

УДК 539.216.2:661.685

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

**ВПЛИВ ТРИВАЛОСТІ ВІДПАЛУ НА СТРУКТУРУ І МАГНІТНІ ВЛАСТИВОСТІ
НАНОРОЗМІРНОЇ ПЛІВКОВОЇ КОМПОЗИЦІЇ
Fe₅₀Pt₅₀(15 нм)/Ag(30 нм)/Fe₅₀Pt₅₀(15 нм)/SiO₂(100 нм)/Si(001)**

We study the influence of 30-nm-thick Ag intermediate layer and annealing duration in a vacuum at the temperature of 600 °C on formation of chemically ordered $L1_0(\text{FePt})$ phase in nanodimensional film composition (NFC) of $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ nm})/\text{Ag}(30 \text{ nm})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ nm})$ on planar $\text{SiO}_2(100 \text{ nm})/\text{Si}(001)$ substrate. NFCs are produced by layer-by-layer magnetron sputtering of 15-nm-thick $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (99,95 %) alloy layers and 30-nm-thick Ag (99,9 %) layer on the unheated substrate of thermally oxidized (with the 100-nm-thick SiO_2 layer) monocrystalline (001)Si. Samples heat treatment is carried out in a high vacuum of $\sim 1,3 \cdot 10^{-3}$ Pa with different duration time of duration at choose temperature: 30 s, 10 min, 30 min, 60 min. We investigate the structure, electrophysical properties and magnetic characteristics of NFCs. We show that phase transformation of $A1(\text{FePt})_{\text{FCC}} \rightarrow L1_0(\text{FePt})_{\text{FCT}}$ is occurred during annealing duration 30 s. The subsequent increase in annealing duration to 30 min is accompanied with increase in intensities of (001) and (111) structural reflexes of $L1_0(\text{FePt})_{\text{FCT}}$ phase and appearance of new structural reflexes such as (200) and (002) typical for tetragonal lattice. The ratio of crystal lattice parameters c/a decreases and the amount of grains with (001) texture with respect to grains with (111) texture increases. The parameter of long-range chemical ordering S^* grows intensively. The invariable position of (111) reflex from Ag intermediate layer with the increase in annealing duration indicates invariability of its crystal lattice parameters and absence of iron and platinum solubility in it.

Вступ

Плівки складу $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ зі стабільною хімічно впорядкованою магнітнотвердою фазою $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ є перспективним матеріалом для створення приладів з надвисокою щільністю магнітного запису і зберігання інформації завдяки її великій енергії кристалічної магнітної анізотропії $\sim 7 \cdot 10^6$ Дж/м³, що забезпечує високу термічну стабільність намагнічування [1, 2]. Формування фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ відбувається в плівці FePt під час її високотемпературного відпалу після осадження на підкладку за кімнатної температури, що може супроводжуватися значним ростом зерен і виникненням поверхневої шорсткості, небажаної для записувальних пристроїв надвисокої щільності. Для ефективного зменшення температури впорядкування для плівки FePt застосовується легування її третім елементом з низькою поверхневою енергією, який може вводиться в плівкову композицію як прошарок або під час отримання плівкової композиції розпорощенням мішені відповідного елемента [3–5]. При введенні легуючого елемента як прошарку додаткові межі розділу в багат шаровій структурі створюють певну поверхневу енергію. Крім того, завдяки невідповідності між кристалічними ґратками шарів плівки і легуючого елемента виникають напруження, які створюють додаткову енергію.

Енергія, що виникає, забезпечує рушійну силу для впорядкування плівки FePt за допомогою дифузії легуючих елементів з низькою поверхневою енергією. Для проходження повного впорядкування плівки за даної температури відпалу впливовим чинником може стати тривалість відпалу [6].

Постановка задачі

Метою роботи є дослідження впливу проміжного шару Ag товщиною 30 нм на процеси дифузійного фазоутворення і перехід магнітної фази $A1(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$ в магнітнотверду фазу $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ в нанорозмірних плівкових композиціях (НПК) $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ nm})/\text{Ag}(30 \text{ nm})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ nm})/\text{SiO}_2(100 \text{ nm})/\text{Si}(001)$ під час відпалу в вакуумі різної тривалості за температури 600 °C.

