

**НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ
імені ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО»**

Інженерно-фізичний факультет

Кафедра фізики металів

«На правах рукопису»
УДК _____

«До захисту допущено»

В.о. завідувача кафедри

_____ Іващенко Є.В.

«__» _____ 2019 р.

Магістерська дисертація

**на здобуття ступеня магістра
зі спеціальності 132 Матеріалознавство**

**на тему: «Послідовність дифузійного формування фаз в плівках Fe/Pt з
додатковим шаром Tb»**

Виконав:
студент II курсу, групи ФМ-81мп
Прилепа Владислав Олександрович _____

Керівник:
доцент к.т.н.,
Владимирський І.А. _____

Консультант з нормоконтролю:
асистент каф. ФМ,
Шаповалова Н.А. _____

Консультант з охорони праці та безпеки в надзвичайних ситуаціях:
Професор д.т.н.,
Левченко О.Г. _____

Консультант із розробки стартап-проекту:
к.е.н. доцент,
Петренко К.В. _____

Рецензент:
к.т.н. с.н.с. ФТІМС НАН України
Ворон М.М. _____

Засвідчую, що у цій магістерській дисертації
немає запозичень з праць інших авторів без
відповідних посилань.

Студент _____

Київ – 2019 року

Національний технічний університет України
«Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»
Інженерно-фізичний факультет
Кафедра фізики металів

Рівень вищої освіти – другий (магістерський) за освітньо-професійною програмою

Спеціальність (спеціалізація) – 132 Матеріалознавство («Металофізичні процеси та їх комп'ютерне моделювання»)

ЗАТВЕРДЖУЮ

В.о. завідувача кафедри

_____ Іващенко Є.В.

«__» _____ 2019 р.

ЗАВДАННЯ
на магістерську дисертацію студенту
Прилепі Владиславу Олександровичу

1. Тема дисертації «Послідовність дифузійного формування фаз в плівках Fe/Pt з додатковим шаром Tb», науковий керівник дисертації Владимирський Ігор Анатолійович, доцент, к.т.н., затверджені наказом по університету від «12» листопада 2019 р. № 3890-с

2. Термін подання студентом дисертації _____

3. Об'єкт дослідження: нанорозмірні плівкові композиції Pt(15 нм)/Tb(10 нм)/Fe(15 нм), отримані методом магнетронного осадження на термічно окиснені підкладки монокристалу Si(001)

4. Вихідні данні _____

5. Перелік завдань, які потрібно розробити _____

6. Орієнтовний перелік графічного (ілюстративного) матеріалу:.

7. Орієнтовний перелік публікацій: _____

8. Консультанти розділів дисертації*

Розділ	Прізвище, ініціали та посада консультанта	Підпис, дата	
		завдання видав	завдання прийняв
ОП та безпека в НС	Левченко О.Г., доц.		
Стартап-проект	Петренко К.В., доц.		

9. Дата видачі завдання _____

Календарний план

№ з/п	Назва етапів виконання магістерської дисертації	Термін виконання етапів магістерської дисертації	Примітка
1	Визначення та узгодження теми МД		
2	Проведення літературного огляду		
3	Розробка методики експериментів		
4	Підготовка першого та другого розділів		
5	Проведення термічної обробки		
6	Обробка результатів та підготовка третього розділу		
7	Підготовка четвертого і п'ятого розділів та оформлення МД		
8	Попередній захист		
9	Захист на засіданні ЕК		

Студент

В.О. Прилепа

Науковий керівник дисертації

І.А. Владимирський

* Якщо визначені консультанти. Консультантом не може бути зазначено наукового керівника магістерської дисертації.

РЕФЕРАТ

Магістерська дисертація: 68 сторінок, 12 таблиця, 27 рисунків, 39 літературних джерела.

НАНОРОЗМІРНІ ТОНКОПЛІВКОВІ КОМПОЗИЦІЇ, ФАЗА $L1_0$ -FePt, ТЕРМІЧНИЙ ВІДПАЛ, МАС-СПЕКТРОМЕТРІЯ, SQUID – МАГНІТОМЕТРІЯ

Об'єкт дослідження: нанорозмірні плівкові композиції Pt(15 нм)/Tb(10 нм)/Fe(15 нм), отримані методом магнетронного осадження на термічно окиснені підкладинки монокристалу Si(001).

Предмет дослідження: процеси структурно-фазових перетворень та упорядкування у нанорозмірних плівкових композиціях Pt(15 нм)/Tb(10 нм)/Fe(15 нм).

Мета дослідження: виявлення закономірностей дифузійного формування фазового складу і структури нанорозмірних плівкових композицій Pt(15 нм)/ Tb(10 нм)/Fe(15 нм) при термічній обробці у вакуумі.

Методи дослідження: магнетронне осадження, рентгеноструктурний фазовий аналіз, мас-спектрометрія вторинних нейтралей, SQUID – магнітометрія, трансмісійна електронна мікроскопія.

Результати дослідження та їх новизна: визначено, що при термічній обробці у вакуумі в нанорозмірних плівкових композиціях Pt(15 нм)/Tb(10 нм)/Fe(15 нм) неупорядкована фаза $L1_0$ -FePt починає формуватися при нагріві до температури 280 °C, а при підвищенні температури до 500 °C відбувається її дифузійний перехід у впорядковану фазу $L1_0$ -FePt. Введення додаткового шару Tb після термічної обробки обумовлює зменшення намагнічення насичення плівкового матеріалу за рахунок антиферомагнітного зв'язування між Fe і Tb, що обумовлює перспективу використання цих матеріалів у приладах спінтроники.

ABSTRACT

Master thesis: 68 pages, 12 table, 27 figures, 39 references.

NANOSCALED FILM COMPOSITIONS, $L1_0$ -FePt PHASE, THERMAL ANNEALING, MASS SPECTROMETRY, SQUID – MAGNETOMETRY

The object of research: nanoscale film compositions Pt(15 nm)/Tb(10 nm)/Fe(15 nm) obtained by dc magnetron sputtering onto thermally oxidized Si(001) monocrystalline substrates.

The subject of research: processes of structural and phase transformations and ordering in Pt(15 nm)/Tb(10 nm)/Fe(15 nm) nanoscale film compositions.

The purpose of research: investigate and describe structural and phase transformations in Pt(15 nm)/ Tb(10 nm)/Fe(15 nm) nanoscale film compositions.

The research methods: dc magnetron sputtering, secondary neutral mass spectrometry, SQUID – magnetometry, transmission electron microscopy.

Research results and novelty: it was found that formation of disordered $A1$ -FePt phase in Pt(15 nm)/Fe(15 nm) thin films started at annealing temperature of 280 °C, increase of the heat treatment temperature up to 500 °C leads to formation of the $L1_0$ -FePt ordered phase. The introduction of Tb additional layer after heat treatment causes a decrease in the saturation magnetization of the film material due to the antiferromagnetic coupling between Fe and Tb, which gives rise to the prospect of using these materials in spintronics devices.

ЗМІСТ

ВСТУП.....	8
1 ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД	9
1.1 Плівкові матеріали на основі FePt: структура, властивості, використання	9
1.2 Вплив введення додаткових шарів легуючих елементів.....	10
1.3 Вплив легування плівок FePt тербієм	14
1.4 Висновки до розділу 1	17
2 МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИКА ДОСЛІДЖЕННЯ	18
2.1 Магнетронне осадження тонких плівок.....	18
2.2 Термічна обробка у вакуумній установці ВУП-5М	18
2.3 Рентгеноструктурний фазовий аналіз	19
2.4 SQUID – магнітометрія	21
2.5 Пошаровий хімічний аналіз методом мас-спектрометрії вторинних нейтральних частинок.....	22
2.6 Трансмісійна електронна мікроскопія.....	23
2.7 Висновки до розділу 2.....	24
3.1 Термічно-індуковані процеси структуро- та фазо-утворення в нанорозмірній плівковій композиції Pt(15 нм)/Tb(10 нм)/Fe(15 нм)	25
3.2 Особливості розподілу елементів по товщині плівкових композицій Pt(15 нм)/Tb(10 нм)/Fe(15 нм) після осадження і термічної обробки у вакуумі	37
3.3 Магнітні властивості плівкових композицій Pt/Tb/Fe після осадження та відпалів в температурному інтервалі 280 °С - 620 °С	41
3.4 Висновки до розділу 3.....	43
4 РОЗРОБЛЕННЯ СТАРТАП-ПРОЕКТУ.....	45
4.1 Опис ідеї проекту	45
4.2 Аналіз ринкових можливостей запуску стартап-проекту	47
4.3 Висновки до розділу 4.....	51
5 ОХОРОНА ПРАЦІ ТА БЕЗПЕКА У НАДЗВИЧАЙНИХ СИТУАЦІЯХ	52
5.1 Аналіз небезпечних та шкідливих чинників при виконанні роботи	52

5.1.1 Мікроклімат та приміщення	52
5.1.2 Склад повітря робочої зони	54
5.1.3 Аналіз освітлення приміщення.....	54
5.2.4 Вимоги до організації робочого місця	55
5.1.5 Рівень шуму	55
5.3 Вентиляція	57
5.4 Електробезпека.....	57
5.5 Забезпечення безпеки в надзвичайних ситуаціях.....	58
5.5.1 Пожежна безпека.....	59
5.5.2 Вимоги безпеки в аварійних ситуаціях	61
5.6 Висновки до розділу 5.....	62
ВИСНОВКИ	63
CONCLUSIONS.....	64
СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ.....	65

ВСТУП

З кожним роком сучасні високі технології спінтроніки та наноелектроніки все глибше проникають у повсякденне життя. Стрімкий розвиток науки призводить до появи досконаліших пристроїв, які потребують все більшого обсягу зберігання даних. Одним з провідних способів збереження інформації є магнітний запис.

Прилади магнітного запису мають володіти високою термічною та часовою стабільністю зберігання даних, а також забезпечувати великий обсяг зберігання. Тому однією із задач матеріалознавства є створення новітніх матеріалів та сплавів, які будуть задовольняти ці вимоги, а також забезпечувати покращення характеристик даних пристроїв.

Такими властивостями володіють тонкі плівки на основі FePt, які мають в своїй структурі хімічно впорядковану фазу $L1_0$ -FePt. Ця фаза характеризується високим значенням магнітокристалічної анізотропії та коерцитивної сили, що може забезпечити високу стабільність зберігання даних навіть при малих розмірах магнітних комірок носія.

В даній роботі розглянуто вплив шару Tb на властивості тонкоплівкових композицій на основі FePt. Припускається, що за рахунок антиферромагнітного зв'язування між Fe і Tb відбудуватиметься зменшення намагнічення насичення плівкового матеріалу, що викликає перспективу його використання у приладах спінтроніки.

Однак закономірності дифузійного формування структури і фазового складу нанорозмірних плівкових композицій Pt/Tb/Fe при їх термічній обробці у вакуумі не можна вважати такими, що встановлені повною мірою.

1 ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД

1.1 Плівкові матеріали на основі FePt: структура, властивості, використання

Магнітний запис є домінуючою технологією зберігання великого об'єму даних. Одним з найбільш поширених пристроїв, в якому реалізується даний вид запису, є жорсткий диск [1, 2]. Основна перевага даного пристрою по відношенню до конкуруючих технологій – це поєднання великої щільності (вище 700 Гбіт/дюйм²) і низької собівартості зберігання інформації [3].

Сучасні магнітні носії інформації мають забезпечувати достатньо велику щільність та високу термічну стабільність зберігання даних. Таким характеристикам можуть відповідати магнітні носії на основі тонкоплівкових матеріалів FePt з впорядкованою фазою $L1_0$. Ця фаза має високу магнітокристалічну анізотропію ($K_u \approx 7$ МДж/м³), що може забезпечити досягнення надвисокої щільності запису (1 Тбіт/дюйм²) [4, 5].

Невпорядкована фаза $A1$ -FePt формується при відпалі за низьких температур 200 °С - 300 °С. Для переходу від невпорядкованої фази $A1$ -FePt у впорядковану $L1_0$ -FePt необхідне проведення високотемпературної термічної обробки або осадження тонких плівок на нагріті підкладки з параметрами решітки, більшими, ніж у FePt [6]. Тоді кристалічна ґратка змінюється з кубічної на тетрагональну. Цей процес супроводжується збільшенням параметру a і зменшенням параметру c кристалічної будови (рис. 1.1). Хімічне впорядкування може бути також прискорене прикладанням напружень або високим тиском Ag під час процесу магнетронного розпорошення [7].

Треба зазначити, що високотемпературна обробка є недоліком, який перешкоджає практичному застосуванню даних матеріалів. Останнім часом зроблено велику кількість спроб зниження температури процесу впорядкування, наприклад, шляхом додавання легуючих елементів Ag, Au або Tb [11, 13, 15], іонного опромінення [11].

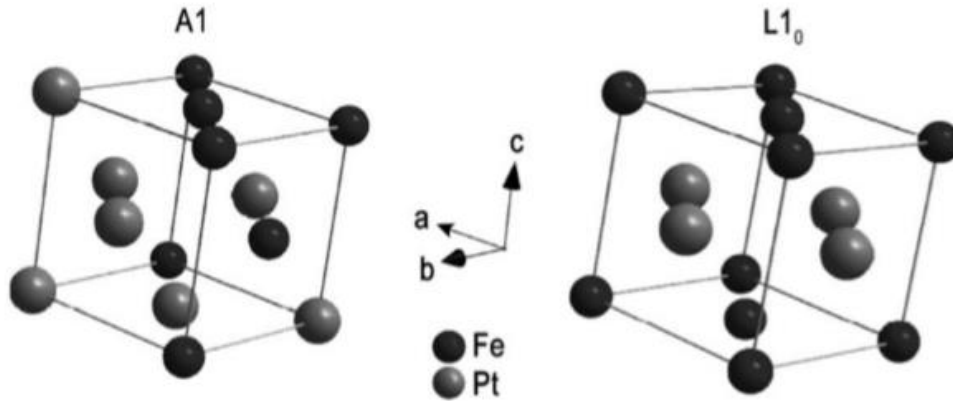


Рисунок 1.1 – Кристалічна структура неупорядкованої фази $A1$ та впорядкованої фази $L1_0$ FePt [8]

Легування плівки FePt "третіми" елементами, такими як Au, Ag та Zn, може прискорити хімічне впорядкування сплаву, тим самим дозволяючи утворити фазу $L1_0$ при відносно низьких температурах [9]. Це дозволить уникнути небажаного росту зерен під час термічної обробки, тобто потенційно збільшити щільність запису магнітних носіїв інформації.

Також, для великої кількості практичних застосувань необхідне розташування вісі легкого намагнічування плівкового матеріалу у площині, перпендикулярній до його поверхні. Тому багато зусиль спрямовано на досягнення перпендикулярної $[001]$ орієнтації вісі легкого намагнічування. Для тонких плівок $L1_0$ -FePt площина (111) є найбільш стійкою через найменшу поверхневу енергію [5-6]. В роботах [5, 7-10] виявлено, що відпал *in-situ*, який проводився в одному вакуумному циклі з процесом осадження, викликає формування текстури $[001]$ зерен плівок FePt за рахунок епітаксійного росту на монокристалічній підкладинці. Даний ріст полягає у тому, що один матеріал росте орієнтовано на іншому при збереженні кристалографічної відповідності між підкладинкою і плівкою [8].

1.2 Вплив введення додаткових шарів легуючих елементів

Виготовлення плівкових матеріалів на основі FePt у вигляді тришарових нанорозмірних композицій з додатковими шарами легуючих елементів має

величезний потенціал для формування впорядкованого сплаву у тонкоплівковому стані з надмалими зернами і їх вираженою перпендикулярною орієнтацією в напрямку [001]. Такий матеріал має суттєві перспективи використання в якості носія інформації при технології перпендикулярного магнітного запису наступного покоління [12].

Як зазначалося раніше, ефективним способом зниження температури фазового перетворення неупорядкованої фази $A1$ -FePt у впорядковану $L1_0$ -FePt є легування тонкоплівкових композицій додатковими елементами, наприклад Ag, Au, Zn, Cu та ін. В даних композиціях легуючі елементи можна умовно поділити на ті, які формують потрійні з'єднання з FePt (Zn, Cu) і ті, які виступають в якості сегрегантів по границях зерен впорядкованої фази (Ag, Au) [12]. В роботах [11-13] зазначено, що сегрегація даних елементів по границях зерен сприяє зниженню обмінної взаємодії між сусідніми феромагнітними зернами, що позитивно впливає на коерцитивну силу плівкового матеріалу.

В роботі [11] досліджено зміну коерцитивної сили тонких плівок [FePt(15 нм)/Au(7,5 нм)/FePt(15 нм)] після відпалу в атмосферах Ar і (Ar + H₂) в інтервалі температур 500 °C - 800 °C. Введення водню в атмосферу відпалу дозволяє досягти високого значення коерцитивної сили (16 кЕ) після термічної обробки за температури 600 °C. Ця температура нижча на 100 °C порівняно з термічною обробкою в чистому Ar. Даний ефект пов'язаний з дифузією Au (рис. 1.2) границями зерен впорядкованої фази $L1_0$ -FePt, що призводить до утворення немагнітної сітки у феромагнітній матриці. Також у роботі [11] зроблено висновок, що ступінь хімічного впорядкування, розмір та орієнтація зерен, морфологія поверхні не мають істотного впливу на коерцитивну силу плівок після термічної обробки за обраних умов. В той же час, показано, що кількість немагнітної фази в границях зерен впорядкованої фази $L1_0$ -FePt є домінуючим фактором, що впливає на магнітні властивості. Дифузійна міграція зерен з більшим вмістом Au у фазі $L1_0$ -FePt відбувається під час відпалу в атмосфері Ar, що призводить до зменшення розміру зерна даної фази [11].

Додавання водню блокує рух границі – розмір зерна збільшується зі збільшенням температури відпалу.

