

ОРИЕНТАЦИОННЫЕ СООТНОШЕНИЯ И ФЕРРОМАГНЕТИЗМ ПРИ ТРАНСФОРМАЦИИ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЕТКИ ЛАЗЕРНЫХ КОНДЕНСАТОВ Ni

А.Г. Багмут, В.М. Косевич, И.Г. Шипкова, В.А. Жучков, Е.Е. Олейник

*Национальный технический университет “Харьковский политехнический институт”
Украина*

Поступила в редакцию 10.12.2008

Исследованы структурно-фазовые состояния и изменение магнитных свойств при рекристаллизации тонкопленочных лазерных конденсатов никеля. Для двух случаев эпитаксиального роста пленок с кристаллической решеткой ГПУ (фаза α -Ni) и с кристаллической решеткой ГЦК (фаза β -Ni) установлены ориентационные соотношения пленка – подложка (001) KCl. Определены ориентационные соотношения между фазами α -Ni и β -Ni, выполняющиеся в процессе полиморфного превращения при отжиге пленок. Показано, что в результате полиморфного превращения происходит изменение магнитных характеристик. Пленки приобретают магнитный момент, а при перемагничивании имеет место гистерезис.

ВВЕДЕНИЕ

Структура и свойства пленок никеля, для получения которых используются стационарные методы осаждения вещества, такие как термическое или электронно-лучевое испарение, в настоящее время исследованы достаточно полно [1, 2]. Развитие физических представлений о процессах структурообразования инициировало разработку и внедрение новых импульсных методов управляемого выращивания пленок. В этом случае вещество на подложке осаждается отдельными порциями из паро-плазменного потока, который образуется за счет распыления мишени пучком высокоэнергетичных ионов или фотонов. Метод импульсного лазерного осаждения (ИЛО) вещества в настоящее время широко используется для создания пленок и покрытий различного функционального назначения.

В последнее время резко возрос интерес к наночастицам Ni в связи с их магнитными, электрофизическими и каталитическими свойствами. Наноструктуры с ГПУ решеткой наблюдали при гетероэпитаксиальном росте Ni на (001) поверхности MgO [3]. С увеличением латерального размера островков выше ~5 нм (при толщине ~2,5 нм) происходила трансформация решетки ГПУ в “нормальную” ГЦК решетку по мартенситному механизму. Наночастицы Ni как с ГПУ, так и с ГЦК решетками получали методами сложных технологических циклов осаждения из раст-

воров и термического разложения никелевых органо-металлических прекурсоров [4, 5]. Магнитные свойства наночастиц Ni с ГПУ и с ГЦК решетками соответствовали как парамагнитным, так и ферромагнитным состояниям. Пленки Ni как с ГПУ, так и с ГЦК решетками методом ИЛО были получены в [6, 7], причем ферромагнитными свойствами обладали только пленки никеля со структурой ГЦК.

Цель данной работы состоит в следующем.

1. Провести электронно-микроскопическое исследование влияния температуры подложки T_s и отжига на структуру и фазовый состав лазерных конденсатов никеля.

2. Изучить ориентационные соотношения в процессе структурно-фазовых трансформаций и изменение магнитных характеристик пленок при отжиге.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Пленки получали методом импульсного лазерного осаждения на подложке паро-плазменного потока Ni. Подробности метода ИЛО изложены в [8, 9]. Мишень, изготовленную из никеля высокой чистоты, распыляли импульсами наносекундной длительности излучения лазера на АИГ: Nd³⁺ (длина волны 1,06 мкм) в режиме модулированной добротности. Частота следования импульсов $\nu = 25$ Гц. Продукты лазерной эрозии конденсировали на ориентирующих подложках из монокристаллов KCl, расколотых по плос-

костям спайности (001). Пленки отделяли в дистиллированной воде и переносили на предметные сетки для электронно-микроскопических исследований.

Температуру подложки T_s варьировали в интервале 290 – 700 К. Давление остаточных газов в испарительной камере $P \approx 10^{-5}$ мм. рт. ст. Структурные превращения в пленках инициировали двумя способами. В первом случае использовали пост конденсационный отжиг образцов в вакууме без отделения пленки от подложки. Во втором случае использовали так называемую методику “in situ”: пленку, отделенную от подложки, нагревали в колонне микроскопа ЭМ-100Л, используя специализированную приставку для нагрева объекта. В этом случае была возможность непрерывного наблюдения всех стадий структурного превращения.

Структурные исследования проводили методами электронографии и просвечивающей электронной микроскопии. Для съемки электронограмм и для определения ориентационных соотношений использовали электронный микроскоп ЭМ-100Л, работающий в режиме электронографа или микродифракции. Ориентацию пленки относительно подложки определяли по углу между дифракционным вектором \mathbf{g} на картине микродифракции и известным направлением в подложке, совпадающим с изображением края пленки (рис. 1). Дополнительный поворот, связанный с лоренцевым вращением изображения относительно картины микродифракции, компенсировали. Известным направлением в подложке служило направление $\langle 100 \rangle$ КСl. Его совпадение с изображением края пленки выполнялось автоматически при раскалывании подложки КСl с нанесенной пленкой Ni по плоскостям спайности (100) (рис. 1б, д).

Электронно-микроскопические изображения пленок анализировали в электронном микроскопе ПЭМ-100-01 в режиме светлого поля при увеличениях 120 – 200 тысяч крат. По данным электронно-микроскопических фотографий строили гистограммы, характеризующие распределение диаметров D зерен Ni, и средний размер зерна $\langle D \rangle$.

