

Електрофізичні та магніторезистивні властивості плівок сплаву $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$

О.В. Пилипенко, І.М. Пазуха, А.С. Овруцький, Л.В. Однодворець*

Сумський державний університет, вул. Римського-Корсакова, 2, 40007 Суми, Україна

(Одержано 28.06.2016, опубліковано online 03.10.2016)

У роботі було проведено комплексне дослідження структурно-фазового стану, термо- (питомий опір і термічний коефіцієнт опору), тензо- (інтегральний і диференціальний коефіцієнти поздовжньої тензочутливості у деформаційному інтервалі $\Delta\varepsilon_l = 0-1\%$) та магніторезистивних (магнітоопір та анізотропний магнітоопір) властивостей плівок сплаву $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ в інтервалі товщин 10-45 нм. Проаналізовано вплив умов одержання та термообробки на зазначені вище властивості.

Ключові слова: Пермалой, Структурно-фазовий стан, Термічний коефіцієнт опору, Коефіцієнт поздовжньої тензочутливості, Магнітоопір, Коерцитивна сила.

DOI: 10.21272/jnep.8(3).03022

PACS numbers: 68.60.Dv, 68.60.Bs, 75.70.Ak

1. ВСТУП

Пермалой ($\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$) – це магнітом'який магнітний матеріал, який широко використовується при виготовленні датчиків магнітного поля, магнітних тунельних переходів та інших магніто-електронних пристроїв [1-3] завдяки своїй високій чутливості, стабільності та, у першу чергу, своїм магнітним властивостям. Широке використання пермалою у різних галузях електроніки та сенсорної техніки стала можливою завдяки інтенсивними дослідженнями їх магнітних та магніторезистивних властивостей, які були проведені протягом останніх десятиліть [4-6]. Поруч із цим, тензорезистивні властивості даного плівкового сплаву ґрунтовно не були проведені. Більшість робіт були присвячені вивченню механічних властивостей (твердість, модуль Юнга тощо) [7], а дослідження тензорезистивних властивостей плівок пермалою обмежувалося концентрацією 75 ат.% Ni [8].

Дана робота присвячена комплексному аналізу структурно-фазового стану, електрофізичних (питомий опір, термічний коефіцієнт опору (ТКО) та коефіцієнт тензочутливості (K_T)) і магніторезистивних (магнітоопір (МО) та анізотропний магнітоопір (АМО)) властивостей плівок сплаву $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$, отриманих методом термічного випарування, з метою подальшого їх використання як складової компоненти спін-вентильної системи чи гранульованих наноструктур.

2. МЕТОДИКА І ТЕХНІКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

Тонкі плівки сплаву $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ отримувалися методом термічного випарування пермалою 79 нм (79-80 мас.% Ni, 4-5 мас.% Mo, 15-16 мас.% Fe) на підкладці різних типів при кімнатній температурі зі швидкістю $\omega = 0,1$ нм/с в установці ВУП-5М ($p \sim 10^{-4}$ Па). Хімічний склад зразків контролювалася методом енергодисперсійного аналізу (прилад РЕМ-103), який забезпечує точність визначення компонент $\pm 5\%$ (приклад енергодисперсійного спектру наведено на рис. 1). Товщина плівок визначалася методом оптичної інтерферометрії (прилад МП-4) з точністю $\pm 10\%$.

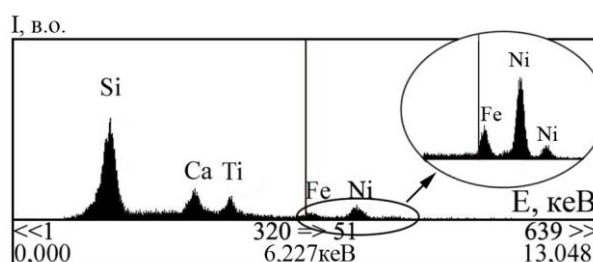


Рис. 1 – Енергодисперсійний спектр для плівки $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ (45)П після конденсації. В дужках вказана товщина зразку у нм, П – підкладка

З метою проведення досліджень терморезистивних властивостей зразки, попередньо осаджені на ситалові підкладки, відпалювалися протягом 4-х циклів «нагрівання \leftrightarrow охолодження». Зауважимо, що перший цикл обмежувався температурою залікування дефектів (вона змінювалася від 430 до 470 К у залежності від товщини зразків), а наступні проводилися з метою визначення температурної стабільності зразків при збільшенні циклів термообробки. Величина ТКО розраховувалася на основі температурної залежності питомого опору для четвертого циклу охолодження за співвідношенням: $\beta = (1/\rho_n) \langle \Delta\rho/\Delta T \rangle$, де ρ_n – початкова величина питомого опору, $\Delta T = 5$ К.

