

УДК 539.216.2:661.685

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

**ФЕРОМАГНІТНИЙ РЕЗОНАНС У НАНОРОЗМІРНИХ ПЛІВКАХ Fe-Pt**

The paper under scrutiny studies the influence of phase composition and structure of nanoscaled 10 and 30 nm FePt films on their magnetic properties, specifically on the shape change of ferromagnetic resonance (FMR) lines. The films were deposited on substrate of thermally oxidated (100 nm thick SiO<sub>2</sub>) monocrystalline Si with orientation of (001). Samples annealings are carried out in the vacuum of  $\sim 1,3 \cdot 10^{-3}$  Pa in the temperature range of 100–900 °C for 30 s at each temperature. FMR lines are obtained in magnetic field applied in the film plane after annealing at different temperatures. We establish that the metastable chemically disordered magnetically soft  $A1(\text{FePt})_{\text{FCC}}$  phase is formed in as-deposited films. FMR line is asymmetric that indicates inhomogeneous magnetic structure of  $A1(\text{FePt})_{\text{FCC}}$  phase. Films annealings of in chosen temperature range result in transition of  $A1(\text{FePt})_{\text{FCC}}$  phase to chemically ordered magnetically hard  $L1_0(\text{FePt})_{\text{FCT}}$  phase. The processes of diffusion phase formation are accompanied with change of the shape of ferromagnetic resonance lines, their intensities and asymmetric. The dependence of diffusion phase formation processes and change of FMR lines forms from film thickness is not established.

**Вступ**

Нанорозмірні плівки Fe-Pt викликають останнім часом у дослідників підвищений інтерес у зв'язку з можливістю збільшення щільності магнітного запису і зберігання інформації до максимального можливих значень  $\sim 7$  Тбіт/см<sup>2</sup>. Для цього необхідно вирішити ряд матеріалознавчих і технологічних завдань з формування впорядкованої фази  $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$  і орієнтації магнітного домена в ізольованому, термічно стабільному зерні розміром  $\sim 2,4$  нм. Маленький розмір магнітного зерна, як правило, зумовлює термічну нестабільність і нестабільність намагнічення – перехід в суперпарамагнітний стан. Це призводить до того, що записуюче середовище може легко втратити збережену інформацію за рахунок теплового руху атомів. Щоб уникнути термічної нестабільності магнітного записуючого середовища і підтримати біт запису досить тривалий час має виконуватись умова

$$K_u V \geq (50-70)k_B T,$$

де  $K_u$  – енергія одновісної кристалічної магнітної анізотропії,  $V$  – об'єм зерна,  $k_B$  – стала Больцмана,  $T$  – абсолютна температура. Ця умова означає, що матеріали повинні мати достатньо високу енергію кристалічної магнітної анізотропії ( $K_u V$ ) порівняно з термічною флуктуацією ( $k_B T$ ) [1, 2]. Фаза  $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$  завдяки великій енергії одновісної кристалічної магнітної анізотропії ( $\sim 7 \cdot 10^6$  Дж/м<sup>3</sup>) дає можливість перешкоджати переходу зерна в суперпарамагнітний стан із зменшенням його об'єму

[3, 4]. Нанорозмірні плівки FePt можуть також становити інтерес для використання в приладах НВЧ [4], і дослідження їх методом ферромагнітного резонансу (ФМР) дає змогу з'ясувати цю можливість [5–7].

Проте в плівках FePt, отриманих осадженням на підкладку при кімнатній температурі, формується хімічно невпорядкована магнітно-м'яка фаза  $A1(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$  з гранецентрованою кубічною (ГЦК) ґраткою, в структурі якої атоми Fe і Pt довільно розміщуються у вузлах кристалічної ґратки. Для формування в плівці FePt хімічно впорядкованої фази  $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$  необхідно провести відпал, у результаті якого атоми Fe і Pt займуть певні місця, сприяючи тим самим набуттю бажаних магнітотвердих властивостей плівки.

**Постановка задачі**

Метою роботи є вивчення впливу фазового складу і структури нанорозмірних плівок Fe<sub>50</sub>Pt<sub>50</sub> товщиною 10 і 30 нм на термічно окиснених підкладках монокристалічного кремнію орієнтації (001), вкритих шаром діоксиду кремнію товщиною 100 нм, на їх магнітні властивості і, зокрема, на зміну форми ліній ферромагнітного резонансу.