Методика експерименту

НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ nm})/\text{Ag}(30 \text{ nm})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ nm})/\text{SiO}_2(100 \text{ nm})/\text{Si}(001)$ отримували методом шарового магнетронного осадження шарів сплаву $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (99,95 %) товщиною 15 нм і шару Ag (99,9 %) товщиною 30 нм на підкладку термічно окисненого (шар SiO_2 товщиною 100 нм) монокристалічного Si орієнтації (001), яка перебувала за кімнатної температури. Відпал зраз-

ків проводився у вакуумі $\sim 1,3 \cdot 10^{-3}$ Па за температури 600°C з різним часом витримки: 30 с, 10 хв, 30 хв, 60 хв. Швидкість нагріву становила $5^\circ\text{C}/\text{с}$, а охолодження – $0,25^\circ\text{C}/\text{с}$.

Визначення товщини осажденного шару здійснювалося за допомогою кварцового резонатора, а також за допомогою методу рентгенівської рефлектометрії.

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

Оцінка впорядкування фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ проводилася за формулами [5, 7]:

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

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

де S – ступінь ближнього хімічного порядку, S^* – ступінь дальнього хімічного порядку, c і a – параметри кристалічної ґратки фази, In – інтенсивність структурного рефлексу.

Ступінь орієнтації вісі легкого намагнічування [001] відносно нормалі до поверхні визначалася за відношенням $\text{In}(001)/\text{In}(111)$, ступінь магнітного впорядкування – за відношенням $\text{In}(001)/\text{In}(002)$ [8]. Зміна ступеня дальнього хімічного порядку фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ свідчить про зміну ступеня магнітного порядку і зміну енергії кристалграфічної магнітної анізотропії.

Дослідження магнітних властивостей НПК проведено методом МОКЕ, заснованим на магнітно-оптичному ефекті Керра.

Результати і їх обговорення

На дифрактограмі, яка зображена на рис. 1, можна бачити чіткий структурний рефлекс (111), який указує на наявність у НПК

$\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(30 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ після осадження хімічно неупорядкованої фази $A1(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$, і структурний рефлекс (111) від срібла.

Відпал з короткою тривалістю витримки 30 с приводить до появи надструктурного рефлексу (001), який відповідає хімічно впорядкованій фазі $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ (див. рис. 1). Збільшення тривалості відпалу до 10 хв супроводжується розвитком дифузійних процесів. Спостерігається ріст інтенсивності структурного рефлексу (001), що свідчить про проходження процесів упорядкування з формуванням зерен з орієнтацією (001) фази $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$.

