

05

## Исследования тонких пленок FePt, синтезированных методом последовательного распыления

© А.С. Камзин, Е.В. Снеткова, З. Янг, Ф. Вей, В. Хианг

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
Санкт-Петербург, Россия  
НИИ магнитных материалов, Ланджоуский университет,  
Ланджоу 730000 КНР  
Вензоуский университет, Вензоу, 325035, КНР  
E-mail: Kamzin@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 4 мая 2007 г.

Изучены возможности синтеза методом магнетронного последовательного распыления тонких пленок FePt ориентации (001) в виде многослойной структуры (Pt/Fe)*n*. Исследовано влияние температуры подложки при осаждении пленки, типа слоя, с которого начинается напыление, толщины слоев Fe и Pt и полной толщины системы (Pt/Fe)*n* на микроструктуру, магнитные свойства и магнитную анизотропию систем (Pt/Fe)*n*.

PACS: 61.10.Nz, 68.55.Jk, 75.70.Cn

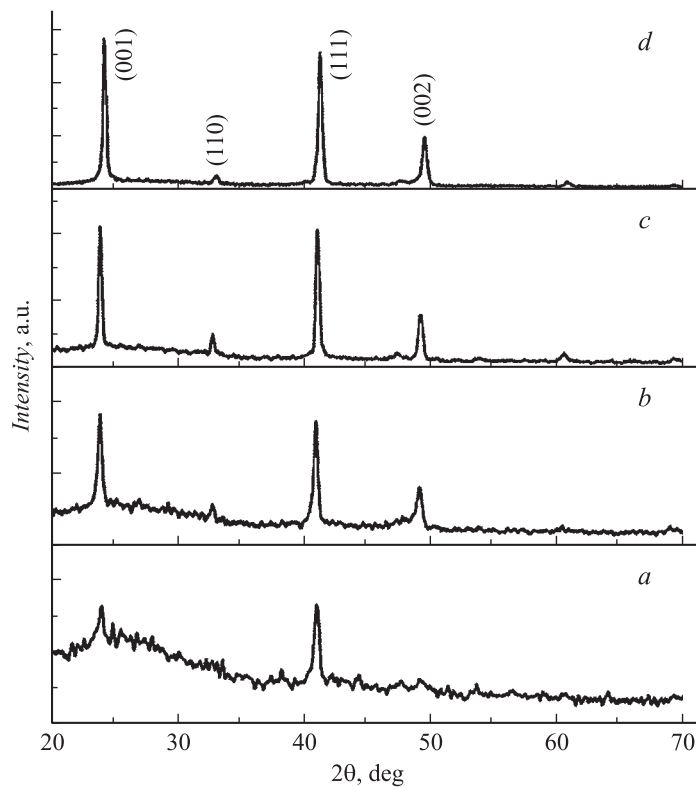
Для создания носителей информации с высокой плотностью магнитной записи (ВПМЗ) требуются материалы с минимальными размерами магнитных гранул. Однако при уменьшении размера гранул понижается барьер перехода частицы в суперпарамагнитное состояние, являющееся дестабилизирующим фактором в носителях с ВПМЗ [1,2]. Устойчивостью против таких явлений обладают магнетики с большой энергией магнитокристаллической анизотропии ( $K_u$ ) и слабым взаимодействием между магнитными частицами [1,2]. Большой интерес для ВПМЗ вызывают однодоменные наночастицы FeCo или FePt гранецентрированной тетрагональной (ГЦТ) структуры фазы  $L1_0$  [3–5], обладающие большой величиной  $K_u \approx 7 \cdot 10^7 \text{ erg/cm}^3$  [6,7] (что более чем на порядок выше, чем в используемых носителях магнитной записи), коэрцитивной силой и намагниченностью насыщения, высокой химической и антикоррозийной устойчивостью. Размеры гранул в FePt фазы  $L1_0$  могут достигать  $\sim 3.5 \text{ nm}$  [8].

Пленки FePt обычно осаждаются гранецентрированной кубической (ГЦК) структурой с низкой энергией анизотропии, малой коэрцитивной силой и ориентацией легкой оси намагничивания (ЛОН) под углом  $37^\circ$  к плоскости пленки. Разработка методов получения ГЦТ пленок FePt фазы  $L1_0$ , управление ориентацией ЛОН и величиной коэрцитивной силы позволит создавать FePt пленки для ВПМЗ.

