

УДК 539.216.2:661.685

Ю.М. Макогон, О.П. Павлова,
С.І. Сидоренко, Т.І. Вербицька,
Г. Беддіс

ФАЗОВІ ПЕРЕТВОРЕННЯ І ФІЗИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ НАНОРОЗМІРНОЇ ПЛІВ- КОВОЇ КОМПОЗИЦІЇ $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (30 НМ)/ SiO_2 (100 НМ)/Si(001)

Вступ

Створення приладів із надвисокою щільністю запису і збереження інформації — актуальна проблема сучасної науки і техніки. Збільшення щільності запису традиційними методами вже досягло межі. В даний час для збереження цифрової інформації використовуються магнітні диски, для одержання яких на немагнітну підкладку наноситься шар магнітного матеріалу, на якому здійснюється запис, наприклад, плівки сплавів на основі Со, такі, як Со-Ni-W, Со-Pt-Ni і т.д. Магнітні домени становлять не менше 100 нм і захоплюють декілька зерен, розміри яких порядку товщини плівки. Досягнуто щільність магнітного запису і збереження інформації — 10–15 Гбіт/см². Для подальшого збільшення щільності потрібні нові нанорозмірні структуровані магнітні матеріали з мінімально можливим розміром (5–7 нм) магнітних доменів, які б розміщувались в ізольованому зерні або частинці. Це дасть можливість виготовити носії інформації нового покоління з надвеликою щільністю магнітного запису і збереження інформації (до ~5 Тбіт/см² з розміром біта 10×10 нм). Матеріалом для створення таких магнітних записуючих пристроїв може бути плівка FePt з магнітно-упорядкованою фазою $L1_0(\text{FePt})$ з гранецентрованою тетрагональною структурою (ГЦТ) завдяки її великій неаксіальній магнітно-кристалічній анізотропії енергії ($K_u = 7 \cdot 10^6$ Дж/м³, що більш ніж на порядок вище, ніж у носіях магнітного запису, що використовуються), високій хімічній і антикорозійній стійкості [1–4]. Ключовою вимогою є стабілізація магнітноупорядкованої фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$, керування орієнтацією осі легкого намагнічування і величиною коерцитивної сили.

Постановка задачі

Метою даної статті було дослідження формування фазового складу, структури і фізичних властивостей нанорозмірної плівкової композиції (НПК) $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (30 нм)/ SiO_2 (100 нм)/Si(001) при відпалі в азоті.

Методика експерименту

Досліджувану НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (30 нм)/ SiO_2 (100 нм)/Si(001) було отримано магнетронним методом осадження з використанням мозаїчної мішені з металів Fe і Pt високої чистоти (99,99 %). Плівка $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ товщиною 30 нм наносилась на термічно окиснену підкладку монокристалічного кремнію орієнтації (001), вкриту шаром діоксиду кремнію товщиною 100 нм. Товщина осадженої плівки і підкладки контролювалась за допомогою вимірювання частоти кварцового резонатора, яка змінювалась із зміною товщини, а також контролювалась розрахунком спектрів хімічного складу плівки, одержаних методом резерфордівського зворотного розсіювання. Точність вимірювання товщини плівки становила 0,5 нм. Термічна обробка зразків проводилася методом швидкісного термічного відпалу в азоті в інтервалі температур 720–1270 К протягом 30 с при кожній температурі. Дослідження фазового та хімічного складу, структури, морфології поверхні і фізичних властивостей НПК проводились методами фізичного матеріалознавства. Фазовий склад, структура, морфологія поверхні досліджувались методами рентгенофазового структурного аналізу (РСА), растрової електронної мікроскопії (РЕМ) на мікроскопі марки REM 106 И, просвічувальної електронної мікроскопії (ПЕМ) на мікроскопі Selmi ПЕМ-УМ, хімічний склад плівок — методом Оже-електронної спектроскопії (ОЕС) на спектрометрі ЛАС-2000, магнітні властивості — за допомогою вібраційного магнітометра марки 7404VSM, резистометричні властивості — чотиризондовим методом.

