

УДК 539.216.2, 539.26, 537.622.4

В.В. НАУМОВ¹**ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ФОРМИРОВАНИЯ
И КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ ПЛЕНОК FePt**

В настоящее время коммерческое применение высоко коэрцитивных магнитных пленок с высокой плотностью записи ограничивается отсутствием соответствующих записывающих головок. В работе [1] предложен один из возможных вариантов такой головки. Основным элементом ее является пара магнитов, сложенных вдоль направления намагниченности антипараллельно. Возле двух противоположных полюсов существует сильное поле рассеяния с очень узким распределением. В качестве магнитов можно использовать тонкие пленки магнито-твердых материалов, в частности FePt. Цель данной работы – оценить возможность нанесения пленки FePt так, чтобы легкая ось располагалась вдоль поверхности подложки.

FePt является магнито-твердым материалом с высокой магнитной анизотропией [2]. Особенностью данного материала является то, что его магнитная структура полностью определяется кристаллической структурой. Кристаллическая структура упорядочивается по типу $L1_0$. Аналогичную кристаллическую структуру имеет сплав CuAu. Монокристалл FePt при температуре T выше критической T_k имеет гранецентрированную кубическую кристаллическую (ГЦК) решетку. При $T < T_k$ равновесной становится гранецентрированная тетрагональная (ГЦТ) решетка. Тетрагональной осью c при переходе ГЦК \rightarrow ГЦТ может стать любая из кубических осей [100], [010] или [001]. Таким образом, возможны три ориентации c -осей. Обозначим их c_1 , c_2 , c_3 соответственно. Структурное превращение ГЦК \rightarrow ГЦТ происходит следующим образом. В исходном монокристалле ГЦК фазы возникают зародыши ГЦТ фазы в виде тонких микроскопических пластинок. Из-за различия параметров ГЦК и ГЦТ решеток вокруг зародыша-пластинки возникают упругие напряжения. Для уменьшения упругой энергии рост объема ГЦТ фазы идет путем наращивания на исходную микропластинку

¹ Ярославский филиал физико-технологического института.

зародыш, например с осью c_1 , следующей пластинки, в которой ось c_2 образует с осью c_1 угол 90° . Такая пара микрокристаллов образует двойник. Далее наслаивается пластинка, подобная первой, потом подобная второй и т.д. В итоге формируется крупная полидвойниковая пластина.

Сложной структурной иерархии будет соответствовать не менее сложная иерархия в системе магнитных доменов. Каждая микропластинка есть магнитный микродомен. Двойниковая кристаллическая граница между соседними пластинками с осями c_1 и c_2 (или c_1 и c_3 , или c_2 и c_3) есть одновременно и магнитная 90° -градусная стенка. Но эта стенка в отличие от обычных 90° -градусных стенок в однородных кристаллах ни в каких магнитных полях не смещается. Это «замороженная» стенка. Из микродоменов формируется магнитная макродоменная структура. Каждый макродомен охватывает десятки, сотни и тысячи микродоменов. Макродоменную структуру называют еще кооперативной доменной структурой (ДС). Макродомены разделены 180° -градусными доменными стенками, как в магнитоодноосных кристаллах. Эти стенки подвижные, они могут смещаться под действием магнитного поля. Совокупность «замороженных» и подвижных стенок делает перестройку ДС полидвойникового кристалла в магнитном поле своеобразной.

Естественно, что нанесение пленок FePt должно обладать дополнительной спецификой. В частности, в случае эпитаксиального роста на подложках с квадратной атомной структурой поверхности и надлежащим атомным соответствием в пленке должна формироваться структура с осью c , перпендикулярной поверхности подложки. Но такая структура с ростом толщины будет все менее стабильна, поскольку энергетически более выгодным является двойниковое состояние. Авторы работы [2] утверждают, что плоскостью двойникования FePt является плоскость, принадлежащая семейству $\{101\}$. Это значит, что с ростом толщины пленок с ориентацией (001) должны возникнуть блоки с осью c , почти параллельной поверхности.

На аморфной подложке в подавляющем большинстве случаев также формируются пленки с ориентацией (001), только в этом случае они являются в большей или меньшей степени аксиальными с осью текстуры [001], перпендикулярной поверхности подложки.

Для получения пленок с перпендикулярной анизотропией, о которых говорилось выше, должно быть вполне эффективным применение магнитного поля в процессе нанесения пленок. Причем можно предположить, что в целях получения микродоменов с меньшими размерами более эффективным будет применение переменного магнитного поля, вектор напряженности которого колеблется вдоль нормали к поверхности подложки.