Дослідження тензорезистивних властивостей проводилося для свіжосконденсованих зразків після конденсації, осаджених на полістиролові підкладки, протягом 3-х циклів «навантаження \leftrightarrow зняття навантаження» у деформаційному інтервалі $\Delta\varepsilon_l = 0-1\%$. Розрахунки інтегрального (γ)_{int} та диференціального (γ)_{diff} коефіцієнтів поздовжньої тензочутливості здійснювалися відповідно за співвідношеннями: (γ)_{int} = $(1/R(0)) \langle \Delta R/\Delta\varepsilon_l \rangle$ та (γ)_{diff} = $(1/R_i) \langle dR_i/d\varepsilon_l \rangle$, де $R(0)$ – опір при нульовій поздовжній деформації; R_i і dR_i – електричний опір плівкового зразка на початку деформаційного інтервалу $\Delta\varepsilon_{li}$ і його зміна при збільшенні поздовжньої деформації на $d\varepsilon_{li}$, відповідно.

Вивчення магніторезистивних властивостей проводилося за чотириточковою схемою в зовнішньому магнітному полі від 0 до 500 мТл. Струм пропускався паралельно площині зразка. Вимірювання магні-

* larysa.odnodvoret@gmail.com

тоопору проводилося при кімнатній температурі у трьох орієнтаціях магнітного поля відносно напрямку протікання струму: перпендикулярній (\perp), поперечній (\oplus) і поздовжній (\parallel). Величина магнітоопору розраховувалася за співвідношенням: $MO = [(R(B) - R(B_s))/R(B_s)] \cdot 100\%$, де $R(B_s)$ – електричний опір у магнітному полі насичення або у максимально можливому магнітному полі; $R(B)$ – поточне значення опору півки в магнітному полі. Оцінка анізотропного магнітоопору (АМО) проводилася за наступним співвідношенням: $AMO = 3(R_{\parallel} - R_{\perp})/(R_{\parallel} + 2R_{\perp})$, де R_{\parallel} і R_{\perp} – величина опору півки відповідно при паралельній і поперечній орієнтації магнітного поля відносно напрямку протікання струму. З метою вивчення впливу температури на магніторезистивні властивості півок пермалою, зразки витримувалися у вакуумі протягом 20 хв. при температурі $T_b = 470$ К, яка відповідає температурі заліковування дефектів.

Для дослідження фазового складу і кристалічної структури півок пермалою до та після термовідпалювання зразки осаджувалися на мікроскопічні мідні сіточки з попередньо нанесеним шаром вуглецю. Безпосередньо сам аналіз структурно-фазового стану півок проводилося методами електроннографії та електронної мікроскопії (прилад ПЕМ-125К).

3. ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ РЕЗУЛЬТАТИ

3.1 Структурно-фазовий стан

На рис. 2 представлені результати електроннографічних і структурних досліджень півок пермалою у свіже сконденсованому стані та після термовідпалювання при 470 К. Фазовий склад зразків після конденсації відповідає ГЦК фазі з параметром ґратки $a = 0,354 \pm 0,001$ нм, який близький до параметру інтерметалічної фази Ni_3Fe ($a = 0,355$ нм [9, 10]). При цьому на електроннограмах не фіксуються лінії від оксидних фаз, що свідчить про достатньо високу чистоту отриманих зразків після осадження.

У процесі термовідпалювання відбувається незначне збільшення параметру ґратки, фазовий склад залишається незмінним і відповідає ГЦК- Ni_3Fe . Оскільки температура відпалювання не перевищує 900 К, то в процесі термообробки не відбувається утворення оксидних фаз, про що свідчить

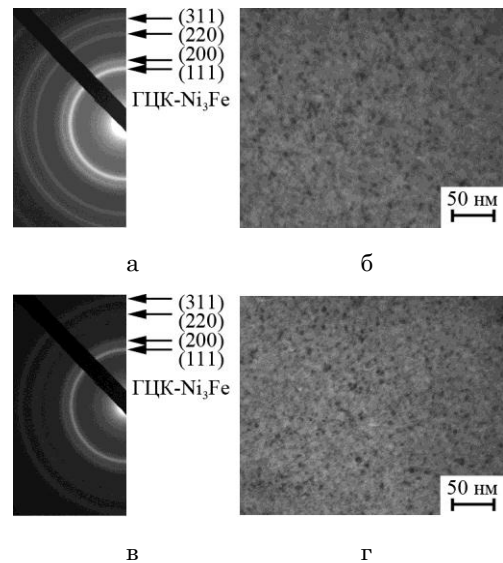


Рис. 1 – Електроннограми та мікроснімки кристалічної структури півки $Ni_{80}Fe_{20}(16)/P$ після конденсації (а) та термовідпалювання до 470 К (б).