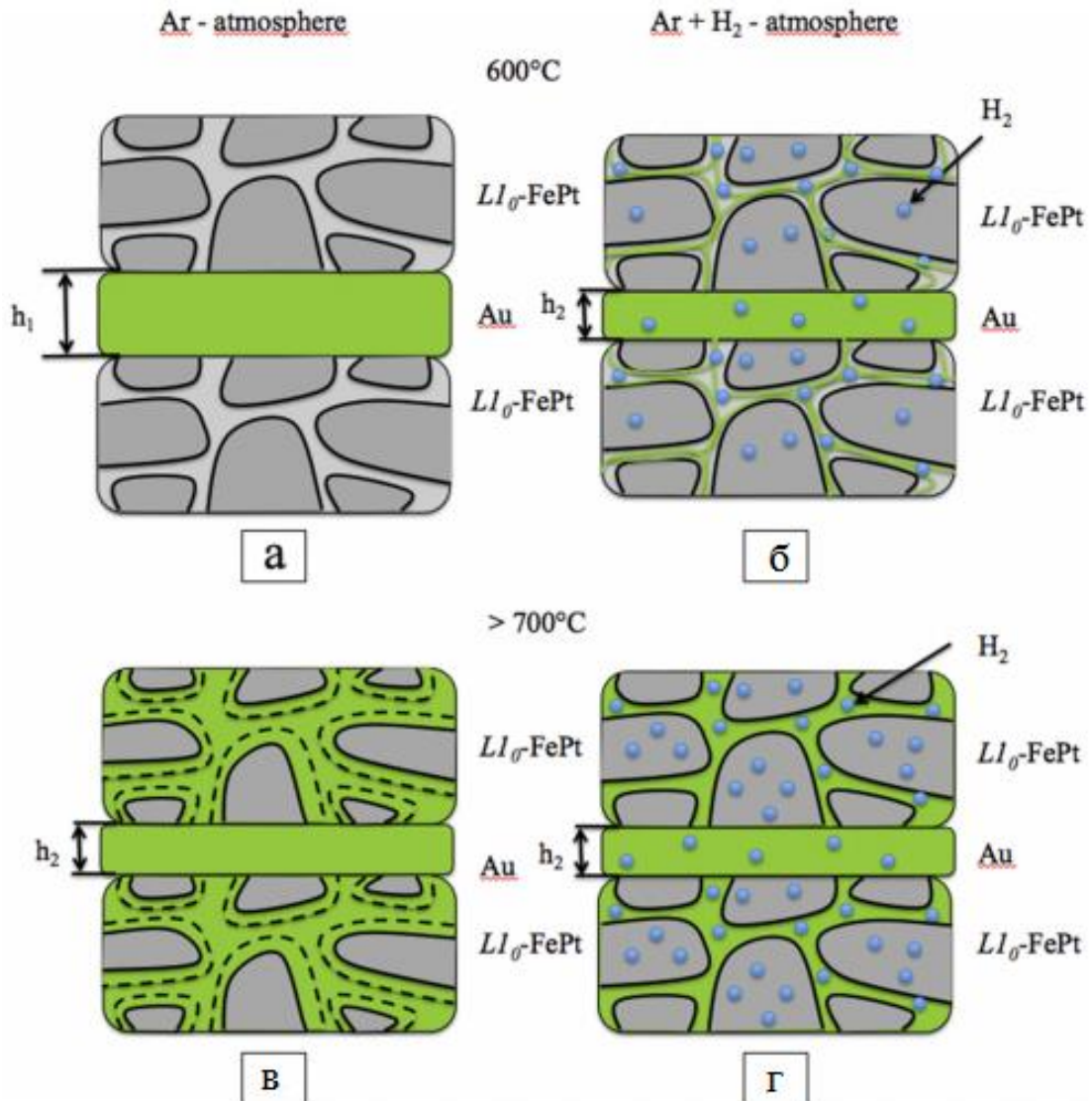


Рисунок 1.2 – Схематична ілюстрація процесу зернограничної дифузії Au під час відпалу тонких плівок [FePt(15 нм)/Au(7,5 нм)/FePt(15 нм)] у різних атмосферах за температури 600 °C (а, б) та 700 °C (в, г) [11]

В роботі [13] розглянуто нанорозмірні дроти $Fe_{57}Pt_{43}$ та $(FePt)_{84}Zn_{16}$, отримані методом електроосадження. З'ясовано, що додавання Zn до феромагнітних сплавів FePt є ефективним методом зниження температури впорядкування. В структурі нанорозмірних дротів $(FePt)_{84}Zn_{16}$, відпалених за температури 350 °C, утворюється впорядкована фаза з коерцитивністю,

приблизно вдвічі меншою, ніж у нелегованих дротах $\text{Fe}_{57}\text{Pt}_{43}$. Це сприяє зниженню температури впорядкування тонкоплівкових композицій $(\text{FePt})_{84}\text{Zn}_{16}$ на $150\text{ }^\circ\text{C}$ [13]. На рис. 1.3 представлено петлі магнітного гістерезису нанодротів $\text{Fe}_{57}\text{Pt}_{43}$ та $(\text{FePt})_{84}\text{Zn}_{16}$ при магнітному полі, прикладеному паралельно та перпендикулярно до осі цих матеріалів [13]. Ці петлі гістерезису переконливо свідчать, що обидва зразки є магнітно-м'якими.

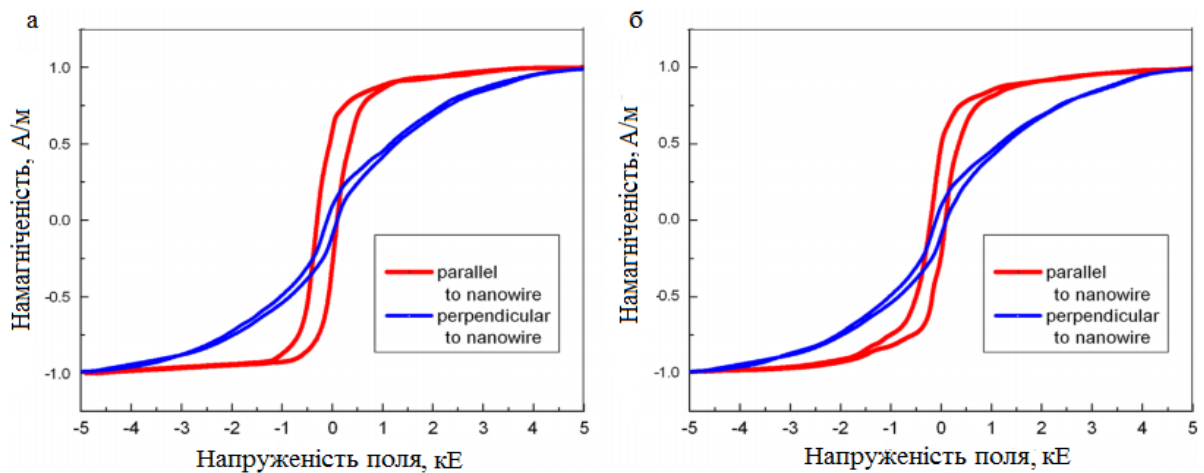


Рисунок 1.3 – Петлі гістерезису нанодротів $\text{Fe}_{57}\text{Pt}_{43}$ (а) і $(\text{FePt})_{84}\text{Zn}_{16}$ (б) після відпалу [13]

У багатьох роботах виявлено позитивний вплив легування Ag на зниження температури впорядкування в плівках FePt [14-15]. Введення додаткового шару легуючого елементу Ag сприяє формуванню впорядкованої фази $L1_0\text{-FePt}$ в тонких плівках $\text{FePt}(15\text{ нм})/\text{Ag}(x\text{ нм})/\text{FePt}(15\text{ нм})$ на підкладках термічно окисненого монокристалічного кремнію $\text{SiO}_2(100\text{ нм})/\text{Si}(001)$ – спостерігається зменшення температури впорядкування та утворення фази $L1_0\text{-FePt}$ приблизно на $100\text{ }^\circ\text{C}$. Відпал при високих температурах призводить до дифузії Ag границями зерен FePt у напрямку вільної поверхні, що супроводжується підвищенням шорсткості поверхні плівкового матеріалу. Коерцитивна сила при цьому досягає значень до $\sim 19\text{ кЕ}$ після відпалу за $900\text{ }^\circ\text{C}$.

В дослідженні [15] встановлено, що для наночастинок FePt розміром 4 нм із вмістом Ag 20 %, отриманих методом хімічного синтезу, значення енергії активації процесу впорядкування є меншим на 32 кДж/моль в порівнянні з частками FePt без Ag. Дане зменшення енергії активації пояснюється збільшенням концентрації вакансій в 3×10^3 рази і відповідним збільшенням коефіцієнтів дифузії атомів Fe і Pt. Збільшення кількості вакансій відбувається через дифузію атомів Ag під час термічної обробки.

Особливий інтерес представляє дослідження закономірностей дифузійного структуро- і фазо-утворення в нанорозмірних матеріалах на основі FePt, легованих рідкоземельними елементами. Раніше вивчено додавання легкого рідкоземельного елемента Nd. В результаті такого легування в тонких плівках з впорядкованою фазою $L1_0$ -FePt спостерігається підвищення значення намагніченості насичення, що обумовлюється феромагнітним зв'язуванням магнітних моментів Fe та Nd [16]. Додавання важких рідкоземельних матеріалів, наприклад Tb, навпаки повинно призвести до суттєвого зменшення намагніченості через виражений антиферомагнітний зв'язок між магнітними моментами Fe і Tb [16]. Крім того, показано, що динаміку намагніченості магнітно-м'яких плівок можна змінювати шляхом легування рідкоземельними елементами. Зменшення намагніченості високоанізотропних плівок FePt може викликати перспективу їх використання також у приладах спінтроніки – наприклад, у нанорозмірних структурах, в яких реалізуються магнітні тунельні переходи.

1.3 Вплив легування плівок FePt тербієм

В роботі [16] виявлено, що додавання тербію до хімічно впорядкованої фази $L1_0$ -FePt призводить до значних змін в структурі та магнітних властивостях матеріалу залежно від вмісту Tb. При підвищенні температури до 770 °C починає формуватися впорядкована фаза $L1_0$ -FePt. З додаванням тербію погіршується впорядкування фази і утворюються додаткові кристалічні фази

Tb-Pt [16]. Ці структурні зміни при більш високому вмісті Tb супроводжуються вираженим послабленням перпендикулярної магнітної анізотропії.

В роботі [16] показано, що тонкоплівкові композиції FePt, осаджені на підкладинки монокристалічного MgO(001) за температури 530 °C, характеризуються досить слабким хімічним впорядкуванням фази $L1_0$. При додаванні Tb спостерігається зсув параметра решітки c , що вказує на те, що Tb призводить до виникнення додаткових пружних напружень в решітці, що спонукає до повної аморфізації плівок. Більш висока температура осадження 700 °C - 770 °C сприяє хімічному впорядкуванню та росту фази $L1_0$ -FePt з переважною орієнтацією зерен у напрямку [001]. При додаванні Tb спостерігається погіршення впорядкування фази $L1_0$ -FePt та перпендикулярної магнітної анізотропії [16]. При вмісті Tb вище 11 ат.% спостерігається утворення кристалічних фаз Tb-Pt.

Відповідно до діаграми термодинамічної рівноваги (рис. 1.4) в системі Pt-Tb формується дев'ять інтерметалічних сполук [17].

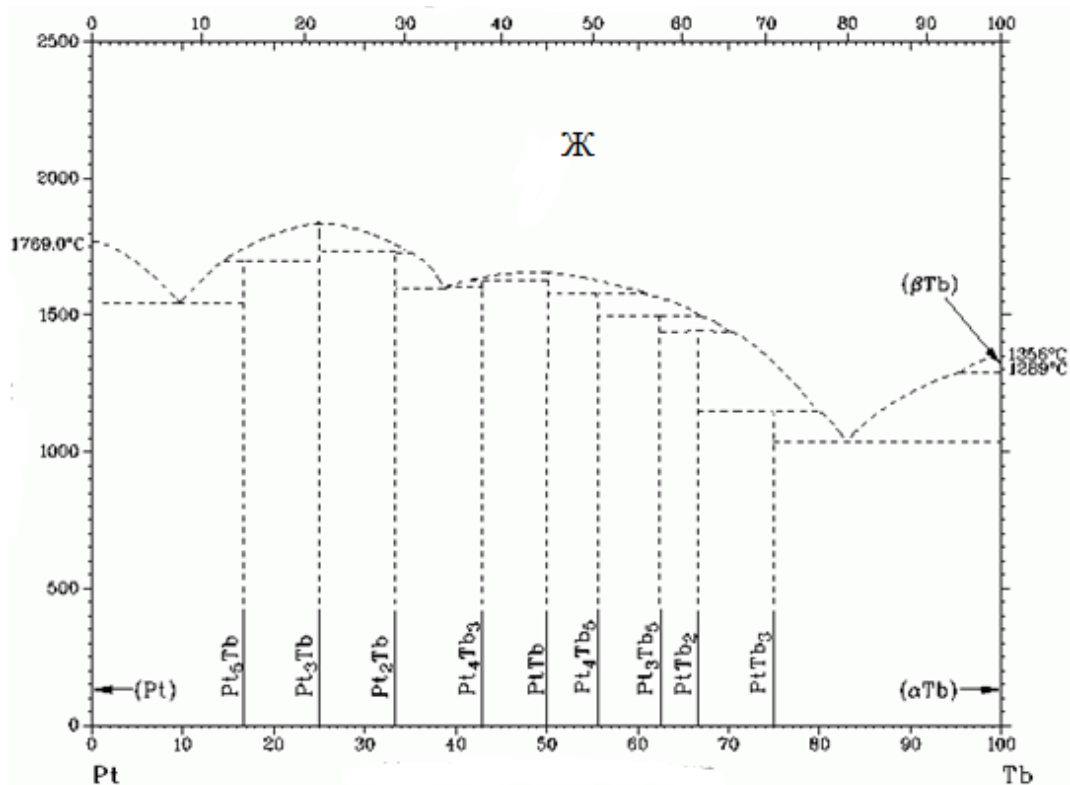
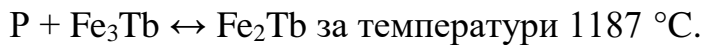
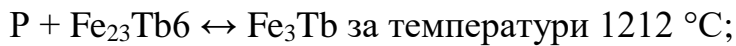
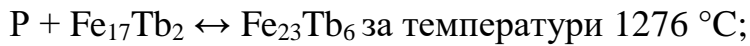
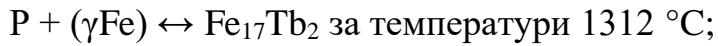


Рисунок 1.4 – Діаграма термодинамічної рівноваги системи Pt-Tb [17]

За температури 1050 °С і концентрації 72 ат.% Tb в системі протікає евтектична реакція $P \leftrightarrow Fe_2Tb + (\alpha Tb)$.

Розглянемо діаграму термодинамічної рівноваги системи Fe-Tb, представлену на рис. 1.5. В цій системі можливе формування чотирьох інтерметалічних з'єднань за піротектичними реакціями:



За температури 847 °С і концентрації 83 ат.% Tb в системі протікає евтектична реакція $P \leftrightarrow PtTb_3 + (\alpha Tb)$.

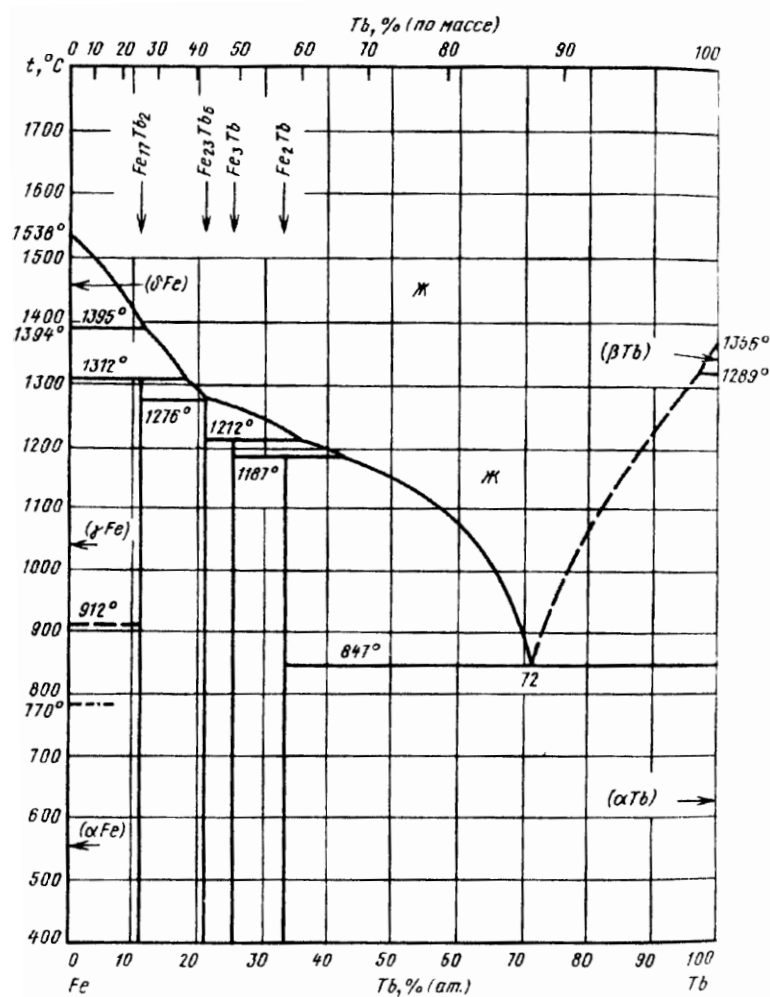


Рисунок 1.5 – Діаграма термодинамічної рівноваги системи Fe-Tb [17]

В роботі [17] зроблено припущення, що сполука Fe_2Tb має область гомогенності за підвищених температур, яка більш виражена в сторону Fe, тобто чим більшим є вміст Fe, тим більш рівномірно розподілені атоми в сполуці FeTb . Але виміри параметрів ґратки фази Fe_2Tb , виконані в роботі [18], підтвердили відсутність області гомогенності. За результатами термічного аналізу виявлено, що додавання Tb призводить до підвищення температури переходу $(\alpha\text{Fe}) \rightarrow (\gamma\text{Fe})$ і зниження температури перетворення $(\gamma\text{Fe}) \rightarrow (\sigma\text{Fe})$. Додавання Fe майже не впливає на температуру поліморфного перетворення Tb [15].

Можна зробити висновок, що закономірності термічно індукованого дифузійного формування структури і фазового складу нанорозмірних плівкових композицій Pt/Tb/Fe не можна вважати такими, що встановлені повною мірою.

1.4 Висновки до розділу 1

1. Нанорозмірні плівкові композиції на основі FePt з впорядкованою фазою $L1_0\text{-FePt}$ мають високі магнітні характеристики зокрема магнітно-кристалічну анізотропію і коерцитивну силу, що обумовлює перспективу їх майбутнього використання у високих технологіях наноелектроніки і спінтроніки.

2. Введення додаткових шарів легуючих елементів, наприклад Ag, Au та Zn, може обумовлювати зменшення температури формування впорядкованої фази $L1_0\text{-FePt}$ і збільшення її коерцитивної сили. Відповідно збільшується потенційна щільність запису та термічна стабільність магнітних носіїв інформації на основі даних матеріалів.

3. Додавання Tb в тонкоплівкові композиції FePt може обумовлювати зменшення їх намагніченості насичення, що дає змогу використовувати такі матеріали у приладах спінтроніки. Однак закономірності термічно-індукованих дифузійних процесів а також процесів структуро- та фазо-утворення в нанорозмірних плівкових композиціях на основі FePt з додатковими шарами Tb не є визначеними повною мірою і потребують подальших досліджень.

2 МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИКА ДОСЛІДЖЕННЯ

2.1 Магнетронне осадження тонких плівок

В даній роботі нанорозмірні плівкові композиції Pt(15 нм)/Tb(10 нм)/Fe(15 нм) отримано методом магнетронного осадження на підкладинки термічно окисненого монокристалічного кремнію SiO₂(100 нм)/Si(001).

Суть методу магнетронного осадження полягає у розпорошенні матеріалу мішені-катода при його бомбардуванні іонами робочого газу, що утворюються в плазмі тліючого розряду. Основні елементи системи розпорошення – це катод, анод і магнітна система, призначена для локалізації плазми у поверхні мішені – катода. Магнітна система, розташована під катодом, складається з центрального і периферійних постійних магнітів, розташованих на підкладинці з магнітно-м'якого матеріалу. На катод подається постійна напруга від джерела живлення. Основні переваги магнетронного способу осадження – висока швидкість нанесення плівки і можливість збереження стехіометрії розпорошеного матеріалу. Залежно від складу робочої атмосфери (часток кисню, азоту, діоксиду вуглецю, сірчистих газоподібних сполук) можна отримувати плівки оксидів, нітритів, карбідів, сульфідів різних матеріалів [19].

В даній роботі швидкість осадження металевих шарів становила 0,1 нм/с, за робочого тиску 1,33 Па.