Классический метод эпитаксиального роста систем FePt типа  $L1_0$  на монокристаллической подложке MgO [9] ограничен дороговизной монокристаллов MgO. При способах прямого осаждения пленки FePt ГЦТ структуры фазы  $L1_0$  синтезируются отжигом в области температур более  $\sim 550^\circ\text{C}$  [10–12]. Однако отжиг при таких высоких температурах ускоряет рост размера гранул, увеличивает разброс частиц по размерам [12,13], приводит к созданию агломератов множества наночастиц, окалины. Все это препятствует ВПМЗ.

В данной работе исследованы возможности синтеза пленок FePt фазы  $L1_0$ , требуемых для ВПМЗ, методом последовательного распыления на нагреваемые подложки без применения процедуры послеростового высокотемпературного отжига. Исследовано влияние температуры подложки при осаждении, толщины слоев Fe и Pt, а также полной толщины системы  $[\text{Pt/Fe}]_n$  на магнитную структуру, ориентацию легкой оси в синтезированных *in situ* пленках FePt.

Многослойные системы  $[\text{Pt/Fe}]_n$  были получены осаждением на подогреваемые стеклянные подложки методом последовательного (используются две мишени, изготовленные из пластинок чистых Fe и Pt) радиочастотного распыления. Базовое давление в камере распыления составляло около  $3 \cdot 10^{-7}$  Торр. Давление Ar в процессе распыления поддерживалось около 5 мТорр. Скорость осаждения пленок контролировалась с помощью кварцевого датчика измерения толщины. Полная толщина синтезированных многослойных  $(\text{Pt/Fe})_n$  систем менялась от 25 до 200 nm. Подложка была нагрета до необходимой температуры в пределах от 200 до  $600^\circ\text{C}$  перед началом процесса распыления. Состав пленок был определен с использованием метода индуктивно связанной плазмы. Магнитные свойства были измерены с помощью магнитометра с вибрирующим образцом и сверхпроводящего квантового интерференционного магнитометра. Микроструктура пленок изучалась с помощью рентгеновского дифрактометра (РД) с использованием метода  $\theta-2\theta$  сканирования  $\text{CuK}\alpha$  излучения. Магнитная структура синтезированных пленок исследовалась с использованием конверсионной электронной мессбауэровской спектроскопии (КЭМС).



**Рис. 1.**  $\theta$ - $2\theta$  рентгеновские дифрактограммы в зависимости от полной толщины пленок  $[\text{Pt } 25 \text{ nm}/\text{Fe } 2.5 \text{ nm}]_n$ , осажденных методом последовательного распыления: *a* — 25, *b* — 50, *c* — 100, *d* — 200 nm соответственно. Температура подложки при осаждении составляла  $500^\circ\text{C}$ .

На рис. 1 приведены  $\theta$ - $2\theta$  рентгеновские дифрактограммы (РД) систем  $[\text{Pt}(2.5 \text{ nm})/\text{Fe}(2.5 \text{ nm})]_n$  в зависимости от полной толщины, меняющейся от 25 до 200 nm. Пленки осаждались на подложки, нагретые до температуры  $500^\circ\text{C}$ . На РД пленок FePt, как видно из рис. 1, наблюдаются (001), (111) и (002) линии, а также относительно слабый пик (110). Хотя системы FePt были осажжены методом радиочастотного последовательного распыления, тем не менее на РД наблюдаются линии

(001) и (002), указывающие на  $L1_0$  фазу ГЦТ структуры пленок FePt. Отсюда следует, что ГЦТ структура формируется при осаждении на нагреваемую подложку.

Известно [14], что из РД пленок FePt по отношениям интенсивностей линий  $\text{In}(001)/\text{In}(111)$  можно установить степень ориентации оси [001] по нормали к поверхности пленки, а отношение  $\text{In}(001)/\text{In}(002)$  указывает на степень магнитного упорядочения пленок. В системе  $[\text{Pt}(2.5 \text{ nm})/\text{Fe}(2.5 \text{ nm})]_n$  по мере увеличения толщины интенсивность линии (001) повышается (см. рис. 1) относительно как линии (111), так и линии (002). Следовательно, при увеличении полной толщины пленок FePt ЛОН постепенно переориентируется к направлению, перпендикулярному плоскости пленки.

