

УДК 539.216.2:661.685

Ю.М. Макогон, О.П. Павлова, Т.І. Вербицька, І.А. Владимирський

ВПЛИВ УМОВ ВІДПАЛУ НА СТРУКТУРУ І МАГНІТНІ ВЛАСТИВОСТІ НАНОРОЗМІРНИХ ПЛІВОК $Fe_{50}Pt_{50}$ НА ПЛАНАРНИХ ПІДКЛАДКАХ $SiO_2(100\text{ нм})/Si(100)$

In this paper, we study the influence of 3-nm-thick Ag intermediate layer and annealing duration in a vacuum at the temperature of 600 °C on formation of chemically ordered $L1_0(FePt)$ phase in the nanodimensional film composition (NFC) of $Fe_{50}Pt_{50}(15\text{ нм})/Ag(3\text{ нм})/Fe_{50}Pt_{50}(15\text{ нм})$ on the planar $SiO_2(100\text{ нм})/Si(100)$ substrate. Its structure and magnetic properties are investigated. We show that the formation of $L1_0(FePt)$ phase takes place during annealing whose duration is 30 min. The subsequent increase of annealing duration does not result in phase transformations. We determine that NFC under study is magneto-anisotropic. Grains with the c -axis of easy magnetization parallel oriented to the sample surface reach the magnetic saturation, unlike grains whose c -axis of easy magnetization is perpendicularly oriented to the film surface.

Вступ

Феромагнітний матеріал на основі хімічно впорядкованої магнітно-твердої фази $L1_0(FePt)_{ГЦТ}$ з гранецентрованою тетрагональною (ГЦТ) ґраткою є перспективним для використання як магнітне середовище для високощільного запису і збереження інформації (5 Тбіт/см² і більше), коли один магнітний домен може бути записаний в ізоляваному зерні розміром ~ 5 нм [1–4]. Порівняно з іншими матеріалами фаза $L1_0(FePt)_{ГЦТ}$ має високу неаксіальну енергію кристалічної магнітної анізотропії ($K_u = 7 \cdot 10^6$ Дж/м³), високу намагніченість насичення (~ 1200 емо/см³), високу температуру Кюрі (~ 450 °C) і добру термічну стабільність. Проте в плівках FePt, отриманих осадженням на підкладку при кімнатній температурі, формується хімічно невпорядкована магнітно-м'яка фаза $A1(FePt)_{ГЦК}$ з гранецентрованою кубічною (ГЦК) ґраткою, в структурі якої атоми Fe і Pt довільно розміщуються у вузлах кристалічної ґратки. Для формування в плівці FePt хімічно впорядкованої фази $L1_0(FePt)_{ГЦТ}$ необхідно провести відпал, в результаті якого атоми Fe і Pt займуть певні місця, сприяючи тим самим набуттю плівкою бажаних магнітно-твердих властивостей. Для досягнення цього необхідно вивчити вплив фізико-технологічних параметрів термічної обробки, таких як температура відпалу, тривалість витримки при даній температурі, швидкість нагріву, на структуру і магнітні властивості плівок. Для прискорення процесу фазового переходу $A1(FePt)_{ГЦК} \rightarrow L1_0(FePt)_{ГЦТ}$ застосовують легування плівкової композиції третім елементом, який вводиться у вигляді проміжного шару, задача якого – створити певні напруження на межах розділу [3, 4].

Постановка задачі

Метою статті було дослідження впливу проміжного шару Ag товщиною 3 нм на процеси дифузійного фазоутворення і перехід магнітно-м'якої фази $A1(FePt)_{ГЦК}$ в магнітно-тверду фазу $L1_0(FePt)_{ГЦТ}$ в нанорозмірних плівкових композиціях (НПК) $Fe_{50}Pt_{50}(15\text{ нм})/Ag(3\text{ нм})/Fe_{50}Pt_{50}(15\text{ нм})/SiO_2(100\text{ нм})/Si(100)$ під час відпалу різної тривалості в вакуумі при температурі 600 °C.

