

УДК 539.216.2:661.685

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

СТРУКТУРА І МАГНІТНІ ВЛАСТИВОСТІ НАНОРОЗМІРНОЇ ПЛІВКИ $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ НА ПЛАНАРНІЙ ПІДКЛАДЦІ $\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$

The paper studies the influence of annealing conditions in a temperature range of 300–900 °C on formation of magnetic-ordered $L1_0(\text{FePt})$ phase in nanodimensional $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(3 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})$ film composition (NFC) on planar $\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ substrate. We investigate its structure, morphology and magnetic properties and show that the formation of $L1_0(\text{FePt})$ phase occurs at annealing 700 °C for 30 s and heating rate of 5 °C/s. Amount of $L1_0(\text{FePt})$ phase increases with increase of annealing temperature. It is accompanied with formation of more grains with necessary (001) texture as compared with grains with (111) texture. We establish that NFC under investigation is magnetic-anisotropy. The ratio of magnetic remanence M_r to the saturation magnetization M_s about 1 is obtained after annealing at 700 °C in magnetic field applied parallel to the film plane with dominant corresponding orientation of easy magnetization axis. Furthermore, reorientation of easy magnetization axis occurs perpendicularly to the sample plane at higher annealing temperatures.

Вступ

Створення приладів з надвисокою щільністю магнітного запису і зберігання інформації – актуальна проблема сучасних науки і техніки. Згідно з законом Мура, щільність запису на магнітних дисках росте швидше, ніж ступінь інтеграції мікросхем по технологіях напівпровідникової мікроелектроніки [1, 2]. Нині щільність магнітного запису досягає 10–15 Гбіт/см², що в кілька разів вище, ніж щільність розміщення транзисторів на кристали.

Для зберігання цифрової інформації використовуються магнітні диски, для отримання яких на немагнітну підкладку наноситься шар магнітного матеріалу, на який проводиться запис. Як магнітний матеріал використовується або полімерне покриття, що містить магнітні однодоменні частинки (зазвичай Fe_2O_3), або плівка магнітного матеріалу, наприклад, сплави Co-Ni, Co-Ni-W, Co-Pt-Ni товщиною ~150 нм із зернами, розмір яких приблизно такий, як товщина плівки. Розмір магнітних доменів становить приблизно 100 нм. Оскільки магнітний домен може містити кілька зерен, то відбувається втрата магнітної енергії на межах зерен – виникає так званий шум. Для того щоб його понизити, виключити помилки в записі і підвищити щільність запису, необхідно, щоб магнітний домен був розміщений в одному кристалічному зерні розміром 3–10 нм і не було б взаємного впливу магнітних моментів сусідніх зерен, тобто вони повинні мати “стійкі стінки”.

При записі цифри в двійковій системі “одиниця” позначає зміну намагніченості доменів (перехід намагніченості), а “нуль” – безперервну область намагніченості, тобто в ідеалі

(щоб виключити шум) межі між областями протилежної намагніченості мають пройти по межах між зернами.

Маленький розмір магнітного зерна, як правило, зумовлює термічну нестабільність і нестабільність намагнічування – переходу в суперпарамагнітний стан. Це призводить до того, що записуюче середовище може легко втратити збережену інформацію внаслідок теплового руху атомів. Щоб уникнути термічної нестабільності магнітного записуючого середовища і підтримати біт запису досить тривалий час має виконуватись умова

$$K_u V \geq (50-70) k_B T,$$

де K_u – енергія кристалічної магнітної анізотропії, V – об’єм частинки, k_B – стала Больцмана, T – абсолютна температура. Ця умова означає, що матеріали повинні мати досить високу енергію кристалічної магнітної анізотропії ($K_u V$) порівняно з термічною флуктуацією ($k_B T$) [3, 4].

