

05

Исследования влияния толщины на свойства пленок FeAlN

© А.С. Камзин, Фулинь Вей, Эхенг Янг, С.А. Камзин

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург
НИИ магнитных материалов, Ланджоуский университет, Ланджоу, Китай
E-mail: Kamzin@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 27 декабря 2004 г.

Исследованы магнитные свойства, микроструктура и морфология нанокристаллических FeAlN тонких пленок в зависимости от толщины синтезированной пленки. Обнаружено, что наилучшие магнитомягкие свойства имеют пленки толщиной более 800 nm. Эти пленки состоят из нанокристаллических α -Fe частиц, средний размер которых ~ 15 nm, а расширение кристаллической решетки в плоскости (110) приближается к критическому значению 0.28%. Параметр μ_1 в синтезированных пленках FeAlN толщиной 1000 nm составляет ~ 2000 .

Интерес исследователей к сплавам FeN возник после публикации [1], в которой было обнаружено, что намагниченность насыщения в поликристаллических пленках FeN выше, чем в железе. В дальнейшем было показано, что наноструктурные тонкие пленки FeXN (где X = Ta, Hf, Nb, Zr, Si или Al) (см., например, [2–5] и ссылки там) обладают высокой величиной намагниченности насыщения и другими свойствами, вполне удовлетворяющими требованиям, предъявляемым к магнитомягким материалам, используемым как магнитные головки на основе тонких пленок, магнитные сердечники и т.д. Разработка таких материалов продиктована требованиями для создания устройств записи/чтения информации со сверхвысокой плотностью.

Основные усилия исследователей были направлены на изучение магнитных свойств пленок FeXN в зависимости от количества атомов N или X в соединении, от режимов синтеза пленок и т.д. Однако важным параметром, влияющим на магнитные свойства пленок, является ее толщина. Такие исследования зависимости магнитомягких свойств пленок FeXN от ее толщины отсутствуют.

В данной работе представлены результаты изучения влияния толщины на микроструктуру и магнитные свойства FeAlN пленок. Для осаждения пленок FeAlN был использован метод магнетронного радиочастотного распыления на подложки из стеклянных или кремниевых [ориентации (111)] пластинок. Для формирования нанокристаллической структуры и магнитомягких свойств, пленки FeAlN отжигались в течение 1 h при температуре 400°C в вакуумной печи, давление в которой было $5 \cdot 10^{-5}$ Торр.

Магнитомягкие свойства нанокристаллических пленок FeXN формируются при введении N атомов, которые приводят как к модификации кристаллической решетки α -Fe, так и к уменьшению размера кристаллитов в синтезированной пленке. Возможность химического взаимодействия атомов азота существенно зависит от свойств третьего элемента X, а именно от вероятности образования химического соединения (или близости этих элементов в периодической таблице) [6]. Выбор в качестве третьего элемента атомов Al определен тем, что они достаточно легко могут объединяться с ионами азота [7]. Следовательно, атомы Al и N могут объединяться и формировать алюминийазотные соединения, понижающие величину индукции насыщения B_S получаемых сплавов. Поэтому количество атомов Al в пленках должно строго контролироваться, чтобы избежать формирования немагнитных фракций соединения алюминия с азотом [8]. В наших экспериментах строгое дозирование Al в синтезируемых пленках FeAlN осуществлялось использованием составной мишени. Такая мишень складывалась из пластинки чистого железа, часть которой закрывалась фольгой, изготовленной из высокоочищенного алюминия. Количество алюминия в пленках можно регулировать изменением площади железной пластинки, закрываемой алюминиевой фольгой. При распылении 5% площади железной пластинки составной мишени было закрыто алюминиевой фольгой, что соответствует 2.5%-ному содержанию Al в осажденных FeAlN тонких пленках, как это было установлено в [9]. Именно при таком количестве Al пленки, как показали эксперименты [9], обладают хорошими магнитомягкими свойствами.

Концентрация атомов N в синтезируемых пленках регулировалась изменением парциального давления азота $P(N_2)$ при распылении, т.е. $P(N_2)$ — это отношение давления азота к полному давлению газовой смеси в камере при распылении. Условия, при которых осаждались FeAlN пленки, были следующие. Давление в камере $5 \cdot 10^{-7}$ Торр.