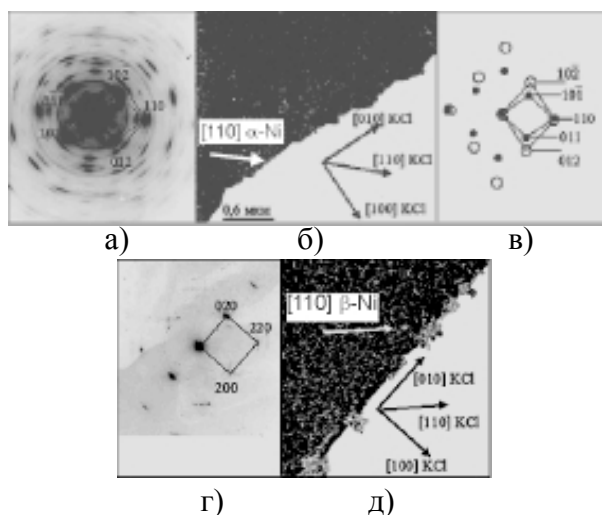


Рис. 1. Иллюстрация метода определения ориентационного соотношения между пленкой и подложкой: а) – картина микродифракции от пленки α -Ni (фаза ГПУ), осажденной на подложке (001) КСl при $T_s = 520$ К (контраст на фотографии инвертирован); б) – электронно-микроскопическое изображение этой пленки; в) – схема картины микродифракции. • – отражения, принадлежащие кристаллам α -Ni с осью зоны $[\bar{1}1\bar{1}]$; о – отражения, принадлежащие кристаллам α -Ni с осью зоны $[\bar{2}2\bar{1}]$; г) – картина микродифракции от пленки β -Ni (фаза ГЦК), осажденной на подложке (001) КСl при $T_s = 700$ К; д) – электронно-микроскопическое изображение этой пленки.

Магнитные характеристики пленок Ni непосредственно после осаждения и после отжига при температурах 670 – 700 К исследовали с помощью высокочувствительного вибрационного магнитометра. Петли гистерезиса пленок измеряли при комнатной температуре на образцах в форме квадрата площадью ~ 1 см² в полях до 1000 Э, приложенных в плоскости слоя в двух взаимно перпендикулярных направлениях. Средняя намагниченность насыщения I_s была определена путем сравнения сигналов эталонного и исследуемого образцов с заданными площадью и толщиной.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ СТРУКТУРА И ОРИЕНТАЦИОННЫЕ СООТНОШЕНИЯ ПЛЕНКА-ПОДЛОЖКА В ЛАЗЕРНЫХ КОНДЕНСАТАХ Ni

В зависимости от температуры подложки T_s метод ИЛО обеспечивал формирование следующих структурных состояний тонкопленочных лазерных конденсатов никеля (табл. 1).

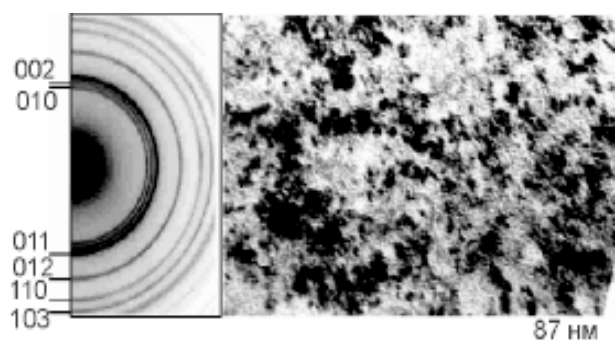
Таблица 1
Структура тонкопленочных лазерных конденсатов никеля

T_s, K	290	350	420	520	660	700
Фаза	Аморфная	α -Ni (ГПУ)	α -Ni (ГПУ)	α -Ni (ГПУ)	α -Ni (ГПУ)	β -Ni (ГЦК)

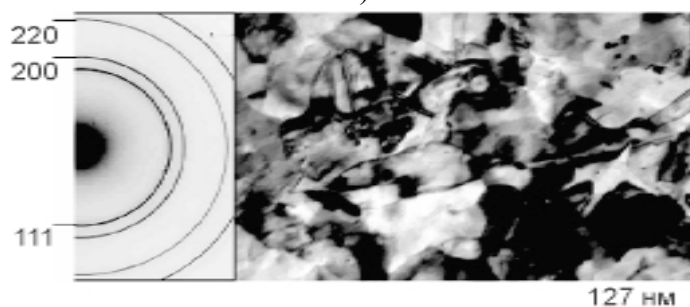
1. Пленки Ni в аморфном состоянии.
2. Пленки Ni с метастабильной ГПУ решеткой.
3. Пленки Ni со структурой ГЦК [6].

В данной работе исследовали только кристаллические пленки, осажденные при T_s от 290 до 700 К.

На рис. 2а приведены электронограмма и электронно-микроскопическое изображение поликристаллической пленки, осажденной при $T_s = 350$ К. Расшифровка электронограммы и сопоставление результатов с данными кристаллографических таблиц [10] позволило установить факт формирования низкотемпературной (метастабильной) фазы α -Ni со структурой ГПУ. На рис. 2б приведена гистограмма, отражающая распределение



а)

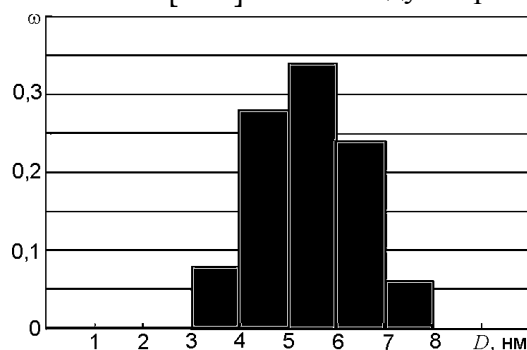


в)