Формирование пленок FePt с направлением остаточной намагниченности вдоль поверхности подложки, на наш взгляд, возможно только на подложках с несимметричным атомным рисунком поверхности. При этом возможны различные ориентации двойниковой структуры. В частности, c -оси двойников могут лежать в плоскости подложки, а могут располагаться под некоторым углом к ней. Может реализоваться структура, в которой объемные доли двойников различны. Все это будет определяться используемой подложкой и технологическими особенностями процесса нанесения пленок. Использование продольного магнитного поля в процессе нанесения пленок вряд ли будет эффективным, поскольку оно будет приводить к формирова-

нию большого объема пленки с осью c , ориентированной по полю. А для получения пленок с хорошими магнитными характеристиками предпочтительно наличие равного количества объемов, в которых c -оси перпендикулярны. Кроме того, необходимо точно знать вдоль какого кристаллографического направления ориентировать поле.

В данной работе в качестве подложек использовались пластины кремния с ориентациями (111) и (001), а также пластины Al_2O_3 с ориентацией (0112). Подробно об атомном рисунке данной поверхности Al_2O_3 можно познать в работе [3]. Пленки FePt наносились ВЧ магнетронным методом с использованием ВЧ смещения на подложке. Мишень представляла собой диск Pt с сегментами Fe. Сегменты Fe на диске Pt были расположены центрально-симметрично. Состав мишени изменялся посредством изменения количества сегментов Fe. Для характеристики состава мишени мы использовали соотношение площадей S_{Fe}/S_{Pt} . Кроме того, состав пленок, как будет показано ниже, менялся с изменением мощности на мишени и величины смещения на подложке. Все пленки, представленные в работе, имеют толщину 0,2 мкм. Подробнее о технологии нанесения можно познакомиться также в [3, 4].

Особенностью данной работы было использование в процессе роста пленок магнитного поля (~0,15 Тл), приложенного вдоль поверхности подложки. К сожалению, в качестве магнитов использовались бруски NdFeB с малой температурой Кюри (~100 °С), поэтому влияние магнитного поля было исследовано только в случае, когда подложка охлаждалась водой.

Химический состав пленок контролировался с помощью оже-спектроскопии. Рентгеновская дифрактометрия использовалась для исследования кристаллической структуры пленок. Для анализа текстуры пленок использовалась методика построения полюсных фигур. Для получения СТМ изображений использовался микроскоп SMM 2000.

При исследовании пленок FePt на подложках кремния было обнаружено влияние на их кристаллическую структуру следующих параметров: смещения на подложке, наличия магнитного поля, мощности на мишени. Все полученные пленки обладали аксиальной текстурой (111), выраженной в большей или меньшей степени. Поэтому, если не оговорено особо, будет использоваться понятие степени кристалличности, которая в первом приближении соответствует интенсивности рентгеновских пиков (111) и (222), при этом не будет упоминаться о том, что структура аксиальная. Это касается исследований пленок, полученных на кремнии. В этом случае даже использование магнитного поля при нанесении пленок не приводило к появлению кристаллической анизотропии пленок в плоскости подложки.

На рис. 1 приведены дифрактограммы пленок FePt, которые показывают влияние смещения на подложке на степень кристалличности в присутствии и отсутствие магнитного поля. Видно, что увеличение смещения в обоих случаях приводит к увеличению степени кристалличности. Причем это влияние более значительно для пленок, полученных в магнитном поле.

Были проведены измерения химического состава двух пленок, полученных в магнитном поле: при «плавающем» потенциале подложки и смещении -10 В. В первом случае состав был $Fe_{0,33}Pt_{0,67}$, во втором - $Fe_{0,41}Pt_{0,59}$. Состав мишени $S_{Fe}/S_{Pt} = 9/7$, мощность на мишени 300 Вт. «Плавающий» потенциал

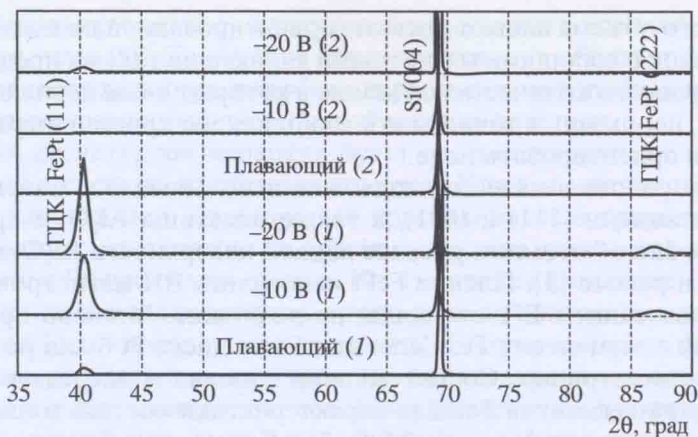


Рис. 1. Дифрактограммы пленок FePt, полученных при различных смещениях на подложке (плавающий потенциал, когда электрод подложки не подключен ни к источнику питания, ни к корпусу, -10 В, -20 В) в присутствии (1) и отсутствии (2) магнитного поля. Мощность на мишени - 300 Вт, соотношение площадей Fe/Pt - 1/1, давление Ar - 0,5 Па. Химический состав был измерен для образца плавающего потенциала (2) ($\text{Fe}_{0,33}\text{Pt}_{0,67}$)