Таким матеріалом може бути плівка складу $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ з магнітно впорядкованою фазою $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ з гранецентрованою тетрагональною (ГЦТ) ґраткою завдяки її великій енергії кристалічної магнітної анізотропії $\sim 7 \cdot 10^6$ Дж/м³ (у Fe вона становить $\sim 4,2$ Дж/м³, що в 1 млн разів менше). Експерти припускають, що на основі цього матеріалу будуть створені магнітні носії інформації нового покоління, які дадуть можливість досягти максимальної щільності магнітного запису і зберігання інформації ~ 7 Тбіт/см² до 2035–2040 рр. Мінімальний розмір ізольованого термостабільного зерна, на

який буде записаний магнітний домен, становитиме $\sim 2,4$ нм.

Прагнення до мініатюризації при створенні носіїв інформації з надвеликою щільністю магнітного запису потребує урахування зміни фізичних властивостей і встановлення закономірностей формування кристалічної структури в нанорозмірних плівках.

Проте в плівках FePt, отриманих осадженням на підкладку при кімнатній температурі, формується хімічно неупорядкована магнітно-м'яка фаза $A1(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$ 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 $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ необхідно провести відпал, у результаті якого при дифузійних процесах атоми Fe і Pt займуть певні місця, сприяючи тим самим набуттю бажаних магнітотвердих властивостей плівки. Магнітні властивості фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ в нанорозмірних плівках залежать від багатьох чинників: ступеня впорядкування, кристалічної структури – розміру зерна, текстури, які формуються під час дифузійного фазоутворення. На ці процеси значно впливають легуючі елементи, фізико-технологічні параметри отримання і термічної обробки плівки, такі як температура відпалу, тривалість витримки при даній температурі, швидкість нагріву [3–5].

Постановка задачі

Метою статті є дослідження впливу проміжного шару Ag товщиною 3 нм і температури відпалу в вакуумі на процеси дифузійного фазоутворення та перехід магнітно-м'якої фази $A1(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$ в магнітотверду фазу $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ в нанорозмірних плівкових композиціях (НПК) $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(3 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})$ на планарних підкладках $\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$.

Методика експерименту

НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(3 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ отримувалася методом пошарового магнетронного осадження шарів сплаву $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (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 (001), яка перебувала при кімнатній температурі. Відпал зразків проводився у вакуумі $\sim 1,3 \cdot 10^{-3}$ Па в інтервалі температур 300–900 °С з витримкою 30 с

при кожній температурі зі швидкістю нагріву 5 °С/с і швидкістю охолодження 0,25 °С/с. Визначення товщини осадженого шару здійснювалося за допомогою кварцового резонатора та методу рентгенівської рефлексометрії.

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

Оцінка впорядкування фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ проводилася за формулами [6, 7]

$$S^2 = \frac{1 - (c/a)}{1 - (c/a)_{\text{повністю впорядкована}}},$$

$$S^* = 0,85 \left[\frac{\text{In}_{001}}{\text{In}_{002}} \right]^{1/2},$$

де S – ступінь ближнього хімічного порядку, S^* – ступінь дальнього хімічного порядку і магнітного впорядкування, c і a – параметри кристалічної ґратки фази, In – інтенсивність структурного рефлексу. Ступінь орієнтації вісі легкого намагнічування [001] відносно нормалі до поверхні визначався відносно $\text{In}(001)/\text{In}(111)$, ступінь магнітного впорядкування – відносно $\text{In}(001)/\text{In}(002)$ [8]. Зміна ступеня дальнього хімічного порядку фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ свідчить про зміну ступеня магнітного порядку і зміну енергії кристалографічної магнітної анізотропії.

Дослідження морфології поверхні плівок виконане за допомогою методу атомно-силової мікроскопії (АСМ). Дослідження магнітних властивостей НПК полягало у визначенні магнітних моментів зразків, анізотропії та орієнтації вісі легкого намагнічування (c -вісі). Вимірювання проводилися на SQUID (superconducting quantum interference device) – магнітометрі, заснованому на надпровідній квантовій інтерференції.