**Методика експерименту**

НПК Fe<sub>50</sub>Pt<sub>50</sub>(10 нм, 30 нм)/SiO<sub>2</sub>(100 нм)/Si(001) отримували методом магнетронного розпорощення мозаїчних мішеней сплаву Fe<sub>50</sub>Pt<sub>50</sub>(99,95 %) на підкладку термічно окисненого (шар SiO<sub>2</sub> товщиною 100 нм) монокристалічного Si орієнтації (001), яка перебувала при

кімнатній температурі. Відпал зразків проводився у вакуумі  $\sim 1,3 \cdot 10^{-3}$  Па в інтервалі температур 100–900 °С з витримкою 30 с при кожній температурі зі швидкістю нагріву 5 °С/с і швидкістю охолодження 0,25 °С/с. Вимір товщини осадженого шару здійснювався за допомогою кварцового резонатора, а також за допомогою методу рентгенівської рефлексометрії.

Дослідження фазового складу і кристалічної структури НПК після осадження і відпалів було проведено за допомогою методів фізичного матеріалознавства – рентгеноструктурного фазового аналізу зйомкою в камері Дебая з використанням випромінювання кобальтового анода та феромагнітного резонансу на установці ЕПР в міліметровому діапазоні довжин хвиль (модулююча частота 9,6 Гц) і магнітних полях 0–0,65 Тл. Резонансні спектри вимірювали при кімнатній температурі. Електроопір вимірювався чотиризондовим методом.

### Результати і їх обговорення

На рис. 1 зображені рентгенограми НПК  $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (30 нм)/ $\text{SiO}_2$ (100 нм)/ $\text{Si}(001)$  після осадження і відпалів у інтервалі температур 100–900 °С.

На рентгенограмі осадженої плівки  $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$  спостерігаються дифракційні максимуми: сильний поширений (111) і слабкий (200), які належать метастабільній хімічно неупорядкованій фазі  $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$ .

Відпал при температурі 620 °С призводить до появи на рентгенограмі зразка дифракційного максимуму (001) (див. рис. 1). Крім того, спостерігається слабе подвоєння лінії (200). Ці ознаки вказують на початок трансформації хімічно неупорядкованої фази  $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$  з ГЦК-граткою в хімічно впорядковану фазу  $\text{L1}_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$  з гранецентрованою тетрагональною (ГЦТ) граткою. Після відпалу при температурі 700 °С, за результатами мікродифракції, плівка  $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$  містить фазу  $\text{L1}_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ . На рентгенограмі зразка можна побачити, що дифракційний максимум (200), який характерний для ГЦК-гратки, поділяється на два чітких максимуми (200) і (002), що характерні для ГЦТ-гратки (див. рис. 1). Це означає, що підвищення температури відпалу призводить до подальшого утворення хімічно впорядкованої фази  $\text{L1}_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ . Дифракційний максимум (111) є найінтенсивнішим як від фази

$\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$ , так і від фази  $\text{L1}_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ . Це свідчить про те, що зерна фази  $\text{L1}_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$  успадковують структуру фази  $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$ .