подложки возникает в том случае, когда подложкодержатель не связан ни с источником ВЧ напряжения, ни с корпусом установки. Обычно он под действием разряда мишени заряжается до небольшого (5 В) положительного (относительно корпуса) потенциала.

Были проведены структурные исследования пленок, полученных в магнитном поле из мишени состава $S_{\text{Fe}}/S_{\text{Pt}} = 5/3$ с мощностью на мишени 500 Вт, аналогичные тем, что представлены на рис. 1. Кроме указанного выше влияния смещения на интенсивность пиков (111) и (222), было установлено, что

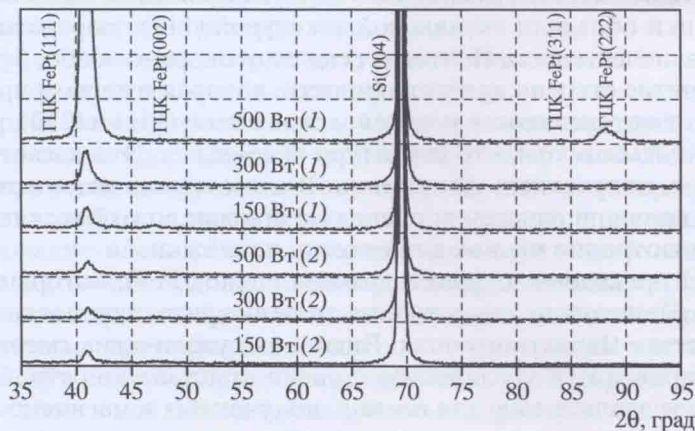


Рис. 2. Дифрактограммы пленок FePt, полученных при различной мощности на мишени (150, 300, 500 Вт) в присутствии (1) и отсутствии (2) магнитного поля. Потенциал на подложке - плавающий, давление Ar - 0,5 Па. Состав мишени $S_{\text{Fe}}/S_{\text{Pt}} = 5/3$

с ростом смещения на подложке рентгеновские пики смещаются в область малых углов. Это свидетельствует об изменении параметров кристаллической решетки FePt. Скорее всего, это изменение соответствует изменению химического состава пленок при увеличении смещения на подложке, о котором говорилось выше. Измерения химического состава этих пленок не проводилось.

На рис. 2 приведены дифрактограммы пленок FePt, полученных при различной мощности на мишени в присутствии и отсутствие магнитного поля. Время нанесения пленок выбиралось обратно пропорционально мощности, так чтобы толщина пленок была одинакова. Видно, что в присутствии магнитного поля с ростом мощности на мишени степень кристалличности возрастает. В отсутствие магнитного поля такого эффекта нет.

Таким образом, на подложках кремния получены поликристаллические аксиальные пленки FePt. Параметры решетки с кристаллитов лежат на поверхности конуса, ось которого расположена перпендикулярно поверхности подложки. Угол между осями с кристаллитов и поверхностью подложки составляет 54 градуса. При исследовании кристаллической структуры пленок на подложках Al_2O_3 с ориентацией поверхности (0112) получены следующие результаты. Пленки FePt на охлаждаемых водой подложках очень похожи на пленки, полученные на кремниевых подложках. Поэтому мы подробнее остановимся на результатах, полученных с применением подложек Al_2O_3 , нагреваемых в процессе нанесения пленок. По причине, упоминавшейся ранее, магнитное поле не использовалось. На рис. 3 приведены дифрактограммы