Результати та їх обговорення

На рис. 1 наведено рентгенограми зразків НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (30 нм)/ SiO_2 (100 нм)/Si(001) після осадження і після відпалів в інтервалі температур 720–1270 К.

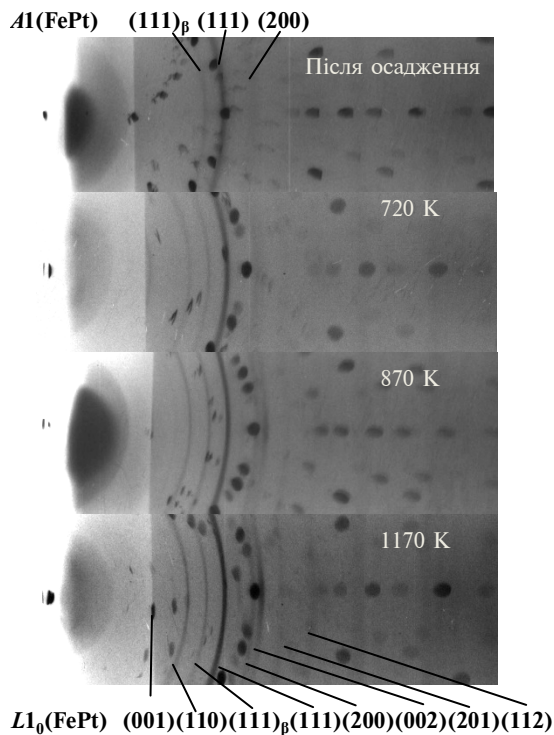


Рис. 1. Рентгенограми НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(30 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ після осадження і відпалів в азоті. Випромінювання кобальту

На рентгенограмі осадженої плівки $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ спостерігаються дифракційні максимуми: сильний поширений (111) і слабкий (200), які належать метастабільній розупорядкованій фазі $\text{Al}(\text{FePt})$ з гранецентрованою кубічною (ГЦК) ґраткою. Цей висновок було підтверджено результатами ПЕМ, згідно з якими в плівці після осадження виявлено наявність фази $\text{Al}(\text{FePt})$ з розміром зерна $110 \times 110 \text{ нм}$ (рис. 2, а). На її ку-

бічну структуру вказують як форма зерен, так і розшифровка мікродифракції. На електронному знімку (рис. 2, а) можна побачити, що зерна цієї фази переважно правильної квадратної форми. Дослідження морфології поверхні НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(30 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ після осадження показало, що плівка має здебільшого однорідну структуру (рис. 2, в).

Відпал при температурі 720 К призводить до появи на рентгенограмі зразка дифракційного максимуму (001) (див. рис. 1). Крім того, спостерігається слабе подвоєння лінії (200). Ці ознаки вказують на початок трансформації розупорядкованої фази $\text{Al}(\text{FePt})$ з ГЦК-ґраткою в упорядковану фазу $L1_0(\text{FePt})$ з гранецентрованою тетрагональною (ГЦТ) ґраткою. Після відпалу при температурі 770 К за результатами мікродифракції плівка $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ містить фазу $L1_0(\text{FePt})$, а ПЕМ-зображення мікроструктури фази $L1_0(\text{FePt})$ вказують на прямокутну форму її зерен (рис. 2, б). Розмір зерен зменшився до значень $25 \times 11 \text{ нм}$.

Після відпалу при температурі 870 К на рентгенограмі зразка можна побачити, що дифракційний максимум (200), який характерний для ГЦК-ґратки, поділяється на два чітких максимуми (200) і (002), які характерні для ГЦТ-ґратки (див. рис. 1). Це означає, що підвищення температури відпалу призводить до подальшого утворення упорядкованої фази $L1_0(\text{FePt})$. Безперервність ліній на рентгенограмах зразків, відпалених в інтервалі температур 720–1270 К, вказує на те, що процес упорядкування не призводить до появи переважної орієнтації кристалічної структури.