Результати і їх обговорення

На рис. 1 подано дифрактограми НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(3 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ після осадження і відпалів у інтервалі температур 300–900 °С. Як видно, після осадження в досліджуваній НПК фіксується лише один структурний рефлекс (111) від хімічно неупорядкованої фази $A1(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$.

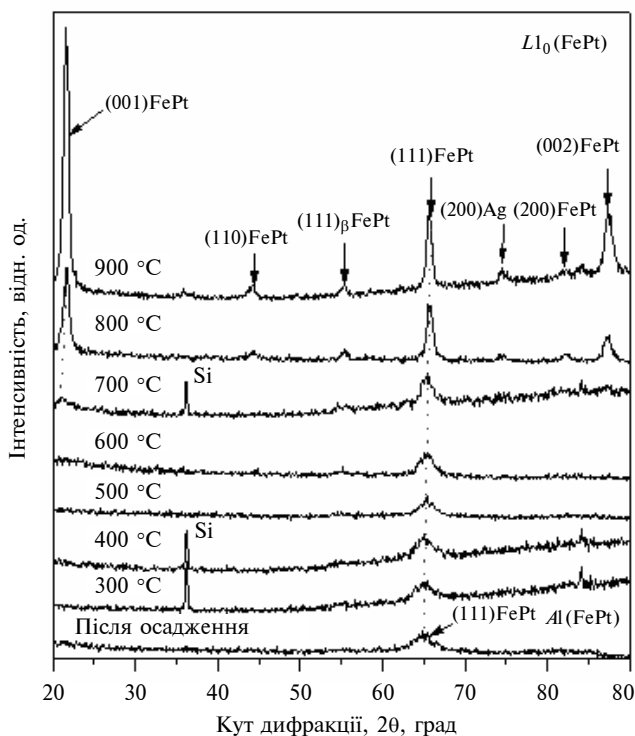


Рис. 1. Зіставлення структурних рефлексів НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (15 нм)/ Ag (3 нм)/ $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (15 нм)/ SiO_2 (100 нм)/ Si (001), отриманих при різних температурах відпалу

Відпали супроводжуються розвитком дифузійних процесів, але відпалу в інтервалі температур 300–500 °С і тривалістю 30 с недостатньо для зміни структурно-фазового складу плівкової композиції. Подальша термічна обробка в інтервалі температур 500–700 °С супроводжується початком переходу хімічно неупорядкованої фази $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$ в хімічно впорядковану фазу $\text{L1}_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$. На це вказує поява надструктурного рефлексу (001). Проте такої температури відпалу також недостатньо для проходження цього термостимульованого фазового перетворення в плівці. Такий висновок можна зробити на підставі того, що форма структурного рефлексу (111) на дифрактограмі після відпалу при температурі 700 °С практично не змінюється порівняно з відпалом при температурі 300 °С, після якого в плівці фіксується тільки фаза $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$.

Збільшення температури відпалу до 800 °С призводить до помітного збільшення інтенсивності надструктурного рефлексу (001) і появи структурного рефлексу (002) (див. рис. 1). Крім того, можна побачити зсув рефлексу (111) в сторону більших кутів, що підтверджує утворення впорядкованої фази $\text{L1}_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$. Це означає, що такої температури відпалу вияви-

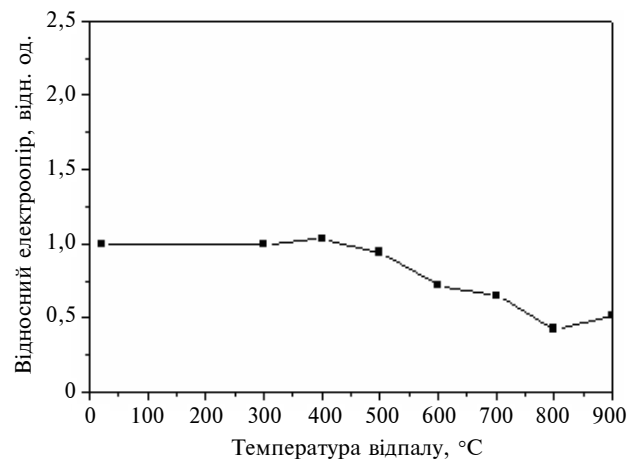


Рис. 2. Залежність електроопору НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (15 нм)/ Ag (3 нм)/ $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (15 нм)/ SiO_2 (100 нм)/ Si (001) від температури відпалу