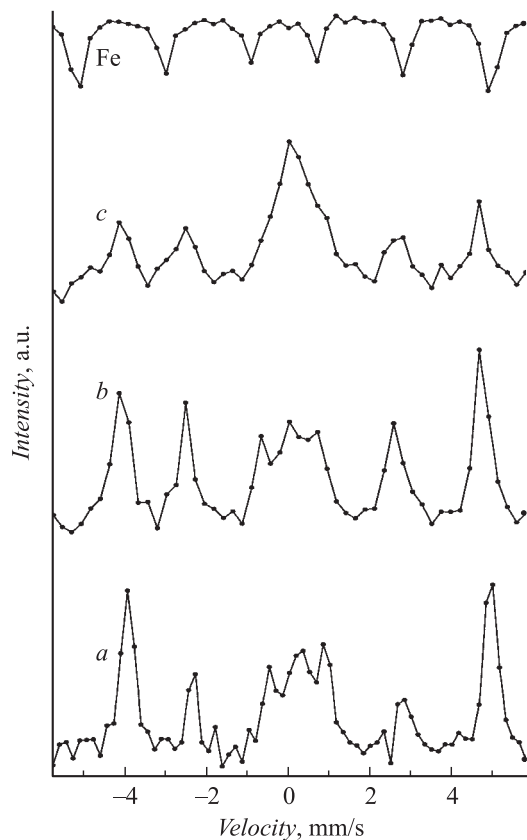
Информативным методом исследований магнетиков является мессбауэровская спектроскопия (МС). Однако традиционная МС неприменима для изучения тонких пленок из-за малости величины сигнал/шум. В случае тонких пленок используется МС с регистрацией конверсионных и Оже-электронов (КЭМС).

На рис. 2 показаны КЭМ-спектры систем  $[\text{Pt}/\text{Fe}]_n$  как разной полной толщины пленок, так и разной толщины слоев Fe и Pt. Экспериментальные спектры пленок  $[\text{Pt}/\text{Fe}]_n$ , как видно из рис. 2, состоят из зеемановских секстиплетов, указывающих на присутствие магнитного упорядочения в пленках. При увеличении как общей толщины пленки, так и слоев Pt и Fe интенсивности 2-х и 5-х линий зеемановского секстиплета (рис. 2) понижаются по сравнению с интенсивностями 1-х и 6-х линий. Отсюда следует, что ориентация магнитных моментов ионов железа в пленках зависит как от общей толщины пленки, так и от толщины слоев Pt и Fe. Кроме линий зеемановского секстиплета, на экспериментальных спектрах (рис. 2) в области „нуля“ скоростей наблюдаются линии, указывающие на наличие в пленках  $[\text{Pt}/\text{Fe}]_n$  некоторого количества ионов Fe в неупорядоченной (в магнитном отношении) фазе.

Угол отклонения ( $\Theta$ ) магнитных моментов от направления волнового вектора гамма-излучения определяется в МС из соотношения интенсивностей 2-х (5-х) и 1-х (6-х) линий ( $A_{2.5}/A_{1.6}$ ) зеемановского секстиплета по формуле (см., например, [15])

$$A_{2.5}/A_{1.6} = 3(1 - \cos \Theta)/(4 \sin \Theta). \quad (1)$$

Значения углов  $\Theta$ , рассчитанные из мессбауэровских спектров пленок  $[\text{Pt}/\text{Fe}]_n$  (рис. 2), приведены в таблице.



**Рис. 2.** Конверсионные электронные мессбауэровские спектры систем [Pt/Fe] в зависимости от полной толщины пленки и толщины слоев Pt и Fe: *a* — [Pt5.2 nm/Fe4.8 nm] · 10; *b* — [Pt5.5 nm/Fe4.5 nm] · 10; *c* — [Pt2.6 nm/Fe2.4 nm] · 5. Температура подложки при осаждении составляла 500°C. Вверху (*d*) для сравнения приведен мессбауровский спектр фольги  $\alpha$ -Fe.