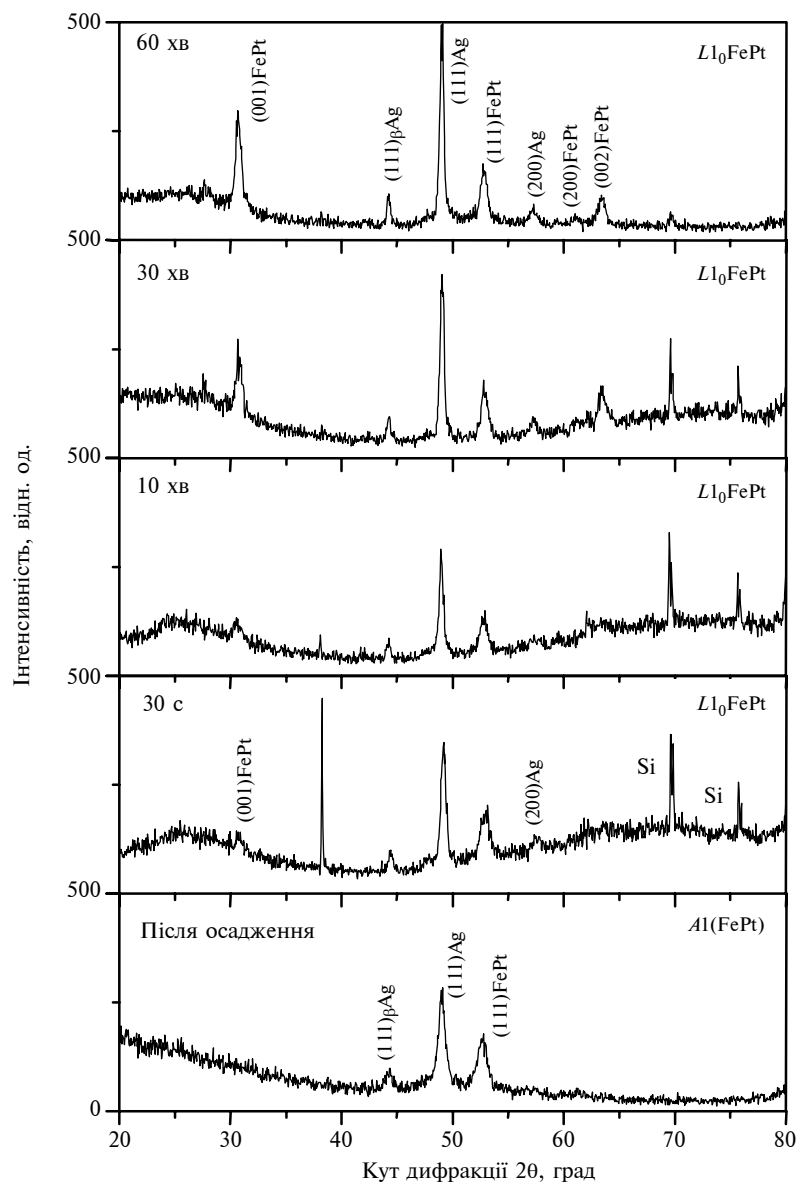


Рис. 1. Зіставлення структурних рефлексів НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(30 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ після осадження і відпалу за температури 600°C з різною тривалістю витримки