Методика експерименту

НПК $Fe_{50}Pt_{50}(15\text{ нм})/Ag(3\text{ нм})/Fe_{50}Pt_{50}(15\text{ нм})/SiO_2(100\text{ нм})/Si(100)$ отримувались методом пошарового магнетронного осадження шарів сплаву $Fe_{50}Pt_{50}(99,95\%)$ товщиною 15 нм і шару Ag (99,9 %) товщиною 3 нм на підкладку термічно окисненого (шар SiO_2 товщиною 100 нм) монокристалічного Si орієнтації (100) при кімнатній температурі. Відпал зразків проводився у вакуумі ~ $1,3 \cdot 10^{-3}$ Па при температурі 600 °C з різним часом витримки: 30 с, 10 хв, 30 хв, 60 хв. Швидкість нагріву становила 5 °C/с, а охолодження – 0,25 °C/с.

Визначення товщини осадженого шару здійснювалося за допомогою кварцового резонатора, а також методу рентгенівської рефлексометрії.

Дослідження кристалічної структури НПК після осадження і відпалу, а також визначення ступеня їх хімічного і магнітного упорядкування було проведено за допомогою методу рентгеноструктурного фазового аналізу зйомкою на дифрактометрі ДРОН-УМ1 з використанням залізного випромінювання.

Оцінка впорядкування фази $L1_0(FePt)_{ГЦТ}$ проводилася за формулами [5, 6]

$$S^2 = \frac{1 - (c/a)}{1 - (c/a)_{\text{повністю упорядкована}}}, \quad S^* = 0,85 \left[\frac{\text{In}_{001}}{\text{In}_{002}} \right]^{1/2},$$

де S – ступінь ближнього хімічного порядку, S^* – ступінь дальнього хімічного порядку і магнітного упорядкування, c і a – параметри кристалічної ґратки фази, In – інтенсивність структурного рефлексу. Ступінь орієнтації вісі легкого намагнічування [001] відносно нормалі до поверхні визначалася за відношенням $\text{In}(001)/\text{In}(111)$, ступінь магнітного упорядкування – за відношенням $\text{In}(001)/\text{In}(002)$ [7]. Зміна ступеня дальнього хімічного порядку фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$ свідчить про зміну ступеня магнітного порядку і зміну енергії кристалографічної магнітної анізотропії.

Дослідження магнітних властивостей НПК полягало у визначенні магнітних моментів зразків, анізотропії і орієнтації вісі легкого намагнічування (c -вісі). Вимірювання проводилися на SQUID-магнітометрі (superconducting quantum interference device), заснованому на надпровідній квантовій інтерференції.

Результати і їх обговорення

Дифрактограма, зображена на рис. 1, демонструє чіткий структурний рефлекс (111), який указує на наявність у НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(3 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(100)$ після осадження хімічно неупорядкованої фази $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$ з гранецентрованою кубічною ґраткою, вузли в якій довільно заповнені атомами заліза або платини (рис. 2, а).

На рис. 3 зображено криві намагнічування НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(3 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(100)$ після осадження, отримані при розміщенні зразка в магнітному полі, прикладеному паралельно або перпендикулярно до поверхні півки. Як можна бачити, вимірянні криві намагнічування показують переважну орієнтацію намагнічування в площині півки. Це чітко видно по дуже вузькому вигляду кривої намагнічування при магнітному полі, прикладеному паралельно до поверхні півкового зразка. Внаслідок наявності неупорядко-

ваної структури в півці FePt практично відсутня магнітно-кристалічна анізотропія. Незначні величини коерцитивного поля та енергії перемагнічування також є результатом наявності неупорядкованої фази $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$ з незначною енергією кристалічної магнітної анізотропії – K_u .

Отже, півка FePt з хімічно неупорядкованою фазою $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$ не має необхідних магнітних і структурних властивостей для використання її як середовища зберігання для магнітних носіїв інформації. Потрібна подаль-