лося достатньо для проходження дифузійних процесів по всій товщині плівки і переходу фази $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$ у фазу $\text{L1}_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$. Зменшення електроопору НПК після відпалів в інтервалі температур 400–900 °С також підтверджує цей фазовий перехід (рис. 2).

Співвідношення між інтенсивностями структурних рефлексів (001) і (111) зростає з підвищенням температури відпалу і досягає максимального значення (близько 3,4) після відпалу при температурі 900 °С (рис. 3, а), що вказує на переорієнтацію вісі легкого намагнічування в напрямку, перпендикулярному до площини плівки. Співвідношення інтенсивностей між структурними рефлексами (001) і (002) після цього відпалу досягає величини 4, що свідчить про встановлення дальнього структурного порядку фази $\text{L1}_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$, магнітного впорядкування і зростання енергії кристалографічної магнітної анізотропії (рис. 3, а).

Величина співвідношення інтенсивностей структурних рефлексів (002) і (111) збільшується при температурі відпалу вище 800 °С, і, відповідно, збільшується частка зерен з текстурою (001). З підвищенням температури відпалу параметр упорядкування S^* інтенсивно зростає, тоді як параметр S збільшується незначно (рис. 3, б). Відношення параметрів кристалічної ґратки c/a зменшується з підвищенням температури відпалу (рис. 3, в). Це означає, що величина 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 $\text{L1}_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$.

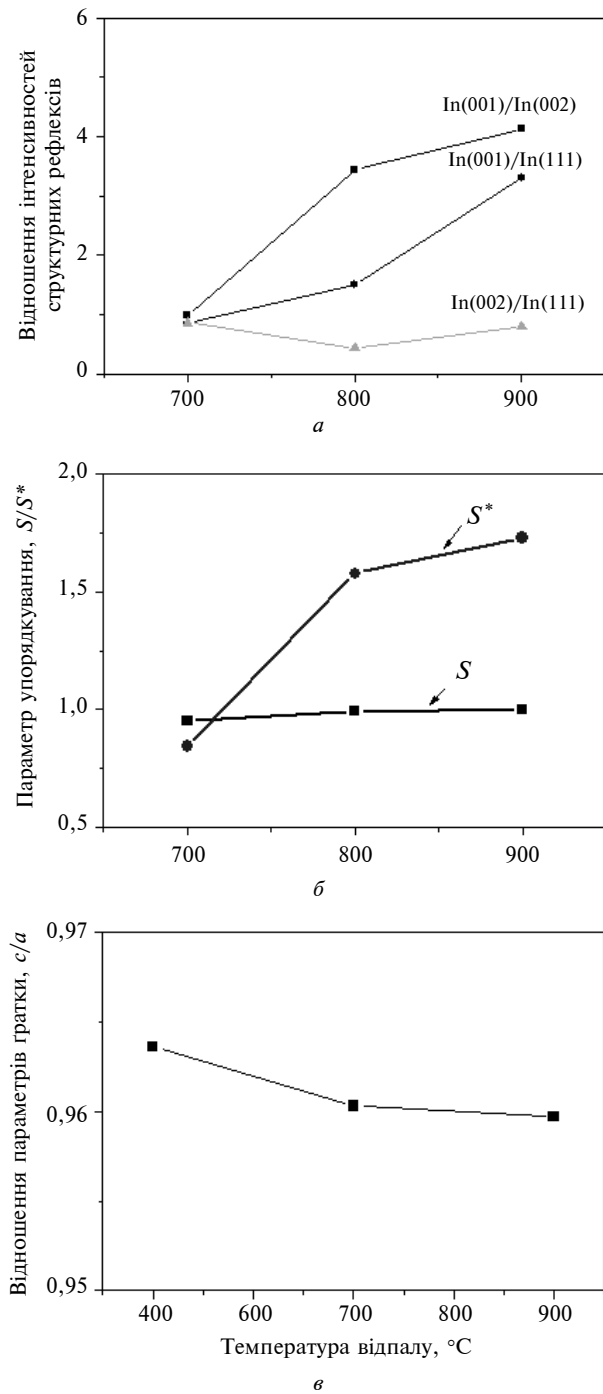
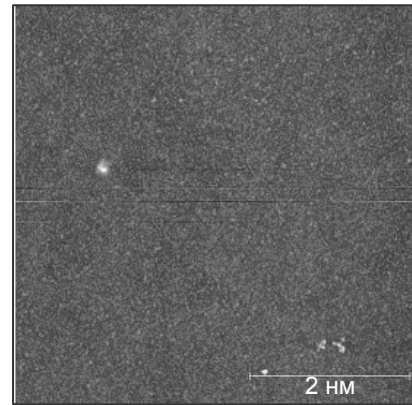
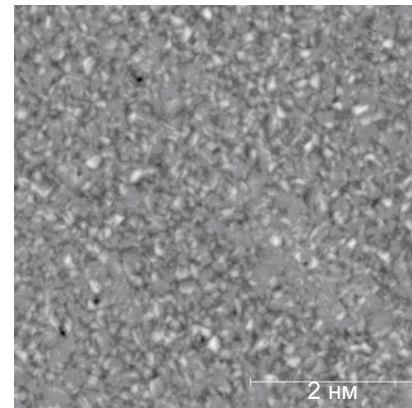