аналіз електроннограми від півки $Ni_{80}Fe_{20}(16)/P$ після відпалювання (рис. 2,б).

Як видно з рис. 2, півкові зразки мають нанокристалічну структуру, оскільки середній розмір зерен (L) не перевищує 5 нм. Структура зразків в процесі термообробки залишається нанорозмірною, величина L залишається близькою до 5 нм, що узгоджується з даними роботи [7], автори якої для зразків пермалою $Ni_{80}Fe_{20}$, отриманих методом магнетронного розпилення, товщина яких складала 50 нм, отримали аналогічний результат. Вони показали, що в процесі відпалювання до 523 К відбувається зростання середнього розміру зерен з 4,7 до 5,3 нм, тобто термообробка фактично не спричиняє змін у кристалічній структурі зразків.

3.2 Електрофізичні властивості

Типові для півок пермалою температурні залежності питомого опору та термічного коефіцієнту, представлені на Рис. 3 мають наступні особливості. По-перше, для сплаву $Ni_{80}Fe_{20}$, як і для його

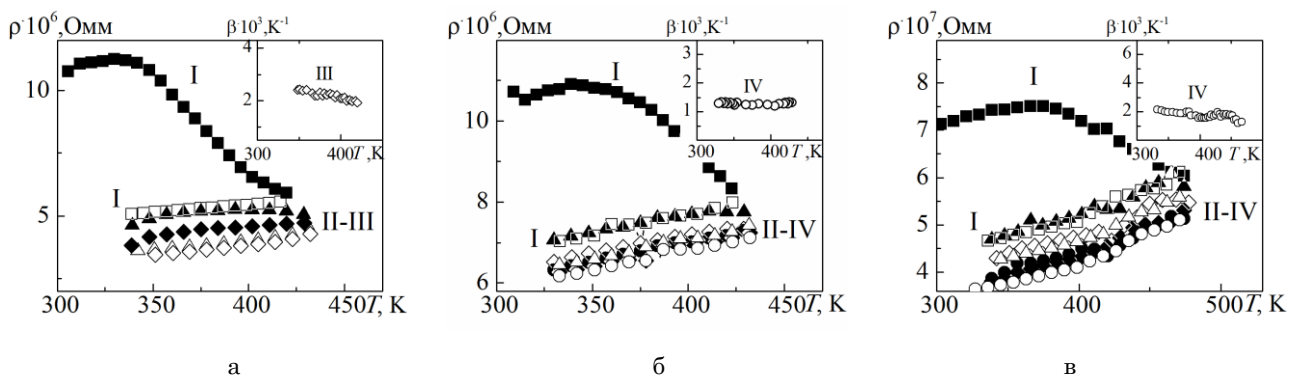


Рис. 3 – Температурні залежності питомого опору та ТКО (на вставках) для півок сплаву $Ni_{80}Fe_{20}$, товщиною 13 (а), 16 (б) та 22 нм (в). Римськими цифрами позначені номери циклів «нагрівання↔охолодження»

складових компонент у чистому вигляді (див., наприклад, роботи [11, 12]), з ростом температури на першому циклі нагрівання відбувається характерне зменшення питомого опору, що пояснюється заліковуванням дефектів кристалічної будови. По-друге, на залежностях $\rho(T)$ слід відмітити дві ділянки з різною тенденцією до зміни опору: на першій - спостерігається незначне зростання величини ρ з ростом T , а на другій – різкий спад при зростанні температури, який завершується незначним зростанням опору. При цьому, слід відмітити, що навіть при незначному збільшенні товщини зразків відбувається збільшення температурного діапазону першої ділянки та зміна форми залежності I-го циклу нагрівання на другій ділянці від відносно стрімкої до більш пологої. Причиною таких змін може бути той факт, що при збільшенні товщини зразків відбувається поступове збільшення температурного діапазону, при якому відбувається заліковування дефектів. Потретье, криві охолодження першого та всіх наступних циклів ідуть паралельно одна одній, а у випадку зразку $Ni_{80}Fe_{20}(16)/\Pi$ навіть співпадають. Така поведінка також характерна для складових компонент сплаву [10, 11]. Величина питомого опору при $d = 10-25$ нм має порядок $\rho \sim 10^{-6}-10^{-7}$ Ом м, що є характерним для плівок даного сплаву [13].

На рис. 3 представлені температурні залежності ТКО для II-IV циклів охолодження на прикладі зразка $Ni_{80}Fe_{20}(22)/\Pi$, які свідчать про завершення усіх релаксаційних процесів вже на I-му термостабілізаційному циклі, оскільки величина ТКО для II-IV-го циклів практично не змінюється. Крім того, характер температурної залежності ρ (рис. 2) і β (рис. 3) свідчать про чисто металевий характер провідності пермалойових плівок або дуже незначний внесок діркової провідності.