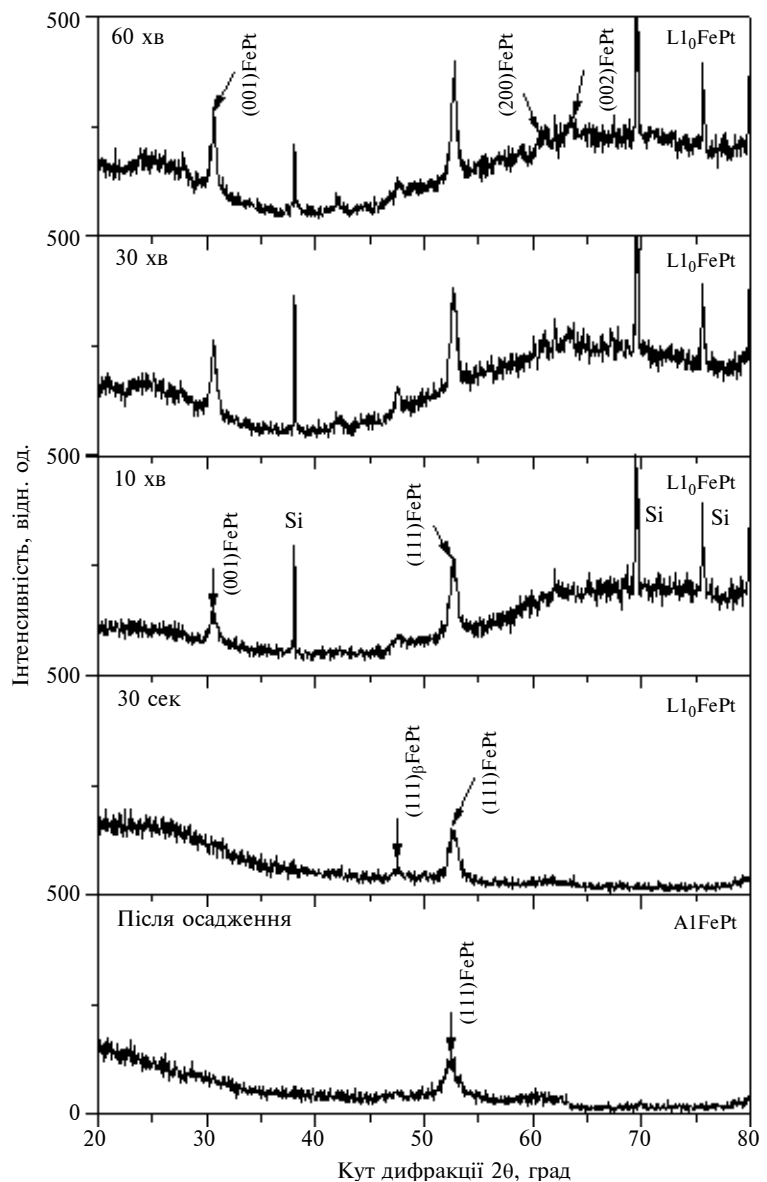


Рис. 1. Зіставлення структурних рефлексів НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(3 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(100)$, що з'являються при температурі відпалу $600 \text{ }^\circ\text{C}$ з різною тривалістю витримки

ша модифікація структури плівки з метою отримання хімічно впорядкованої фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ (рис. 2, б) за допомогою термічної обробки [8].

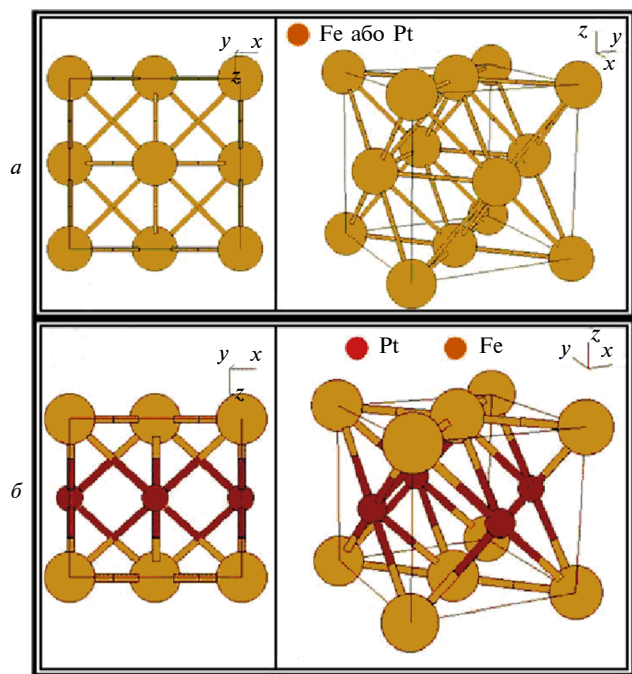


Рис. 2. Структура хімічно невпорядкованої фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ з довільним розміщенням атомів заліза і платини (а) і хімічно впорядкованої фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$, в якій атоми заліза і платини займають певні місця (б) [7]