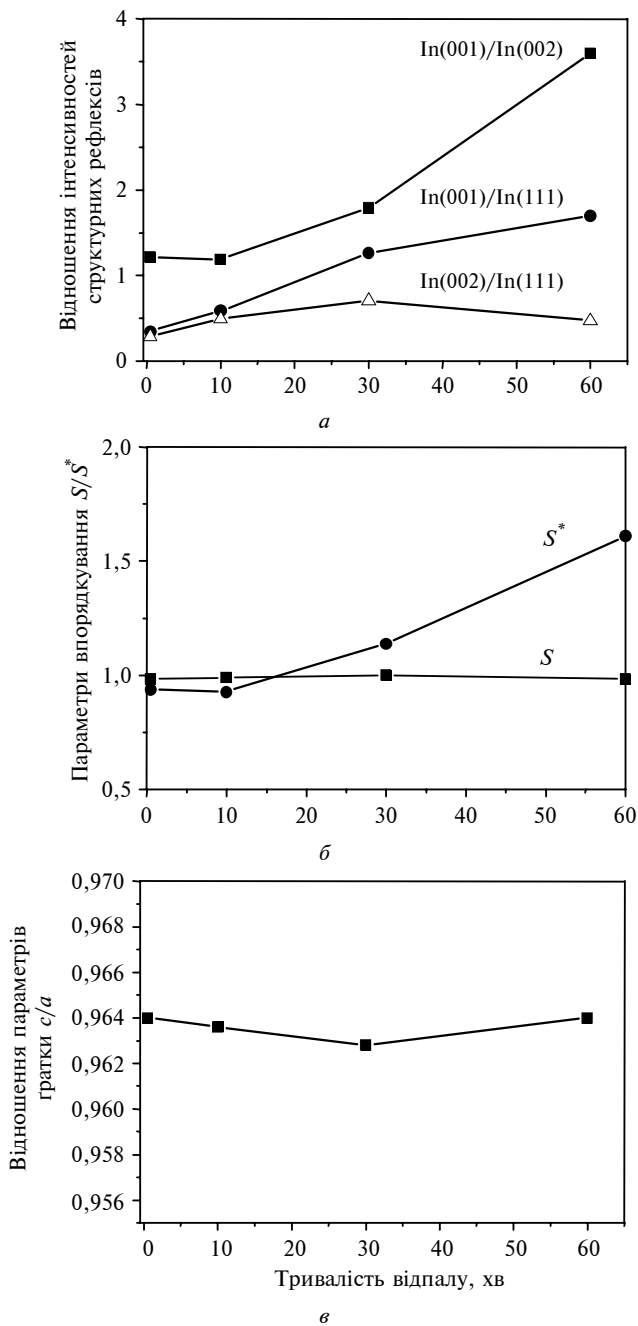


Рис. 2. Залежність відношення інтенсивностей структурних рефлексів (а), параметрів упорядкування S і S^* (б), відношення параметрів кристалічної ґратки c/a (в), отриманих для НПК $Fe_{50}Pt_{50}(15 \text{ нм})/Ag(30 \text{ нм})/Fe_{50}Pt_{50}(15 \text{ нм})/SiO_2(100 \text{ нм})/Si(001)$, від тривалості відпалу за температури $600^\circ C$

Подальше збільшення тривалості відпалу до 30 хв супроводжується збільшенням інтенсивності структурних рефлексів (001) і (111) фази $L1_0(FePt)_{ГЦТ}$ та появою нових структурних рефлексів (200) і (002), які є ознакою наявності тетрагональної ґратки. Це означає, з однієї сто-

рони, що вісь легкого намагнічування c кристала з ГЦТ-ґраткою орієнтована під деяким кутом до поверхні плівки. З іншої сторони, збільшення тривалості відпалу дає системі можливість досягти рівноваги, що веде до утворення текстури (111). Одночасно збільшується інтенсивність структурного рефлексу (111) від срібла, що може означати дифузію срібла в напрямку поверхні під час відпалу і накопичення його в поверхневому шарі НПК.

Найбільш тривалий відпал НПК протягом 60 хв призводить до збільшення інтенсивностей як структурного рефлексу (001) від фази $L1_0(FePt)_{ГЦТ}$, що вказує на проходження процесів упорядкування, так і структурного рефлексу (111) від срібла, що вказує на подальше накопичення його в поверхневому шарі НПК.

Зі зміни співвідношення інтенсивностей структурних рефлексів (001) і (111) від фази $L1_0(FePt)_{ГЦТ}$ можна бачити, що збільшення тривалості відпалу супроводжується збільшенням кількості зерен з орієнтацією (001) відносно зерен з орієнтацією (111) (рис. 2, а).

Відбувається переорієнтація вісі легкого намагнічування в напрямку, перпендикулярному до площини плівки. Зростання значень співвідношення інтенсивностей структурних рефлексів (001) і (002) зі зміною тривалості відпалу з 10 до 60 хв означає підвищення ступеня магнітного впорядкування (рис. 2, а).

Зі збільшенням тривалості відпалу параметр упорядкування S^* , що вказує на ступінь дальнього хімічного порядку, інтенсивно зростає (рис. 2, б). Параметр упорядкування S , що вказує на ступінь ближнього порядку, практично не змінюється. Це може означати (і підтверджується результатами рентгеноструктурного фазового аналізу), що фазовий перехід $A1(FePt)_{ГЦК} \rightarrow L1_0(FePt)_{ГЦТ}$ у НПК з прошарком срібла товщиною 30 нм відбувається вже під час відпалу тривалістю 30 с. Як було показано в праці [6], при зменшенні товщини прошарку срібла до 3 нм формування фази $L1_0(FePt)_{ГЦТ}$ під час відпалу за температури $600^\circ C$ відбувалось при збільшенні його тривалості до 10 хв. Можна припустити, що більш інтенсивний розвиток процесів дифузійного фазоутворення в НПК з прошарком 30 нм пов'язаний зі збільшенням рівня напруженого стану в шаровій композиції.