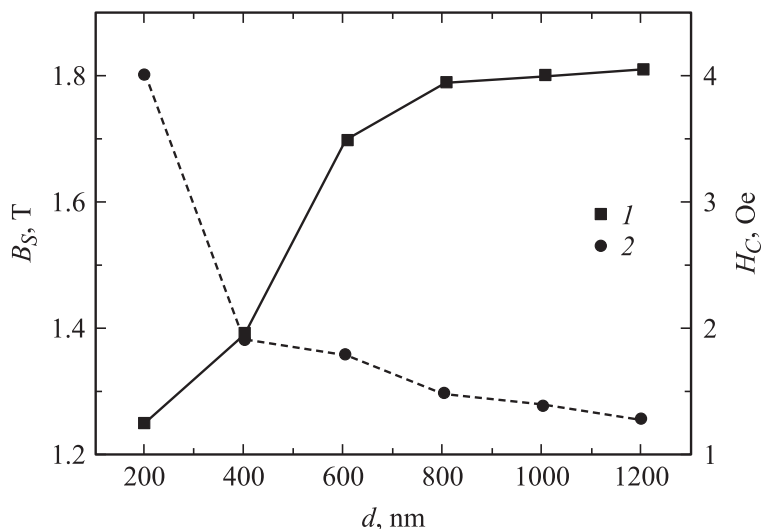


Рис. 1. Зависимости величин индукции насыщения B_S (1) и коэрцитивной силы (2) от толщины пленок FeAlN, осажденных при $P(N_2) = 5\%$.

Давление при распылении $2 \cdot 10^{-3}$ Торр. Парциальное давление азота $P(N_2)$ составляло 3%. Плотность мощности распыления 2.3 W/cm^2 . Температура подложки $20\text{--}220^\circ\text{C}$. Скорость осаждения пленки составляла $20\text{--}30 \text{ nm} \cdot \text{min}^{-1}$.

Содержание атомов Fe и Al в синтезированных пленках было определено путем анализа энергетических дифракционных рентгенограмм. Намагниченность насыщения B_S и коэрцитивная сила H_C измерялись с использованием высокочувствительного вибрационного магнитометра и измерителя магнитного потока соответственно. Фазовый анализ проводился с использованием рентгеновского дифрактометра и мессбауэровской спектроскопии. Морфология пленок изучалась атомным силовым микроскопом.

На рис. 1 показаны экспериментально полученные зависимости величин индукции насыщения B_S и коэрцитивной силы H_C от толщины синтезированных пленок FeAlN. При увеличении толщины пленки, как видно из рис. 1, величина B_S монотонно растет, а затем при толщине

пленки 1000 nm входит в насыщение. Магнитные свойства материала тесно связаны с его структурой. В связи с этим были проведены исследования изменений структуры пленок FeAlN в зависимости от ее толщины. На рис. 2 показаны рентгеновские дифрактограммы пленок FeAlN различной толщины. Как видно из рис. 2, на дифрактограммах наблюдаются три линии, принадлежащие фазам α -Fe (110), γ -Fe₄N (111) и γ -Fe₄N(200). Относительные интенсивности линий, принадлежащих этим состояниям, зависят от толщины пленки. С увеличением толщины пленки, как видно из рис. 2, количество фазы α -Fe повышается. Ростом количества фазы α -Fe можно объяснить повышение значения B_S при увеличении толщины пленки до 600 nm, однако при дальнейшем увеличении толщины пленки величина B_S не меняется. Поведение коэрцитивной силы H_C при увеличении толщины пленки противоположно изменению B_S . По данным рентгеновской дифрактометрии (рис. 2) интенсивность линии (110), принадлежащей состоянию α -Fe, растет с повышением толщины пленки, указывая на увеличение количества фазы α -Fe. Однако ширина линий, принадлежащих состоянию α -Fe, на дифрактограммах (рис. 2) с увеличением толщины пленки меняется незначительно. Это значит, что средний размер зерен α -Fe в пленках FeAlN не меняется при изменении ее толщины и остается меньше длины ферромагнитного обменного взаимодействия между частицами. Таким образом, в более толстых пленках в объемной ферромагнитной корреляции находится большее количество гранул α -Fe. Это приводит к понижению величины H_C потому, что чем больше α -Fe зерен, тем сильнее между ними обменные связи и тем меньше эффективная анизотропия. Кроме того, при увеличении толщины пленки, как это видно из рис. 2, вид линии (110) состояния α -Fe меняется: интенсивность ее растет, а ширина уменьшается. Разумно предположить, что увеличение времени распыления приводит к повышению температуры подложки и улучшает условия кристаллизации. При этом кристаллизуются все более совершенные α -Fe гранулы и, кроме того, уменьшаются остаточные напряжения. Все это способствует подавлению коэрцитивной силы в более толстых пленках.