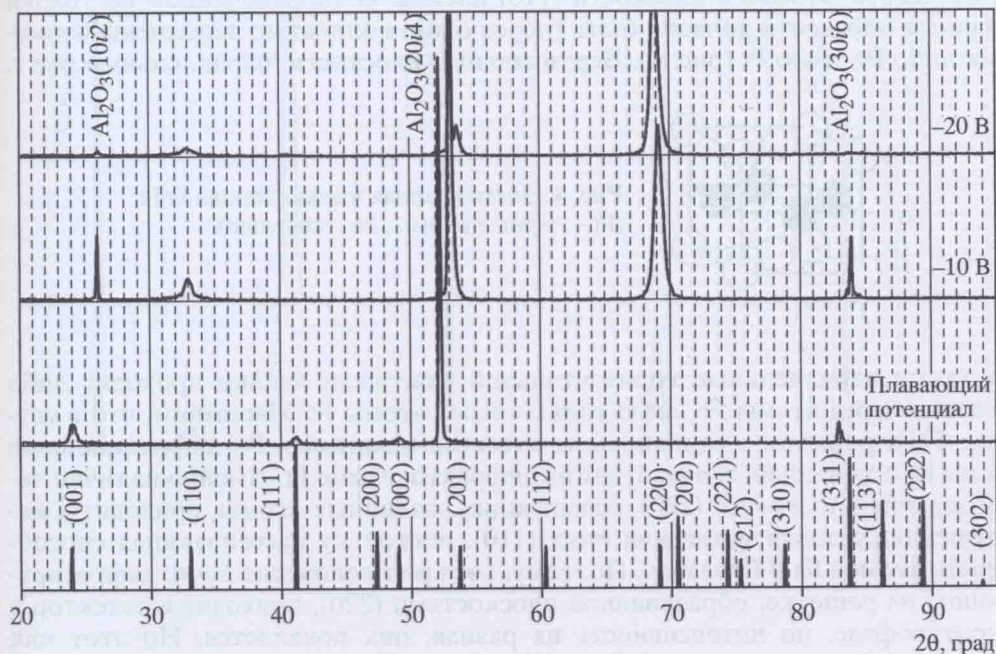


Рис. 3. Дифрактограммы пленок, полученных на подложках Al_2O_3 при различных значениях смещения (плавающий потенциал, -10 В, -20 В). Температура подложки 600 °С, мощность на мишени 300 Вт, состав мишени $S_{Fe}/S_{Pt} = 9/7$. Нижняя штрих-дифрактограмма относится к поликристаллическому образцу FePt (карточка PDF 26-1139)

пленок на подложках Al_2O_3 при различных значениях смещения. Подложки были нагреты до температуры $600\text{ }^\circ\text{C}$. При плавающем потенциале на подложке пленка имеет поликристаллическую структуру. Имеются зерна с ориентацией (001), (100) (пик (200)), (110), (111).

Применение смещения на подложке в процессе роста приводит к подавлению роста зерен со всеми ориентациями, кроме зерен с ориентацией (110). Такая ориентация соответствует положению параметра решетки c в плоскости подложки. Более того, видно, что применение смещения стимулирует рост зерен с данной ориентацией, подобно тому как это происходило с зернами с ориентацией (111) на кремнии, особенно в присутствии магнитного поля. Напомним, что это происходит на нагретой подложке. Для состава мишени $S_{Fe}/S_{Pt} = 5/3$ в условиях плавающего потенциала на подложке также получены лишь поликристаллические пленки. Таким образом, можно утверждать, что основным параметром, влияющим на формирование пленки с ориентацией (110), является смещение на подложке.

Отметим еще один важный момент. На рис. 3 внизу приведена штрих-дифрактограмма массивного поликристаллического образца FePt. Из сравнения ее с двумя дифрактограммами образцов, полученных при смещении на подложке, видно несоответствие интенсивностей пиков первого и второго порядка, (110) и (220). Для кристалла они должны иметь примерно одинаковую интенсивность, а в пленочных образцах интенсивность пика (110) намного меньше интенсивности пика (220). Это связано с недостаточным упорядочением атомов в плоскости (110) пленок. В упорядоченном состоянии данные плоскости должны быть (через одну) полностью заполнены атомами либо Fe, либо Pt (рис. 4). Вертикальные плоскости, параллельные оси c ,

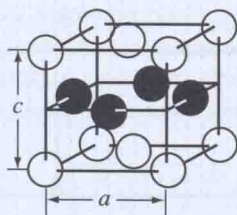


Рис. 4. Элементарная ячейка сплава FePt (Pt – черные атомы, Fe – светлые)

а также параллельные горизонтальной диагонали ячейки проходят либо только через атомы Fe, либо только через атомы Pt. Напомним, что в случае ГЦК решетки с одинаковыми атомами (например, Pt) дифракционный пик (110) запрещен, его не будет на дифрактограмме Pt. Именно наличие чередования плоскостей (220), содержащих различные атомы, приводит к нарушению условия погасания пика (110), поскольку рассеивающая способность атомов Fe и Pt разная. Поэтому, хотя рентгеновские лучи, дифрагирующие на решетке, образованной плоскостями (220), приходят в детектор в противофазе, но интенсивность их разная, пик появляется. Но этот пик может уменьшиться или исчезнуть и в сплаве FePt, если только упорядочения, показанного на рис. 4, не возникнет, т.е. в случае, когда плоскости (220), которые должны содержать только атомы Fe, содержат и атомы Pt, и наоборот. Кроме того, уменьшение интенсивности пика (110) может быть и в случае не строгого чередования плоскостей Fe и Pt.