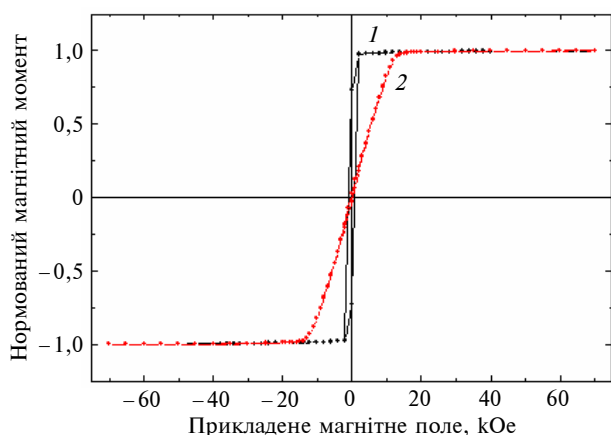


Рис. 3. Криві намагнічування, отримані для НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (15 нм)/Ag(3 нм)/ $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (15 нм)/ SiO_2 (100 нм)/Si(100) після осадження в магнітному полі, прикладеному паралельно (1) і перпендикулярно (2) до поверхні зразка

Як видно з наведених на рис. 1 дифрактограм, спостерігається чітка зміна текстури зі зростанням тривалості відпалу при температурі 600°C . Після відпалу з короткою триваліс-

тю витримки 30 с в НПК рентгеноструктурним фазовим аналізом фіксується тільки фаза $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$. Цій фазі належить структурний рефлекс (111). Збільшення температури відпалу до 10 хв супроводжується появою надструктурного рефлексу (001), який відповідає фазі $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$. Збільшення інтенсивності структурного рефлексу (111) свідчить про те, що разом із зернами FePt з бажаною текстурою (001) існують також зерна з текстурою (111). Подальше збільшення тривалості відпалу до 30 хв супроводжується збільшенням інтенсивності структурних рефлексів (001) і (111) фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ і появою структурних рефлексів (200) і (002), які є ознакою наявності тетрагональної ґратки. З однієї сторони, це означає, що вісь легкого намагнічення c кристала з ГЦТ-ґраткою орієнтована під деяким кутом до поверхні плівки. З іншої сторони, збільшення тривалості відпалу дає системі можливість досягти рівноваги, що веде до утворення текстури (111). Найбільш тривалий відпал НПК протягом 60 хв практично не призводить до збільшення інтенсивності структурних рефлексів, що вказує на завершення фазового переходу від хімічно невпорядкованої фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ до хімічно впорядкованої фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ вже після відпалу тривалістю 30 хв. Це підтверджується співвідношенням між інтенсивностями структурних рефлексів (001) і (111), яке після відпалів тривалістю 30 і 60 хв практично не змінюється (рис. 4, а).

Збільшення значень відношення інтенсивностей $\text{In}(001)/\text{In}(111)$ після відпалу тривалістю 30 хв порівняно з відпалом тривалістю 10 хв вказує на переорієнтацію вісі легкого намагнічування в напрямку, перпендикулярному до площини плівки. Як слідує зі зміни відношення інтенсивностей структурних рефлексів (001) і (002), фазовий перехід від магнітно-м'якої фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ до магнітно-твердої фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ під час відпалів тривалістю 10 і 30 хв супроводжується підвищенням ступеня магнітного упорядкування (рис. 4, а). Після відпалу тривалістю 60 хв це відношення практично не змінюється.

Частка зерен з текстурою (001) практично дорівнює частці зерен з текстурою (111). Зі збільшенням тривалості відпалу параметр упорядкування S^* зростає більш інтенсивно, тоді як параметр S збільшується неістотно (рис. 4, б). Відношення параметрів кристалічної ґратки c/a зменшується зі збільшенням тривалості відпалу від 10 до 30 хв (рис. 4, в). Це означає, що вели-