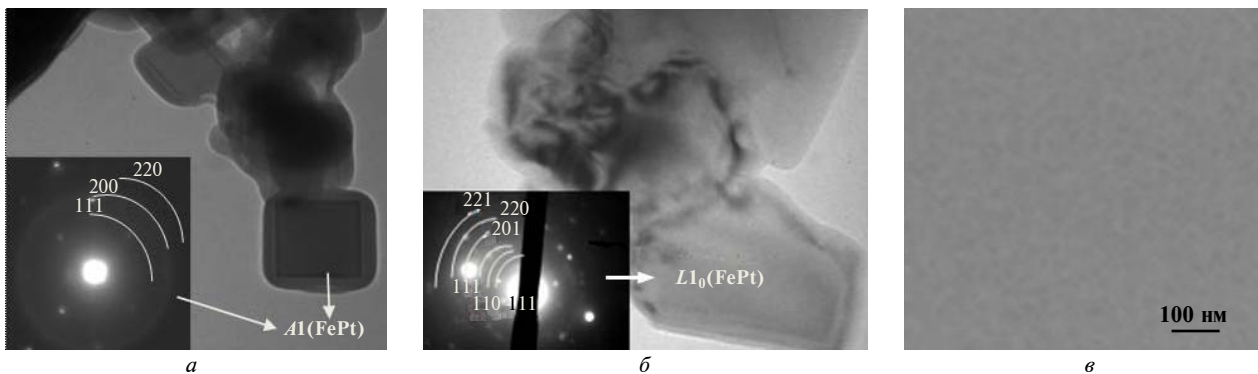


Рис. 2. ПЕМ-зображення мікроструктури (а, б) і морфологія поверхні (в) плівки $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ після осадження (а, в), $\times 350$ тис.; після відпалу при температурі 770 К (б), $\times 540$ тис.

Для визначення ступеня упорядкування фази $L1_0(\text{FePt})$ було використано відношення c/a , де c і a – параметри ґратки фази $L1_0(\text{FePt})$, параметр упорядкування S , відношення інтенсивностей дифракційних максимумів $\text{In}(001)/\text{In}(002)$, $\text{In}(001)/\text{In}(111)$ (рис. 3).

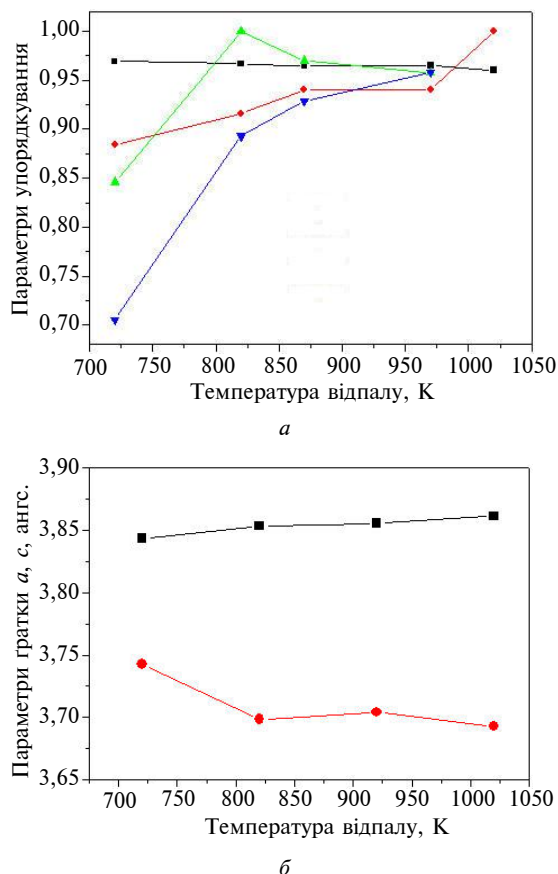


Рис. 3. Зміна параметрів упорядкування (а) і параметрів ґратки (б) фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦП}}$ з температурою відпалу в азоті: —■— c/a ; —●— S ; —▲— $\text{In}(001)/\text{In}(002)$; —▼— $\text{In}(001)/\text{In}(111)$; —■— a ; —●— c