Подальше збільшення тривалості відпалу супроводжується процесами впорядкування у фазі $L1_0(FePt)_{ГЦТ}$, що приводять до збільшення частки зерен з орієнтацією (001) і ступеня магнітного порядку.

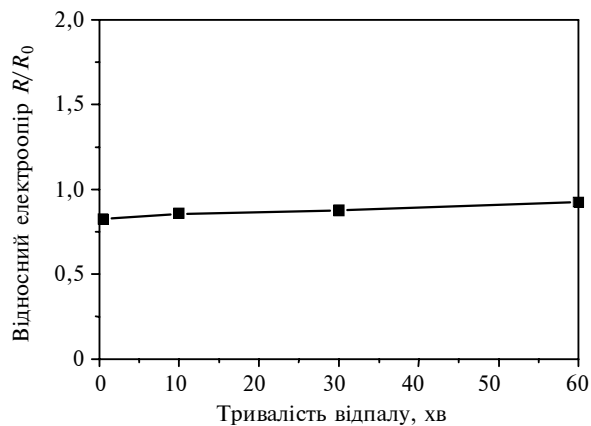


Рис. 3. Залежність відносного електроопору НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(30 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ від тривалості відпалу за температури 600°C

Відношення параметрів кристалічної ґратки c/a зменшується зі збільшенням тривалості відпалу до 30 хв (рис. 2, в). Це означає збільшення тетрагональності кристалічної ґратки. Після найтривалішого відпалу протягом 60 хв параметр c/a незначно збільшується, що можна пояснити впливом срібла.

Незмінне положення структурного рефлексу (111) від прошарку срібла зі збільшенням тривалості відпалу вказує на незмінність параметрів його кристалічної ґратки і відсутність розчинності в ньому заліза й платини.

Електроопір НПК практично не змінюється зі збільшенням тривалості відпалу (рис. 3). Це може означати, що в НПК не відбувається суттєвих змін фазового складу, крім того, істотний вклад у величину електроопору може вносити товстий прошарок срібла.

На рис. 4 зображені петлі Керра для НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(30 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ після відпалу тривалістю 10, 30 і 60 хв.

Як можна бачити з аналізу петель Керра після відпалу тривалістю 10 і 30 хв, вони за своєю формою практично однакові. Однак після відпалу тривалістю 30 хв можна помітити невелику зміну форми петлі в сторону покращення її квадратичності. Після відпалу тривалістю 60 хв форма петлі Керра значно змінюється. Оскільки вимірювання, основані на ефекті Керра, дають інформацію від поверхневого шару зразка товщиною до 20 нм, то така зміна форми петлі може бути пов'язана з накопиченням срібла в поверхневому шарі досліджуваної НПК.

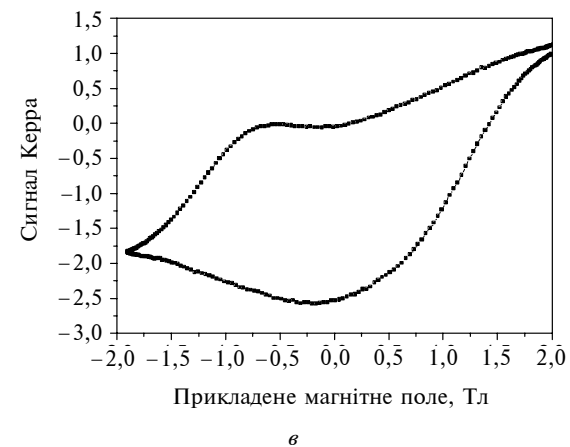
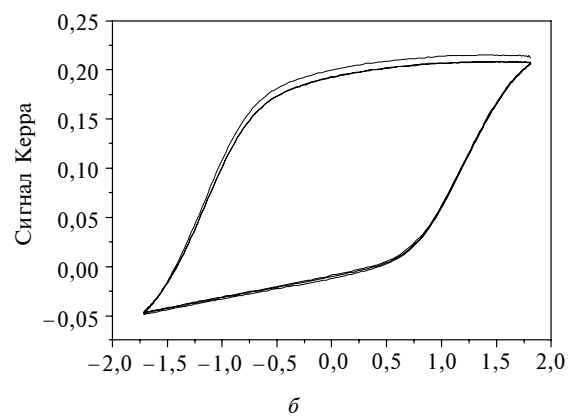
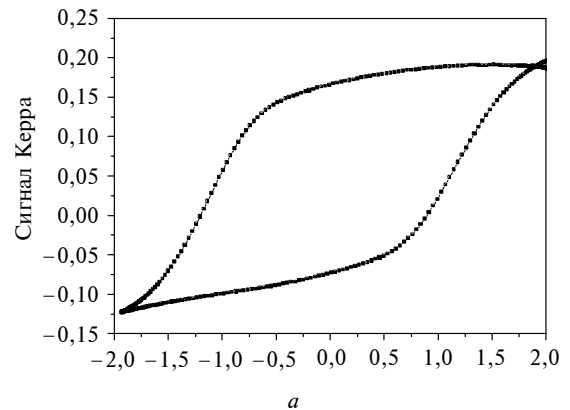