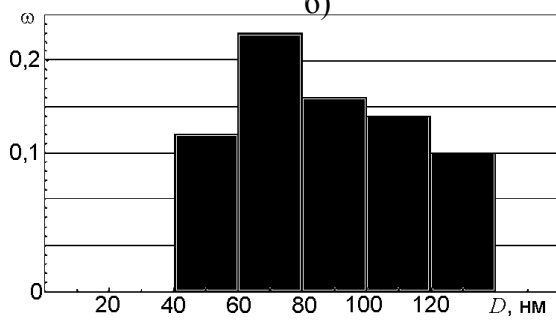
размеров зерен α -Ni. По оси абсцисс отложен диаметр зерна, а по оси ординат – относительная частота ω . Средний размер зерен $\langle D \rangle = 5,4$ нм.

Увеличение T_s выше 400 К инициирует повышение степени ориентированности пленок за счет двухпозиционного зарождения и роста зерен α -Ni. На рис. 1а, б приведены соответственно картина микродифракции и электронно-микроскопическое изображение пленки, осажденной на подложке (001) KCl при $T_s = 520$ К. Поворот изображения относительно картины микродифракции компенсирован. На основании сопоставления ориентации дифракционных векторов g на картине микродифракции с ориентацией кристаллографических направлений подложки KCl построена схема картины микродифракции (рис. 1в).

На этой схеме символом “•” обозначены отражения, принадлежащие кристаллам α -Ni с осью зоны $[\bar{1}1\bar{1}]$. Символом “o” обозначены отражения, принадлежащие кристаллам α -Ni с осью зоны $[\bar{1}1\bar{1}]$. Угол между направ-



б)



г)

Рис. 2. Фазовый переход ГПУ-ГЦК в пленках никеля, осажденных методом ИЛО на (001) KCl: а) – электронограмма и электронно-микроскопическое изображение пленки α -Ni со структурой ГПУ, осажденной при $T_s = 350$ К; б) – гистограмма, отражающая распределение размеров D зерен никеля, имеющих структуру ГПУ; в) – электронограмма и электронно-микроскопическое изображение пленки β -Ni со структурой ГЦК, полученной после отжига исходной пленки в вакууме на подложке при температуре $T_o = 700$ К в течение времени $\tau_o = 120$ мин; г) – гистограмма, отражающая распределение размеров D зерен никеля, имеющих структуру ГЦК.

лениями $[\bar{1}1\bar{1}]$ и $[\bar{2}2\bar{1}]$ составляет $18,1^\circ$. Отмеченные отражения соответствуют первой позиции зерен α -Ni. Вторая позиция получается из первой простым поворотом на 90° и на схеме не приведена.

Согласно рис. 1 для кристаллов α -Ni, соответствующих позиции 1 с осью зоны как $[\bar{1}1\bar{1}]$, так и $[\bar{2}2\bar{1}]$, дифракционный вектор $g = 110$ параллелен $[110]$ KCl. Отсюда вытекают следующие ориентационные соотношения между пленкой α -Ni и подложкой KCl. Для позиции 1:

$$(110)[\bar{1}1\bar{1}]\alpha\text{-Ni} // (110)[001]\text{KCl}, \quad (1a)$$

$$(110)[\bar{2}2\bar{1}]\alpha\text{-Ni} // (110)[001]\text{KCl}. \quad (1б)$$

Соотношения (1a) и (1б) выполняются для кристаллов, принадлежащих осям зон $[\bar{1}1\bar{1}]$ и $[\bar{2}2\bar{1}]$ соответственно. В первом случае поверхности подложки (001) KCl параллельна плоскость $(\bar{5}59)\alpha$ -Ni. Во втором – плоскость $(-10\ 10\ 9)\alpha$ -Ni.

Для позиции 2:

$$(110)[\bar{1}1\bar{1}]\alpha\text{-Ni} // (\bar{1}10)[001]\text{KCl}, \quad (2a)$$

$$(110)[\bar{2}2\bar{1}]\alpha\text{-Ni} // (\bar{1}10)[001]\text{KCl}. \quad (2б)$$

Соотношения (2a) и (2б) выполняются для кристаллов, принадлежащих осям зон $[\bar{1}1\bar{1}]$ и $[\bar{2}2\bar{1}]$ соответственно.

При $T_s \geq 700$ K формируются эпитаксиальные пленки β -Ni со структурой ГПУ. На рис. 3а приведены электронограмма и электронно-микроскопическое изображение ориентированной пленки, осажденной при $T_s = 700$ K. Расшифровка электронограммы и сопоставление результатов с данными кристаллографических таблиц [11] позволило установить факт формирования высокотемпературной (стабильной) фазы β -Ni со структурой ГЦК. На рис. 3б приведена гистограмма, отражающая распределение размеров зерен β -Ni. Средний размер зерен $\langle D \rangle = 86,4$ нм.

