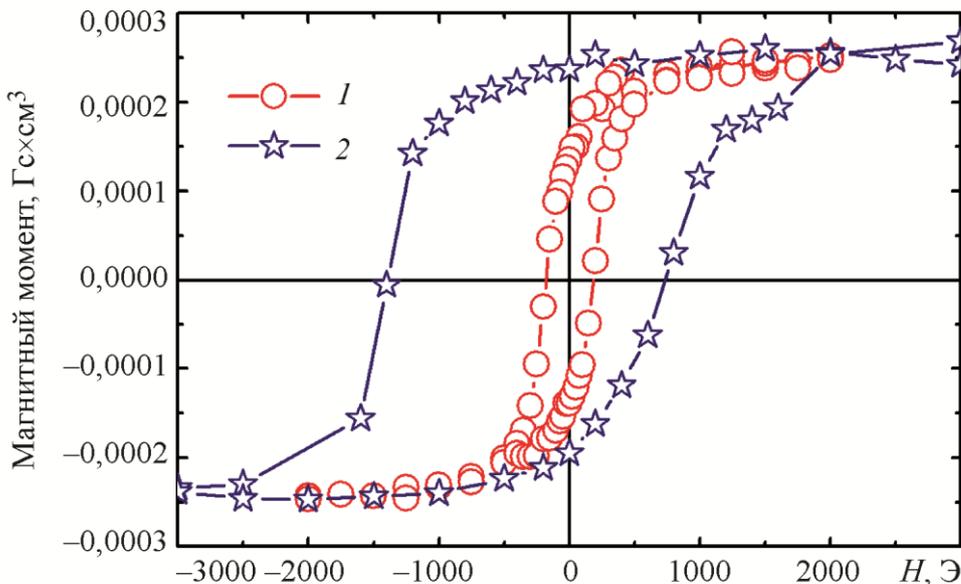


Рис. 4. Петли магнитного гистерезиса образца стекло/ $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Mn}_{40}(50\text{nm})/\text{Ta}(5\text{nm})$  после термообработки при  $T_{\text{отж}} = 400\text{ }^{\circ}\text{C} - 3\text{ ч}$ . Охлаждение в магнитном поле 50 кЭ до (1) 120 К, (2) 10 К

#### 4. Заключение

Проведенные исследования однослойных пленок, приготовленных из сплава  $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Mn}_4$ , показали, что при термообработке выше  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  образования упорядоченной антиферромагнитной фазы Ni-Fe-Mn не происходит, а происходит распад на две фазы – марганец и пермаллой. При этом в образцах формируется однонаправленная анизотропия, обусловленная обменным взаимодействием ФМ-областей, содержащих  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ , и АФ-областей Mn.

#### Благодарность

*Работа выполнена в рамках государственного задания по теме «Спин» №АААА-А18-118020290104-2 и проекту №18-10-2-37 Программы УрО РАН. Магнитные измерения выполнены на оборудовании ОМИ ЦКП ИЦ НПМ, рентгенографические исследования выполнены в ОРА ЦКП ИЦ НПМ.*

#### Список литературы

1. Giant Magnetoresistance: Basic Concepts, Microstructure, Magnetic Interactions and Applications / I. Ennen, D. Kappe, T. Rempel, C. Glenske, A. Hütten // Sensors. – 2016. Vol. 16, no. 6. – P. 904. – DOI: 10.3390/s16060904.
2. Magnetoresistive sensors / P. P. Freitas, R. Ferreira, S. Cardoso, F. Cardoso // J. Phys.: Condens. Matt. – 2007. – Vol.19, no. 16. – P. 165221-1–21. – DOI: 10.1088/0953-8984/19/16/165221.
3. Coehoorn R. Giant Magnetoresistance and Magnetic Interactions in Exchange-Biased Spin-Valves // Handbook of magnetic materials / edited by K. H. J. Buschow. – Vol. 15. – Amsterdam : Elsevier B.V., 2003. – P. 1–199.
4. Nogues J., Schuller I. K. Exchange bias // J. Magn. Magn. Mat. – 1999. – Vol.192. – P. 203–232. – DOI: 10.1016/S0304-8853(98)00266-2.
5. Меньшиков А. З., Казанцев В. А., Кузьмин Н. Н. Аморфный магнетизм в железоникельмарганцевых сплавах // Письма в ЖЭТФ. – 1976. – Т. 23, № 1. – С. 6–10.

6. Unidirectional Anisotropy In Nanostructures With Antiferromagnetic NiFeMn Layer / I. V. Blinov, T. P. Krinitsina, M. A. Milyaev, V. V. Popov, V. V. Ustinov // Sol. Stat. Phenomena. – 2015. – Vol. 233–234. – P. 517–521. – DOI: 10.4028/www.scientific.net/SSP.233-234.517.
7. Formation of Ordered NiFeMn Antiferromagnetic Phase in Permalloy/Manganese Bilayers in the Course of Thermomagnetic Treatment / I. V. Blinov, T. P. Krinitsyna, A. V. Korolev, S. A. Matveev, N. K. Arkhipova, M. A. Milyaev, V. V. Popov, V. V. Ustinov // Physics of Metals and Metallography. – 2014. – Vol. 115. – P. 335–341. – DOI: 10.1134/S0031918X14040036.
8. Yoon C. S., Kim S. J., Kim C. R. Structure and magnetic properties of termally annealed (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>1-x</sub>Mn<sub>x</sub> thin films // J. Appl. Phys. – 2003. – Vol. 94. – No. 1. – P. 539–543. – DOI: 10.1063/1.1583151.
9. Magnetic properties of Phase-Separated (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>1-x</sub>Mn<sub>x</sub> Thin Magnetic Films / S. J. Kim, D. H. Lim, Suk Jun Kim, S. Chong, C. S. Yoon, and K. Chang // IEEE Trans. Magn. – 2003. – Vol. 39, no. 5. – P. 2690–2692. – DOI: 10.1109/TMAG.2003.815561.
10. Effect of material selection and background impurity on interface property and resulted CIP-GMR performance / Xilin Peng, Augusto Morrone, Konstantin Nikolaev, Mark Kief, Mark Ostrowski // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2009. – Vol. 321 – P. 2902–2910. – DOI: 10.1016/j.jmmm.2009.04.047.