2.2 Термічна обробка у вакуумній установці ВУП-5М

Вакуумний універсальний пост ВУП-5м (рис. 2.1) використовували для проведення термічної обробки плівкових композицій Pt/Tb/Fe з метою активації дифузійних процесів і формування неупорядкованої фази $A1$ -FePt та її подальшого переходу у впорядковану фазу $L1_0$ -FePt



Рисунок 2.1 – Вакуумний універсальний пост ВУП-5м

Відпали проводились у вакуумі 10^{-2} Па. Швидкість нагрівання складала близько 0,3 К/с. В якості джерела тепла використовували вольфрамову спіраль, через яку пропускається електричний струм. Після досягнення певної температури зразок прибирали з зони термічного впливу для швидкого охолодження.

2.3 Рентгеноструктурний фазовий аналіз

Одним із сучасних і простих методів визначення фазового складу кристалічних тіл є рентгенівський. В основу методу покладено явище дифракції рентгенівських променів на кристалічній решітці досліджуваного матеріалу. Кожна фаза має свою кристалічну ґратку. Під фазою розуміють частину речовини, відокремлену від інших його частин границею поділу, при переході через яку властивості змінюються стрибкоподібно [20].

Для виконання якісного і кількісного фазового аналізу використовується сучасна рентгенівська апаратура – рентгенівські дифрактометри, які дозволяють проводити його швидко і з великою точністю.

В даній роботі рентгеноструктурні дослідження проводились за допомогою дифрактометру Rigaku ULTIMA IV (рис. 2.2) у випромінюванні мідного аноду ($\lambda_{Cu\ K\alpha} = 1,54184 \text{ \AA}$).



Рисунок 2.2 – Зовнішній вигляд дифрактометра Rigaku ULTIMA IV

Дифракційна картина залежить від довжини хвилі використовуваних рентгенівських променів і будови об'єкта. Для дослідження атомної структури зазвичай застосовують випромінювання з довжиною хвилі близькою до міжатомних відстаней $\sim 1 \text{ \AA}$.

Основною умовою дифракції рентгенівських променів на кристалічній ґратці є рівняння Вульфа-Брегга:

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (2.1)$$

де d – міжплощинна відстань, \AA ;

θ – кут дифракції рентгенівського променя;

λ – довжина хвилі випромінювання монохроматичних рентгенівських променів, падаючих на кристал, Å;

n – порядок дифракційного максимуму.

Інтенсивність дифракційного рефлексу залежить від декількох факторів:

- режиму роботи рентгенівського апарату;
- струму, який проходить через трубку;
- напруги на трубці;
- розміру щілин;
- режиму роботи лічильника квантів рентгенівського випромінювання.

Інтенсивність рефлексу визначається кількістю даної фази. Якщо досліджуваний об'єкт складається з декількох фаз, то кожній фазі відповідатиме свій власний набір дифракційних максимумів [20, 21].

2.4 SQUID – магнітометрія

SQUID (Superconducting Quantum Interference Device – надпровідний квантовий інтерференційний пристрій) – це надчутливий магнітометр, який використовують для вимірів дуже слабких магнітних полів і дослідження магнітних властивостей нанорозмірних плівок. Чутливість цих пристроїв досягає 5×10^{-33} Дж/Гц [22].

Найпростіший SQUID-магнітометр має у своєму складі надпровідне кільце з двома джозефсонівськими (явище протікання надпровідного струму через тонкий шар діелектрика) тунельними контактами, які є аналогом оптичного ефекту з інтерференцією від двох щілин (тільки в даному випадку інтерферують не світлові хвилі, а два джозефсонівських струми) [22]. Важливим для розуміння роботи SQUID-магнітометра є наявність хвильових властивостей електрона. В пристрої хвиля електронів поділяється на дві, кожна з яких проходить свій тунельний контакт, а потім обидві хвилі з'єднуються разом. У випадку відсутності зовнішнього магнітного поля обидві гілки будуть однакові – різниця фаз відсутня. Але при наявності магнітного поля в контурі

виникає різниця фаз і при з'єднанні хвиль електронів спостерігатиметься явище інтерференції.

В даній роботі використовувався магнітометр MPMS SQUID VSM (рис. 2.3) виробництва Quantum Design, який має чутливість менше 8×10^{-8} Дж/Гц при максимальному прикладеному полі 70 кЕ. За допомогою даного приладу магнітні дослідження можуть проводитися за температур від -271 °С до 127 °С при стандартному налаштуванні і до 737 °С при наявності додаткової високотемпературної приставки.

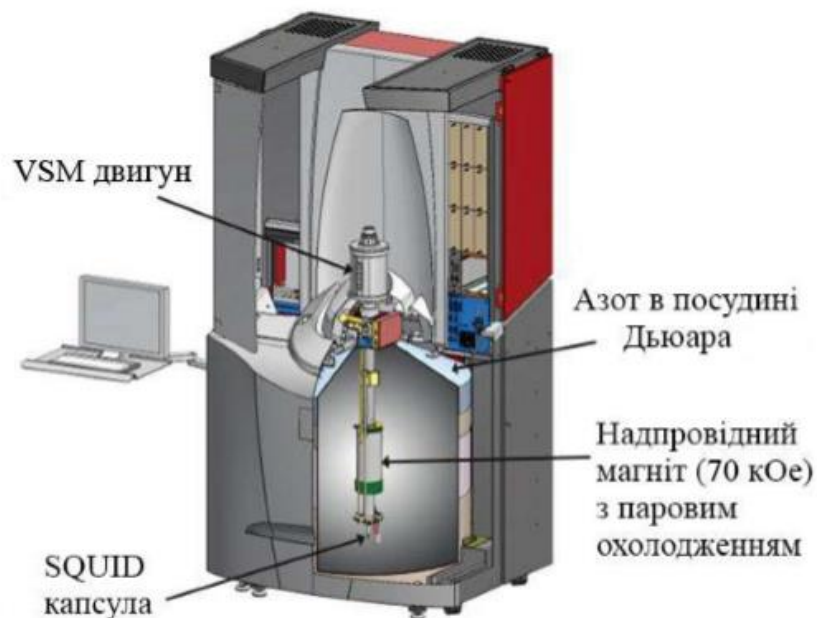


Рисунок 2.3 – Магнітометр MPMS SQUID VSM [23]

2.5 Пошаровий хімічний аналіз методом мас-спектрометрії вторинних нейтральних частинок

Метод мас-спектрометрії полягає в бомбардуванні поверхні твердого тіла пучком первинних іонів. Це призводить до емісії ряду вторинних частинок та електромагнітного випромінювання. В процесі розпорошення поверхневі шари матеріалу руйнуються. Поріг чутливості мас-спектрометричного методу досягає для багатьох елементів 10^{-9} % [24].

Поверхня зразка опромінюється пучком первинних іонів таких елементів як Ar, Ne, Kr та ін., енергія яких більше деякого критичного

значення, що залежить від типу первинного іону і матеріалу. Розпорошені частинки випромінюються у вигляді нейтральних атомів, іонів або кластерів. Більшість поверхневих частинок розпорошується в нейтральному стані. Імовірність того, що вибита з поверхні частинка буде іоном складає приблизно від 10^{-5} до 10^{-1} , що залежить від потенціалу іонізації емітуемого атома та хімічних властивостей локальної області, що лежить в межах каскаду зіткнень від точки емісії атома [24]. Таке явище назвали матричним ефектом. Потік вторинних іонів і, відповідно, інтенсивність піків в спектрах вторинно-іонної мас-спектрометрії піддаються сильному впливу зі сторони матриці, який дуже складно оцінити кількісно.

В даній роботі для мас-спектрометрії вторинних нейтральних частинок використано режим прямого бомбардування іонами плазми низького тиску, яка слугувала джерелом виникнення первинних іонів, а також середовищем постіонізації емітованих нейтральних атомів. Діаметр області розпорошення складав 3 мм. Для отримання високої роздільної здатності за глибиною (< 2 нм), а також з метою отримання можливості розрахунку прямих концентраційних профілів, до зразка прикладалась напруга зміщення 350 В. Концентрація елементів розраховувалась, зважаючи на її лінійну залежність від отриманої в досліді інтенсивності.

2.6 Трансмісійна електронна мікроскопія

Просвічуюча (трансмісійна) електронна мікроскопія (ТЕМ) – вид електронної мікроскопії, який дозволяє отримувати пряме зображення об'єкта за допомогою електронного променя [25]. Даний тип мікроскопії, завдяки проходженню електронного променю крізь зразок, дозволяє отримувати надвисокі значення роздільної здатності до 0,08 нм.

Принцип роботи трансмісійного мікроскопу полягає у тому, що електрони проходять через об'єкт, який має бути підготовлений для дослідження, тобто бути достатньо тонким. Зазвичай достатня товщина зразків складала від декількох нанометрів до мікрметра. У камері мікроскопа має бути

високий вакуум (10^{-7} мБар) для усунення взаємодії електронів з молекулами повітря. Пучок електронів виходить з джерела – катода, так званої електронної гармати і прискорюється високою напругою. При цьому для управління пучком використовується система магнітно-електричних конденсорів-лінз таким чином, щоб він попадав перпендикулярно до обраної ділянки об'єкта [26].

При попаданні на об'єкт частина електронів розсіюється в залежності від порядкового номера елемента чи його оточення в кристалічній структурі. За допомогою діафрагми пропускаються не розсіяні електрони та на екрані отримується пряме зображення реальної структури, яке можна використовувати для інтерпретації або розрахунків [26].

Також при електронно-мікроскопічних дослідженнях використано метод енергодисперсної рентгенівської спектроскопії з метою виявлення розподілу хімічного складу в досліджуваних нанорозмірних плівкових композиціях. Даний метод є аналітичною методикою елементарного аналізу твердої речовини, що базується на аналізі енергії її рентгенівського спектру і дає змогу отримати якісний та кількісний склад зразка.

2.7 Висновки до розділу 2

1. Тонкоплівкові композиції Pt/Tb/Fe отримано методом магнетронного осадження і піддано подальшій термічній обробці у вакуумі з метою дослідження температурних інтервалів формування проміжних і стабільних фаз, що існують в даній плівковій системі.

2. З метою виявлення закономірностей дифузійного формування структурно-фазових станів нанорозмірних плівкових композицій Pt/Tb/Fe в даній роботі використано методи сучасного фізичного матеріалознавства – рентгеноструктурний фазовий, пошаровий хімічний аналіз, SQUID-магнітометрію, а також трансмісійну електронну мікроскопію.

3 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

3.1 Термічно-індуковані процеси структуро- та фазо-утворення в нанорозмірній плівковій композиції Pt(15 нм)/Tb(10 нм)/Fe(15 нм)

В даній роботі усі плівкові зразки Pt/Tb/Fe у вихідному стані та після термічної обробки в інтервалі температур 155 °С - 620 °С досліджувались методом рентгеноструктурного фазового аналізу. За результатами було отримано інформацію щодо наявності фазових та структурних складових тонкоплівкових композицій Pt/Tb/Fe після різних етапів термічно-індукованого дифузійного формування фаз.

На рис. 3.1 представлено дифрактограми плівкової композиції Pt/Tb/Fe після осадження та відпалів за температур 155 °С - 215 °С. На дифрактограмі зразка у вихідному стані спостерігається один виражений рефлекс Pt(111), що підтверджує шарувату структуру досліджуваного плівкового матеріалу у вихідному стані.

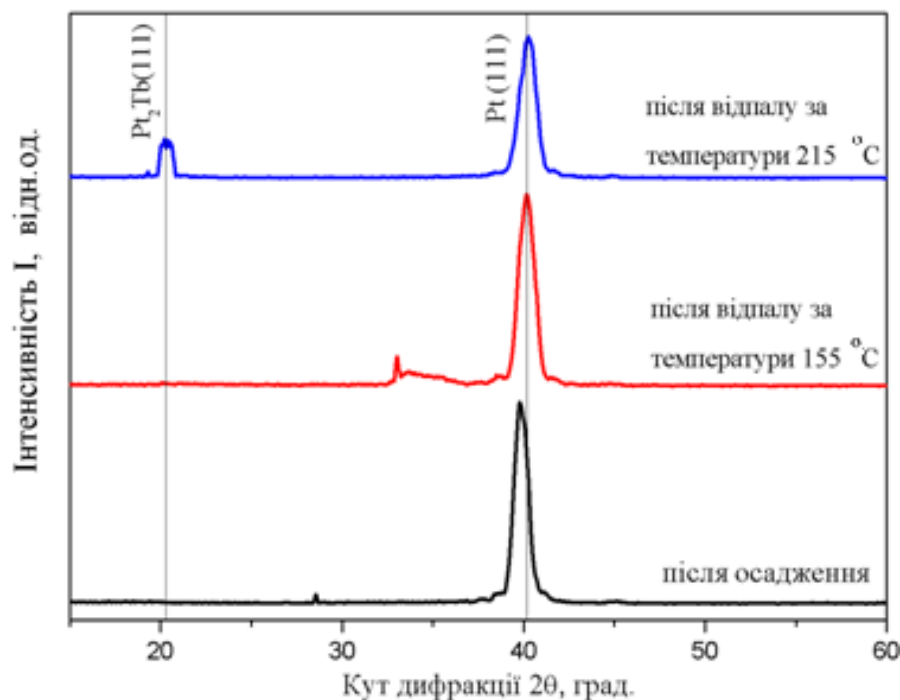


Рисунок 3.1 – Дифрактограми плівкової композиції Pt/Tb/Fe після осадження та відпалів за температур 155 °С та 215 °С

На рис. 3.2 представлено результати оцінки товщини шарів кожного елементу плівкової композиції Pt/Tb/Fe після осадження. На електронно-мікроскопічному зображенні білим контуром виділено області елементів, які представлені на графіку. За результати розрахунків отримано наступні значення: Pt – 16,74 нм, Tb – 9,06 нм, Fe – 13,79 нм. Отже, похибка отриманої товщини шарів досліджуваної плівкової композиції відносно номінальної складає ~1 нм.

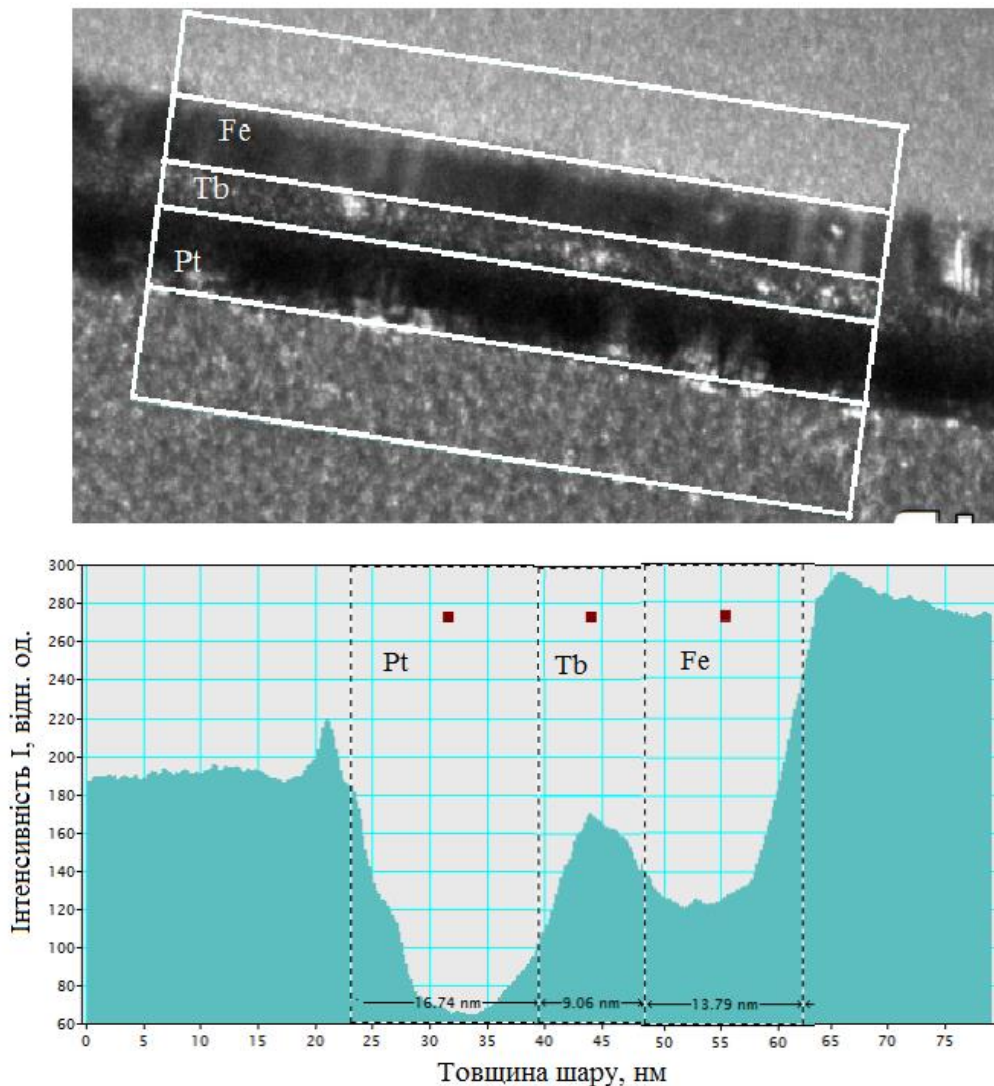


Рисунок 3.2 – Оцінка товщини шарів плівкової композиції Pt/Tb/Fe після осадження

Результати трансмісійної електронної мікроскопії підтверджують шаруватість зразків у вихідному стані (рис. 3.3, а). На електронно-

мікроскопічних зображеннях чітко видно окремі шари кожного елемента окрім шару тербію.

Вже після відпалу за температури 215 °С можна спостерігати появу на відповідній дифрактограмі рефлексу $Pt_2Tb(111)$ (рис. 3.1), що свідчить про початок дифузійної взаємодії між елементами Pt та Tb з формуванням подвійної інтерметалідної фази. Також за цієї температури рефлекс від Pt ледве помітно зміщується в бік більших кутів, це пояснюється частковим розчиненням атомів Fe в кристалічній ґратці Pt.

На електронно-мікроскопічному зображенні плівкової композиції після відпалу за температури 200 °С (рис. 3.3, б) спостерігається два шари, що відокремлені один від одного чіткою границею – Fe та найбільш ймовірно Pt_2Tb , так як за даної температури утворюється дана фаза, що виявлено методом рентгеноструктурного фазового аналізу.