Согласно рис. 1г, д рост пленки β -Ni (при $T_s = 700$ K) происходит в параллельной ориентации относительно подложки KCl. Выполняется простое ориентационное соотношение:

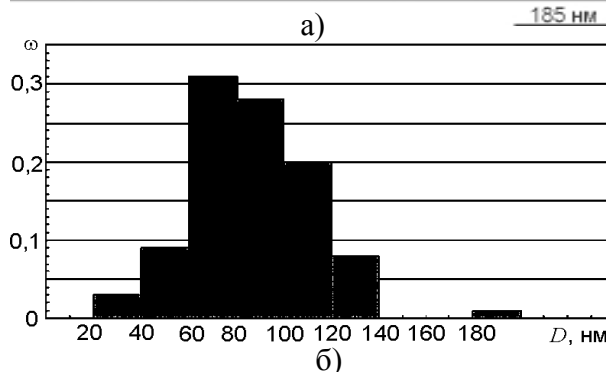
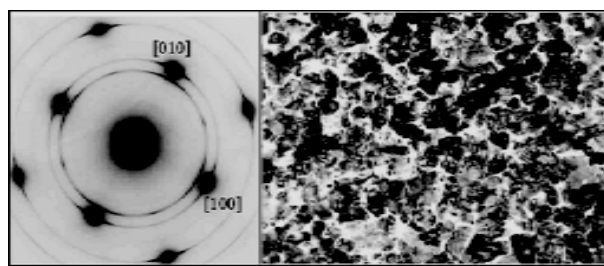


Рис. 3. а) – электронограмма и электронно-микроскопическое изображение пленки β -Ni со структурой ГЦК, осажденной при $T_s = 700$ K; б) – гистограмма, отражающая распределение диаметров D зерен никеля.

$$(001)[110]\beta\text{-Ni} // (001)[110]\text{KCl}. \quad (3)$$

В соответствии с (3) поверхность подложки (001) KCl параллельна плоскости (001) β -Ni.

ОРИЕНТАЦИОННЫЕ СООТНОШЕНИЯ ПРИ ГПУ-ГЦК ТРАНСФОРМАЦИИ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЕТКИ Ni

Отжиг пленок, как на подложке, так и в свободном состоянии инициирует фазовое превращение, при котором ГПУ решетка (α -Ni) трансформируется в решетку ГЦК (β -Ni). На рис. 2в, г представлен результат отжига поликристаллической пленки α -Ni. Отжиг проводили на подложке KCl в вакууме при температуре $T_o = 700$ K в течение времени $\tau_o = 120$ мин. В результате отжига пленка, оставаясь поликристаллической, претерпела фазовое превращение из состояния с кристаллической решеткой ГПУ в состояние с кристаллической решеткой ГЦК. При этом средний размер зерен $\langle D \rangle$ увеличился от 5,4 нм до 87,8 нм.

Отжиг в колонне микроскопа отделенных от подложки пленок α -Ni также инициирует фазовое превращение ГПУ \rightarrow ГЦК, однако заметного изменения $\langle D \rangle$ не происходит. На рис. 4а, б представлены результаты электро-

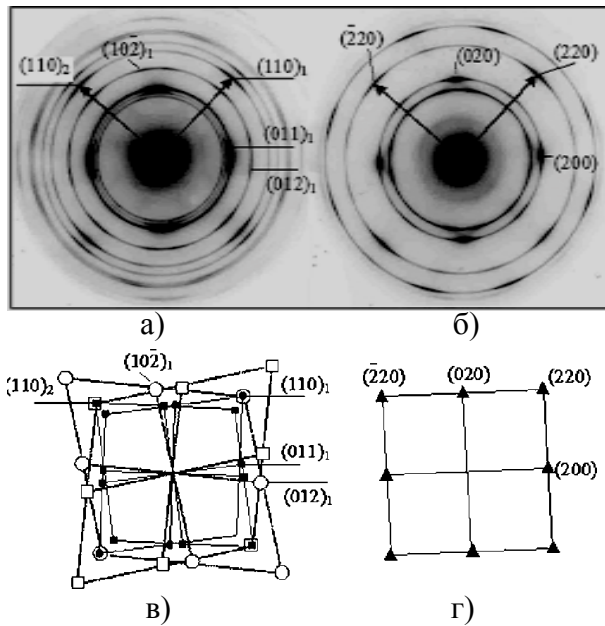


Рис. 4. Электронография “in situ” полиморфного превращения α -Ni (ГПУ) \rightarrow β -Ni (ГЦК) при изотермическом отжиге пленки: а) – электронограмма пленки Ni до отжига (ИЛО при $T_s = 420$ К); б) – электронограмма этой пленки после отжига ($T_o = 750$ К, $\tau_o = 40$ мин.); в) – схема электронограммы пленки Ni до отжига; г) – схема электронограммы пленки Ni после отжига;

• – рефлексы кристаллов α -Ni с осью зоны $[\bar{1} \ 1 \ \bar{1}]$ в позиции 1; \approx – рефлексы кристаллов α -Ni с осью зоны $[\bar{1} \ 1 \ \bar{1}]$ в позиции 2; о – рефлексы кристаллов α -Ni с осью зоны $[\bar{2} \ 2 \ \bar{1}]$ в позиции 1; € – рефлексы кристаллов α -Ni с осью зоны $[\bar{2} \ 2 \ \bar{1}]$ в позиции 2; Δ – рефлексы кристаллов β -Ni с осью зоны $[001]$.

нографического исследования “in situ” полиморфного превращения α -Ni (ГПУ) \rightarrow β -Ni (ГЦК) при изотермическом отжиге пленки ($T_o = 750$ К, $D_o = 40$ мин.). Исходная пленка α -Ni была получена методом ИЛО при $T_s = 420$ К. Она характеризуется частичным упорядочением относительно подложки в соответствии с соотношениями (1а, б) и (2а, б). Схема ее электронограммы представлена на рис. 4в. На этой схеме символом “•” обозначены отражения, принадлежащие кристаллам α -Ni с осью зоны $[\bar{1} \ 1 \ \bar{1}]$ в позиции 1. \approx – рефлексы кристаллов α -Ni с осью зоны $[\bar{1} \ 1 \ \bar{1}]$ в позиции 2, которая повернута в плоскости рисунка на 90° относительно позиции 1. о – рефлексы кристаллов α -Ni с осью зоны $[\bar{2} \ 2 \ \bar{1}]$ в позиции 1. € – рефлексы кристаллов α -Ni с осью зоны $[\bar{2} \ 2 \ \bar{1}]$ в позиции 2. Расшиф-

ровка электронограммы после отжига пленки (рис. 4б) и сопоставление результатов с данными кристаллографических таблиц [11] позволило установить факт формирования высокотемпературной (стабильной) фазы β -Ni со структурой ГЦК. На рис. 4г приведена схема этой электронограммы с отражениями, принадлежащими зоне $[001]$.