Величины квадрупольных сдвигов, рассчитанные из мессбауэровских спектров (рис. 2) с использованием математической обработки, равны нулю. Значения полуширин спектральных линий и эффективных магнитных полей на ядрах ионов железа, полученные из математического анализа экспериментальных спектров, приведены в таблице.

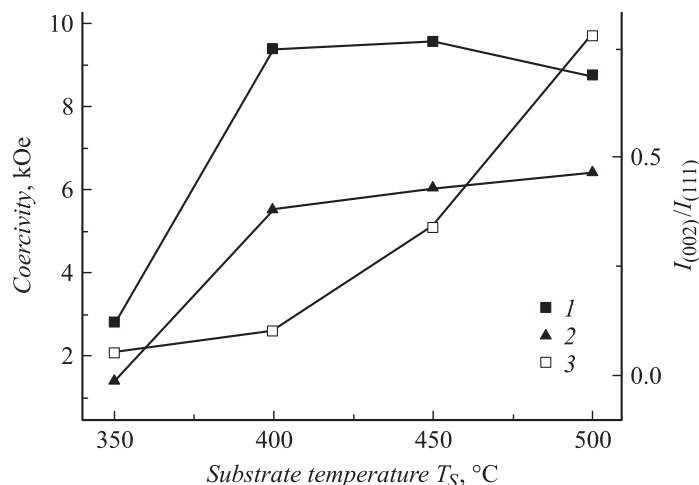
Величины эффективных магнитных полей ( $H_{eff}$ ), полуширины линий ( $\Gamma$ ) и углы отклонения ( $\Theta$ ) магнитных моментов от нормали к поверхности пленки, рассчитанные из мессбауэровских спектров систем  $[\text{Pt}/\text{Fe}]_n$ , приведенных на рис. 2

N	Система	Толщина, nm	$\Theta$ , deg	$H_{eff}$ , kOe	$\Gamma$ , mm/s
1	$[\text{Pt}(5.2 \text{ nm})/\text{Fe}(4.8 \text{ nm})] \cdot 10$	100 nm	30	282	0.34
2	$[\text{Pt}(5.5 \text{ nm})/\text{Fe}(4.5 \text{ nm})] \cdot 10$	100 nm	57	286	0.48
3	$[\text{Pt}(2.6 \text{ nm})/\text{Fe}(2.4 \text{ nm})] \cdot 5$	25 nm	62	290	0.71

Полуширины линий спектров пленки  $[\text{Pt}2.6 \text{ nm}/\text{Fe}2.4 \text{ nm}] \cdot 5$  ( $\sim 0.75 \text{ mm/s}$ ) существенно больше, чем полуширины линий спектра фольги чистого железа  $\alpha\text{-Fe}$  ( $0.23 \text{ mm/s}$ ), показанного на рис. 2, *d*. Это означает присутствие небольшого разброса эффективных магнитных полей на ядрах ионов железа и указывает на недостаточно высокое магнитное упорядочение в этих пленках, что согласуется с данными РД, описанными выше. Магнитные моменты в системе  $[\text{Pt}2.6 \text{ nm}/\text{Fe}2.4 \text{ nm}] \cdot 5$  ориентированы под углом  $28^\circ$  к плоскости пленки.

При увеличении толщины слоев Fe и Pt, а также полной толщины пленок величины полуширин линий понижаются, а угол отклонения магнитных моментов от плоскости пленок увеличивается. Наибольшее приближение направления магнитных моментов нормали к плоскости пленки получено для систем  $[\text{Pt}5.2 \text{ nm}/\text{Fe}4.8 \text{ nm}] \cdot 10$ , т.е. когда толщина слоя ионов Fe исследуемых структур наибольшая.

С использованием метода вычитания и удаления линии зеемановского расщепления из спектров пленок PtFe было установлено, что в области „нуля“ скоростей имеются линии, соответствующие ионам железа в парамагнитной фазе. Это означает, что в пленках FePt присутствует некоторое количество ионов Fe в неупорядоченном состоянии. Расчеты показали, что интенсивности парамагнитных линий большие при малых толщинах пленок FePt и соответственно количество немагнитной фазы велико. С увеличением общей толщины пленки интенсивности парамагнитных линий понижаются, указывая на уменьшение доли неупорядоченного состояния. Следует отметить, что данные о структурных особенностях и фазовых состояниях пленок, полученные из МС, согласуются с результатами РД.