Таким образом, пленки, полученные со смещением, дифрактограммы которых приведены на рис. 3, упорядочены недостаточно. В нашем случае это может быть связано и с отклонением от стехиометрии FePt в пленке. Наилучшее соотношение интенсивностей пиков $I_{(110)}/I_{(220)} = 8/11$ было достигнуто в пленке, полученной при смещении на подложке 0 В, мощности на мишени 100 Вт, температуре подложки 650 °С. Для того чтобы поддерживать потенциал подложки равным потенциалу корпуса, к подложкодержателю прикладывалась небольшая ВЧ мощность (5 Вт).

Наименьшее соотношение интенсивностей пиков $I_{(110)}/I_{(220)} = 50/4000$ имеет место для пленки, полученной при смещении на подложке -5 В, мощности на мишени 300 Вт, температуре подложки 400 °С. При этом замечено, что как только удается получить хорошее отношение $I_{(110)}/I_{(220)}$, появляется небольшое количество зерен с ориентацией (111).

На рис. 5 приведены дифрактограммы двух пленок FePt, полученных при различной мощности на мишени 100 и 150 Вт. Видно, что пленка, полученная при мощности на мишени 150 Вт, содержит только зерна с ориентацией (110). Другая пленка, полученная при мощности на мишени 100 Вт, содержит зерна с двумя ориентациями (111) и (110).

Далее мы приводим исследование текстуры двух пленок, дифрактограммы которых даны на рис. 5. Это было сделано с помощью построения полюсных фигур. Полюсная фигура (hkl) строится следующим образом. Детектор устанавливается на угол 2θ , соответствующий рефлексу (hkl). Образец

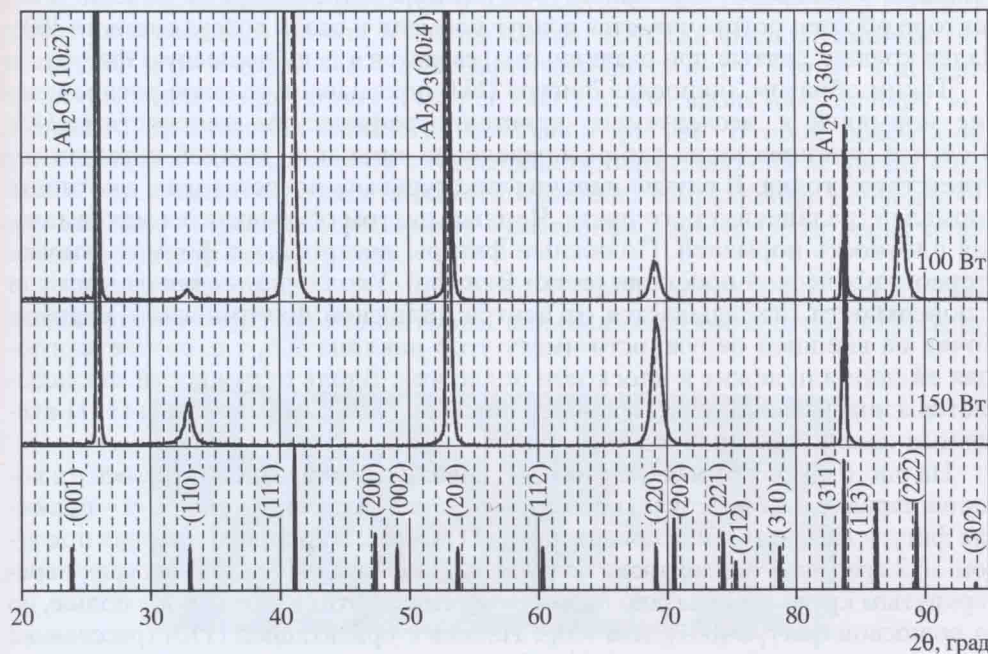


Рис. 5. Дифрактограммы пленок FePt, полученных из мишени состава $S_{Fe}/S_{Pt} = 5/3$, со смещением на подложке -5 В, при температуре подложки 650 °С и мощности на мишени 100 и 150 Вт. На верхней дифрактограмме интенсивность пика (111) 5000 имп/с, интенсивность пика (222) 400 имп/с