Согласно рис. 4 для кристаллов α -Ni (ГПУ), соответствующих позиции 1 с осями зон как $[\bar{1} \ 1 \ \bar{1}]$, так и $[\bar{2} \ 2 \ \bar{1}]$, дифракционный вектор $\mathbf{g} = 110$ параллелен дифракционному вектору $\mathbf{g} = 220$ для кристаллов β -Ni (ГЦК). Отсюда вытекают следующие ориентационные соотношения между начальной α -Ni и конечной β -Ni фазами.

Для позиции 1:

$$(110)[\bar{1} \ 1 \ \bar{1}]\alpha\text{-Ni} // (110)[001]\beta\text{-Ni}, \quad (4a)$$

$$(110)[\bar{2} \ 2 \ \bar{1}]\alpha\text{-Ni} // (110)[001]\beta\text{-Ni}. \quad (4б)$$

Соотношения (4а) и (4б) выполняются для кристаллов позиции 1, принадлежащих осям зон $[\bar{1} \ 1 \ \bar{1}]$ и $[\bar{2} \ 2 \ \bar{1}]$ соответственно.

Для позиции 2:

$$(110)[\bar{1} \ 1 \ \bar{1}]\alpha\text{-Ni} // (1 \ 0) [001] \beta\text{-Ni}, \quad (5a)$$

$$(110)[\bar{2} \ 2 \ \bar{1}]\alpha\text{-Ni} // (1 \ 0) [001] \beta\text{-Ni}. \quad (5б)$$

Соотношения (5а) и (5б) выполняются для кристаллов позиции 2, принадлежащих осям зон $[\bar{1} \ 1 \ \bar{1}]$ и $[\bar{2} \ 2 \ \bar{1}]$ соответственно.

На рис. 5. приведены электронно-микроскопические изображения и гистограммы распределения размеров зерен D пленки до и после отжига. Следует заключить, что в “свободных” пленках при отжиге полиморфное превращение α -Ni (ГПУ) \rightarrow β -Ni (ГЦК) не сопровождается значительным изменением величины зерна. В начальном состоянии пленки (ГПУ) $\langle D \rangle = 12,3$ нм. В конечном состоянии (ГЦК) $\langle D \rangle = 11,0$ нм.

ФЕРРОМАГНЕТИЗМ ПЛЕНОК Ni

Пленки α -Ni с метастабильной структурой ГПУ при намагничивании в магнитных полях до 1000 Э не проявляют магнитный момент, превышающий порог чувствительности магнитометра (рис. 6а). Порог чувствительности магнитометра (при указанных выше геомет-