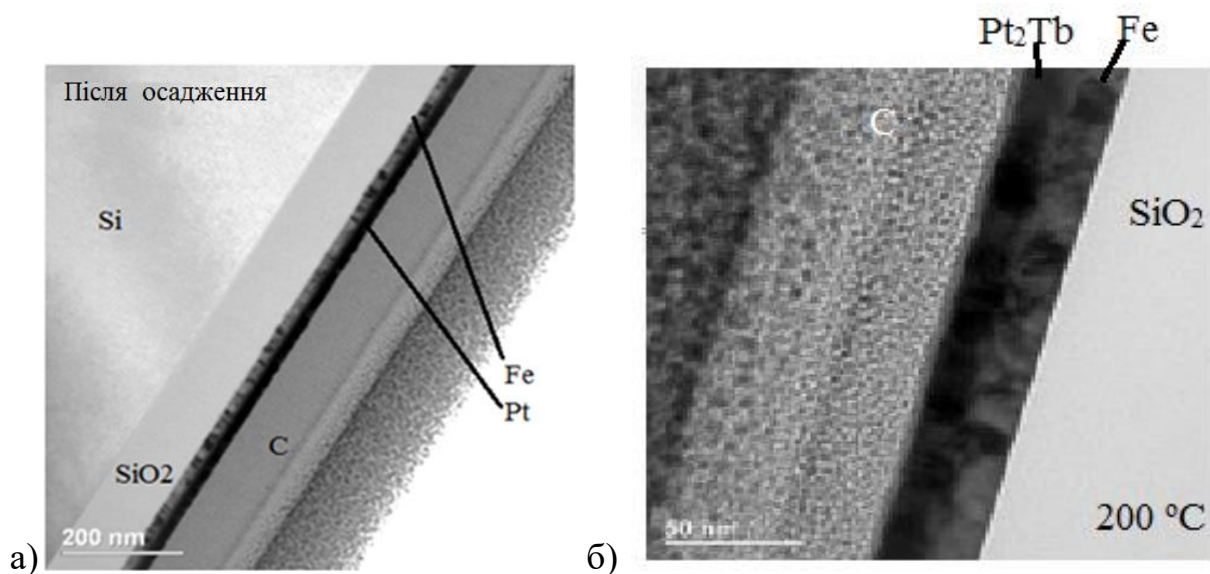
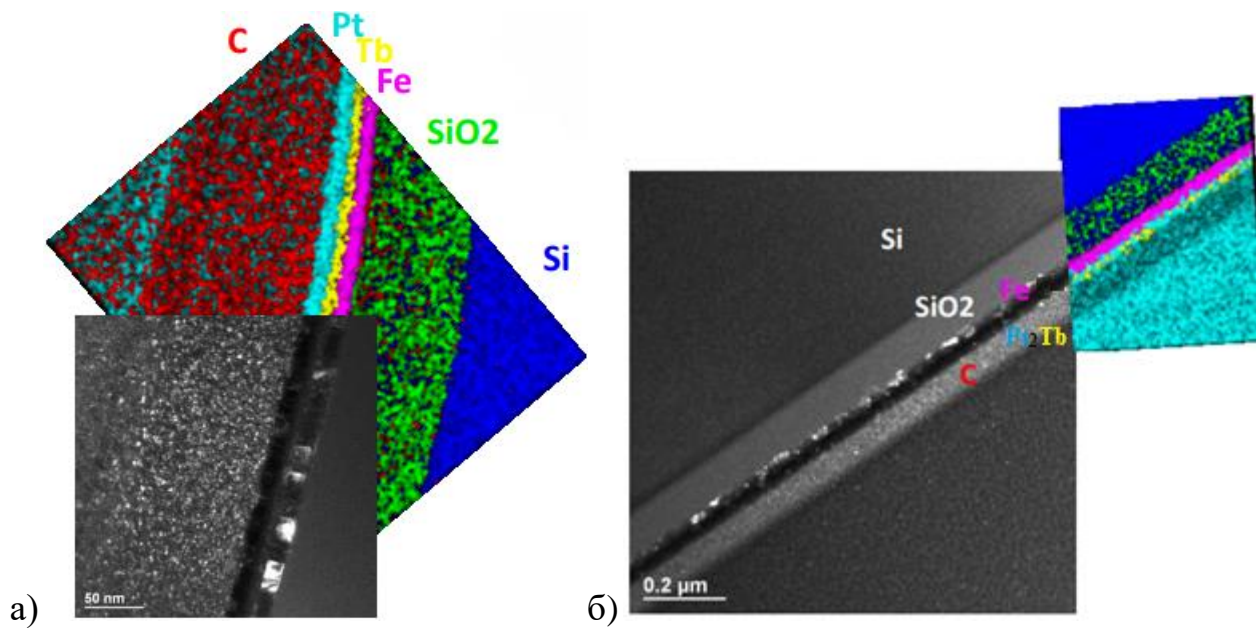


Рисунок 3.3 – Електронно-мікроскопічні зображення нанорозмірної плівкової композиції Pt(15 нм)/Tb(10 нм)/Fe(15 нм) після осадження (а) та термічної обробки за температури 200 °С (б)

На рис. 3.4 представлено розподіли хімічних елементів за товщиною тонкоплівкової композиції отримані методом енергодисперсійного рентгеноспектрального аналізу. Як можна бачити, кожний хімічний елемент

позначено окремим кольором: Pt – блакитний, Tb – жовтий; Fe – фіолетовий. На мапі розподілу хімічного складу зразка після відпалу за температури 200 °C чітко видно як жовтий колір зникає під блакитним, що свідчить про дифузійну взаємодію між шарами Tb та Pt, внаслідок якої утворюється фаза Pt₂Tb. Ці результати підтверджують достовірність результатів, отриманих методом рентгеноструктурного аналізу.



а) після осадження; б) після відпалу за температури 200 °C

Рисунок 3.4 – Розподіл хімічних елементів за товщиною тонкоплівкових композицій Pt/Tb/Fe після осадження та відпалу за температури 200 °C

На рис. 3.5 представлено результати оцінки товщини шарів кожного елементу плівкової композиції Pt/Tb/Fe після відпалу за температури 200 °C. За результатами розрахунків отримано наступні значення товщини шарів: Pt₂Tb – 19,49 нм, Fe – 15,95 нм.

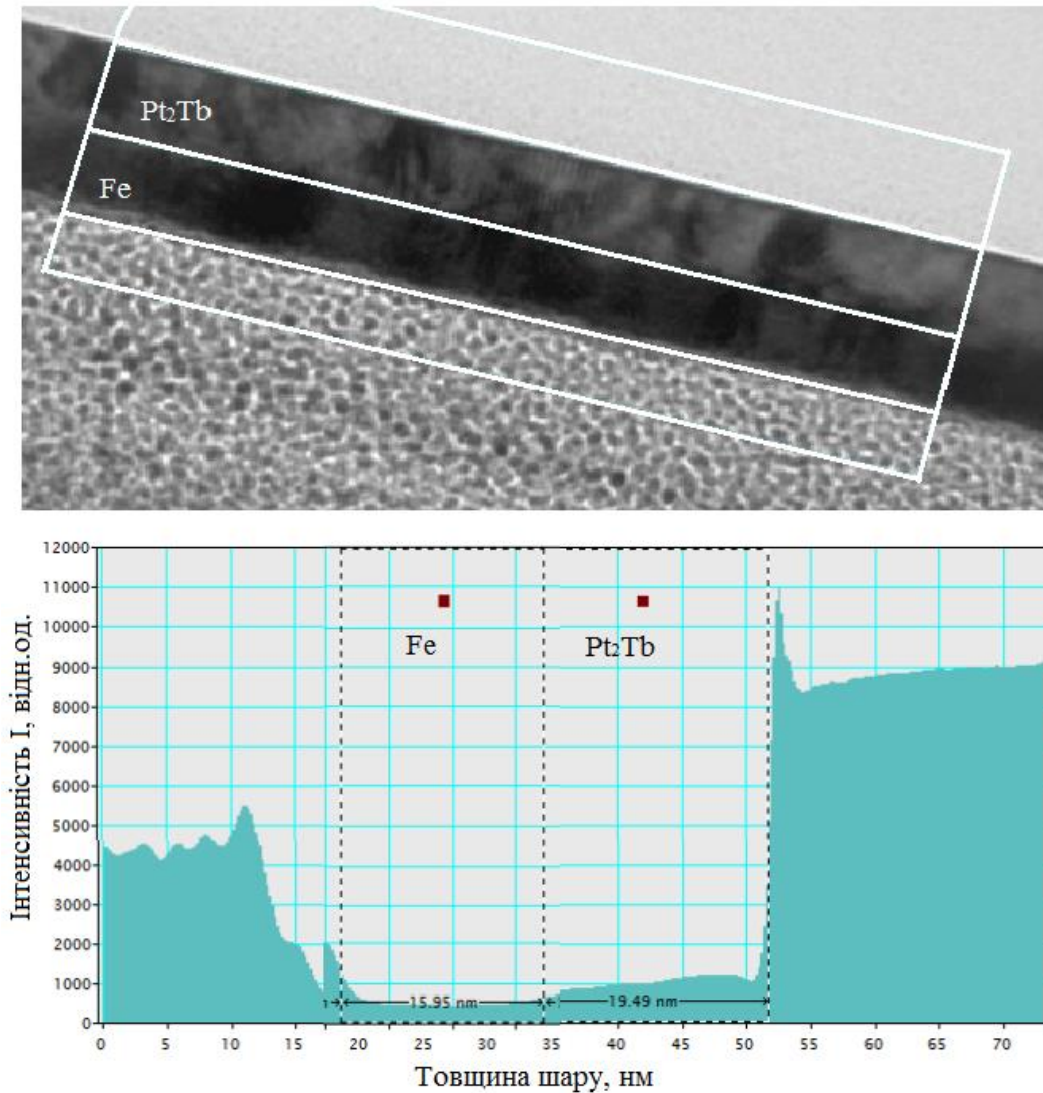


Рисунок 3.5 – Оцінка товщини шарів плівкової композиції Pt/Tb/Fe після відпалу за температури 200 °C

На дифрактограмі досліджуваного плівкового матеріалу після відпалу за температури 280 °C (рис. 3.6) спостерігається дифракційний рефлекс від неупорядкованої фази $Al-FePt$, що свідчить про початок дифузійної взаємодії між шарами Fe та Pt з утворенням неупорядкованого твердого розчину з кубічним типом кристалічної будови. Після відпалу за температури 400 °C і вище можна спостерігати появу дифракційного рефлексу від оксиду тербію TbO_2 . Даний ефект, ймовірно, спостерігається в результаті дифузії Tb в напрямку вільної поверхні з подальшим окисненням утвореного сегрегаційного шару. Також після відпалу за температури 450 °C можна спостерігати появу рефлексу $Al-FePt(200)$.

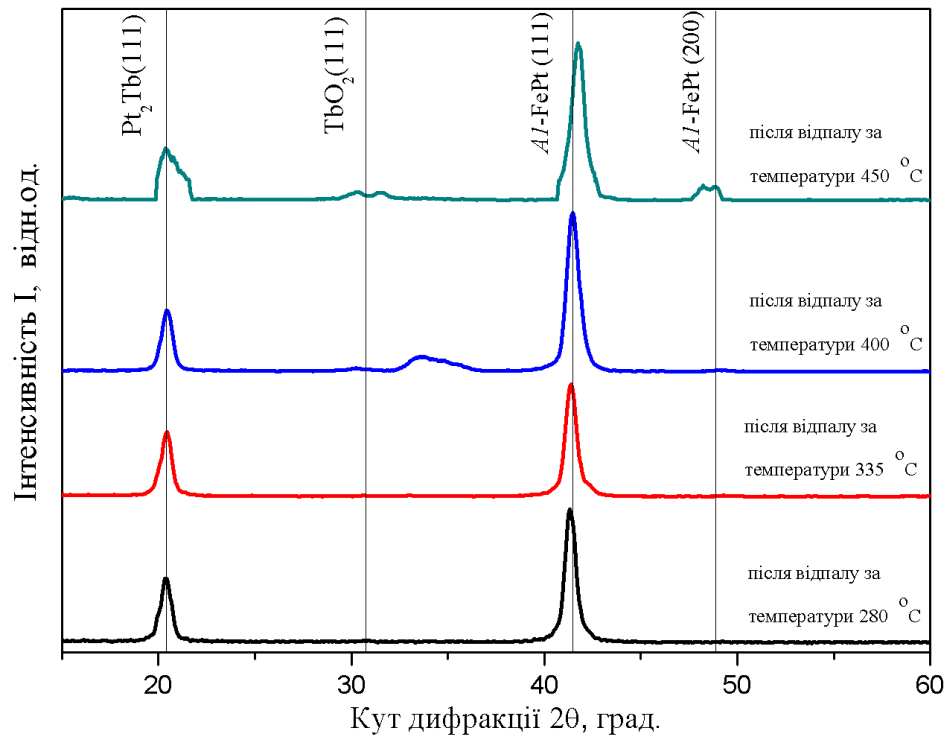
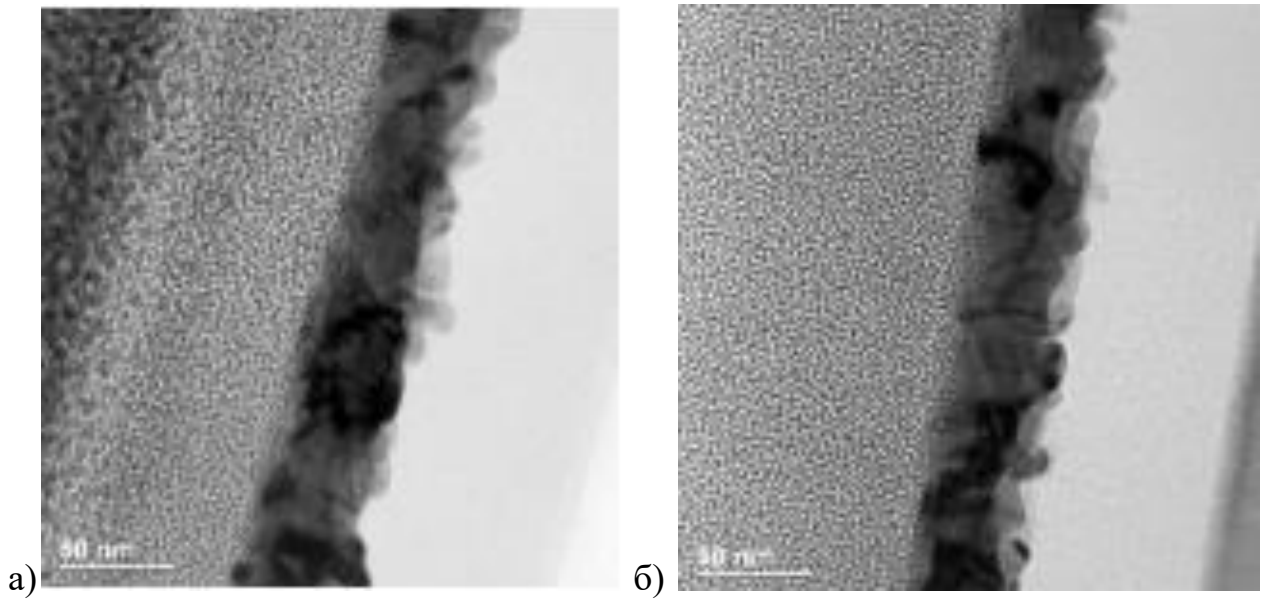


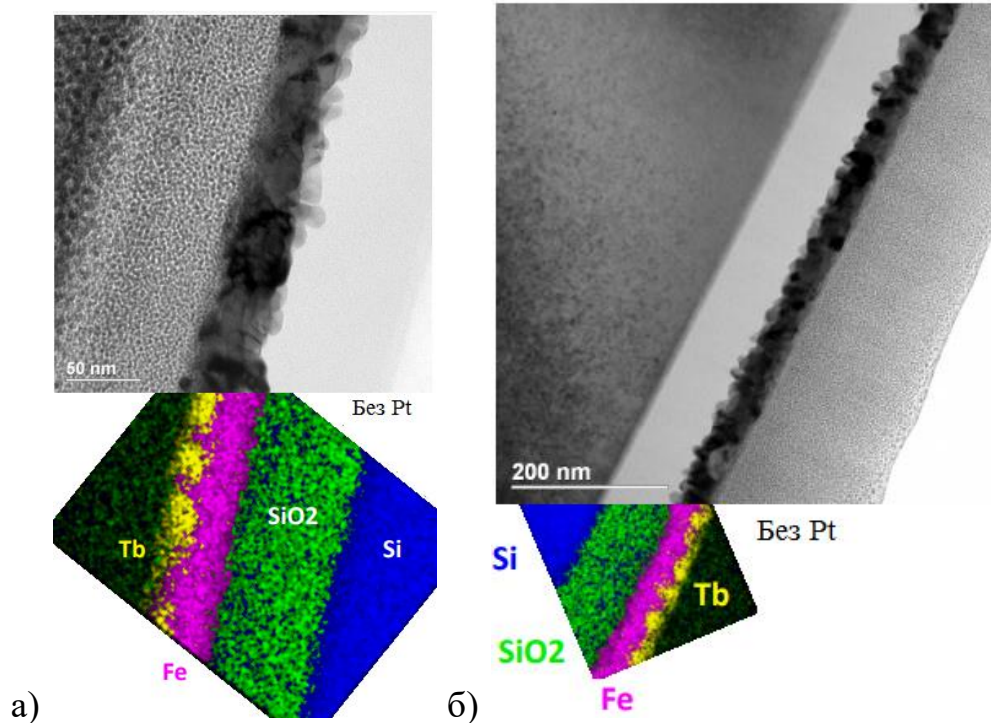
Рисунок 3.6 – Дифрактограми плівкової композиції Pt/Tb/Fe після відпалів в температурному інтервалі 280 °C - 450 °C

На електронно-мікроскопічних зображеннях плівкової композиції після відпалу за температур 400 °C та 450 °C (рис. 3.7) спостерігаємо дифузійну взаємодію хімічних елементів між собою, що свідчить про утворення неупорядкованої фази Al-FePt, відповідно до дифрактограм.

На зображеннях розподілу хімічних елементів за товщиною (рис. 3.8) після відпалу за температури 400 °C бачимо, що тербій частково розташований на поверхні плівки. А вже після термічної обробки за температури 450 °C спостерігаємо виражений сегрегаційний шар тербію на поверхні тонкоплівкової композиції. Даний шар добре видно, якщо прибрати шар платини із зображення пошарового розподілу.



а) після відпалу за температури 400 °С; б) після відпалу за температури 450 °С
 Рисунок 3.7 – Електронно-мікроскопічні зображення нанорозмірної плівкової композиції Pt(15 нм)/Tb(10 нм)/Fe(15 нм) після термічної обробки за температур 400 °С та 450 °С



а) після відпалу за температури 400 °С; б) після відпалу за температури 450 °С
 Рисунок 3.8 – Розподіл хімічних елементів за товщиною тонкоплівкових композицій Pt/Tb/Fe після відпалу за температур 400 °С та 450 °С

За результатами розрахунків товщина плівкової композиції Pt/Tb/Fe після відпалу за температури 450 °C становить 42,68 нм (рис. 3.9).