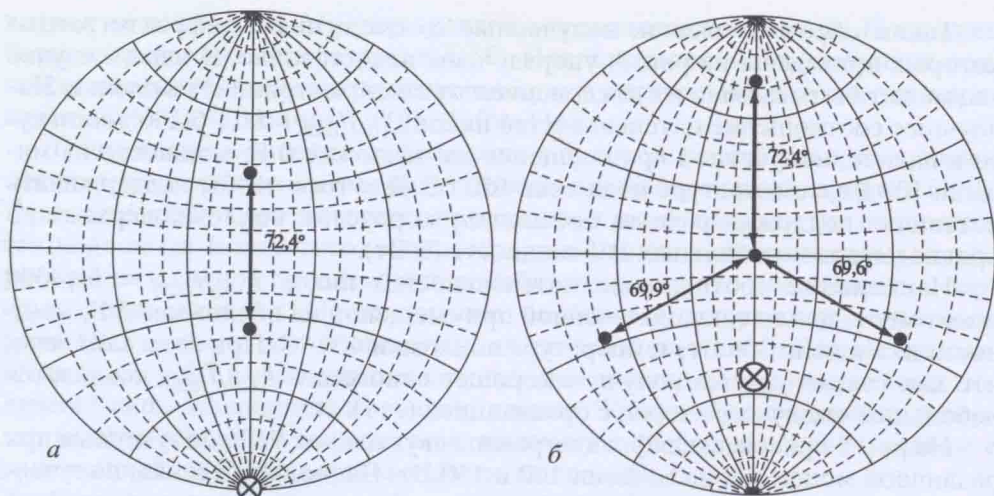


Рис. 6. Полусные фигуры (111), которые соответствуют идеальным однофазным пленкам FePt с ориентацией *a* – (110), *б* – (111). Перечеркнутым кружком обозначен полюс, который будет виден на полюсной фигуре (001)

поворачивается вокруг оси, перпендикулярной оси вращения гониометра и лежащей в плоскости образца, на угол наклона α . Затем при включенном детекторе образец поворачивается вокруг нормали к своей поверхности на 360° . Далее кривые, снятые при различных α , сводятся в одну полюсную фигуру.

Таким образом, полюсная фигура (hkl) показывает угловое распределение нормалей к исследуемым кристаллографическим плоскостям (hkl). В случае монокристалла это распределение точечное, каждой нормали соответствует точка. В случае наличия текстуры мы представляем плотность нормалей градацией серого цвета. Черным цветом обозначается максимальная плотность нормалей. Полюсные фигуры построены в формате гномостереографической проекции (сетка Вульфа). Угол отклонения от нормали к поверхности откладывается от центра полюсной фигуры вдоль радиуса. Точка на внешней окружности имеет угол наклона 90° , т.е. соответствующая ей нормаль лежит в плоскости подложки. Вдоль окружности откладывается азимутальный угол. На рис. 6 показаны полюсные фигуры (111) идеальных однофазных пленок FePt.

На рис. 6, *a* – полюсная фигура (111) пленки с ориентацией (110), ось c в которой параллельна вертикальной оси полюсной фигуры; на рис. 6, *б* – полюсная фигура (111) пленки с ориентацией (111), ось c в которой проходит под углом $36,2$ градуса к поверхности подложки. На обеих полюсных фигурах перечеркнутым кружком показано положение оси c . В этих местах будет полюс, но на полюсной фигуре (001), или (00 l). Пленка с ориентацией (110) (расстояние между полюсами ближе к значению $72,4^\circ$, чем к значению $69,6^\circ$) (рис. 7, *a*) имеет примерно одинаковое количество зерен с почти перпендикулярным расположением осей c . Угол между ними чуть менее 80° . Если бы было двойникование по плоскости (111), которая перпендикулярна поверхности подложки (рис. 8), то полюсная была бы такой же, только угол между осями c был бы 74° .