Незначне зменшення відношення c/a свідчить про зменшення параметра c із збільшенням температури відпалу, що, в свою чергу, свідчить про збільшення ступеня упорядкування фази $L1_0(\text{FePt})$. Цей висновок підтверджується і збільшенням значень параметра упорядкування S із зростанням температури відпалу. За відношеннями інтенсивностей дифракційних максимумів $\text{In}(001)/\text{In}(002)$ на рентгенограмі досліджуваної плівки можна встановити ступінь магнітного упорядкування, а $\text{In}(001)/\text{In}(111)$ – ступінь орієнтації осі легкого намагнічування відносно нормалі до поверхні плівки [5]. Як можна бачити, зростання температури відпалу зразків дослід-

жуваної НПК супроводжується збільшенням значень відношення $\text{In}(001)/\text{In}(002)$ в інтервалі температур 720–970 К, що вказує на збільшення ступеня магнітного упорядкування плівки. Різке збільшення значень відношення $\text{In}(001)/\text{In}(111)$ з температурою вказує на переорієнтацію осі легкого намагнічування до напрямку, перпендикулярного площині плівки.

За результатами ОЕС в НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(30 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ як після осадження, так і після відпалів не спостерігалось взаємодії між плівкою і підкладкою, що свідчить про її термічну стійкість (рис. 4).

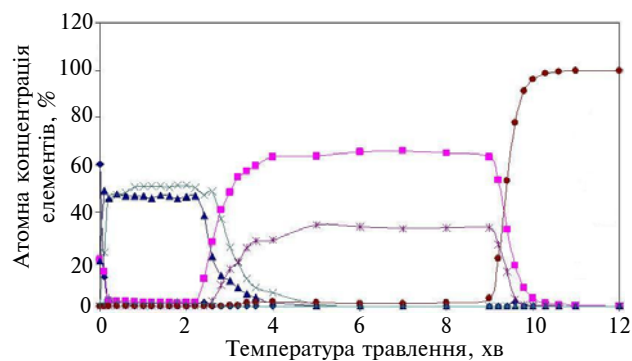


Рис. 4. Пошаровий розподіл елементів у НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ після осадження: —●— C; —■— O; —▲— Fe; —×— Pt; —*— SiO_2 ; —●— Si; —+— N

Рис. 5 демонструє, як змінюється електроопір плівки $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ в процесі відпалів під час формування магнітноупорядкованої фази $L1_0(\text{FePt})$.

Відпали НПК в інтервалі температур 290–970 К, в якому згідно з даними рентгеноструктурного фазового аналізу відбувається поліморфне перетворення $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}} \rightarrow \text{L1}_0(\text{FePt})_{\text{ГЦП}}$, супроводжуються істотним зменшенням значень електроопору плівки.

Дослідження магнітних властивостей НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(30 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ після осадження та після відпалів наведено на рис. 6 і 7.

Коерцитивна сила H_c НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(30 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ після осадження становила 182,23 Гс, намагніченість насичення M_s – 948,28 емо/см². Згідно із значеннями коерцитивної сили плівку можна віднести до твердих магнітів. Після відпалу НПК при температурі 920 К форма петлі гістерезису в умовах поля, прикладеного паралельно поверхні плівки, змінилась – коерцитивна сила збільшилась до 1000 Гс, а намагніченість насичення майже не

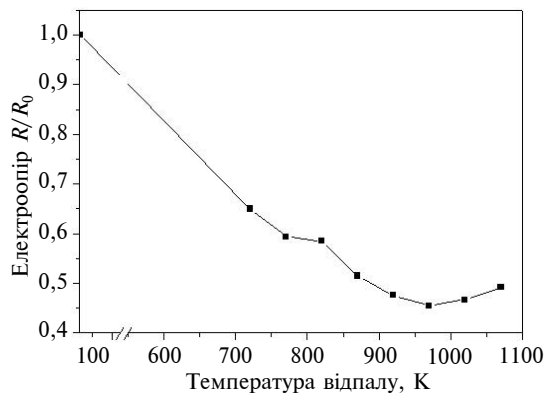


Рис. 5. Залежність електроопору НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (30 нм)/ SiO_2 (100 нм)/ $\text{Si}(001)$ від температури відпалу