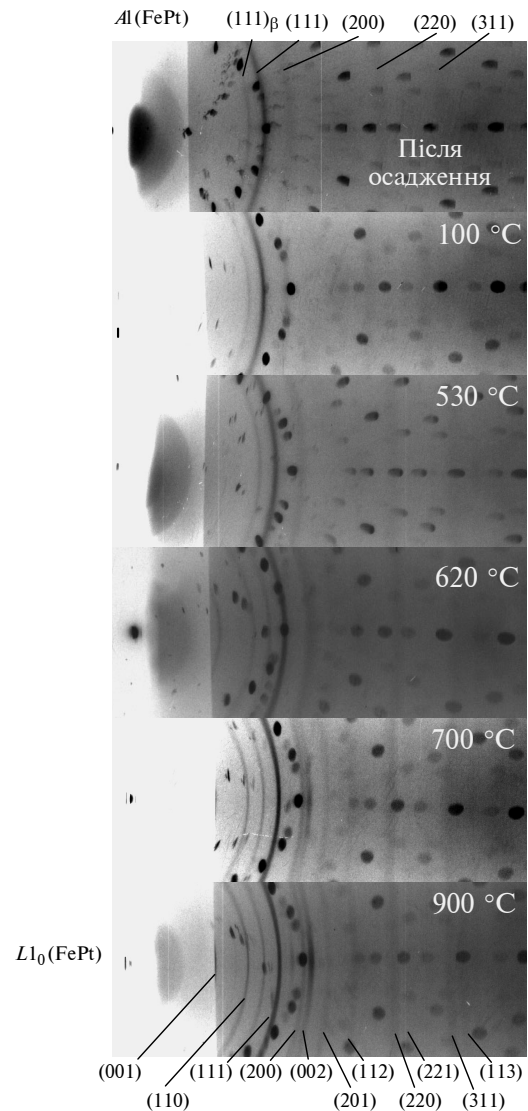


Рис. 1. Рентгенограми зразків НПК  $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (30 нм)/ $\text{SiO}_2$ (100 нм)/ $\text{Si}(001)$  після осадження і відпалів у вакуумі  $1,3 \cdot 10^{-3}$  Па в інтервалі температур 100–900 °С. Випромінювання кобальту

Формування хімічно впорядкованої фази  $\text{L1}_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$  з  $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$  під час відпалу відображається на зміні форми лінії ФМР (рис. 2).

Як видно з рис. 2, а, для НПК  $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (30 нм)/ $\text{SiO}_2$ (100 нм)/ $\text{Si}(001)$  лінії ФМР, які були отримані в магнітному полі, прикладеному паралельно до площини плівки, після різних температур відпалу змінюються. Після осадження лінія ФМР асиметрична, що свідчить про негнотомогенну магнітну структуру фази  $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$ .