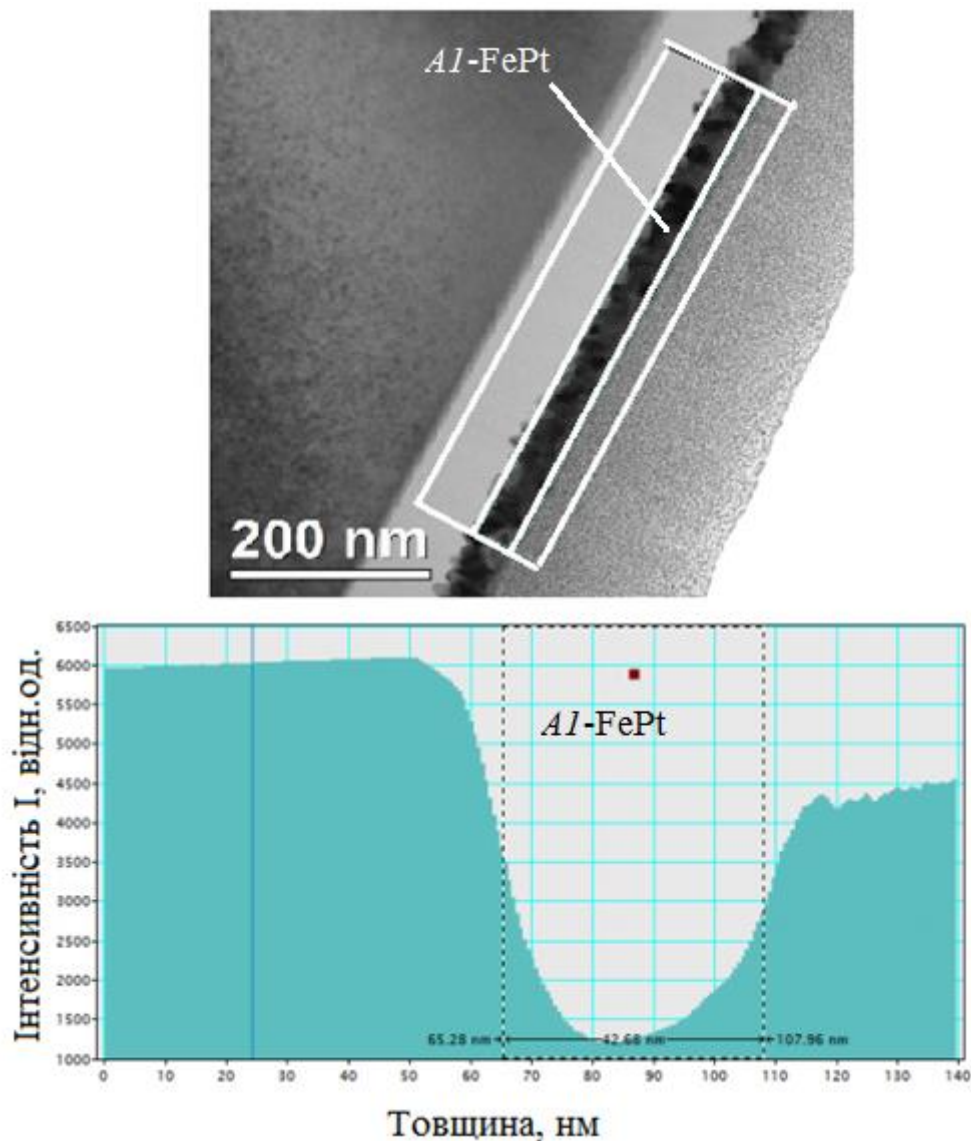


Рисунок 3.9 – Оцінка товщини шару плівкової композиції Pt/Tb/Fe після відпалу за температури 450 °C

На дифрактограмах досліджуваних плівкових зразків після термічної обробки за температури 500 °C і вище (рис. 3.10) спостерігається наявність дифракційних рефлексів $L1_0$ -FePt(001), $L1_0$ -FePt(111) та $L1_0$ -FePt(002), що свідчить про активацію процесу впорядкування та утворення магнітно-твердої фази $L1_0$ -FePt з тетрагональними спотвореннями кристалічної будови.

Також потрібно відзначити, що за температури 550 °C і вище зникає рефлекс $Pt_2Tb(111)$.

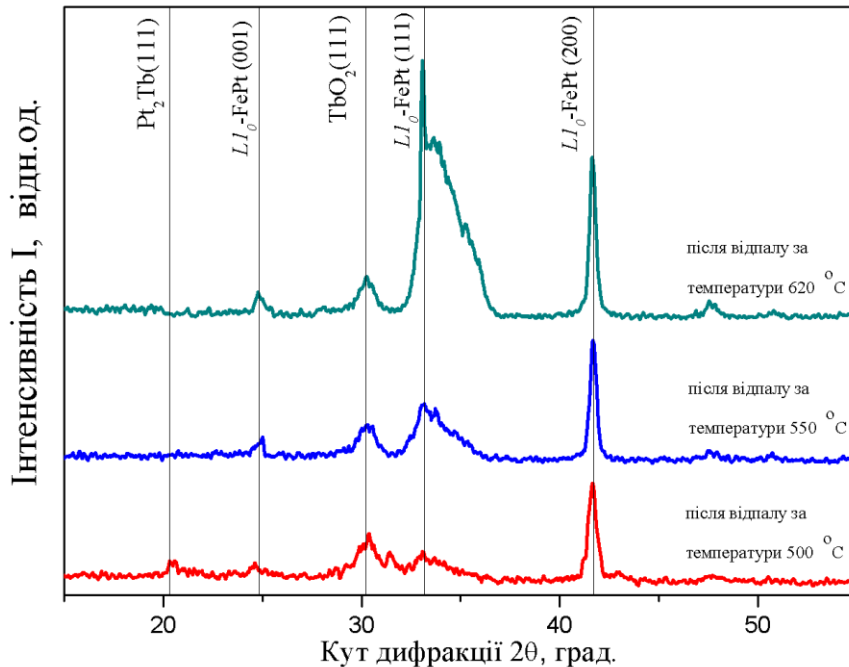


Рисунок 3.10 – Дифрактограми плівкової композиції Pt/Tb/Fe після відпалів в температурному інтервалі 500 °C - 620 °C

Отже, після відпалу за температури 280 °C спостерігається початок формування хімічно неупорядкованої фази $Al-FePt$ з вихідних шарів окремих компонентів Fe та Pt. Підвищення температури термічної обробки призводить до ініціалізації процесу впорядкування і утворення хімічно впорядкованої фази $L1_0-FePt$ вже за 500 °C.

Дані про параметри кристалічної структури наявних в матеріалі фаз після осадження та термічної обробки за різних фізико-технологічних параметрів наведено в табл. 3.1.

Таблиця. 3.1 – Результати індиціювання дифрактограм плівкової композиції Pt/Tb/Fe після осадження та відпалів за різних температур

Кут дифракції 2θ , градуси	Кут дифракції θ , градуси	$\sin\theta$	Міжплощинна відстань d/n , одиниці виміру	Параметри ґратки, Å	Рефлекс
Після осадження					
39,8	19,9	0,34	2,26	$a = 3,919$	Pt(111)
Після відпалу за температури 155 °C					
40,16	20,08	0,34	2,24	$a = 3,885$	Pt(111)
Після відпалу за температури 215 °C					
20,4	10,2	0,18	4,35	$a = 7,534$	Pt ₂ Tb(111)
40,24	20,12	0,34	2,24	$a = 3,878$	Pt(111)
Після відпалу за температури 280 °C					
20,32	10,16	0,18	4,37	$a = 7,563$	Pt ₂ Tb(111)
41,32	20,66	0,35	2,18	$a = 3,781$	Al-FePt(111)
Після відпалу за температури 335 °C					
20,44	10,22	0,18	4,34	$a = 7,519$	Pt ₂ Tb(111)
41,4	20,7	0,35	2,18	$a = 3,774$	Al-FePt(111)
Після відпалу за температури 400 °C					
20,44	10,22	0,18	4,34	$a = 7,519$	Pt ₂ Tb(111)

Продовження таблиці 3.1

Кут дифракції 2θ , градуси	Кут дифракції θ , градуси	$\sin\theta$	Міжплощинна відстань d/n , одиниці виміру	Параметри ґратки, Å	Рефлекс
33,56	16,78	0,29	2,67	$a = 5,107$	TbO ₂ (111)
41,48	20,74	0,35	2,18	$a = 3,767$	Al-FePt(111)
Після відпалу за температури 450 °C					
15,4	7,7	0,13	5,75		Pt ₃ Tb(111)
20,36	10,18	0,18	4,36	$a = 7,548$	Pt ₂ Tb(111)
30,28	15,14	0,26	2,95	$a = 5,108$	TbO ₂ (111)
41,76	20,88	0,36	2,16	$a = 3,743$	Al-FePt(111)
48,24	24,12	0,41	1,88	$a = 3,769$	Al-FePt(200)
Після відпалу за температури 500 °C					
20,32	10,16	0,18	4,37	$a = 7,563$	Pt ₂ Tb(111)
24,6	12,3	0,34	2,24	$a = 3,616$ $c = 3,615$	Ll ₀ -FePt(001)
30,4	15,2	0,26	2,94	$a = 5,085$	TbO ₂ (111)

Закінчення таблиці 3.1

Кут дифракції 2θ , градуси	Кут дифракції θ , градуси	$\sin\theta$	Міжплщинн а відстань d/n , одиниці виміру	Параметри ґратки, Å	Рефлекс
41,64	20,82	0,36	2,17	$a = 3,753$	Ll_0 - FePt(111)
47,56	23,78	0,4	1,91	$a = 3,820$	Ll_0 - FePt(200)
Після відпалу за температури 550 °C					
25	12,5	0,22	3,56	$a = 3,559$ $c = 3,558$	Ll_0 - FePt(001)
30,32	15,16	0,26	2,95	$a = 5,101$	TbO ₂ (111)
41,68	20,84	0,36	2,17	$a = 3,750$	Ll_0 - FePt(111)
47,48	23,74	0,4	1,91	$a = 3,826$	Ll_0 - FePt(200)
Після відпалу за температури 620 °C					
24,72	12,36	0,21	3,59	$a = 3,598$ $c = 3,597$	Ll_0 - FePt(001)
30,2	15,1	0,26	2,96	$a = 5,121$	TbO ₂ (111)
41,6	20,08	0,36	2,17	$a = 3,757$	Ll_0 - FePt(111)
47,48	23,74	0,4	1,91	$a = 3,826$	Ll_0 - FePt(200)

3.2 Особливості розподілу елементів по товщині плівкових композицій Pt(15 нм)/Tb(10 нм)/Fe(15 нм) після осадження і термічної обробки у вакуумі

Щоб отримати інформацію про розподіл хімічних елементів за товщиною плівкових композицій Pt/Tb/Fe після осадження та відпалів за різних температур використано метод мас-спектрометрії вторинних нейтральних частинок.

На рис. 3.11 представлено графік залежності концентрації хімічних елементів від товщини (часу іонного розпорощення) плівки після осадження.

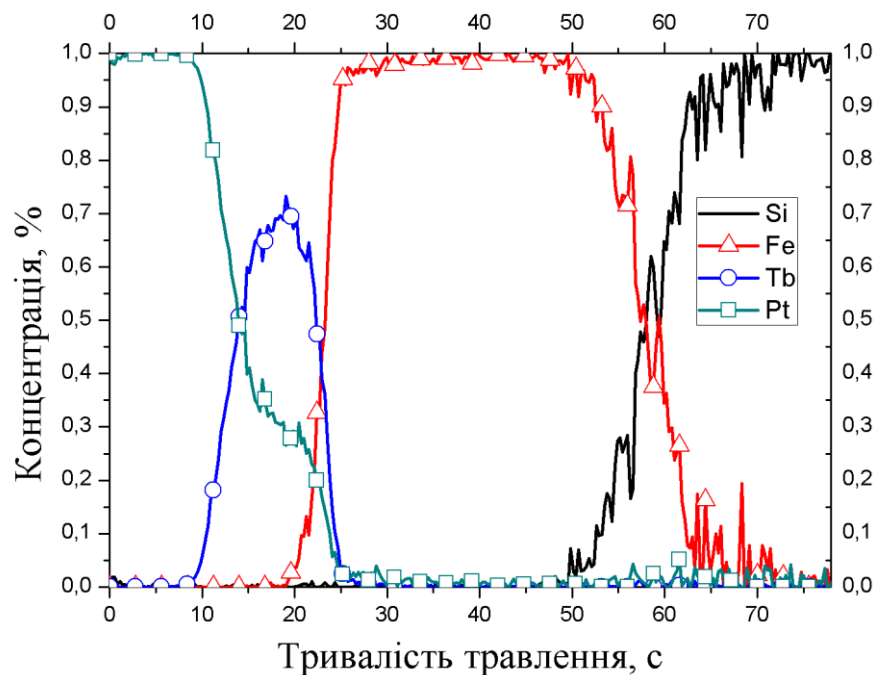
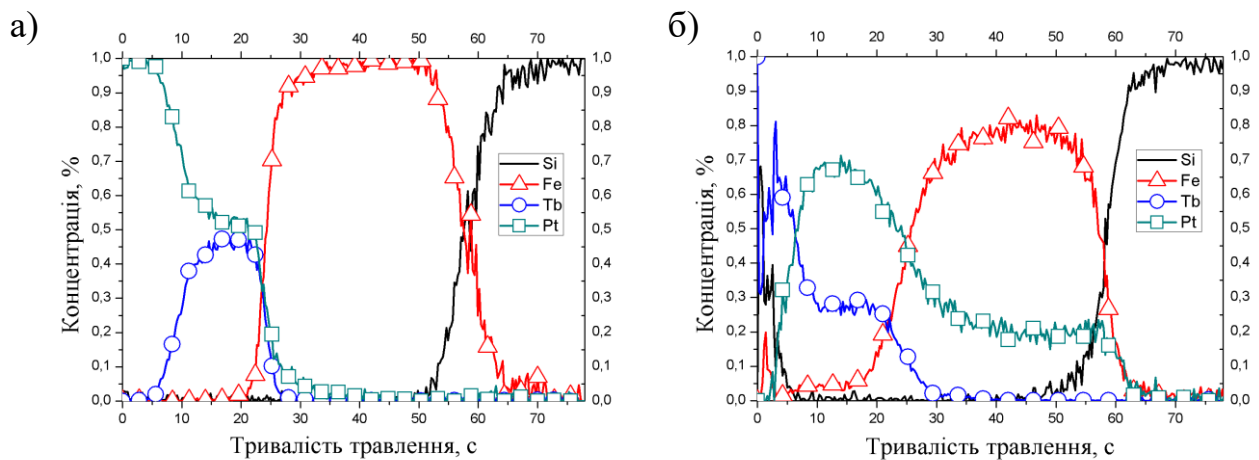


Рисунок 3.11 – Пошаровий концентраційний розподіл хімічних елементів за товщиною плівкової композиції Pt/Tb/Fe після осадження

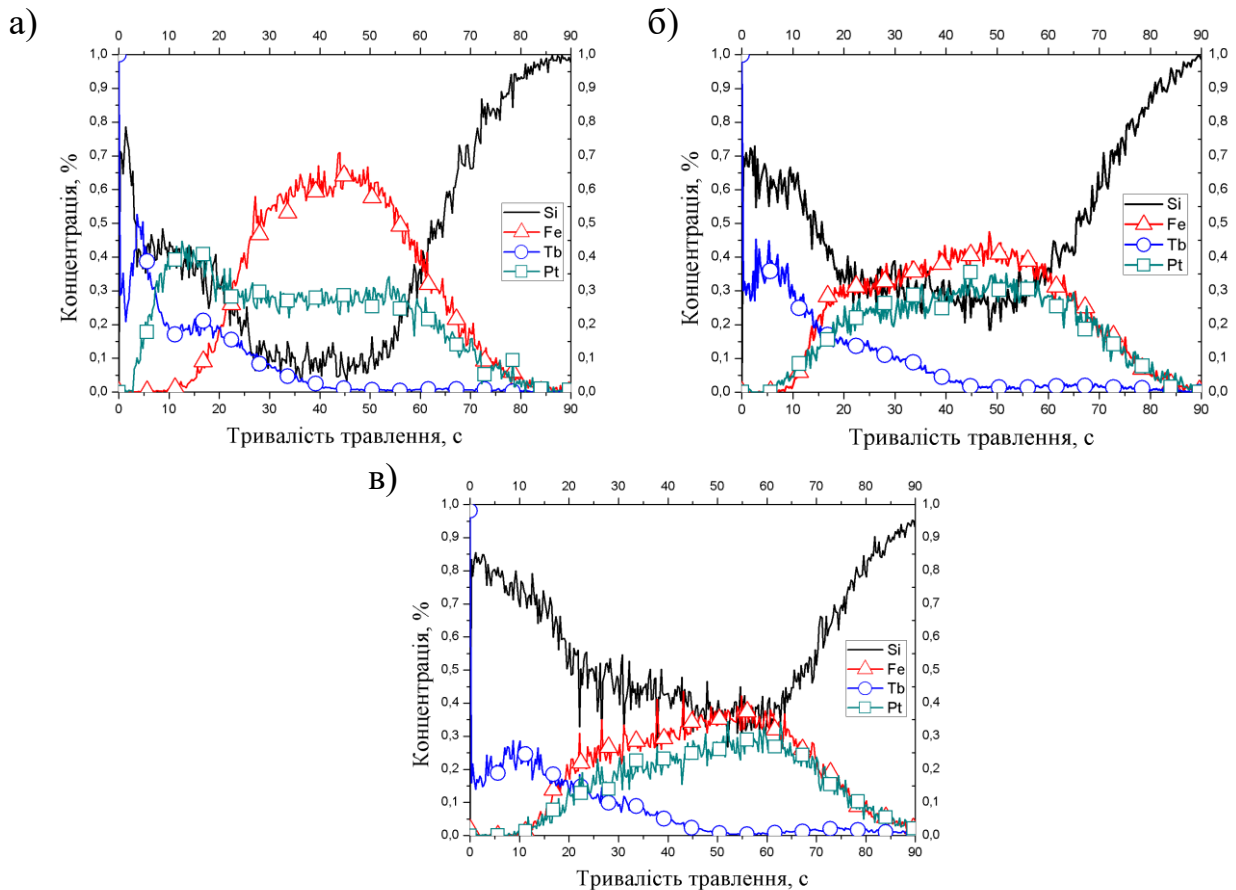
На даному етапі спостерігається шаруватість структури плівкової композиції – окремий шар Fe осаджений на кремнієву підкладку, далі на нього осаджено шар Tb і останній шар Pt. Концентраційні профілі від Fe і Tb частково перетинаються, що може бути пов'язано з острівковою морфологією поверхневого шару Pt.

Після відпалу за температури 215 °С шар Тб починає дифундувати в напрямку вільної поверхні плівкової композиції (рис. 3.12, а), що сприяло появі фази Pt_2Tb відповідно до даних рентгеноструктурного аналізу. Після термічної обробки за температури 280 °С можна спостерігати початок розчинення тербію в платині (рис. 3.12, б). Також відбувається часткове розчинення платини в шарі заліза, що свідчить про початок утворення неупорядкованої фази $Al-FePt$.