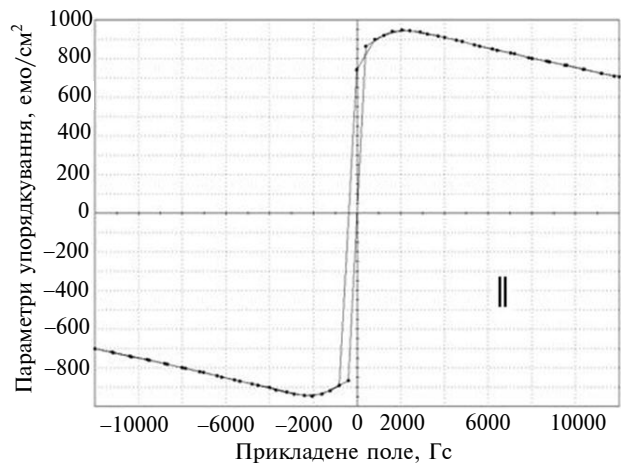


Рис. 6. Петля гістерезису НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (30 нм)/ SiO_2 (100 нм)/ $\text{Si}(001)$ після осадження: поле прикладене паралельно до поверхні півки

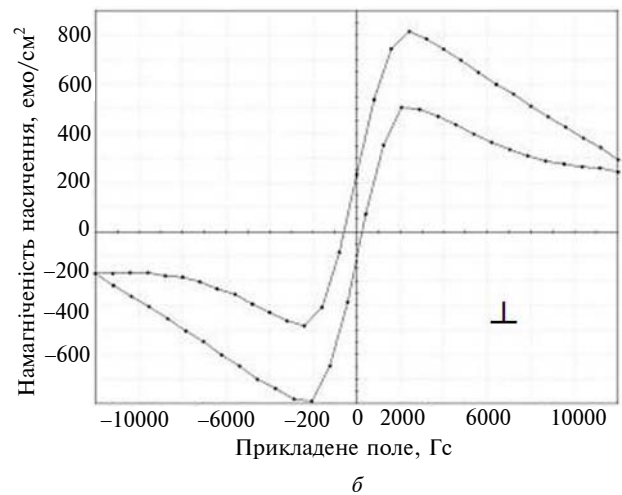
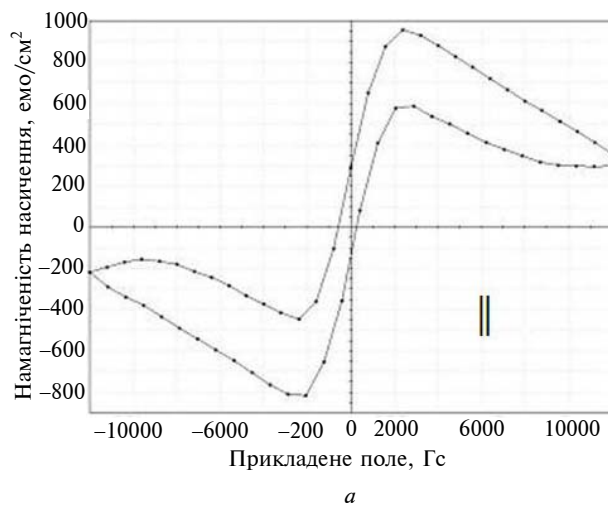


Рис. 7. Петлі гістерезису НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (30 нм)/ SiO_2 (100 нм)/ $\text{Si}(001)$ після відпалу при температурі 920 К: поле прикладене паралельно (*a*) і перпендикулярно (*б*) до поверхні півки

зросла і становила 945 емо/см^2 (рис. 7, *a*). Це пов'язане з тим, що зерна в півці не мають певної орієнтації і вона ізотропна.

При перпендикулярно прикладеному відносно поверхні півки полі характер петлі гістерезису майже не змінився. В результаті зміни напрямку магнітного поля коерцитивна сила H_c зменшилась до значення 945 Гс, намагніченість насичення M_s – до 820 емо/см^2 .