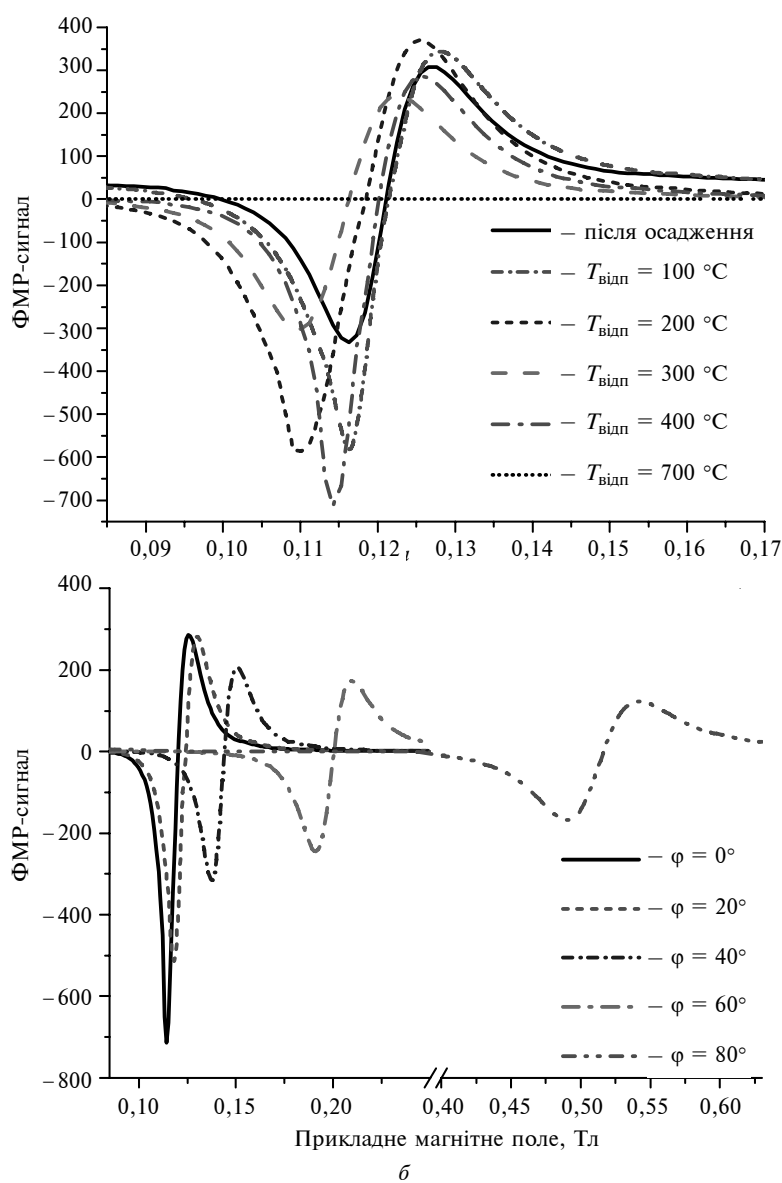


Рис. 2. Зміна форми кривої феромагнітного резонансу в НПК  $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (30 нм)/ $\text{SiO}_2$ (100 нм)/ $\text{Si}(001)$  у магнітному полі, паралельному поверхні зразка: *a* – залежно від температури відпалу у вакуумі; *б* – залежно від кута нахилу до напрямку магнітного поля після відпалу при температурі 400 °С

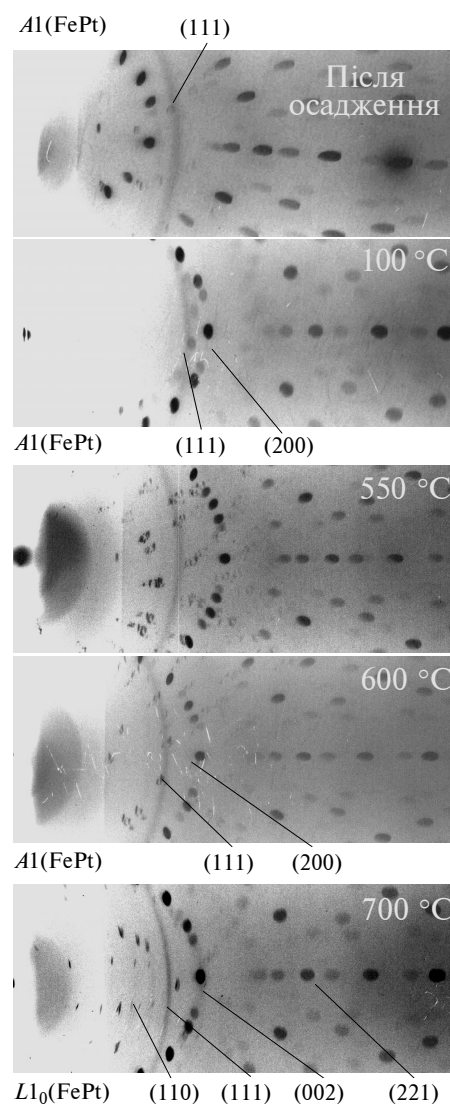


Рис. 3. Рентгенограми зразків НПК  $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (10 нм)/ $\text{SiO}_2$ (100 нм)/ $\text{Si}(001)$  після осадження і відпалів у вакуумі  $1,3 \cdot 10^{-3}$  Па в інтервалі температур 100–700 °С. Випромінювання кобальту

Рентгенографічно спостерігається текстура (111). Відпал хімічно неупорядкованої фази  $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$  відображається на зміні форми кривих ФМР. При цьому змінюються їх інтенсивність і форма асиметричності. Можна відмітити також зсув ліній ФМР у бік менших значень напруженості магнітних резонансних полів. Не має лінійної залежності зміни інтенсивності ліній, їх ширини і зсуву від напруженості прикладеного магнітного поля. Можна припустити, що асиметрія форми резо-

нансної кривої викликана наявністю текстури (111) у неупорядкованій фазі  $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$  в температурній області її існування, як це видно з результатів рентгеноструктурного фазового аналізу. Підвищення температури відпалу до 700 °С, що викликає активізацію процесів дифузії, перерозподіл атомів Pt і перехід  $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}} \rightarrow \text{L1}_0(\text{FePt})_{\text{ГЦП}}$ , призводить до зменшення інтенсивності сигналу ФМР на три порядки, що відображається на рис. 2, *a* прямою лінією.