Рис. 4. Петлі Керра, отримані для НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(30 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ після відпалу за температури 600°C тривалістю 10 хв (а), 30 хв (б) і 60 хв (в)

Висновки

Встановлено, що в НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(30 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ фазовий перехід $A1(\text{FePt})_{\text{ГЦК}} \rightarrow L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ відбувається під час відпалу за температури 600°C тривалістю 30 с.

Подальше збільшення тривалості відпалу за температури 600 °С супроводжується структурними змінами у фазі $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$, збільшенням ступеня дальнього порядку і магнітного впорядкування.

Для більш повного з'ясування впливу прошарку срібла на перебіг дифузійних процесів у НПК $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{Ag}(30 \text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ необхідні подальші дослідження із застосуванням методів пошарового хімічного аналізу.

* * *

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

1. *M.H. Kryder*, "Future Storage Technologies: A Look Beyond the Horizon", in *Computerworld. Storage Networking World*, San Diego, California, 3–6 April, 2006, pp. 350–358.
2. *O.A. Ovanov et al.*, "Determination of the anisotropy constant and saturation magnetization and magnetic properties of an iron-platinum alloy", *Phys. Met. Metallogr.*, vol. 35, pp. 81–85, 1973.
3. *B. Wang et al.*, "A1 to $L1_0$ transformation in FePt films with ternary alloying additions of Ag and Au", *IEEE Trans. Magn.*, vol. 46, no. 6, pp. 1773–1776, 2010.
4. *Ch. Feng et al.*, "Magnetic properties and microstructure of FePt/Au perpendicular magnetocrystalline anisotropy", *Appl. Phys. Lett.*, vol. 93, p. 152513(1–3), 2008.
5. *K. Barmak et al.*, "On the relationship of magnetocrystalline anisotropy and stoichiometry in epitaxial $L1_0$ CoPt (001) and FePt (001) thin films", *J. Appl. Phys.*, vol. 98, p. 033904(1–7), 2005.
6. *Вплив умов відпалу на структуру і магнітні властивості нанорозмірних плівок $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ на планарних підкладках $\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$* / Ю.М. Макогон, О.П. Павлова, Т.І. Вербицька, І.А. Владимирський // *Наукові вісті НТУУ "КПІ"*. – 2011. – № 6. – С. 79–83.
7. *A.C. Sun et al.*, "Control of growth and ordering process in FePt(001) film at 300 °C", *J. Phys.: Conf. Series*, vol. 200, p. 1020099(1–4), 2010.
8. *Исследования тонких пленок FePt, синтезированных методом последовательного распыления* / А.С. Камзин, Е.В. Снеткова, З. Янг и др. // *Письма в ЖТФ*. – 2008. – 34, вып. 1. – С. 57–64.

Рекомендована Радою
інженерно-фізичного факультету
НТУУ "КПІ"

Надійшла до редакції
7 червня 2012 року