На рис. 3 показаны мессбауэровские спектры пленок FeAlN различной толщины, полученные с регистрацией конверсионных и Оже-электронов в геометрии обратного рассеяния. Анализ показал, что спектры пленок толщиной 600 nm (рис. 3,а) состоят из нескольких зеемановских секстиплетов, дублетов квадрупольного расщепления и

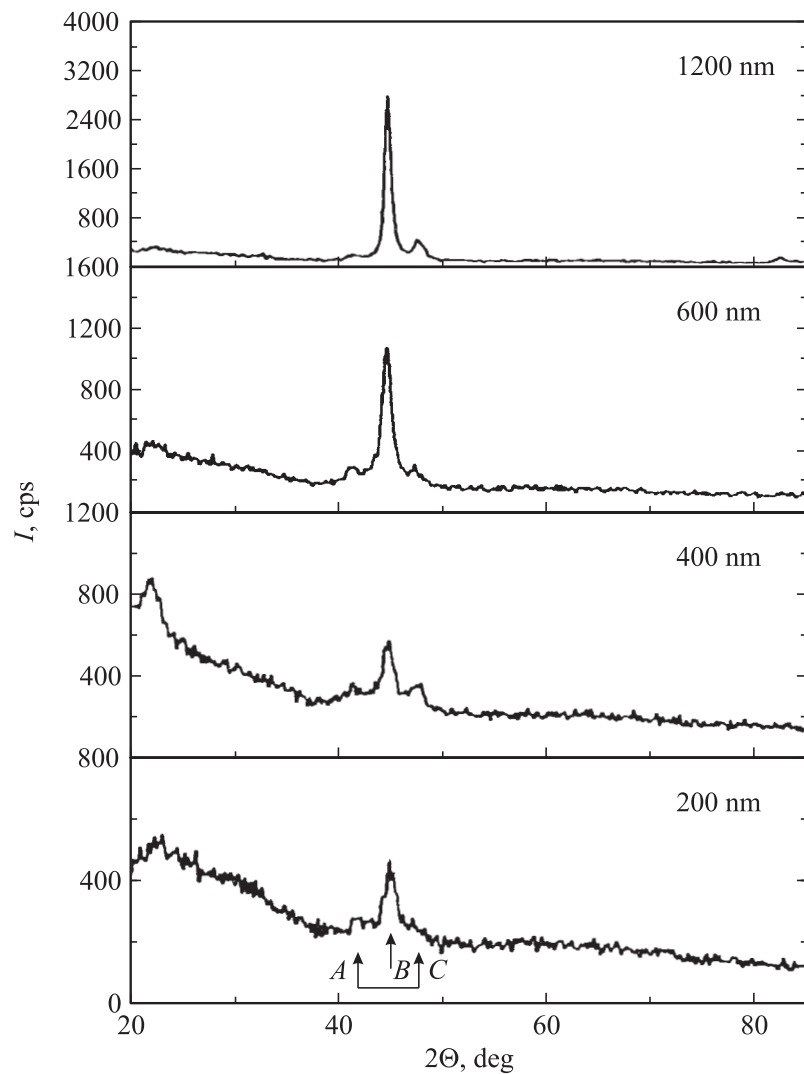


Рис. 2. Рентгеновские дифрактограммы FeAlN пленок различной толщины. Положения линий, относящихся к состояниям γ -Fe₄N (111), α -Fe (110) и γ -Fe₄N (200), обозначены стрелочками A, B, C соответственно.

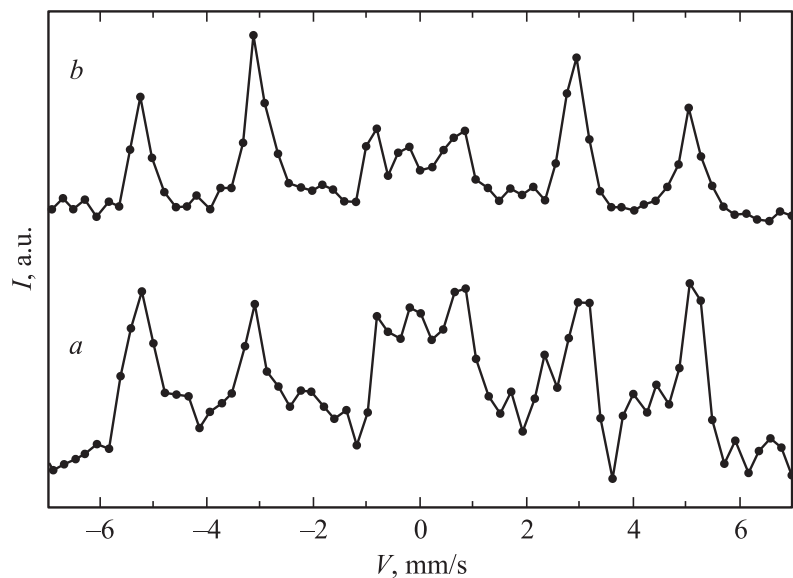


Рис. 3. Конверсионные электронные мессбауэровские спектры пленок FeAlN толщиной 600 нм (а) и 1000 нм (б), осажденных при $P(N_2) = 3\%$.