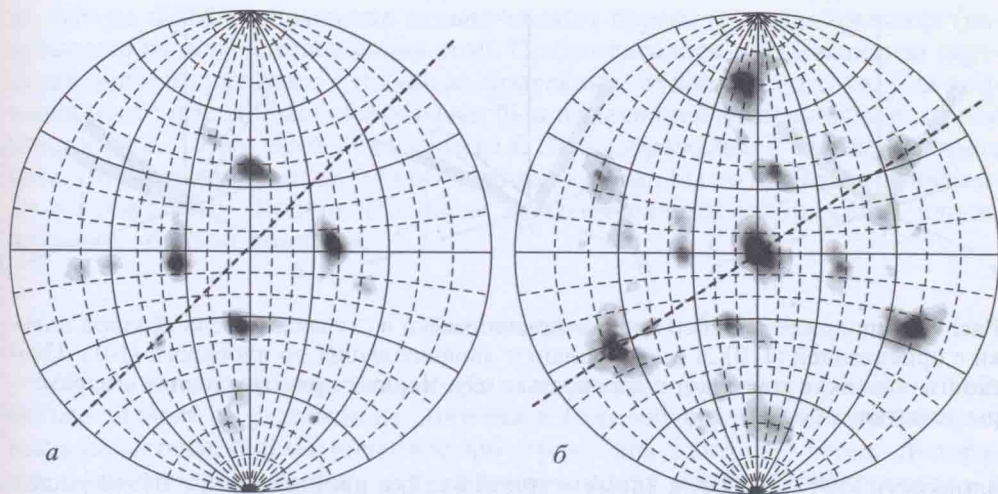


Рис. 7. Реальные полюсные фигуры (111) пленок, полученных при мощности на мишени 150 Вт (а), 100 Вт (б). Пунктирными линиями указано направление $[01i1]$ в плоскости подложки Al_2O_3 (см. рис. 8)

Пленка с основной ориентацией (111) (рис. 7, б) имеет зерна с двумя различными направлениями решетки в плоскости. Одной ориентации соответствует центральный полюс и интенсивные полюсы, расположенные под углом 120° друг к другу. Ось c этих зерен находится под углом 36° к поверхности подложки и проекция ее, скорее всего, лежит вдоль направления, выделенного пунктирной линией на полюсной фигуре. Второй ориентации соответствуют полюсы слабой интенсивности, зеркально-симметричные полюсам уже описанной ориентации относительно направления, перпендикулярного направлению, выделенному пунктирной линией. Ось c таких зерен также зеркально-симметрична.

Основная проблема – это проблема двойникования при отжиге. Если двойникование будет происходить так, как было описано в начале статьи, по

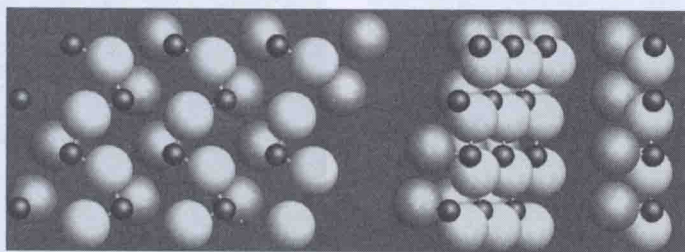


Рис. 8. Три вида одного и того же участка поверхности Al_2O_3 (01i2) слева направо: план, под углом 60° , под углом 90° . Кристаллографическое направление $[11i0]$ Al_2O_3 параллельно горизонтали левого изображения, кристаллографическое направление $[01i1]$ лежит вдоль вертикали рисунка. Малые темные шары – алюминий, большие светлые – кислород, два слоя кислорода отличаются тоном

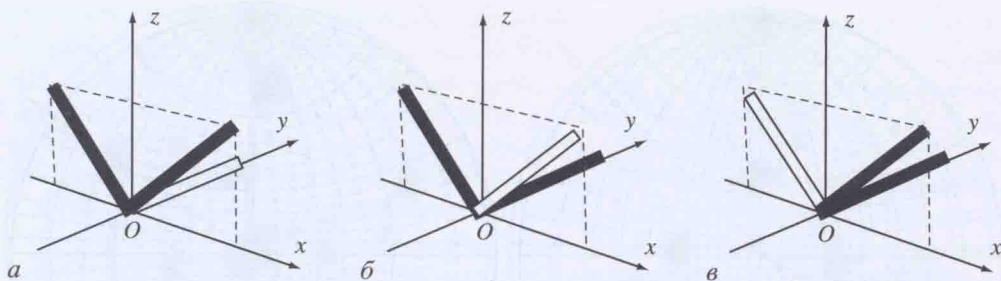


Рис. 9. Расположение ребер элементарной ячейки в случаях: *a* – однофазной пленки с ориентацией (110); *б* и *в* – варианты двойникового по плоскости (101). Плоскость подложки совпадает с плоскостью xOy . Черные прямоугольники – параметры решетки *a*, белый – *c*

плоскости (101), то ребра элементарной ячейки двойника *a* и *c* будут расположены, соответственно, как ребра *c* и *a* исходного зерна. Это значит, что в случае ориентации зерна (110) двойник будет иметь ориентацию (101), т.е. ось *c* двойника будет расположена под углом 45° к подложке и под углом 90° к оси *c* исходного зерна. Всего вариантов пространственного расположения оси *c* двойника для одного исходного зерна два, если не учитывать различия в 2° (рис. 9). В случае ориентации исходного зерна (111) двойникование приведет к повороту оси *c* вокруг нормали к любой из плоскостей (111) на угол 120° . В том числе и вокруг нормали к поверхности подложки, так как одна из плоскостей (111) совпадает с ней. В этом случае различных вариантов двойникового конкретного зерна будет шесть.