а) після відпалу за температури 215 °С; б) після відпалу за температури 280 °С
Рисунок 3.12 – Пошаровий концентраційний розподіл хімічних елементів за товщиною плівкових композицій Pt/Tb/Fe після відпалів за різних температур

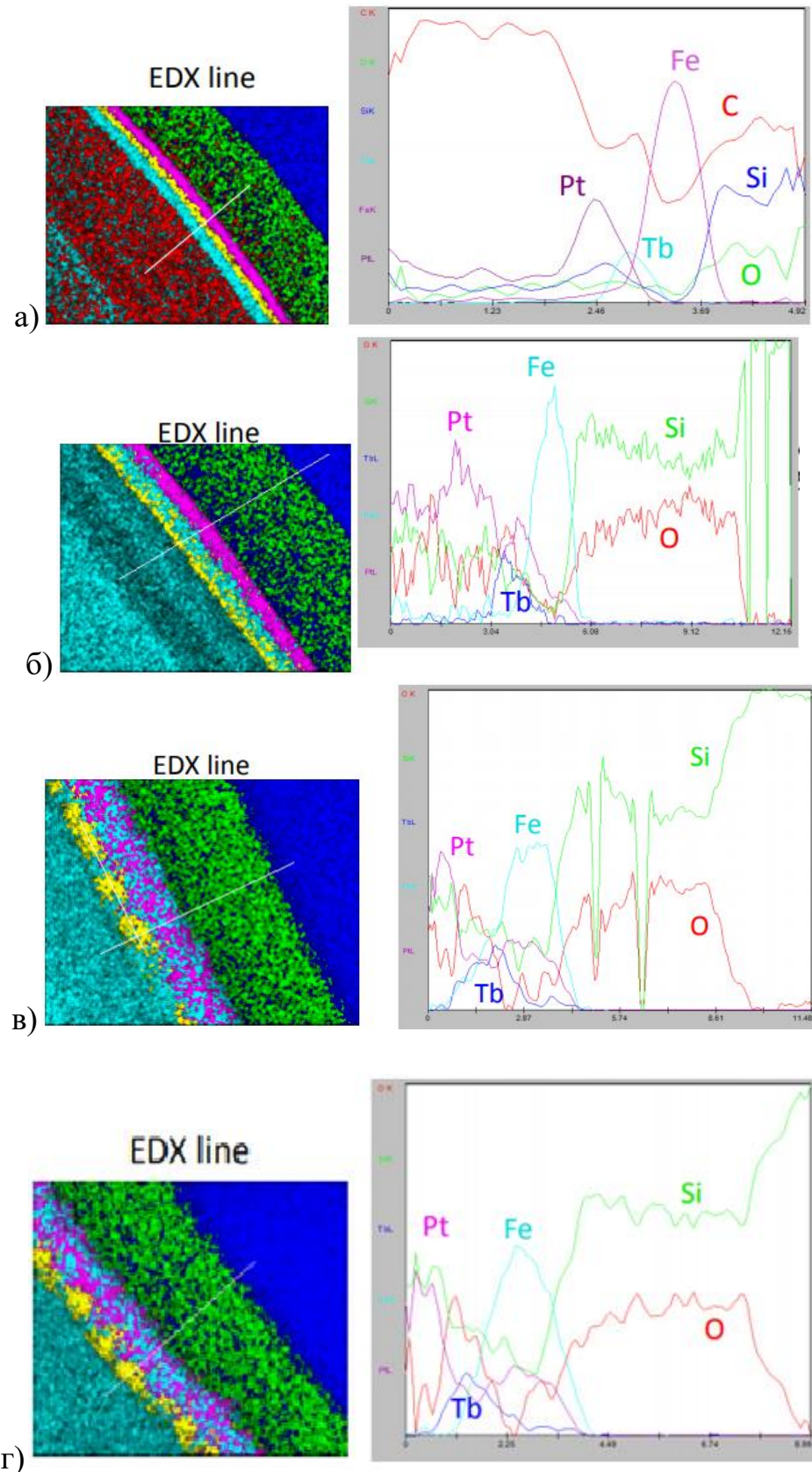
Після відпалів в температурному інтервалі 450 °С - 620 °С спостерігається рівномірний розподіл шарів Pt і Fe за товщиною, а також сегрегація тербію на поверхні плівкової композиції (рис. 3.13). Користуючись даними рентгеноструктурного фазового аналізу, можна стверджувати, що після термічної обробки за температури 550 °С утворилась фаза $L1_0-FePt$. Також, спостерігається висока концентрація кремнію протягом всієї тривалості травлення плівок. Це може бути пов'язане з тим, що зерна фази $L1_0-FePt$ ростуть та плівка стає несучільною або має острівкову структуру, відповідно потік іонів в процесі розпорощення потрапляє не лише на осаджену композицію, а також на кремнієву підкладку.



а) після відпалу за температури 450 °С; б) після відпалу за температури 550 °С;
в) після відпалу за температури 620 °С

Рисунок 3.13 – Пошаровий концентраційний розподіл хімічних елементів за товщиною плівкових композицій Pt/Tb/Fe після відпалів за різних температур

Результати просвічуючої електронної мікроскопії підтверджують дані, отримані за допомогою методу мас-спектрометрії вторинних нейтральних частинок. Електронно-мікроскопічні зображення, проаналізовані методом енергодисперсійного рентгеноспектрального аналізу, дають змогу зробити висновки про кількісний хімічний склад зразка (рис. 3.14). Після осадження спостерігається пошарова структура тонкоплівкових композицій. При зростанні температури відпалу відбуваються дифузійні перетворення між шарами хімічних елементів. Після відпалу за температури 450 °С Pt та Fe утворюється неупорядкована фаза Al-FePt, а Tb дифундує в напрямку вільної поверхні.

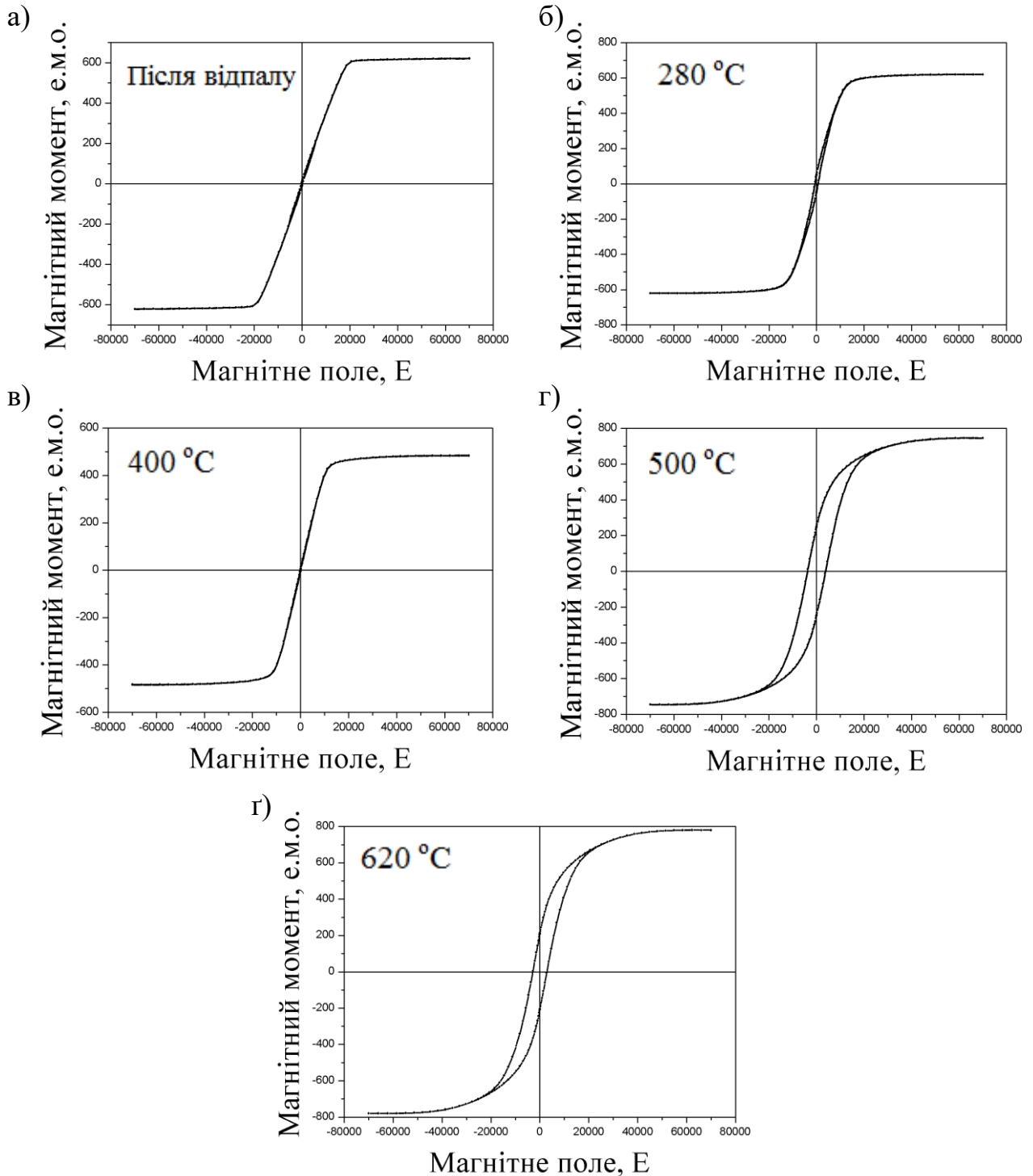


а) після осадження; б) після відпалу за температури 200 °С; в) після відпалу за температури 400 °С; г) після відпалу за температури 450 °С

Рисунок 3.14 – Кількісний та якісний аналіз тонкоплівкової композиції Pt/Tb/Fe після осадження та термічної обробки за різних температур

3.3 Магнітні властивості плівкових композицій Pt/Tb/Fe після осадження та відпалів в температурному інтервалі 280 °C - 620 °C

Криві намагнічування тонкоплівкових композицій Pt/Tb/Fe отримано за допомогою методу SQUID-магнітометрії (рис. 3.15).



а) після осадження; б) 280 °C; в) 400 °C; г) 500 °C; г) 620 °C

Рисунок 3.15 – Криві намагнічування плівкової композиції Pt/Tb/Fe після осадження та відпалів в температурному інтервалі 280 °C – 620 °C

Після осадження плівка проявляє магнітно-м'які властивості, про що свідчить відносно низьке значення коерцитивної сили ($\sim 0,2$ кЕ) (рис. 3.15, а). При збільшенні температури відпалу до $500\text{ }^\circ\text{C}$ коерцитивна сила поступово зростає, що свідчить про утворення впорядкованої фази $L1_0$ -FePt (рис. 3.15, б-г), а за температури $620\text{ }^\circ\text{C}$ (рис. 3.15, г) значення зменшується. Це відбувається через виражений антиферромагнітний зв'язок між магнітними моментами Fe і Tb.

З вигляду температурної залежності намагніченості тонкоплівкової композиції Pt/Tb/Fe яка представлена на рис. 3.16, можна зробити висновок, що температура Кюрі досліджуваного плівкового матеріалу складає приблизно $400\text{ }^\circ\text{C}$.

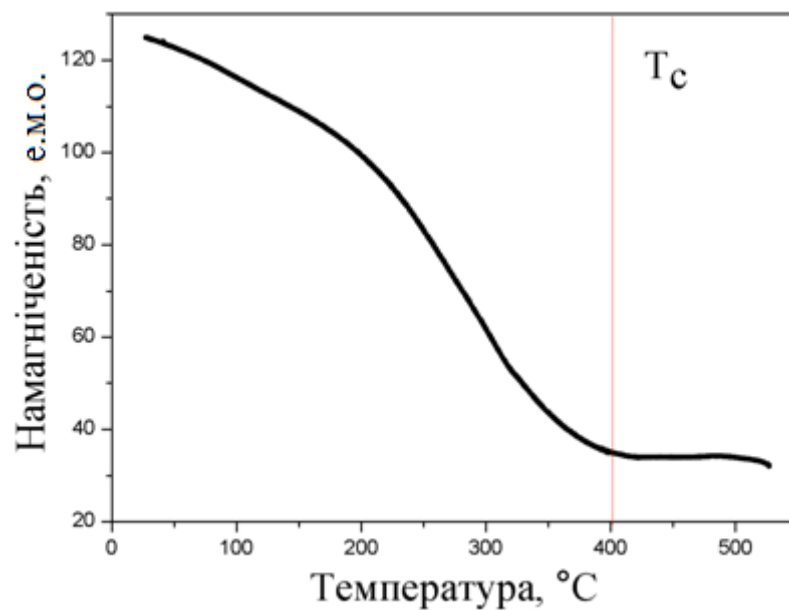


Рисунок 3.16 – Залежність намагніченості від температури

На рис. 3.17 представлено графік залежності коерцитивної сили від температури термічної обробки тонкоплівкової композиції Pt/Tb/Fe. Спостерігається стрибкоподібне зростання значення коерцитивної сили (рис. 3.17, а) після відпалу за температури $500\text{ }^\circ\text{C}$ і намагніченості (рис. 3.17, б) після відпалу за температури $450\text{ }^\circ\text{C}$. Відштовхуючись від даних рентгеноструктурного аналізу, можна стверджувати, що при даній температурі

формується впорядкована фаза $L1_0$ -FePt, яка і обумовлює досягнення високих значень цих параметрів. Також треба зазначити, що значення коерцитивної сили значно зменшується за температур більших 500 °С, це ймовірно може бути пов'язано з вираженим антиферомагнітним зв'язком між магнітними моментами Fe і Tb.

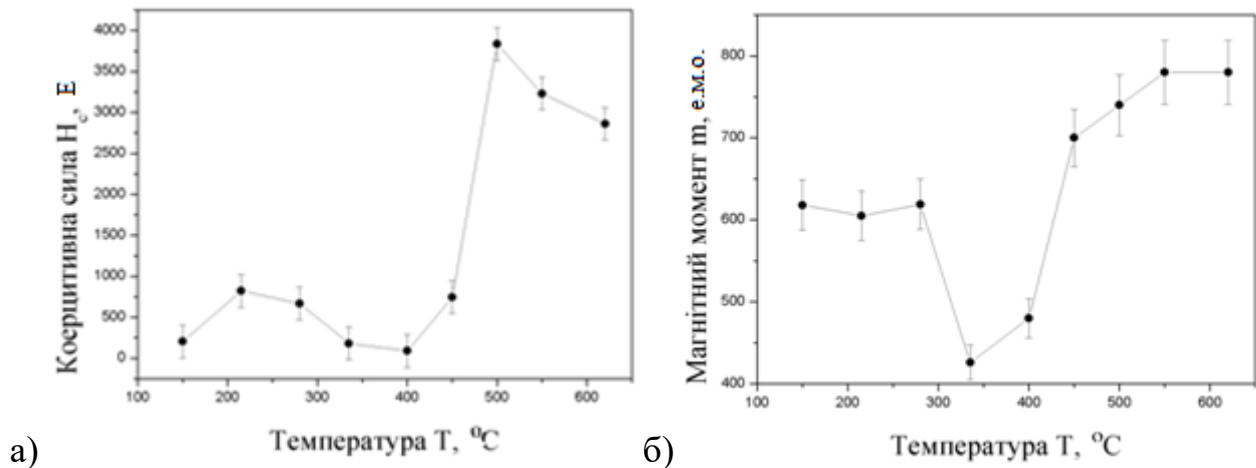


Рисунок 3.17 – Графіки залежності коерцитивної сили (а) та намагніченості (б) від температури термічної обробки

3.4 Висновки до розділу 3

1. За допомогою рентгеноструктурного аналізу визначено, що після відпалу за температури 280 °С в тонко плівковій композиції Pt/Tb/Fe починає формуватися неупорядкована фаза $A1$ -FePt, а при підвищенні температури до 500 °С відбувається її дифузійний перехід у впорядковану фазу $L1_0$ -FePt. Також після відпалу за температури 215 °С спостерігається утворення фази Pt_2Tb .

2. За допомогою пошарового хімічного аналізу методом мас-спектрометрії вторинних нейтральних частинок визначено, що високотемпературна термічна обробка в температурному інтервалі 450 °С - 620 °С плівкових композицій Pt/Tb/Fe приводить до рівномірного розподілу Fe та Pt за товщиною плівки і формування вираженого сегрегаційного шару Tb на поверхні плівкового матеріалу.

3. За допомогою аналізу магнітних властивостей методом SQUID-магнітометрії визначено, що зі збільшенням температури термічної обробки в

температурному інтервалі 215 °С - 620 °С значення коерцитивної сили та намагнічування насичення зростають. Після відпалу за температури 550 °С відбувається значне зменшення намагніченості насичення, причиною чого ймовірно є виражений антиферомагнітний зв'язок між шарами Fe і Tb.

4. За допомогою трансмісійної електронної мікроскопії отримали мікроскопічні зображення тонкоплівкових композицій, які підтверджують результати рентгеноструктурного фазового аналізу та пошарового хімічного аналізу методом МСВН. Також, методом енергодисперсійного рентгеноспектрального аналізу отримано розподіл шарів хімічних елементів, на якому чітко видно шаруватість структури після осадження та дифузійну взаємодію між шарами при збільшенні температури термічної обробки.

4 РОЗРОБЛЕННЯ СТАРТАП-ПРОЕКТУ

4.1 Опис ідеї проекту

Головною ідеєю проекту є створення нанорозмірних плівкових композицій з магнітними властивостями, які дозволяють використовувати дані матеріали в приладах спінтроники. Потенціальним матеріалом даного стартап-проекту є тонко-плівкові композиції Pt(15 нм)/Tb(10 нм)/Fe(15 нм) осаджені на монокристалічну підкладку Si(001) після відпалу у вакуумі. Дослідження структури та властивостей даного матеріалу ще триває, тому оцінку його ринкової спроможності можна дати лише в обмеженому вигляді.

Аналіз змісту ідеї, напрямків застосування, основних вигод для користувача товару та відмінностей від існуючих аналогів подано у таблиці 4.1.

Таблиця 4.1 – Опис ідеї стартап-проекту

Зміст ідеї	Напрямки застосування	Вигоди користувача
Розробка новітніх нанорозмірних матеріалів, перспективних для використання в приладах спінтроники	Інформаційно-комп'ютерні технології	Мініатюризація жорстких дисків, висока стабільність та надійність збереження інформації, менша вартість продукту у порівнянні з аналогами.
	Технології магнітного запису	

Для проведення рентгеноструктурних та резистометричних досліджень використовувались зразки (Pt/Tb/Fe), осаджені на монокристалічну підкладку SiO₂/Si(001). Дані про вартість перелічених матеріалів наведені в табл. 4.2. Кількість зразків тонкоплівкової композиції Pt/Tb/Fe складала 10 штук, вартість кожної 87 грн. Транспортно-заготівельні витрати приймаємо у розмірі 10 % від вартості матеріалів. Повна сума витрат на матеріали (C_м): C_м=870×1,1=957 грн.

При виконанні НДР усі роботи проводилися з використанням лише наявного обладнання в лабораторіях КПІ ім. Ігоря Сікорського.

Результати аналізу потенційних техніко-економічних переваг ідеї порівняно із пропозиціями конкурентів наведено у таблиці 4.2.

Таблиця 4.2 – Визначення сильних, слабких та нейтральних характеристик ідеї проекту

№	Техніко-економічні характеристики ідеї	Потенційні товари/концепції конкурентів			
		Наш проект	Конкурент 1 (Seagate Technology)	Конкурент 2 (Western Digital)	Конкурент 3 (Toshiba)
1	2	3	4	5	6
Економічні показники					
1	Собівартість плівкової композиції	дешевший <i>S</i>	дорожчий <i>W</i>	дорожчий <i>W</i>	дорожчий <i>W</i>
2	Вартість обслуговування установки для наплення	Висока <i>N</i>	Висока <i>N</i>	Висока <i>N</i>	Висока (вартість безпосередньо установки) <i>W</i>
3	Витратні матеріали під час наплення	Необхідні <i>N</i>	Необхідні <i>N</i>	Необхідні <i>N</i>	Необхідні <i>N</i>
4	Вартість експлуатації (споживання енергії)	Стандартна <i>N</i>	Стандартна <i>N</i>	Стандартна <i>N</i>	Стандартна <i>N</i>
5	Вартість установки для запису інформації	Мінімальна (стандартне устаткування) <i>S</i>	Висока вартість <i>W</i>	Висока вартість <i>W</i>	Висока вартість <i>W</i>
8	Екологічність (обсяг відходів)	Витратні матеріали <i>W</i>	Витратні матеріали <i>W</i>	Витратні матеріали <i>W</i>	Витратні матеріали (стрічка) <i>W</i>

* *W* (слабка сторона), *N* (нейтральна сторона), *S* (сильна сторона)

Технології реалізації магнітного запису наведено у таблиці 4.3. Магнітний запис є способом запису інформації шляхом зміни магнітного стану носія і створення у ньому розподілу намагнічування, яке відповідає записуючому сигналу.