одиночной линии в области „нулевой“ скорости доплеровского движения мессбауэровского источника. Для зеемановской компоненты с линиями наибольшей интенсивности были получены следующие параметры сверхтонкого расщепления: величина эффективного магнитного поля на ядрах ионов железа 326 ± 5 Ое, квадрупольное расщепление равно нулю. Эта компонента соответствует состоянию α -Fe. Ширины линий этого секстиплета достигают ~ 1.0 mm/s, указывая на то, что фаза α -Fe дает в мессбауэровский спектр вклад в виде набора секстиплетов с эффективными магнитными полями в области 326 ± 5 Ое. Такая картина наблюдается, когда фаза α -Fe образована набором наноразмерных частиц. Другие компоненты (зеемановские секстиплеты с линиями небольшой интенсивности, дублетов квадрупольного расщепления и одиночной линии в области „нулевой“ скорости) являются вкладом в спектр от магнитных и немагнитных соединений типа FeN, как, например, γ -Fe₄N.

Мессбауэровский спектр пленки FeAlN толщиной 1000 nm, как видно из рис. 3, *b* состоит из двух компонент: их зеемановского секстиплета и одиночной линии в области „нулевой“ скорости. Ширины линий секстиплета менее 1.0 mm/s указывают на то, что зеемановская компонента является спектром фазы α -Fe в виде набора частиц α -Fe нанометрических размеров ~ 10 –15 nm. Площади линий зеемановского секстиплета относятся как 3:4:1:1:4:3, указывая, что магнитные моменты ионов железа в частицах α -Fe, образующих пленку, ориентированы перпендикулярно волновому вектору гамма-излучения, направленного по нормали к плоскости поверхности пленок. Отсюда следует, что моменты ионов железа располагаются в плоскости пленок. Линия небольшой интенсивности, наблюдаемая на спектре в области „нулевой“ скорости, указывает на присутствие в пленках некоторого количества железа в парамагнитном состоянии.

В результате проведенной работы получены экспериментальные данные о зависимости магнитных свойств пленок FeAlN от толщины синтезированной пленки. Установлено, что наилучшими магнитомягкими свойствами обладают пленки толщиной более 800 nm, а именно: самой высокой намагниченностью насыщения и самой низкой коэрцитивной силой. Обнаружено, что пленки толщиной менее 800 nm являются многофазными. Пленки FeAlN толщиной более 800 nm состоят главным образом из нанокристаллитов α -Fe, причем средний размер зерен (~ 15 nm) меньше длины ферромагнитного обменного взаимодействия, равной, как было показано в [10], ~ 35 nm. В результате сильное обменное ферромагнитное взаимодействие между α -Fe гранулами приводит к понижению локальной эффективной магнитокристаллической анизотропии пленок [6]. Кроме того, расширение кристаллической решетки приближается к критическому значению 0.28% в плоскости (110), что также приводит к формированию пленок FeAlN с хорошими магнитомягкими свойствами [11]. Параметр μ_i в синтезированных пленках FeAlN толщиной 1000 nm достаточно высок, приблизительно 2000.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (гранты № 02–02–39006 и № 05–02–17791) и Фонда естественных наук Китайской Народной Республики (грант № 00371016).

Список литературы

- [1] *Takahashi M., Hatakeyama I., Kim T.K.* // Czech. J. Phys. 1971. V. B21. P. 574.
- [2] *Kim K.H., Kim Y.H., Kim J., Han S.H., Kim H.J.* // J. Magn. Magn. Mater. 2000. V. 215–216. P. 368.
- [3] *Zheng D., Ma Y., Wu D., Xie T., Wei F., Yang Z.* // Phys. Stat. Sol. (a). 2002. V. 193. P. 61.
- [4] *Ma Y., Li X., Xie T., Wei F., Yang Z.* // Mater. Science & Engineering. 2003. V. B103. P. 233.
- [5] *Камзин А.С., Вей Фулинь, Зхенг Янг, Камзин С.А.* // ФТТ. 2005. Т. 47. В. 3.
- [6] *Viala B., Minor M.K., Barnard J.A.* // J. Appl. Phys. 1996. V. 80. N 7. P. 3941.
- [7] *Pehkle R.D., Elliott F.* // AIME Trans. 1960. V. 218. P. 1088.
- [8] *Rogers D.J., Wang S., Laoghlín D.E., Kryder M.H.* // IEEE Trans. Magn. MAG. 1992. V. 28. N 5. P. 2419.
- [9] *Xie Tlan, Zheng Dai-Shun, Li Xiao-Hoüü, Ma Yun-Gui, Wei Fu-Lin, Yang Zheng* // Chinese Phys. 2002. V. 11. N 7. P. 725.
- [10] *Löffler J.F., Braun H.B., Wanger W., Kostorz G., Wiedenmann A.* // Mater. Sci. Eng. 2001. V. A 304–306. P. 1050.
- [11] *Takahashi M., Shimatsu T., Shoji H.* // Proc. ICF. 1992. V. 6. P. 1483.