Рис. 3. Залежність співвідношення інтенсивностей структурних рефлексів (а), параметрів упорядкування S і S^* (б), відношення параметрів кристалічної ґратки c/a (в), отриманих для НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(3 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$, від температури відпалу

Вплив температури відпалу на морфологію поверхні НПК подано на рис. 4. Як можна бачити, на морфологію поверхні, зокрема на її шорсткість (рис. 5), істотно впливає підвищення



а



б

Рис. 4. АСМ-знімки морфології поверхні НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(3 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ після термічної обробки: а – $T = 700 \text{ }^\circ\text{C}$; б – $T = 900 \text{ }^\circ\text{C}$

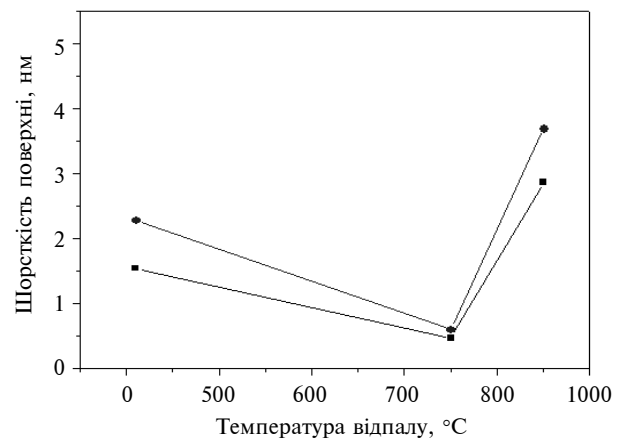


Рис. 5. Залежність шорсткості поверхні від температури відпалу: ■ – середня шорсткість поверхні; ● – середньоквадратична шорсткість поверхні

температури відпалу з 700 до 900 °C. Це пов'язано з ростом кристалів і зумовленим температурою інтенсивнішим розвитком дифузійних процесів.