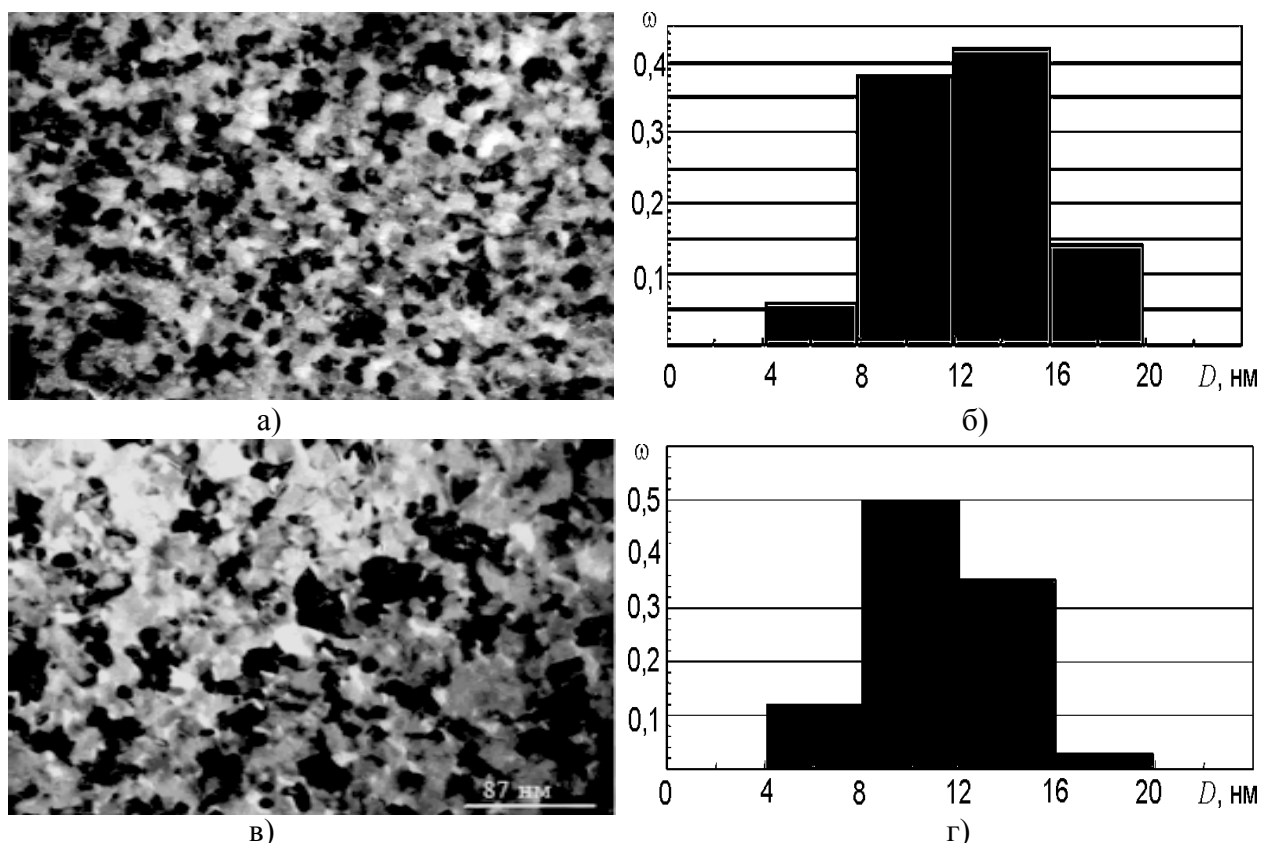


Рис. 5. Электронная микроскопия “in situ” полиморфного превращения α -Ni (ГПУ) \rightarrow β -Ni (ГЦК) при изотермическом отжиге пленки: а) – микрофотография пленки Ni до отжига (ИЛО при $T_s = 420$ К); б) – распределение размеров D зерен α -Ni; в) – микрофотография этой пленки после отжига ($T_o = 750$ К, $\tau_o = 40$ мин.); г) – распределение размеров D зерен β -Ni.

рических параметрах образцов) соответствует намагниченности менее 1 – 5 Гс.

После отжига, инициирующего фазовое превращение ГПУ \rightarrow ГЦК, магнитное состоя-

ние этой пленки резко изменяется: магнитный момент значительно увеличивается, а при перемагничивании наблюдается гистерезис (рис. 6б). Анизотропия в плоскости слоя

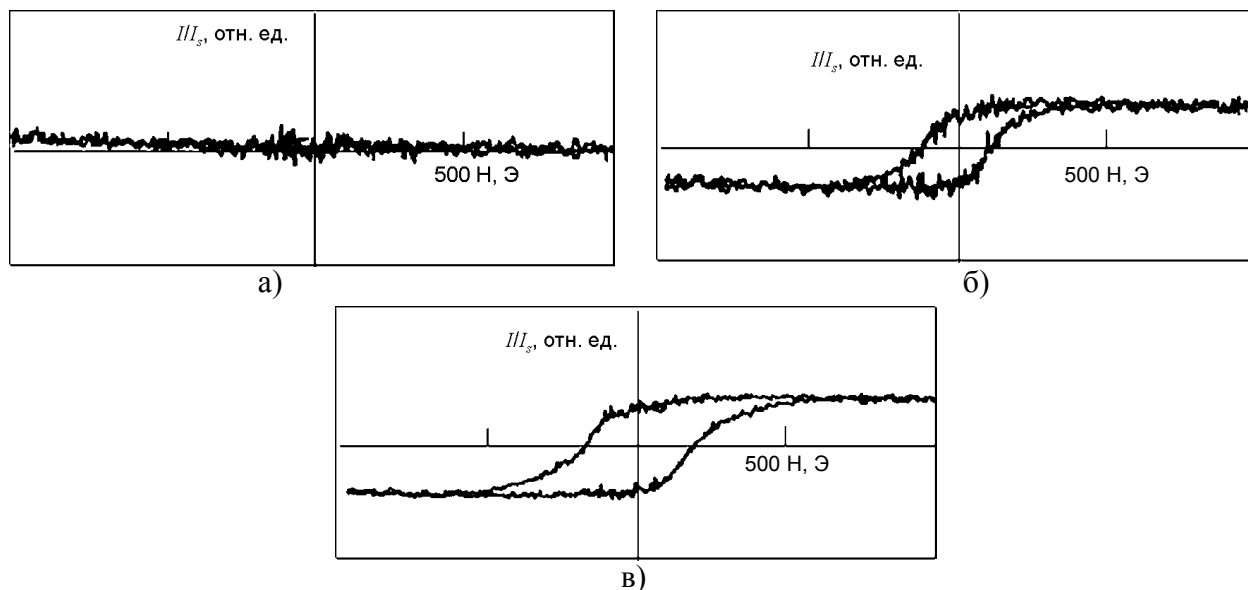


Рис. 6. Кривые намагничивания пленок Ni, полученных импульсным лазерным осаждением: а) – поликристаллическая пленки α -Ni со структурой ГПУ, осажденная при $T_s = 350$ К (рис. 2а); б) – пленка β -Ni со структурой ГЦК, полученная после отжига пленки α -Ni ($T_o = 700$ К, $\tau_o = 120$ мин., рис. 2в); в) – эпитаксиальная пленка β -Ni со структурой ГЦК, осажденная при $T_s = 700$ К (рис. 3).