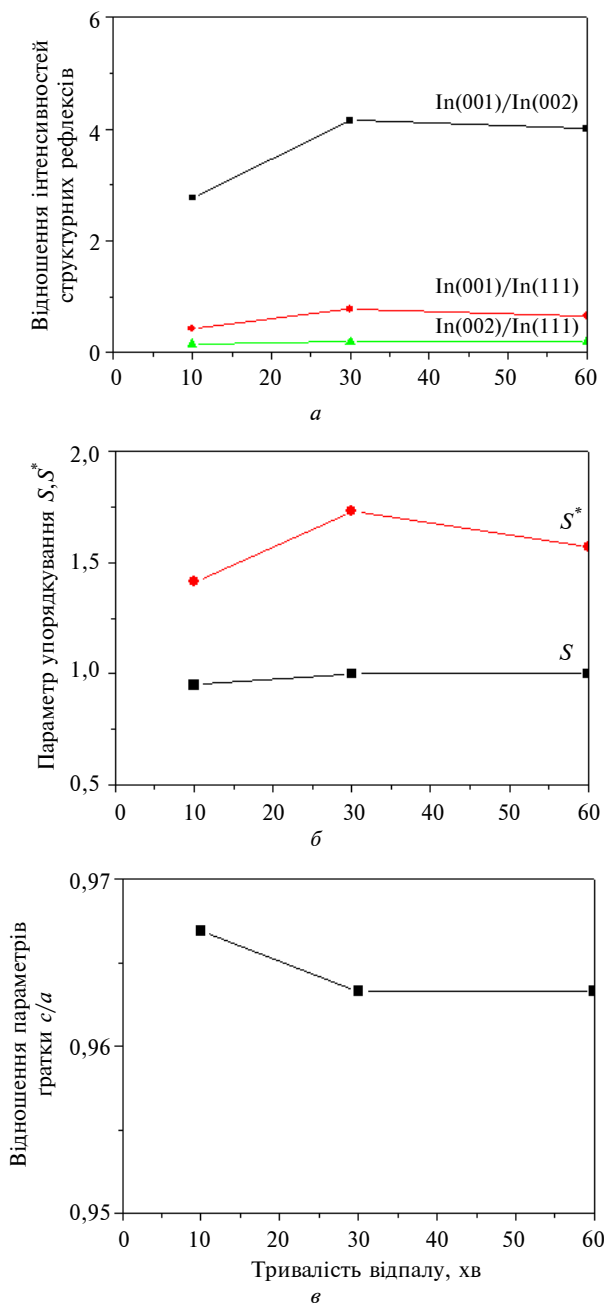


Рис. 4. Залежність відношення інтенсивностей структурних рефлексів (а), параметрів упорядкування S і S^* (б), відношення параметрів кристалічної ґратки c/a (в), отриманих для НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(3 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(100)$, від тривалості відпалу при температурі 600°C

чина параметра c зменшується в той час, як величина параметра a збільшується, тобто кубічна структура фази $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$ трансформується в тетрагональну структуру фази $\text{L1}_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$. Після відпалу тривалістю 60 хв відношення параметрів кристалічної ґратки c/a

не змінюється. Це підтверджує результат рентгеноструктурного фазового аналізу – фазовий перехід $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}} \rightarrow \text{L1}_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ закінчився в процесі відпалу тривалістю 30 хв.

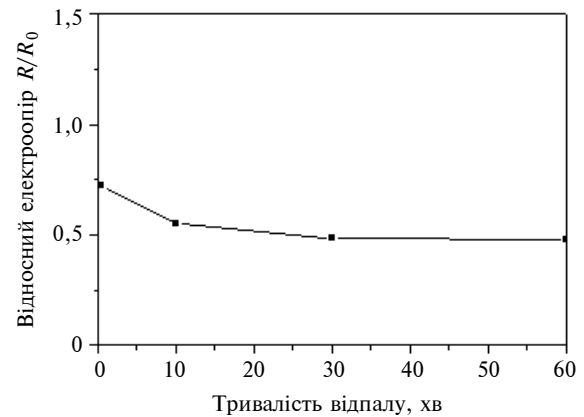


Рис. 5. Залежність електроопору НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(3 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(100)$ від тривалості відпалу

Ще одним підтвердженням отриманих результатів є зміна електроопору НПК після відпалів з різною витримкою (рис. 5). Як можна бачити, електроопір зменшується після відпалів тривалістю 10 і 30 хв, а після відпалу тривалістю 60 хв, протягом якого в НПК не відбуваються зміни фазового складу, він залишається сталим.

На рис. 6 зображено криві намагнічування НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(3 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(100)$ після відпалу тривалістю 30 с при паралельно і перпендикулярно прикладеному до поверхні зразка магнітному полі.