Процеси структурно-фазових перетворень у досліджуваній НПК у процесі термообробки супроводжуються зміною її магнітних властивостей. На рис. 6 зображено криві намагнічування, отримані для НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(3 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$, відпалених при температурах 600 і 700 °С, в умовах перпендикулярно і паралельно прикладеного до поверхні зразка магнітного поля величиною 80 кОе.

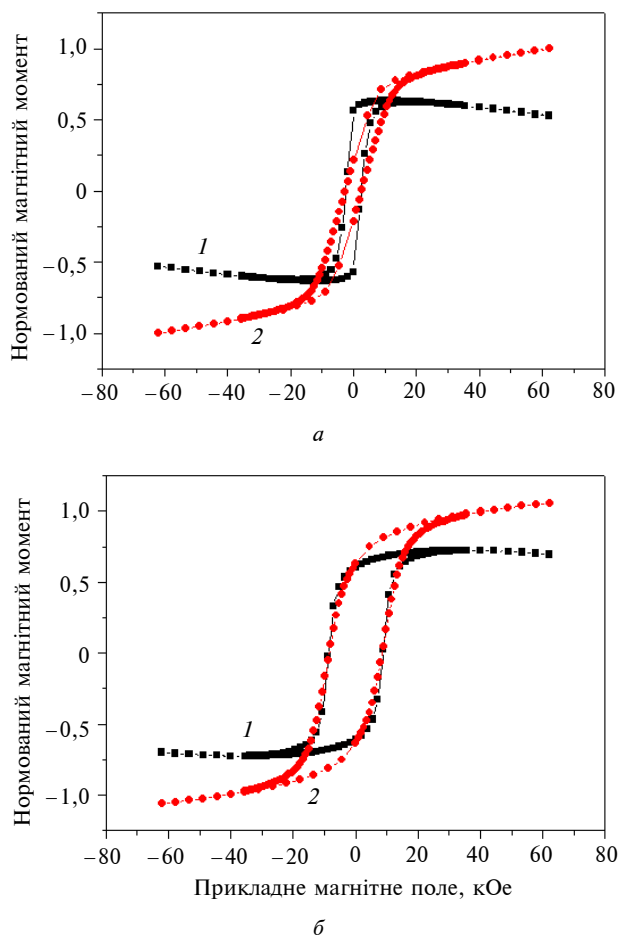


Рис. 6. Криві намагнічування НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(3 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ при паралельно (1) і перпендикулярно (2) прикладеному до поверхні півки магнітному полі після термообробки: а – $T = 600 \text{ }^\circ\text{C}$; б – $T = 700 \text{ }^\circ\text{C}$

Аналіз кривих намагнічування НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(3 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ показав, що коерцитивна сила H_c півкової композиції, в якій, за результатами рентгеноструктурного фазового аналізу, ще наявна фаза $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$, після відпалу при температурі 600 °С дорівнює 2 кОе (рис. 6, а). Різний вигляд кривих намагнічування вказує на

те, що півка магнітно-анізотропна. Тобто 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 півки.

Те ж саме спостерігається і для кривих намагнічування після відпалу НПК при температурі 700 °С (рис. 6, б). Півкова композиція, в якій за результатами рентгеноструктурного фазового аналізу вже є хімічно впорядкована фаза $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$, продемонструвала збільшення коерцитивної сили до 10 кОе як при паралельно, так при перпендикулярно прикладеному до поверхні зразка магнітному полі. Відношення залишкової магнітної індукції M_r до намагніченості насичення M_s при паралельно прикладеному до поверхні зразка магнітному полі становить приблизно 1, при цьому вісь легкого намагнічування орієнтована переважно паралельно до поверхні півки. Вид петлі гістерезису, отриманої при перпендикулярно прикладеному магнітному полі, свідчить про те, що в даному випадку не досягається намагніченість насичення. Внаслідок зростання величини співвідношення інтенсивностей структурних рефлексів $\text{In}(001)/\text{In}(111)$ з 1 після відпалу при температурі 700 °С до 3,4 після відпалу при температурі 900 °С відбулась переорієнтація вісь легкого намагнічування перпендикулярно до поверхні зразка (див. рис. 3, б).