отсутствует. Коэрцитивная сила $H_C \approx 110$ Э, поле насыщения $H_S \approx 420$ Э. Аналогичные данные для эпитаксиальной ферромагнитной пленки β -Ni, которая изначально после конденсации ($T_s = 700$ К) имела структуру ГЦК (рис. 6в), следующие: $H_C \approx 180$ Э, $H_S \approx 700$ Э, намагниченность насыщения $I_s = 320$ Гс.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Наблюдаемое многообразие структурно-фазовых состояний лазерных конденсатов никеля (аморфное состояние, а также α и β фазы с разной степенью упорядоченности) предопределено спецификой самого метода ИЛО пленок. Основными физическими параметрами этого метода, определяющими формирование структуры, являются: плотность паро-плазменного потока распыляемого металла; плотность потока газовых частиц атмосферы испарительной камеры; склонность металла к адсорбции газовых примесей и к образованию с ними химических соединений; наличие ионной компоненты в осаждаемом потоке; ориентация и температура подложки. При этом формирование некристаллических твердотельных структур при лазерном распылении мишени Ni предопределено следующими факторами. Это закалка неравновесных состояний, образующихся на подложке непосредственно после осаждения каждой порции вещества; хемосорбция и внедрение в пленку газовых примесей, активируемых высокоэнергетичными микрочастицами лазерной эрозионной плазмы. Последнее обстоятельство способствует подавлению миграции адатомов и препятствию коалесценции некристаллических комплексов.

С повышением T_s захват газовых примесей ростовой поверхностью пленки уменьшается. Соответственно интенсифицируется миграция адатомов и коалесценция некристаллических комплексов, что приводит к формированию кристаллического конденсата. Дискретность поступления вещества на подложку и малая толщина слоя, осаждаемого за один импульс конденсации, инициируют проявление фазового размерного фактора. Образование пленки метастабильной модификации α -Ni с кристаллической решеткой ГПУ в соответствии с [12] следует трактовать как

фазовый переход, связанный с уменьшением толщины пленки. Превращение обусловлено изменением свободной энергии при возрастании относительной доли поверхности.

Отжиг в вакууме пленок α -Ni как на подложке, так и в свободном состоянии при $T_o \approx 700 \div 750$ К инициирует процессы рекристаллизации. В случае пленок на подложке результатом рекристаллизации является увеличение на порядок среднего размера зерен никеля $\langle D \rangle$ и трансформация кристаллической решетки ГПУ \rightarrow ГЦК. В самоподдерживающихся пленках трансформация кристаллической решетки происходит без заметного изменения $\langle D \rangle$. Нижняя граница указанного интервал температур T_o совпадает с температурой эпитаксиального роста пленки β -Ni в параллельной относительно подложки (001) KCl ориентации, задаваемой соотношением (3). Согласно [1] соотношение (3) выполняется и в случае термического испарения Ni на подложках ШГК.

Две позиции роста пленок α -Ni на подложке (001) KCl, описываемые соотношениями (1) и (2), обусловлены эквивалентностью направлений $[110]$ и $[1\bar{1}0]$ на подложке KCl. Эти соотношения аналогичны соотношениям (4) и (5), описывающим ориентацию фаз α -Ni и β -Ni до и после рекристаллизации пленки. Это также связано с эквивалентностью направлений $[110]$ и $[1\bar{1}0]$ ГЦК фазы β -Ni.

Установленное в работе изменение магнитного момента пленок в результате отжига (рис. 6а, б) можно пояснить изменением кристаллической структуры Ni от метастабильной ГПУ (фаза α -Ni) к равновесной фазе со структурой ГЦК (фаза β -Ni). Известна модель описания электронной структуры переходных металлов [13], в рамках которой Ni с ГПУ структурой не может обладать спонтанной намагниченностью, тогда как Ni со структурой ГЦК является ферромагнитным. В таком случае изменения свойств после отжига обусловлены магнитным фазовым превращением.

С другой стороны существуют и противоположные точки зрения. В работе [14] показано, что гексагональный Ni является ферро-

магнетиком и имеет магнитный момент $0,59 \mu_B$, который ненамного меньше, чем магнитный момент стабильной ГЦК фазы Ni ($0,60 \mu_B$). Однако в нанодисперсных пленочных системах, когда зерна изолированы друг от друга и объемная концентрация магнитной фазы менее 30% возможно проявление суперпарамагнетизма и, как следствие, в полях до 1000 Э будет наблюдаться малый магнитный момент.

Пленки α -Ni со структурой ГПУ, осажденные на (001) KCl, характеризуются мелкозернистой поликристаллической структурой ($\langle D \rangle = 5,4$ нм) и отсутствием магнитного момента (рис. 6а). Однако анализ электронно-микроскопических фотографий, приведенных на рис. 2а свидетельствует о достаточно плотном контакте зерен. Переход в ферромагнитное состояние в результате отжига пленки на подложке сопровождается увеличением $\langle D \rangle$ до 87,8 нм. Это сопоставимо с размером зерен изначально (после конденсации) ферромагнитных пленок, для которых $\langle D \rangle = 86,4$ нм. Указанные обстоятельства усиливают предположение о том, что изменение магнитных свойств пленок после отжига обусловлено магнитным фазовым превращением.

ВЫВОДЫ

1. С увеличением температуры подложки ($T_s \geq 300$ К) при импульсном лазерном осаждении никеля последовательно формируются следующие структурно-фазовые состояния тонкопленочных лазерных конденсатов: аморфное состояние, кристаллическое состояние с метастабильной ГПУ решеткой (фаза α -Ni), кристаллическое состояние со стабильной ГПУ решеткой (фаза β -Ni).
2. Двухпозиционное зарождение и рост зерен α -Ni на подложке (001) KCl имеет место при $T_s \geq 400$ К. Обе позиции содержат группы кристаллов, для которых оси зон $[\bar{1} 1 \bar{1}]$ и $[\bar{2} 2 \bar{1}]$ ориентированы по нормали к подложке.
3. Формирование и рост пленки β -Ni в параллельной ориентации относительно

подложки (001) KCl происходит при $T_s \geq 700$ К.