Висновки

Встановлено, що після осадження півка $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ завтовшки 30 нм складається з метастабільної розупорядкованої фази $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$ із зернами квадратної форми. Магнітоупо-

рядкована фаза $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ із зернами прямокутної форми утворюється в півці $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ після відпалу в азоті при температурі 720 К. Відпали НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (30 нм)/ SiO_2 (100 нм)/ $\text{Si}(001)$ призводять до зменшення розміру зерен з 110×109 до 25×11 нм.

Формування магнітоупорядкованої фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ в півці $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ після відпалів веде до збільшення її коерцитивної сили до 1000 Гс при намагніченості насичення $\sim 945 \text{ емо/см}^2$. Зміна напрямку магнітного поля, прикладеного до півки, не призводить до істотних змін форми петлі гістерезису, що пояснюється її ізотропністю.

Подальші дослідження і створення наукових основ формування термічно стабільних на-

норозмірних плівок FePt з магнітноупорядкованою фазою $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ дасть змогу розробити рекомендації щодо вибору технологічних параметрів процесу їх формування і стабілізування.

Автори висловлюють подяку доктору фізико-математичних наук А.Д. Шевченку за проведені магнітні дослідження.

Ю.Н. Макогон, Е.П. Павлова, С.И. Сидоренко,
Т.И. Вербицкая, Г. Беддис

ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НАНОРАЗМЕРНОЙ ПЛЕНОЧНОЙ КОМПОЗИЦИИ $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (30 нм)/ SiO_2 (100 нм)/ $\text{Si}(001)$

Изучены условия формирования магнитноупорядоченной фазы $L1_0(\text{FePt})$ с гранецентрированной тетрагональной решеткой в наноразмерной пленочной композиции $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (30 нм)/ SiO_2 (100 нм)/ $\text{Si}(001)$ при отжиге в азоте. Исследованы ее структура, морфология, электрические и магнитные характеристики. Показано, что в пленке $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ магнитноупорядоченная фаза $L1_0(\text{FePt})$ с зернами прямоугольной формы образуется после отжига при температуре 720 К, формирование которой в процессе дальнейших отжигов ведет к увеличению коэрцитивной силы пленки $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ до 1000 Гс при намагниченности насыщения ~ 945 эмс/см². Изменение направления магнитного поля, приложенного к пленке, не приводит к существенным изменениям формы петли гистерезиса, что объясняется ее изотропностью.

Yu.M. Makogon, O.P. Pavlova, S.I. Sidorenko,
T.I. Verbitska, G. Beddis

PHASE TRANSFORMATIONS AND PHYSICAL PROPERTIES OF NANODIMENSIONAL $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (30 nm)/ SiO_2 (100 nm)/ $\text{Si}(001)$ FILM SYSTEM

In this paper, we study conditions of the magnetically ordered $L1_0(\text{FePt})$ phase with a face-centered tetragonal lattice in the nanodimensional $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (30 nm)/ SiO_2 (100 nm)/ $\text{Si}(001)$ film system at annealing in nitrogen. We also investigate its structure, morphology, electric and magnetic properties. On the experimental side, we show that the magnetically ordered $L1_0(\text{FePt})$ phase with rectangular grains is formed in $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ films after annealing at 720 K. Its formation during further annealings results in the increase of $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ film coercivity up to 1000 Gs at the saturation magnetization of about 945 ems/cm². The direction change of the applied magnetic field doesn't cause any essential changes in the hysteresis loop form due to its isotropy.

1. 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).
2. Breitling A., Goll D. Hard magnetic $L1_0$ -FePt thin films and nanopatterns // J. of Magnetism and Magnetic Materials. — 2008. — **320**. — P. 1449–1456.
3. Yang E., Laughlin D.E. $L1_0$ -FePt-oxide columnar perpendicular media with high coercivity and small grain size // J. of Applied Physics. — 2008. — **104**. — P. 023904(1–3).
4. Chun Feng, Bao-He Li, Yang Liu et al. Improvement of magnetic property of $L1_0$ -FePt film by FePt/Au multilayer structure // Ibid. — **103**. — P. 023916(1–4).
5. Камзин А.С., Снеткова Е.В., Янг З. и др. 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
31 серпня 2010 року