Таблиця 4.3 – Технологічна здійсненність ідеї проекту

Технології її реалізації	Наявність технологій	Доступність технологій
Технологія 1 (технології повздовжнього запису)	Технологія існує	Доступна
Технологія 2 (технології перпендикулярного запису)	Технологія існує	Доступна
Технологія 3 (технології термоактивованого запису)	Технологія потребує розроблення для даного конкретного випадку	Зараз не доступна, існують прототипи
Технологія 4 (Черепичний магнітний запис)	Технологія потребує розроблення для даного конкретного випадку	Зараз не доступна

За результатами аналізу таблиці 4.3 можна зробити висновок, що в майбутньому можливо технологічно реалізувати проект, але необхідне проведення подальших досліджень, оскільки об'єкт дослідження (нанорозмірні плівкові композиції Pt(15 нм)/Tb(10 нм)/Fe(15 нм)) являється лише частиною пристроїв.

4.2 Аналіз ринкових можливостей запуску стартап-проекту

Носії інформації на даний момент мають досить високу щільність запису (1 Тбіт/дюйм²), при цьому, за результатами досліджень компанії IBM, щодня створюється біля $2,5 \times 10^{18}$ байтів даних.

На даний момент ринок жорстких дисків представлений трьома великими гравцями: Toshiba Seagate, Technology та Western Digital.

Результати аналізу попиту представлено у таблиці 4.4. Спираючись на данні, можна зробити висновок, що за попереднім оцінюванням ринок є привабливим для входження даного стартап-проекту.

Таблиця 4.4 – Попередня характеристика потенційного ринку стартап-проекту

№ п/п	Показники стану ринку (найменування)	Характеристика
1	2	3
1	Кількість головних гравців, од	Виробництвом жорстких дисків зараз займаються всього три компанії : 1)Seagate Technology, 2)Western Digital, 3)Toshiba
2	Загальний обсяг продаж, грн/ум.од, 2018 рік	320 млн. од. (всі виробники)
3	Динаміка ринку (якісна оцінка)	В 2019 році випуск комп'ютерних вінчестерів впаде до 200 млн/штук.
4	Наявність обмежень для входу	Відсутні
5	Специфічні вимоги до стандартизації та сертифікації	Стандарт FIPS 140-2, ISO 40001, ISO 40002, ISO 13485
6	Середня норма рентабельності в галузі (або по ринку)	> 1

На початку 2019 року на ринку жорстких дисків залишилися всього три виробники: Seagate, Western Digital і Toshiba. Причому остання компанія, яка раніше була бізнесом компанії Hitachi, входить до складу Western Digital, тому по суті мова йде лише про двох виробників

Потенційні групи клієнтів, їх характеристики, та орієнтовний перелік вимог до товару для кожної групи наведено у таблиці 4.5.

Таблиця 4.5 – Характеристика потенційних клієнтів стартап-проекту

№ п/п	Потреба, що формує ринок	Цільова аудиторія (цільові сегменти ринку)	Відмінності у поведінці різних потенційних цільових груп клієнтів	Вимоги споживачів до товару
1	Стабільність зберігання інформації на жорстких дисках.	Юридичні особи (компанії), які виготовляють жорсткі диски: - Western digital technologies inc; - Seagate; - Hitachi; - Toshiba; - SanDisk; - Kingston Technology.	Стандарти, Технічні регламенти, Специфікації, Обсяги закупок, Умови експлуатації	Розміри продукту Геометрія продукту Собівартість Час експлуатації Вимоги до складу Ліцензія
2	Збільшення щільності запису інформації на диск з малими розмірами			

Окрім того, можливим є поява як факторів-загроз проекту, так і факторів, що нададуть нових можливостей (табл. 4.6 - 4.7)

Таблиця 4.6 – Фактори загроз стартап-проекту

№ п/п	Фактор	Зміст загрози	Можлива реакція компанії
1	Нестабільність політичної та економічної ситуації	Зменшення фінансування та попиту	Застосування короткострокових стратегій. Приймання участі у програмах, в тому числі міжнародних, задля залучення додаткових інвестицій.
		Зменшення паливних, енергетичних та матеріально-технічних ресурсів	Перехід на інші види опалення, залучення додаткових інвестицій.

Таблиця 4.7 – Фактори можливостей стартап-проекту

№ п/п	Фактор	Зміст можливості	Можлива реакція компанії
1	Зменшення собівартості товару	Зменшення витратних матеріалів	Збільшення обсягу виробництва
2	Зменшення розміру	Принципово нові можливості виготовлення комп'ютерів та смартфонів нового покоління	Збільшення обсягу продажу.
3	Збільшення щільності запису інформації		

Для аналізу пропозиції проведено визначення загальних рис конкуренції на ринку, наведені у таблиці 4.8.

Таблиця 4.8 – Ступеневий аналіз конкуренції на ринку

Особливості конкурентного середовища	В чому проявляється дана характеристика	Вплив на діяльність підприємства (можливі дії компанії, щоб бути конкурентоспроможною)
1. Міжнародна	Зменшення витратних матеріалів	Збільшення обсягу виробництва
2. Зменшення розміру	Принципово нові можливості виготовлення комп'ютерів та смартфонів нового покоління	Збільшення обсягу продажу.
3. Збільшення щільності запису інформації		

Фінальним етапом ринкового аналізу можливостей впровадження проекту є складання SWOT-аналізу (матриці аналізу сильних (Strength) та слабких (Weak) сторін, загроз (Troubles) та можливостей (Opportunities) (таблиця 4.9) на основі виділених ринкових загроз та можливостей, а також сильних і слабких сторін.

Таблиця 4.9 – SWOT- аналіз стартап-проекту

<p>Сильні сторони: Внутрішніми перевагами стартап-проекту є невисоке значення намагніченості насичення впорядкованої фаза $L1_0$-FePt, що дозволяють використовувати дані матеріали в приладах спінтроники.</p>	<p>Слабкі сторони: Внутрішніми недоліками стартап-проекту є необхідність у проведенні додаткових досліджень, так як у магістерській дисертації опрацьовано лише структурно-фазові властивості конкретного плівкового матеріалу. Також необхідно вирішити ряд технологічних проблем та знайти підприємство, яке може виготовляти дані нанорозмірні плівки.</p>
<p>Можливості: Стартап-ідея спрямована на розроблення новітніх наноромірних плівкових композицій з високою щільністю запису інформації на жорстких дисках.</p>	<p>Загрози: Виготовлення нанорозмірних плівок, дослідження фізичних характеристик, стартовий капітал для виробництва, знаходження інвесторів та ряд інших чинників, які можуть привести до збоїв в процесі впровадження у масове виробництво.</p>

Дослідження даних плівкових композицій ще триває, тому не можливо дати повної інформації щодо ринкової спроможності та створити маркетингову модель товару. Дисертаційна робота спрямована на дослідження фундаментальних явищ, а саме – визначення температурних інтервалів структурно-фазових перетворень в плівковій композиції Pt/Fe з додатковим проміжним шаром Tb.

4.3 Висновки до розділу 4

1. Продемонстровано перспективність впровадження даної ідеї стартап-проекту (створення новітніх нанорозмірних плівкових композицій для використання їх в приладах спінтроники).

2. Показано, що дана ідея проекту може бути комерціалізована з огляду на наявність попиту та динаміку ринку. Подальша робота над проектом може бути доцільною за умови подолання складнощій, пов'язаних із знаходженням стартового капіталу, інвесторів та підприємства-виробника.

5 ОХОРОНА ПРАЦІ ТА БЕЗПЕКА У НАДЗВИЧАЙНИХ СИТУАЦІЯХ

Метою цього розділу є аналіз шкідливих та небезпечних факторів, за яких виникає небезпека ураження організму. Умови, які можуть привести до травмування в процесі проведення досліджень, виявлення закономірностей дифузійного формування фазового складу і структури нанорозмірних плівкових композицій Pt/Tb/Fe, а також розробка заходів спрямованих на усунення цих факторів та безпеку у надзвичайних ситуаціях.

5.1 Аналіз небезпечних та шкідливих чинників при виконанні роботи

У цьому розділі розглядається параметри приміщення, де проводилися роботи, їх санітарні норми мікроклімату, виконується аналіз освітлення, наводиться короткий опис наявних та допустимих рівнів шуму та вібрації, робиться оцінка рівня безпеки й шкідливості виробничого процесу

5.1.1 Мікроклімат та приміщення

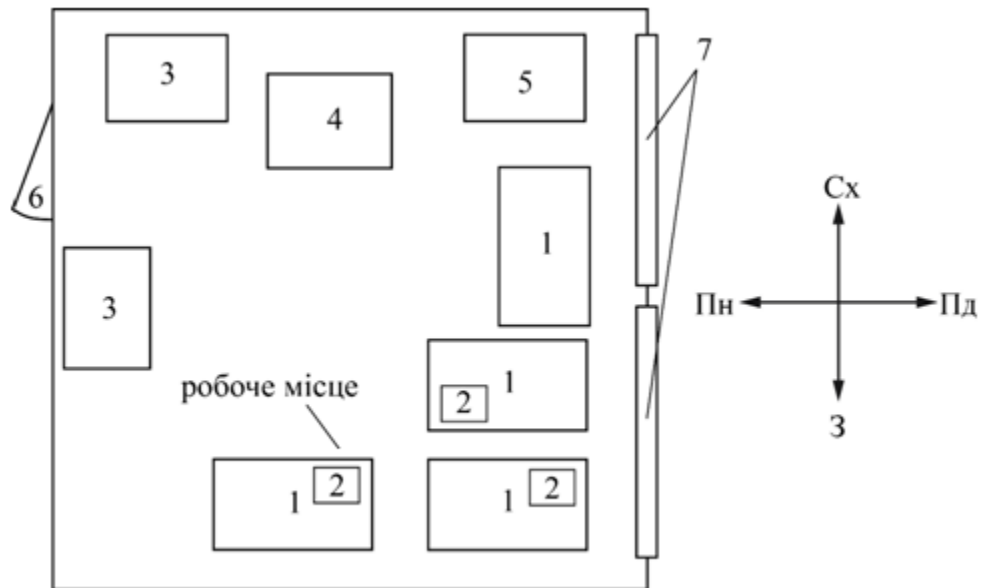
Оптимальні і допустимі температура, відносна вологість та швидкість руху повітря в робочій зоні в залежності від пори року та категорії важкості робіт встановлені ДСН 3.3.6.042-99 «Санітарні норми мікроклімату виробничих приміщень» [30]. Робота виконувалась на кафедрі фізики металів КПІ ім. Ігоря Сікорського в корпусі № 9, на 5 поверсі в лабораторії рентгеноструктурного аналізу № 506. Схема лабораторії представлена на рисунку 5.1.

Параметри робочої кімнати наведені нижче:

- розміри лабораторії: ширина – 6 м, довжина – 8 м, висота – 3 м.
- розміри вікон: ширина – 2,3 м, висота – 2 м.

Лабораторія має площу 48 м^2 і об'єм 144 м^3 . Приміщення має 4 робочі місця, і, відповідно, площа, яка приходить на одну людину – 12 м^2 , а об'єм – 36 м^3 , що відповідає вимогам ДсанПіН 3.32-007-98, згідно з якими на одну

людину повинно приходиться не менше 6 м^2 площі та 20 м^3 об'єму робочого приміщення [29]



1 – стіл письмовий; 2 – комп'ютер; 3 – книжкова шафа; 4 – вакуумний універсальний пост ВУП-5М; 5 – шафа для інструментів; 6 – двері; 7 – вікна

Рисунок 5.1 – План-схема кімнати № 506-9, в якій виконувалася науково-дослідницька робота

Згідно ДСН 3.3.6.042-99 категорія важкості робіт – I б. Ця категорія містить легкі фізичні роботи до 150 Ккал/год . Результати дослідження та нормовані величини параметрів мікроклімату в робочій зоні лабораторії № 506 показали, що в холодний період року при водяному опаленні фактична температура становить $21 \text{ }^\circ\text{C}$ (допустима – $20 \text{ }^\circ\text{C} - 24 \text{ }^\circ\text{C}$, фактична швидкість руху повітря – $0,1 \text{ м/с}$ (допустима $< 0,2 \text{ м/с}$) та фактична відносна вологість – 65% (допустима $< 75 \%$). В теплий період року при природньому повітрообміну фактична температура становить $24 \text{ }^\circ\text{C}$ (допустима – $21 \text{ }^\circ\text{C} - 28 \text{ }^\circ\text{C}$), фактична швидкість руху повітря – $0,1 \text{ м/с}$ (допустима – $0,1 \text{ м/с} - 0,3 \text{ м/с}$) та фактична відносна вологість – 55% (допустима $< 60 \%$ при $27 \text{ }^\circ\text{C}$). Значення показників мікроклімату в лабораторії № 506 наведено в таблиці 5.1.

Таблиця 5.1 – Параметри мікроклімату [30]

Період Року	Категорія робіт	Температура, °С		Відносна вологість, %		Швидкість руху повітря, м/с		Опалення	Вентиляція
		Факт.	Допуст.	Факт.	Допуст.	Факт.	Допуст.		
Холодний	Легка І б	22	20-24	64	< 75	0,1	<0,2	Водяне	Природна
Теплий		23	21-28	51	< 60 при 27 °С	0,1	0,1-0,3	–	

Можна зробити висновок, що мікроклімат в лабораторії, відповідає вимогам санітарних норм.

5.1.2 Склад повітря робочої зони

Чистота повітря в лабораторії визначається вмістом пилу і шкідливих речовин. Встановлені гранично допустимі концентрації шкідливих речовин $q_{ПДК}$ (мг/м³) в повітрі робочої зони виробничих приміщень. Надходження до повітря робочої зони тієї чи іншої шкідливої речовини залежить від технологічного процесу, сировини, яка використовується, а також від проміжних та кінцевих продуктів. Оскільки з матеріалами, які використовуються в твердому стані, в даній лабораторії не проводяться процеси шліфування, полірування та травлення, досить часто проводиться вологе прибирання приміщення, то можна сказати, що шкідливі речовини та запиленість приміщення не перевищує допустимих значень

5.1.3 Аналіз освітлення приміщення

Залежно від джерела світла розрізняють такі види виробничого освітлення: природне, прямі сонячні промені; штучне, електричні джерела світла, та суміщене, недостатнє природне освітлення доповнюється штучним.

Природне освітлення поділяється на: бокове (одно- або двостороннє), що здійснюється через світлові отвори в зовнішніх стінах; верхнє – через ліхтарі та

отвори в стелях і перекриттях; комбіноване – поєднання верхнього та бокового освітлення.

В лабораторії реалізована схема суміщеного освітлення. Природне бокове освітлення в світлий час доби забезпечується наявністю вікон. Для забезпечення штучного освітлення, при нестачі природного, використовують люмінесцентні лампи ЛБ-40 в кількості 24 одиниць.

5.2.4 Вимоги до організації робочого місця

Вимоги до виробничих приміщень для експлуатації ПК, організації і обладнання робочих місць наведені в ДСанПіН 3.3.2.007-98 та НПАОП 0.00-1.28-10. Під час роботи з ПК конструкція робочого місця має забезпечити підтримання правильної робочої пози: ступні ніг – на підлозі або на підставці для ніг; стегна – в горизонтальній площині; передпліччя – вертикально; лікті – під кутом 70° – 90° до вертикальної площини; зап'ястя зігнуті під кутом не більше 15° – 20° відносно вертикальної площини.

Висота робочої поверхні столу для ПК має бути в межах 680 мм – 800 мм, а ширина – забезпечувати можливість виконання операцій в зоні досяжності моторного поля. Рекомендовані розміри столу: висота – 725 мм, ширина – 600 мм – 1400 мм, глибина – 800 мм – 1000 мм [30, 37].

Робочий стіл для ПК повинен мати простір для ніг висотою не менше 600 мм, шириною не менше 500 мм, глибиною на рівні колін не менше 450 мм, на рівні витягнутої ноги – не менше 650 мм [30].

Організація робочого місця в аудиторії № 506 повністю відповідає вказаним нормам.

5.1.5 Рівень шуму

Науково-дослідницька робота виконувалась на установці ВУП-5М, що видає певний шум під час роботи.

Шум – це сукупність звуків різноманітної частоти та інтенсивності, що виникають в результаті ковалентного руху частинок у пружному середовищі.

Це один із видів звуку, який називають «небажаним» звуком.

Основними фізичними характеристиками звуку є:

- частота f (Гц);
- звуковий тиск P (Па);
- інтенсивність або сила звуку I (Вт/м²);

Швидкість поширення звукових хвиль в атмосфері при 20 °С становить 344 м/с. Органи слуху людини сприймають звукові коливання в інтервалі частот від 16 Гц до 20 000 Гц. Але деякі із звуків не сприймаються органами слуху: коливання з частотою менше 16 Гц – інфразвук, з частотою вище 20 000 Гц – ультразвук. Згідно ДСН 3.3.6.037 – 99 [32] допустимі параметри інфра- та ультразвуку наведені в табл. 5.2:

Таблиця 5.2 - Допустимі параметри інфра- та ультразвуку [32]

Інфразвук		
Показники	Допустиме значення	Фактичне значення
2 Гц, 4 Гц, 8 Гц, 16 Гц	Не більше 105 дб	25 дб
32 Гц	Не більше 102 дб	30 дб
Ультразвук		
11-20 кГц	75-100 дб	50 дб
20-100 кГц	Не більше 110 дб	60 дб

Мінімальну інтенсивність звуку, яку відчуває людина, називають порогом чутливості. За поріг чутливості беруть звуковий тиск, який дорівнює $2 \cdot 10^{-5}$ Н/м² при стандартній частоті 1000 Гц. При цій частоті, інтенсивність звуку $I = 10^{12}$ Вт/м², а відповідний їй тиск $P = 2 \cdot 10^{-5}$ Па. Максимальна інтенсивність звуку, при якій вухо починає відчувати болючі відчуття, називається порогом болісного відчуття, дорівнює 10^2 Вт/м², а відповідний йому звуковий тиск $P = 2 \cdot 10^2$ Па.

Зниження впливу шуму на організм людини досягається такими методами:

- зменшення шуму у джерелах їхнього утворення;
- ізоляцією джерел шуму засобами звуко – та віброізоляції;
- звуко- та вібропоглинання;
- архітектурно-планувальними рішеннями, що передбачають раціональне розміщення технологічного устаткування, машин та механізмів;
- акустичним опрацюванням помешкань, застосуванням засобів індивідуального захисту.

5.3 Вентиляція

При проведенні досліджень в лабораторії №506-9, а саме відпал тонко плівкових композицій у вакуумній камері ВУП-5м, викидів шкідливих речовин не відбувалось, так як всі досліди проводились у вакуумі. Всі шкідливі речовини виводились через трубку назовні, тому розрахунок проводити не потрібно.

5.4 Електробезпека

Електричне обладнання, яке використовується при виконанні науково-дослідної роботи, живиться напругою 220 В змінного струму частотою 50 Гц. Воно відноситься до I та II класів електротехнічних виробів за способом захисту людини від враження електричним струмом [33].

На ступінь ураження електричним струмом впливає ряд факторів: величина струму (1 мА), тип струму (струм змінний), частота струму (50 Гц), шлях струму в організмі, тривалість дії струму, стан організму, виробниче середовище.

При розробці захисних заходів, небезпечним вважається струм 25 мА, при якому важко самостійно відірватись від провідника, а струм величиною 100 мА може призвести до смертельного наслідку.

Під час виконання трудового процесу причинами враження електричним струмом можуть стати наступні причини:

- випадкове доторкання до частин обладнання, що перебувають під напругою, через відсутність засобів захисту приладів або безвідповідальне відношення до безпеки персоналу;
- доторкання до частин електроприладів, які випадково потрапили під напругу через ушкодження ізоляції чи іншого ушкодження;
- потрапляння під напругу під час ремонтування приладів через помилкове їх включення під час ремонту.