4. Отжиг пленок Ni с метастабильной ГПУ решеткой инициирует полиморфное превращение ГПУ \rightarrow ГЦК, которое происходит в соответствии с ориентационными соотношениями (4) и (5) между фазами α -Ni и β -Ni.
5. В результате полиморфного превращения α -Ni \rightarrow β -Ni происходит изменение магнитных характеристик пленки: пленки приобретают магнитный момент, а при перемагничивании наблюдается гистерезис.

ЛИТЕРАТУРА

1. Палатник Л.С., Папилов И.И. Ориентированная кристаллизация. – М.: Металлургия, 1964. – 408 с.
2. Точицкий Э.И. Кристаллизация и термообработка тонких пленок. – Минск: Наука и Техника, 1976. – 312 с.
3. Tian W., Sun H., Pan X.Q., Yu J.H., Yeadon M., Boothroyd C.B., Feng Y.P., Lukaszew R.A., Clarke R. Hexagonal close-packed Ni nanostructures grown on the (001) surface of MgO//Appl. Phys. Lett. – 2005. – Vol. 86. – P. 13915-1 – 13915-3.
4. Yoon Tae Jeon, Je Yong Moon, Gang Ho Lee, Jeunghee Park, Yongmin Chang. Comparison of the Magnetic Properties of Metastable Hexagonal Close-Packed Ni Nanoparticles with Those of Stable Face-Centred Cubic Ni Nanoparticles //J. Phys. Chem. B. – 2006. – Vol. 110, № 3. – P. 1187-1191.
5. Yuanzhi Chen, Dong-Liang Peng, Dongxing Lin, Xiaohua Luo. Preparation and magnetic properties of nickel nanoparticles via the thermal decomposition of nickel organometallic precursor in alkylamines//Nanotechnology. – 2007. – Vol. 18, № 505703. – P. 1-6.
6. Багмут А.Г., Жучков В.А. Структура и фазовые превращения в нанодисперсных пленках, осажденных лазерным распылением никеля в атмосфере кислорода//Матеріали 8-ої Міжнародної конференції “Фізичні явища в твердих тілах”. – Харків: Видавничий центр ХНУ. – 2007. – С.74.
7. Багмут А.Г., Шипкова И.Г., Жучков В.А. Структурные превращения и изменение магнитных свойств при отжиге тонкопленочных лазерных конденсатов Ni//Материалы III Байкальской международной конференции “Магнитные материалы. Новые технологии”.

- Иркутск: РИО ГОУ ВПО “ИГПУ”. – 2008. – С. 32-33.
8. Bagmut A.G. Growth of crystals in amorphized condensates of gold//Functional Materials.– 1999. – Vol. 6, № 2. – P. 357-363.
 9. Багмут А.Г., Григоров С.Н., Колосов В.Ю., Косевич В.М., Николайчук Г.П. Структура и морфология кристаллов, растущих в аморфных лазерных конденсатах Cr_2O_3 //Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2003. – № 10. – С. 60-66.
 10. International Center for Diffraction Data – JCPDC, 1996, card N.45-1027.
 11. International Center for Diffraction Data – JCPDC, 1996, card N.04-0850.
 12. Бублик А.И., Пинес Б.Я., Фазовый переход при изменении толщины в тонких металлических пленках//ДАН СССР. – 1952. – Т. 87, № 2. – С. 215-218.
 13. Гудинаф Дж. Зонная структура переходных d-металлов и их сплавов. – М.: Изд-тво иностранной литературы, 1963. – 160 с.
 14. He X., Kong L.T., Liu B.X. Calculation of ferromagnetic states in metastable bcc and hcp Ni by projector-augmented wave method//J. Appl. Phys. – 2005. – Vol. 97, № 10. – P. 106107.

**ОРІЄНТАЦІЙНІ СПІВВІДНОШЕННЯ ТА
ФЕРОМАГНЕТИЗМ ПРИ
ТРАНСФОРМАЦІЇ КРИСТАЛІЧНОЇ
РЕШІТКИ ЛАЗЕРНИХ КОНДЕНСАТІВ Ni**

**О.Г. Багмут, В.М. Косевич, І. Г. Шипкова,
В.А. Жучков, О.Є. Олейник**

Досліджені структурно-фазові стани та зміна магнітних властивостей під час рекристалізації тонкоплівкових лазерних конденсатів нікелю. Для двох випадків епітаксійного росту плівок з кристалічною решіткою ГЦП (фаза α -Ni) та з кристалічною решіткою ГЦК (фаза β -Ni) встановлені орієнтаційні співвідношення плівка – підкладка (001) KCl. Визначені орієнтаційні співвідношення між фазами α -Ni та β -Ni, які виконуються в процесі поліморфного перетворення при відпалі плівок. Показано, що в результаті поліморфного перетворення відбувається зміна магнітних характеристик. Плівки набувають магнітного моменту, а у разі перемагнічування має місце гістерезис.

**ORIENTATION RELATIONS AND
FERROMAGNETISM AT CRYSTAL
LATTICE TRANSFORMATION OF LASER
CONDENSATES OF Ni**

**A.G. Bagmut, V.M. Kosevich, I.G. Shipkova,
V.A. Zhuchkov, E.E. Oleinik**

The structure, phase state and changing of magnetic properties was investigated at recrystallization of thin films of laser condensates of nickel. For two cases of epitaxy growth with HCP crystal lattice (phase α -Ni) and with FCC crystal lattice (phase β -Ni) orientation relations of film – substrate (001) KCl was established. An orientation relation between phases of α -Ni and of β -Ni, that takes place during polymorph transformation at the film annealing, was determined. It was shown, that as a result of polymorph transformation there is a change of the magnetic characteristics. Films get a magnetic moment and hysteresis takes place at magnetization reversal.