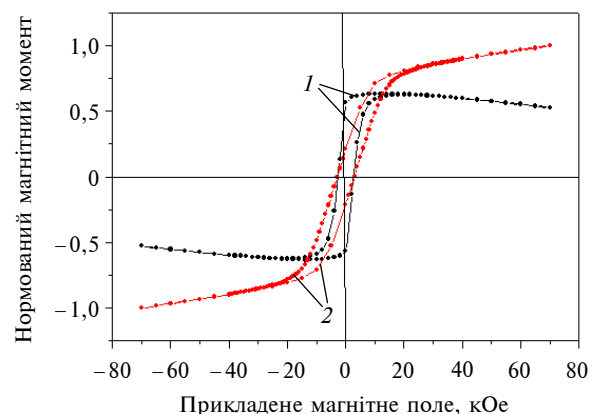


Рис. 6. Криві намагнічування НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(3 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(100)$ після термічної обробки при температурі 600°C протягом 30 с: 1 – при паралельно прикладеному до поверхні зразка магнітному полі; 2 – при перпендикулярно прикладеному магнітному полі

Як можна бачити з аналізу кривих намагнічування, вони відрізняються за своєю формою, тобто плівка, в якій за результатами рентгеноструктурного фазового аналізу наявна фаза $A1(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$, є магнітно-анізотропною. Це означає, що зерна з віссю легкого намагнічування, орієнтованою паралельно до поверхні зразка, досягають магнітного насичення, на відміну від зерен, вісь легкого намагнічування яких орієнтована перпендикулярно до поверхні плівки.

Висновки

Встановлено, що термічна обробка у вакуумі НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(3 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(100)$ при температурі $600 \text{ }^\circ\text{C}$ і тривалості витримки 30 хв призводить до формування оптимальної (для даної термообробки) структури у вигляді хімічно впорядкованої фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$.

Встановлено, що фазовий перехід $A1(\text{FePt})_{\text{ГЦК}} \rightarrow L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ супроводжується збільшенням ступеня дальнього порядку і магнітного упорядкування. Плівка є магнітно-анізотропною.

Для зменшення в НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(3 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(100)$ частки текстури (111) відносно текстури (001) фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ і поліпшення її магнітних властивостей потрібні подальші дослідження впливу температури відпалу, швидкості нагріву, товщини плівки.

* * *

Автори висловлюють подяку співробітникам кафедри фізики поверхні і меж розділу технічного університету м. Хемніц (Німеччина), в т.ч. завідувачу кафедри, професору М. Альбрехту і доктору Г. Беддісу за виготовлення зразків і допомогу в проведенні досліджень та обговоренні результатів.

1. *Carbucicchio M., Ciprian R., Palombarini G.* Morphological and microstructural study of $L1_0$ -ordered FePt and $L1_0$ -FePt/Fe ultrathin films grown by UHV e-beam evaporation technique // *J. of Magnetism and Magnetic Materials.* – 2010. – **322**. – P. 1307–1310.
2. *Microstructure and magnetic properties of $L1_0$ -FePt thin films prepared under high pressures / Xiaohong Li, Fengqing Wang, Yanguo Liu et al.* // *Applied Physics Letters.* – 2009. – **94**. – P. 172512 (1–3).
3. *Wang B., Barmak K., Klemmer T.J.* $A1$ to $L1_0$ transformation in FePt films with ternary alloying additions of Ag and Au // *IEEE Transactions of Magnetism.* – 2010. – **46**, N 6. – P. 1773–1776.
4. *Perpendicular FePt-based exchange-coupled composite media / D. Makarov, J. Lee, C. Brombacher et al.* // *Applied Physics Letters.* – 2010. – **96**. – P. 062501 (1–3).
5. *On the relationship of magnetocrystalline anisotropy and stoichiometry in epitaxial $L1_0$ CoPt (001) and FePt (001) thin films / K. Barmak, J. Kim, L.H. Lewis et al.* // *J. Appl. Physics.* – 2005. – **98**. – P. 033904 (1–7).
6. *Исследования тонких пленок FePt, синтезированных методом последовательного распыления / А.С. Камзин, Е.В. Снеткова, З. Янг и др.* // *Письма в ЖТФ.* – 2008. – **34**, вып. 1. – С. 57–64.
7. *Index by Strukturbericht Designation.* – <http://cst-www.nrl.navy.mil/lattice/struk/index.html>
8. *Yan M.L., Powers N., Sellmyer D.J.* Highly oriented non-epitaxially grown $L1_0$ FePt films // *J. Appl. Physics.* – 2003. – **93**, N 10. – P. 8292–8294.

Рекомендована Радою
інженерно-фізичного факультету
НТУУ “КПІ”

Надійшла до редакції
26 квітня 2011 року