Висновки

Встановлено, що термічна обробка нанорозмірної півкової композиції $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(3 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ при температурі 700 °С тривалістю 30 с у вакуумі зі швидкістю нагріву 5 °С/с і швидкістю охолодження 0,25 °С/с призводить до формування хімічно впорядкованої фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$.

Збільшення температури відпалу до 900 °С супроводжується різким збільшенням інтенсивності структурного рефлексу (001) фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$, що означає утворення більшої кількості зерен з бажаною текстурою (001) порівняно з кількістю зерен з текстурою (111). Співвідношення між інтенсивностями структурних рефлексів (001) і (111) досягає максимального значення (близько 3,4) після відпалу при температурі 900 °С.

Встановлено, що після високо температурних відпалів НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(3 \text{ нм})/$

$\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (15 нм)/ SiO_2 (100 нм)/ Si (001) залишається магнітно-анізотропною.

Після відпалу при температурі 700 °С у частини зерен вісь легкого намагнічування орієнтована паралельно до поверхні плівки і відношення залишкової магнітної індукції M_r до намагніченості насичення M_s при паралельно прикладеному до поверхні зразка магнітному полі становить ~ 1 . Для іншої частини зерен при перпендикулярно прикладеному магнітному полі намагніченість насичення не досягається.

Збільшення значень відношення інтенсивностей $\text{In}(001)/\text{In}(111)$ в температурному інтервалі 700–900 °С вказує на переорієнтацію вісі легкого намагнічування в напрямку, перпендикулярному до площині плівки.

Для закінчення процесу коагуляції (утворення тільки ізольованих зерен) в плівці вагомим чинником є тривалість відпалу. Тому потрібні подальші дослідження впливу тривалості відпалу на структуроутворення і морфологію поверхні 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 (001).

* * *

Автори виражають 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, допомогу в проведенні досліджень і обговоренні результатів.

1. *Карабута А.* Новые полупроводниковые технологии Intel: тихая революция. – www.terralab.ru/system/29227
2. *Крыдер М.Н.* Future Storage Technologies: A Look Beyond the Horizon // Presentation. Computerworld. Storage Networking World, 3–6 April, 2006. – Manchester Grand Hyatt, San Diego, California, 2006. – P. 350–358.
3. *Structure and magnetic properties of magnetron-sputtered [(Fe/Pt/Fe)]/Au_n multilayer films / Y.S. Yu, Hai-Bo Li, W.L. Li et al. // J. of Magnetism and Magnetic Materials. – 2010. – 322. – P. 1770–1774.*
4. *Seki T.O., Takahashi Y.K., Hono K.* Microstructure and magnetic properties of FePt-SiO₂ granular films with Ag addition // J. of Applied Physics. – 2008. – 103. – P. 023910(1–7).
5. *Perpendicular FePt-based exchange-coupled composite media / D. Makarov, J. Lee, C. Brombacher et al. // Applied Physics Letters. – 2010. – 96. – P. 062501(1–3).*
6. *On the relationship of magnetocrystalline anisotropy and stoichiometry in epitaxial L1₀CoPt (001) and FePt (001) thin films / K. Barmak, J. Kim, L.H. Lewis et al. // J. of Applied Physics. – 2005. – 98. – P. 033904(1–7).*
7. *Sun A.C., Yuan F.T., Hsu Jen-Hwa.* Control of growth and ordering process in FePt(001) film at 300 °C // J. of Physics: Conference Series. – 2010. – 200. – P. 1020099(1–4).
8. *Камзин А.С., Снеткова Е.В., Янг З.* Исследования тонких пленок FePt, синтезированных методом последовательного распыления // Письма в ЖТФ. – 2008. – 34, вып. 1. – С. 57–64.

Рекомендована Радою
інженерно-фізичного факультету
НТУУ “КПІ”

Надійшла до редакції
29 квітня 2011 року