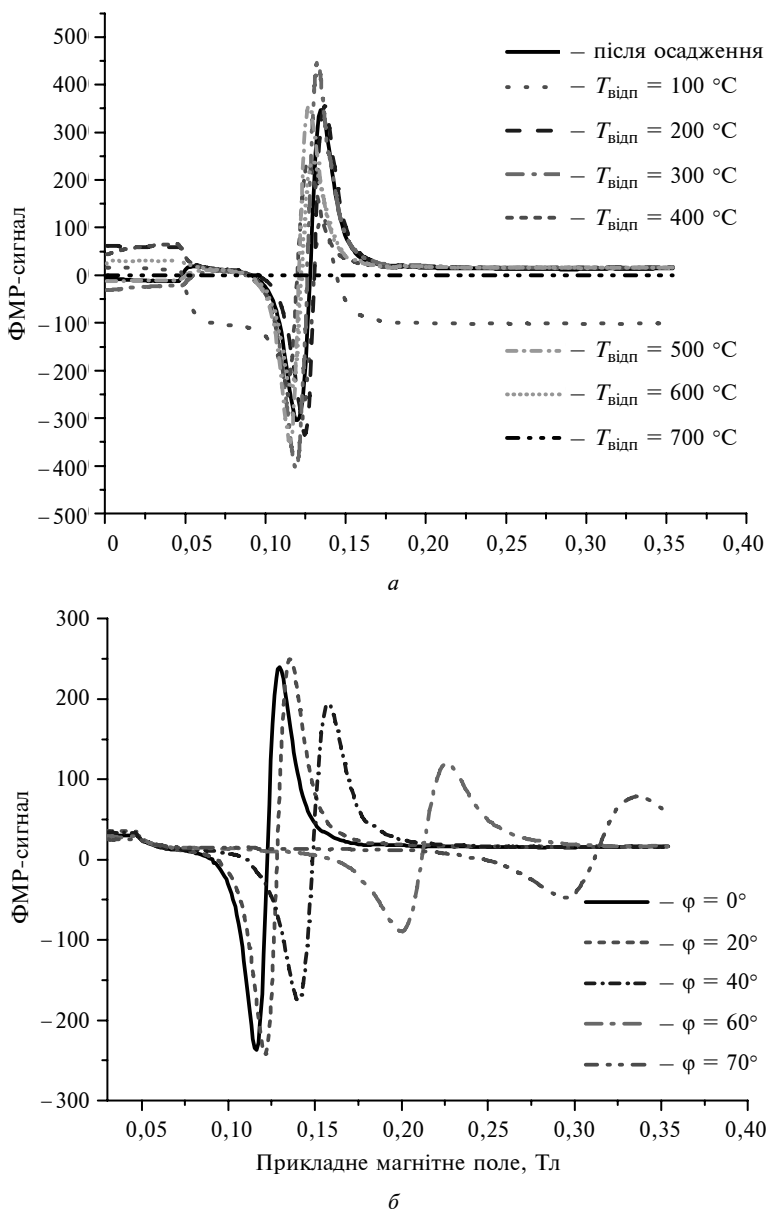


Рис. 4. Зміна форми кривої феромагнітного резонансу в НПК  $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(10 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$  у магнітному полі, паралельному поверхні зразка: *a* – залежно від температури відпалу у вакуумі; *б* – залежно від кута нахилу до напрямку магнітного поля після відпалу при температурі  $600 \text{ }^\circ\text{C}$

Із зменшенням товщини плівки до  $10 \text{ нм}$  процеси дифузійного фазоутворення розвиваються аналогічно. Після осадження плівки  $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$  товщиною  $10 \text{ нм}$  на підкладку  $\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ , що перебуває при кімнатній температурі, формується хімічно неупорядкована магнітнотверда фаза  $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$ , яка існує при відпалі до  $700 \text{ }^\circ\text{C}$  (рис. 3). При цьому спостерігаються асиметрія резонансної лінії, невелике зменшення амплітуди резонансного сигналу і його зсув в область менших значень напруже-

ності магнітного поля (рис. 4). Це, ймовірно, також пов'язано з неомогенністю структури плівки, анізотропією структури, а також наявністю текстури (111) у неупорядкованій фазі  $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$  у температурній області її існування, як це видно з результатів рентгеноструктурного фазового аналізу (див. рис. 3).