Проходячи скрізь людину, електричний струм здійснює термічний, електролітичний та біологічний вплив. Термічний вплив призводить до опіків окремих частин тіла, пошкодження судин, нервів та інших тканин. Електролітичний вплив призводить до розкладенні крові та інших органічних рідин, в результаті чого виникає значне порушення їх фізико-хімічного складу. Біологічний вплив проявляється як особливий специфічний процес, властивий лише живій тканині: подразнення та збудження живих тканин організму, що супроводжується невимушеним скороченням м'язів; порушення внутрішніх біоелектричних процесів.

У лабораторії, де виконувалась науково-дослідницька робота, наявне правильно виконане захисне заземлення корпусів, електроустаткування і приладів. З точки зору небезпеки враження людини електричним струмом приміщення лабораторії № 506 відноситься до приміщення без підвищеної небезпеки. Це сухі приміщення з температурою повітря (18 – 25) °С та струмонепровідною підлогою. Розташування робочих місць таке, що виключається можливість одночасного доторкання до корпусів, електроустаткування і приладів.

5.5 Забезпечення безпеки в надзвичайних ситуаціях

Надзвичайні ситуації класифікують за характером походження, ступенем поширення, розміром людський втрат та матеріальних збитків. Залежно від характеру походження подій, що можуть зумовити виникнення надзвичайних ситуацій, визначають такі їх види:

- 1) техногенного характеру;
- 2) природного характеру;
- 3) соціальні;
- 4) воєнні.

Залежно від обсягів заподіяних надзвичайною ситуацією наслідків, обсягів технічних і матеріальних ресурсів, необхідних для ліквідації, визначаються такі рівні надзвичайних ситуацій:

- 1) державний;
- 2) регіональний;
- 3) місцевий;
- 4) об'єктовий.

Запобігання виникненню надзвичайних ситуацій — це підготовка та реалізація комплексу правових, соціально-економічних, політичних, організаційно-технічних, санітарно-гігієнічних та інших заходів, спрямованих на регулювання безпеки, проведення оцінки рівнів ризику, завчасне реагування на загрозу виникнення надзвичайної ситуації на основі даних моніторингу (спостережень), експертизи, досліджень та прогнозів щодо можливого перебігу подій з метою недопущення їх переростання у надзвичайну ситуацію або пом'якшення її можливих наслідків. Зазначені функції запобігання надзвичайним ситуаціям техногенного та природного характеру в нашій країні виконує Єдина державна система запобігання і реагування на надзвичайні ситуації техногенного і природного характеру, затверджена Постановою Кабінету Міністрів України від 3 серпня 1998 р. № 1198. Під час виконання науково-дослідницької роботи можливе виникнення наступних надзвичайних ситуацій: пожежі, вибуху, землетрусу, аварії на електроенергетичних системах, раптового руйнування будівлі.

5.5.1 Пожежна безпека

Згідно з НАПБ Б.03.002-2007 категорії приміщень та будівель підвідомчих підприємств та установ визначаються міністерствами та

відомствами, а також технологами проектних організацій на стадії проектування [37].

В залежності від речовин та матеріалів, що знаходяться у приміщенні небезпекою приміщення та будівлі за вибуховою та пожежною безпекою поділяються на категорії А, Б, В, Г і Д. В приміщенні категорії А наявні вибухопожежонебезпечні, горючі гази, легкозаймисті рідини з температурою спалаху не більше 28 °С, а також речовини та матеріали, здатні вибухати та горіти при взаємодії з водою, киснем повітря або один з одним у кількостях, що можуть утворювати вибухонебезпечні парогазоповітряні суміші, при спалахуванні яких розвивається надлишковий тиск вибуху в приміщенні, який перевищує 5 кПа. В приміщенні категорії Б присутні горючий пил чи волокна, легкозаймисті рідини з температурою спалаху більше 28 °С, горючі рідини у кількостях, що можуть утворювати вибухонебезпечні пилеповітряні чи парогазоповітряні суміші, при спалахуванні яких розвивається надлишковий тиск вибуху в приміщенні, який перевищує 5 кПа. В приміщенні категорії В присутні горючі та важкогорючі рідини, тверді та важкогорючі речовини та матеріали (в тому числі пил та волокна), речовини та матеріали, здатні при взаємодії з водою, киснем повітря або один з одним лише горіти, за умови, що приміщення, в яких вони наявні, не відносяться до категорій А і Б. В приміщенні категорії Г наявні негорючі речовини та матеріали в гарячому, розжареному чи розплавленому стані, процес обробки котрих супроводжується виділення променевого тепла, іскор та полум'я; горючі гази, рідини та тверді речовини, котрі спалюються чи утилізуються в якості палива. В приміщенні категорії Д присутні негорючі речовини та матеріали в холодному стані).

Відповідно до НАПБ Б.07.005-86 лабораторія за пожежною безпекою належить до категорії В, тому що в ній знаходяться тверді та важкогорючі матеріали [43]. У випадку пожежі у лабораторії може горіти:

- 1) паркет та штори;
- 2) шафи та паперові документи, що знаходяться в них;
- 3) електроустановки та їхня проводка.

Виникнення пожеж у лабораторії можливо за наступними причинами:

- 1) порушення технологічного режиму;
- 2) несправність електроустаткування;
- 3) ремонт устаткування на ходу;
- 4) необережне звертання з вогнем;
- 5) неправильне користування устаткуванням.

Для запобігання пожеж необхідно виключити перераховані недоліки і строго дотримуватись правил протипожежної безпеки, усунути умови виникнення та мінімізувати її наслідки. На випадок пожежі в лабораторії є водопровід, вогнегасник вуглекислотноброметиловий ОУБ-3 (ГОСТ 111564-65). Також в корпусі, на кожному поверсі є план евакуації (рис. 5.2).

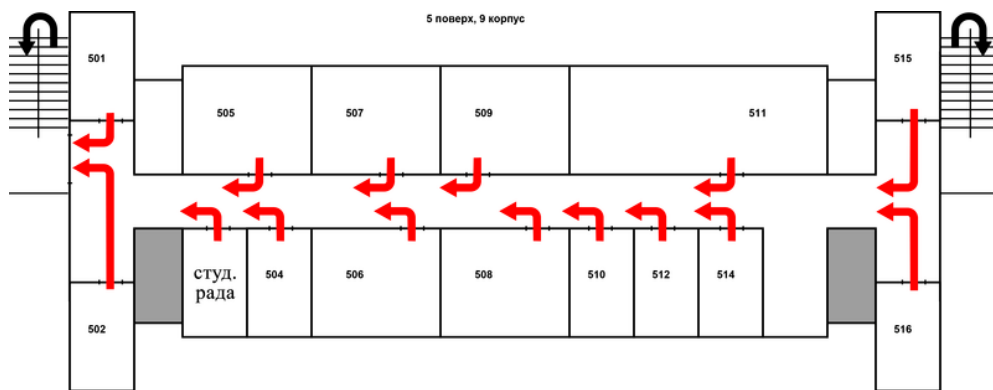


Рисунок 5.2 – План евакуації

Засобами виявлення пожежі є автоматичні датчики-сигналізатори про пожежу, а засобом оповіщення співробітників про пожежу окрім датчиків-сигналізаторів служить внутрішній службовий зв'язок.

5.5.2 Вимоги безпеки в аварійних ситуаціях

У випадку потрапляння кого-небудь під напругу, необхідно відключити електродуговий агрегат від мережі, покласти потерпілого на дерев'яний настил, підклавши під голову ватник, викликати лікаря за телефоном 103 і, якщо це необхідно, зробити постраждалому штучне дихання. У випадку загорання електродугового агрегату необхідно відключити рубильник і приступити до

гасіння пожежі за допомогою вогнегасника. У випадку пробою електричної напруги на корпус електродугового агрегату необхідно відключити рубильник і довести до відома про це майстра або начальника дільниці. Кожен робітник і службовець, що виявив пожежу або загорання, зобов'язаний:

- 1) викликати до місця пожежі посадових осіб (начальника цеху, дільниці).
- 2) негайно сповістити про це в заводську пожежну охорону за телефоном 101;
- 3) приступити до гасіння вогню пожежі наявними в цеху (на дільниці) засобами пожежогасіння (вогнегасник, пісок, пожежний кран тощо); У випадку одержання травми необхідно довести до відома про це майстра, начальника дільниці та звернутися в медпункт[39].

5.6 Висновки до розділу 5

1. Всі виконані дослідження є екологічно чистими і не є джерелом забруднення навколишнього середовища.
2. Мікроклімат, організація робочого місця, освітлення в лабораторії № 506-9 відповідають вимогам санітарних норм. Рівень шуму та випромінювання не перевищує допустимих норм.

ВИСНОВКИ

1. Тонкоплівкові композиції на основі FePt з впорядкованою фазою $L1_0$ вважаються перспективними матеріалами для використання в якості магнітних носіїв інформації та приладів спінтроники через високі магнітні характеристики, що притаманні даній фазі.

2. В роботі проведено дослідження закономірностей структурно-фазових перетворень у тонкоплівкових композиціях Fe/Pt з додатковим легуючим елементом Tb. Методом рентгеноструктурного аналізу виявлено, що після відпалу за температури 280 °C починає формуватися невпорядкована фаза $A1$ -FePt, а при підвищенні температури до 500 °C відбувається її дифузійний перехід у впорядковану фазу $L1_0$ -FePt. Також після термічної обробки за температури 215 °C формується інтерметалід Pt_2Tb який при підвищенні температури до 550 °C повністю розчиняється.

3. Додавання тербію суттєво впливає на магнітні властивості тонкоплівкових композицій на основі FePt, що проявляється у зменшенні намагнічення насичення плівкового матеріалу після термічної обробки за рахунок антиферромагнітного зв'язування між Tb і Fe.

4. Встановлено, що умови мікроклімату, рівень шуму, вібрацій та випромінювання, а також організація робочого місця в лабораторії відповідають вимогам діючих санітарних норм, що сприяє безпечному для здоров'я робочому процесу.

5. Показана економічна доцільність впровадження стартап проекту на основі матеріалів, досліджених в даній роботі.

CONCLUSIONS

1. FePt-based thin-film compositions of the $L1_0$ ordered phase are considered promising materials for use as magnetic storage of information and spintronics devices due to the high magnetic characteristics inherent in this phase.

2. The study of Fe/Pt thin film compositions with a Tb additional alloying element is carried out. The X-ray crystallography method revealed that after annealing at a temperature of 280 °C, the disordered $A1$ -FePt phase begins to form, and when the temperature increases to 500 °C, its diffusion transition into the ordered $L1_0$ -FePt phase takes place. Also, after heat treatment at the temperature of 215 °C the Pt_2Tb intermetallide is formed, which at temperature increase up to 550 °C is completely dissolved.

3. The addition of terbium significantly affects the magnetic properties of FePt-based thin film compositions, which is manifested in the reduction of the saturation magnetization of the film material after heat treatment due to the antiferromagnetic coupling between Tb and Fe.

4. Microclimate conditions, noise, vibration and radiation levels, as well as workplace organization in the laboratory, have been found to meet the requirements of current health standards, which contributes to a safe work process.

5. The economic feasibility of implementing a startup project based on the materials explored in this paper is demonstrated.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Coffey K.R. High anisotropy $L1_0$ thin films for longitudinal recording / K.R. Coffey, M.A. Parker and K J. Howard // IEEE Trans. Magn. – 1995. – Vol. 31, No. 6 – P. 2737.
2. Perpendicular magnetic anisotropy and magnetic domain structure in sputtered epitaxial FePt (001) $L1_0$ films / J.-U. Thiele, L. Folks, M. F. Toney et al. // J. Appl. Phys. – 1998. – Vol. 84. – P. 5686.
3. High K_u materials approach to 100 Gbits/in² / D. K. Weller, A. Moser, L. Folks et al. // IEEE Trans. Magn. – 2000. – Vol. 36. No.1 – P. 10-13.
4. On the relationship of high coercivity and $L1_0$ ordered phase in CoPt and FePt thin films / R. A. Ristau, K. Barmak, L. H. Lewis et al. // J. Appl. Phys. – 1999. – Vol. 86. – P. 4527.
5. Yan M.L. Highly oriented nonepitaxially grown $L1_0$ -FePt films / M. L. Yan, N. Powers, D. J. Sellmyer // J. Appl. Phys. – 2003. – Vol. 93. – P. 8292.
6. $L1_0$ ordering and microstructure of FePt thin films with Cu, Ag, and Au additive / C. L. Platt, K. W. Wierman, E. B. Svedberg, R. Van der Veerdonk, J. K. Howard // J. Appl. Phys. – 2002. – Vol. 92. – P. 6104.
7. Wu Yun-Chung, Low-temperature ordering of (001) granular FePt films by inserting ultrathin SiO₂ layers / Yun-Chung Wu, Liang-Wei Wang, and Yu-Chih Huang // Appl. Phys. Lett. – 2007. – Vol. 91. – P. 072502.
8. Varvaro G. $L1_0$ -FePt based thin films for future perpendicular magnetic recording media / G. Varvaro, S. Laureti, D. Fioranin // J. Magn. Magn. Mater. – 2014. – Vol. 368 – P. 415-420.
9. Low-temperature ordering of FePt thin films induced by glow-discharge ion bombardment / F.T. Yuan, Jen-Hwa Hsu, A.C. Sun et al. // Appl. Phys. Lett. – 2012. – Vol. 101. – P. 092406.
10. Effect of initial stress/strain state on formation of (001) preferred orientation in $L1_0$ -FePt thin films / J.K. Mei, F.T. Yuan, W.M. Liao et al. // J. Appl. Phys. – 2011. – Vol. 109. – P. 0737.

11. Diffusion of Au and its influence on the coercivity of [FePt/Au/FePt]_{2x} thin films during annealing in different atmospheres / A.K. Orlov, O.O. Zhabynska, I.A. Vladymyrskyi, S.M. Voloshko et al. // Thin Solid Films. – 2018. – Vol. 658. – P. 12-21.
12. Luo H. B. A theoretical study of thermal vacancy formation enthalpy of disordered FePt doped by Cu, Zn and Ag / H.B. Luo, J. Du, A.R. Yan, J.P. Liu // Comput. Mater. – 2018. – Vol. 144. – P. 120-125.
13. Enhanced structural ordering and coercivity in FePt nanowire arrays by addition of Zn / Huixin Wang, Baofu Hu, Lide Zhang et al. // J. Magn. Magn. Mater. – 2014. – Vol. 362. – P. 47-51.
14. The origin of enhanced $L1_0$ chemical ordering in Ag-doped FePt nanoparticles / Y.M. Sung, M.K. Lee, K.E. Kim, T.G. Kim // Chem. Phys. Lett. – 2007. – Vol. 443. – P. 319-322.
15. Where is the Ag in FePt-Ag composite films / J. S. Chen, Y. Z. Zhou, C. J. Sun, S. W. Han, G. M. Chow // Appl. Phys. Lett. – 2011. – Vol. 98, No. 13. – P. 131914.
16. Structural and magnetic properties of FePt-Tb alloy thin films / N.Y. Schmidt, S. Laureti, F. Radu et al. // Phys. Rev. B – 2019. – Vol. 100. – P. 6.
17. Лякишев Н.П. Диаграммы состояния двойных металлических систем. Том 1,2 / Н.П. Лякишев. – М.: Политех, 1996.
18. Gschneidner Jr. Alloy Phase Diagrams / Jr. Gschneidner, F. W. Calderwood // ASM International. – 1985. – Vol. 6, No. 1. – P. 19-21.
19. Никитин М.М. Технология и оборудование вакуумного напыления / М.М. Никитин // М.: Металлургия, 1992.
20. Пинскер З.Г. Рентгеновская кристаллооптика / З.Г. Пинскер. – М. : Наука, 1982.
21. Барабаш Р.И. Методические указания к лабораторным работам по курсу рентгенография металлов / Р.И. Барабаш, О.Г. Пахаренко, Е.В. Иващенко // К.: КПИ, 1989. – С. 60.

22. Корнев В. К. Эффект Джозефсона и его применение в сверхпроводниковой электронике / В. К. Корнев // СОЖ. – 2001. – № 8. – С. 83.
23. MPMS SQUID VSM. – Режим доступа: <http://www.qdusa.com/products/squidvsm.html>. Дата доступа: 02.10.2019.
24. Мас-спектрометрия. – Режим доступа: http://bookwu.net/book_masspektrometriya-nejtralnih-chastinok-rozpilenih-ionami-z-energiyeu-do170-kev_1026/5_osnovnij-zmst-roboti. Дата доступа: 24.09.2019.
25. Синдо Д. Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия / Д. Синдо. Т. Оикава // М.: Техносфера. – 2006. – С. 256.
26. Уманский Я.С. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия / Я.С. Уманский, Ю.А. Скаков, А.Н. Иванов, Л.Н. Расторгуев // М.: Металлургия. – 1982. – С. 632.
27. Желібо Є.П. Безпека життєдіяльності: Навчальний посібник для студентів вищих навчальних закладів освіти України I-IV рівнів акредитації. / Є.П. Желібо, Н.М. Заверуха, В.В. Зацарний // Київ: «Каравела». – 2001. – 320 с.
28. Справочник по охране труда / К.Н. Ткачук, Д.Д. Иванчук, Р.В. Сабарно, А.Г. Степанов // Н.:Техника, 1991. – 285 с.
29. Документация. Производственные здания: СНиП 2.09.02-85. – [Действующий от 1987-01-01]. – М.: Госстрой СССР. – 1987
30. ДСН 3.3.6.042-99 – Санітарні норми мікроклімату виробничих приміщень.
31. Документація. Санітарні норми мікроклімату виробничих приміщень: ДСН 3.3.6.042-99.– [Чинний від 1999-12-01]. – К.: Міністерство охорони здоров'я України, 1999.
32. ДБН В.2.5-28-2006 – Природне і штучне освітлення.
33. Червінський Л.С.Електричне освітлення та опромінення: методичні вказівки до виконання курсової роботи для студентів факультету енергетики та автоматики / Л.С. Червінський та ін. // К. : Видавничий центр НУБіП України. – 2014. – С. 59

34. ДСН 3.3.6.037-99 – Санітарні норми виробничого шуму, ультразвуку та інфразвуку.

35. НРБУ-97 – Норми радіаційної безпеки України. Розробник: Міністерство охорони здоров'я України, Комітет з питань гігієнічного регламентування, Національна комісія з радіаційного захисту населення України. Затверджено: Міністерство охорони здоров'я України, наказ від 14.07.1997 р. № 208. Введені в дію Постановою Головного державного санітарного лікаря України Першого заступника міністра охорони здоров'я України від 01.12.1997 р. № 62 з доповненням: ДГН 6.6.1- 6.5.061-2000 Радіаційний захист від джерел потенційного опромінення (НРБУ-97/Д-2000).

36. Жидецький В. Ц. Практикум із охорони праці. Навчальний посібник / В.Ц. Жидецький, В.С. Джигирей, Жидецький В. М. Сторожук та ін. за ред. В.Ц. Жидецького. – Львів, Афіша, 2000. – С. 352.

37. Санитарные правила работы с источниками неиспользуемого рентгеновского излучения: СП 1960-79 – [Чинний від 1979-01-19]. – С. 19.

38. Мешовяна Г.Г. Экономика труда и социально-трудовые отношения / Г. Г. Мешовяна, Р. П. Колосовой // М.: Изд-во Моск. ун-та. – 1996.

39. ДСТУ Б В.1.1-36:2016 – Визначення категорії приміщень, будинків та зовнішніх установок за вибухопожежною та пожежною безпекою.