На рис. 10 для оценки размеров кристаллитов приведены СТМ изображения пленки с ориентацией (110). Первое изображение (рис. 10, *a*) было получено после нанесения пленок. При сканировании образцов было замече-

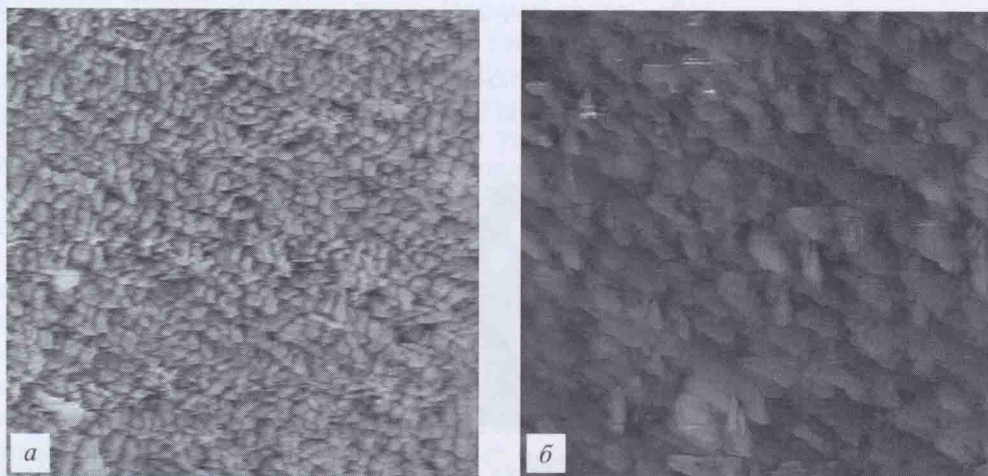


Рис. 10. СТМ изображения пленки с ориентацией (110) после нанесения (*a*) и после намагничивания вдоль вертикального направления (*б*). Размер изображений $1,2 \times 1,2$ мкм

но, что на СТМ изображение сильно влияют параметры сканирования (напряжение на игле и туннельный ток). Предполагалось, что магнитная структура пленки оказывает влияние на протекание туннельного тока. Для проверки этого предположения образец был намагничен в магнитном поле вне микроскопа. После этого было снято СТМ изображение в тех же режимах (рис. 10, б). Микроскоп не был оборудован какими бы то ни было магнитными устройствами. Видно, что после намагничивания изображение кардинальным образом меняется.

Заключение

Установлено, что кристаллическая структура и текстура пленок FePt сильно зависят от режимов их получения. Основную роль в получении пленок с плоскостной намагниченностью играют два фактора – атомный порядок поверхности подложки и низкоэнергетичная ионная бомбардировка в процессе роста пленок. Кроме того, для улучшения магнитных характеристик был использован магнитный отжиг пленок. Таким образом, были получены высокоанизотропные пленки FePt на подложке Al_2O_3 (0112) со следующими характеристиками: угол отклонения намагниченности от плоскости пленки 25° , коэрцитивная сила $H_c = 560$ кА/м (7000 Э), остаточная индукция $B_r = 0,87$ Т (компонента в плоскости пленки $B_{r,\text{plane}} = 0,63$ Т), максимальная плотность магнитной энергии $(BH)_{\text{max}} = 64$ кДж/м³. Данные параметры пленок вполне достаточны для того, чтобы использовать такие пленки в качестве магнитов в головках для высокоплотной магнитной записи.

ЛИТЕРАТУРА

1. Samofalov V.N., Il'yashenko E.I., Ramstad A. et al. // J. of optoelectron. and adv. materials. 2004. Vol. 6, N 2. P. 911–916.
2. Власова Н.И., Кандаурова Г.С., Оноприенко Л.Г., Щеголева Н.Н. // УФН. 1992. Т. 162, № 5. 161 с.
3. Наумов В.В., Бочкарев В.Ф., Горячев А.А. и др. // ЖТФ. 2004. Т. 74, вып. 4. С. 48–52.
4. Наумов В.В., Бочкарев В.Ф., Трушин О.С. и др. // ЖТФ. 2001. Т. 71, вып. 8. С. 92–97.