При вищих температурах відпалу має місце перехід магнітнотвердої фази  $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$  в магнітнотверду фазу  $\text{L1}_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ , що супроводжується зникненням сигналу ФМР. Кутіві залежності ліній ФМР для досліджуваних плівкових композицій різної товщини, подані на рис. 2, б і 4, б, мають подібний характер.

Структурний стан у плівках  $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$  завтовшки  $10$  і  $30 \text{ нм}$  різний. Проте перетворення неупорядкованої фази  $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$  на впорядковану  $\text{L1}_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$  в плівках обох товщин супроводжується зникненням сигналу ФМР. Це можна пояснити тим, що існуючої напруженості магнітного поля недостатньо для того, щоб викликати появу сигналу ФМР у магнітних плівках завтовшки  $10$  і  $30 \text{ нм}$ , що містять магнітнотверду фазу  $\text{L1}_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ , яка має велику енергію кристалграфічної магнітної анізотропії.

## Висновки

Процеси дифузійного фазоутворення в НПК  $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(10 \text{ нм}, 30 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ , що розвиваються при відпалі в інтервалі температур  $100\text{--}900 \text{ }^\circ\text{C}$  і призводять до переходу хімічно неупорядкованої магнітнотвердої фази  $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$  в хімічно впорядковану магнітнотверду фазу  $\text{L1}_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$ , відображаються у формі кривих феромагнітного резонансу. При відпалах до температури  $700 \text{ }^\circ\text{C}$ , коли існує фаза  $\text{Al}(\text{FePt})_{\text{ГЦК}}$ , змінюються як їх інтенсивність, так і форма асиметрії резонансних ліній. При формуванні фази  $\text{L1}_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$  напруженості  $0,65 \text{ Тл}$  магнітного поля недостатньо для того, щоб викликати появу резонансного сигналу в магнітних плівках завтовшки  $10 \text{ нм}$  і  $30 \text{ нм}$ .

Доцільно продовжити дослідження ФМР в плівках, що мають магнітотверду фазу  $L1_0(\text{FePt})_{\text{ГЦТ}}$  у магнітних полях більшої напруженості (вище 10 кОе).

\* \* \*

Автори виражають подяку співробітникам кафедри фізики поверхні і меж розділу технічного університету м. Хемніц (Німеччина), в т.ч.

завідувачу кафедри, професору М. Альбрехту і доктору Г. Беддісу за виготовлення зразків і допомогу в проведенні досліджень та обговоренні результатів, а також співробітнику Інституту металофізики ім. В.Г. Курдюмова НАН України доктору фізико-математичних наук Ю.В. Кудрявцеву за допомогу в проведенні досліджень методом ферромагнітного резонансу.

1. *T.O. Seki et al.*, "Microstructure and magnetic properties of FePt-SiO<sub>2</sub> granular films with Ag addition", *J. Appl. Physics*, vol. 103, p. 023910 (1–7), 2008.
2. *Y.S. Yu et al.*, "Structure and magnetic properties of magnetron-sputtered [(Fe/Pt/Fe)/Au]<sub>n</sub> multilayer films", *J. of Magnetism and Magnetic Materials*, 322, pp. 1770–1774, 2010.
3. *D. Makarov et al.*, "Perpendicular FePt-based exchange-coupled composite media", *Appl. Physics Lett.*, vol. 96, p. 062501 (1–7), 2010.
4. *Яковенко В.М., Белозеров Д.П., Таранов С.И.* Форма линейного магнитного резонанса в порошках  $\text{La}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{Mn}_{0.3}$  при низких температурах // *Доповіді НАНУ.* – 2007. – № 1. – С. 87–93.
5. *M.V. Mansilla et al.*, "Thickness and temperature of the dynamic magnetic behavior in disordered FePt films", *J. of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 321, pp. 2941–2945, 2009.
6. *J. Ben Youssef et al.*, "Ferromagnetic resonance in epitaxial FePd thin films with perpendicular anisotropy", *Ibid*, vol. 202, pp. 277–284, 1999.
7. *A. Martins et al.*, "Spin-wave resonance and magnetic anisotropy in FePt thin films", *Ibid*, vol. 308, pp. 120–125, 2007.

Рекомендована Радою  
інженерно-фізичного факультету  
НТУУ "КПІ"

Надійшла до редакції  
20 лютого 2012 року