**Рис. 3.** Зависимости коэрцитивной силы, измеренные параллельно (1) и перпендикулярно (2) плоскости пленок, и отношения интенсивностей (3) линий (001) к (111) от температуры подложки для структуры [Pt(5.2 nm)/Fe(4.8 nm)] · 10.

Исследования влияния температуры подложки при распылении на свойства пленок [Pt(5.2 nm)/Fe(4.8 nm)] · 10 показали, что коэрцитивная сила пленок FePt, осажденных при 350°C, невелика. Это свидетельствует, что при 350°C ГЦТ структура не полностью формируется в пленках FePt. Повышение температуры подложки от 350 до 400°C приводит к увеличению от 2.8 до 9.6 kOe коэрцитивной силы, измеренной вдоль плоскости пленок, а в перпендикулярном направлении растет от 1.4 до 6 kOe. При температурах подложки более 400°C коэрцитивность „в плоскости“ слегка уменьшается, тогда как в перпендикулярном направлении увеличивается.

Исследования зависимости отношения интенсивностей линий  $I_{(001)}/I_{(111)}$  пленок FePt от температуры подложки ( $T_S$ ) при осаждении показали, что при  $T_S < 400^\circ\text{C}$  величина соотношения  $I_{(001)}/I_{(111)}$  небольшая (рис. 3). При нагревании подложки от 400 до 500°C наблюдается (см. рис. 3) резкое увеличение соотношения  $I_{(001)}/I_{(111)}$ , указывающее на переориентацию ЛОН к направлению, перпендикулярному плоскости пленки.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 05-02-17791).

## Список литературы

- [1] *Weller D., Moser A., Folks L., Best M.E., Wen L., Toney M.F., Schwickert M., Thiele J.-U., Doener M.F.* // IEEE Trans. Magn. 2000. V. 36. N 1. P. 10.
- [2] *Iwasaki S., Nakamura Y., Ouchi K.* // IEEE Trans. Magn. 1979. V. 15. P. 1456.
- [3] *Bai J., Yang Z., Wei F., Matsumoto M., Morisako A.* // J. Magn. Magn. Mater. 2003. V. 257. N 1. P. 132.
- [4] *Barmak K., Kim J., Lewis L.H., Coffey K.R., Toney M.F., Kellock A.J., Thiele J.U.* // J. Appl. Phys. 2005. V. 98. P. 033904.
- [5] *Casoli F., Albertini F., Pareti L., Fabbri S., Nasi L., Bocchi C., Ciprian R.* // IEE Trans. Magn. 2005. V. 41. P. 3223.
- [6] *Kanazawa H., Lauhoff G., Suzuki T.* // J. Appl. Phys. 2000. V. 87. P. 6143.
- [7] *Okamoto, Kikuchi N., Kitakami O., Miyazaki T., Shimada Y., Fukamichi K.* // Phys. Rev. B. 2002. V. B 66. P. 024413.
- [8] *Miller M., Albe K.* // Phys. Rev. B. 2005. V. B 72. P. 094203.
- [9] *Shima T., Takanashi K., Takahashi Y.K., Hono K.* // Appl. Phys. Lett. 2004. V. 85. N 13. P. 2571.
- [10] *Harrell J.W., Nikles D.E., Kang S.S., Sun X.C., Jia Z.* // J. Magn. Soc. Jpn. 2004. V. 28. P. 847.
- [11] *Kang S.S., Nikles D.E., Harrell J.W.* // J. Appl. Phys. 2003. V. 93. P. 7178.
- [12] *Tanase M., Nuhfer N.T., Laughlin D.E., Klemmer T.J., Liu C., Shukla N., Wu X., Weller D.* // J. Magn. Magn. Mater. 2003. V. 266. P. 215.
- [13] *Dai Z.R., Sun S., Wang Z.L.* // Nano Lett. 2001. V. 1. P. 443.
- [14] *Yan M.L., Zeng H., Powers N., Sellmyer D.J.* // J. Appl. Phys. 2002. V. 91. N 10. P. 8471.
- [15] *Химическое применение мессбауэровской спектроскопии. Сб. статей / Под ред. В.И. Гольданского, Л.И. Крижанского, В.В. Храпова. М.: Мир, 1977.*