Типові деформаційні залежності в інтервалі $\Delta\epsilon_l = (0 - 1)$ % для плівок пермалюю ілюструє рис. 4, з якого видно, що починаючи з II-го деформаційного циклу відбувається стабілізація тензорезистивних властивостей, про це свідчить той факт, що деформаційні залежності на II-му та III-му циклах практично накладаються.

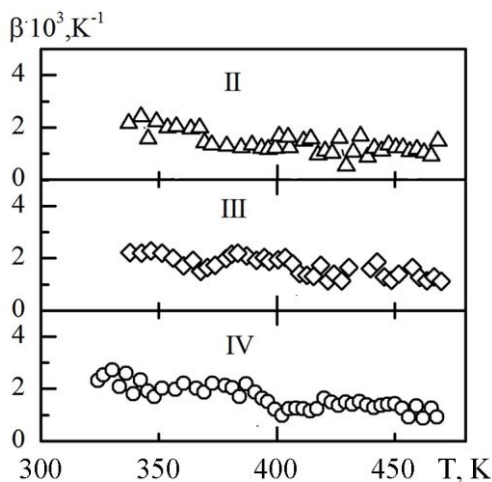


Рис. 3 – Температурні залежності ТКО плівки $Ni_{80}Fe_{20}(22nm)/\Pi$ для II-IV циклів термообробки

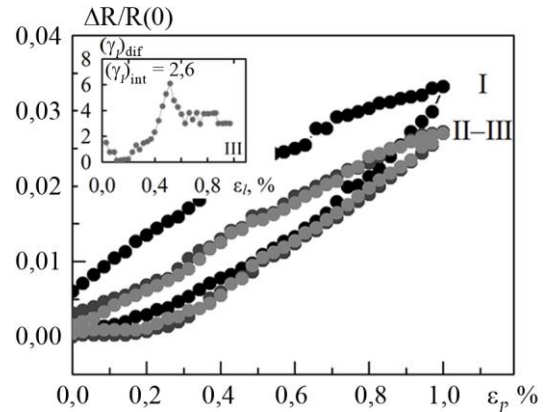


Рис. 4 – Залежність $\Delta R / R$ та $(\gamma)_{dif}$ від ϵ_l на вставці для плівки $Ni_{80}Fe_{20}(22nm)/\Pi$ для деформаційного інтервалу $\Delta\epsilon_l = (0 - 1)$ %. Римськими цифрами позначені номери циклів деформації

На вставці рис. 4 представлено залежність диференціального коефіцієнту тензочутливості від деформації та наведена величина інтегрального коефіцієнта тензочутливості для III-го циклу «навантаження \leftrightarrow зняття навантаження». Отримані значення $(\gamma)_{int}$ узгоджуються з результатами роботи [8] для плівкового сплаву $Ni_{75}Fe_{25}$, концентрація компонент якого достатньо близька до сплаву $Ni_{80}Fe_{20}$.

Слід зазначити, що при збільшенні товщини зразків з 10 до 45 нм відбувається зростання інтегрального КТ з 1,8 до 2,7. Подібне зростання також характерне і для плівок з концентрацією $c_{Ni} = 75$ ат. % [8]. Тенденцію до зростання $(\gamma)_{int}$ на відміну від класичної розмірної залежності (при збільшенні товщини КТ зменшується [14]) автори роботи [8] пов'язують з тим, що дослідження тензорезистивних властивостей проводилися в області пластичності, оскільки вже при 0,2 % відбувається перехід від пружної до пластичної деформації. Природа максимуму на залежності $(\gamma)_{dif}$ від ϵ_l (рис. 4, вставка) знайшла своє пояснення у роботі [15].

3.3 Магніторезистивні властивості

На рис. 5 представлені польові залежності магнітоопору для плівок пермалюю до та після витримки у вакуумі при температурі 470 К протягом 20 хв. На основі даних залежностей визначалися такі параметри як поле насичення, коерцитивна сила (B_c) та МО. Серед характерних особливостей даних залежностей слід виділити анізотропний характер магнітоопору при переході до перпендикулярної орієнтації магнітного поля відносно напрямку протікання струму та відсутність поля насичення для всіх трьох орієнтацій магнітного поля після конденсації (Рис. 5, а). Величина МО при 300 К не перевищує 0,1%. Коерцитивна сила при поперечній і поздовжній орієнтаціях магнітного поля близька до нуля, в той час як при перпендикулярній орієнтації величина B_c змінюється в межах від 200 до 10 мТл при збільшенні товщини зразків від 13 до 45 нм.

Процес термовідпалювання призводить до змін форми петель магніторезистивних залежностей при всіх трьох орієнтаціях магнітного поля, при цьому величина коерцитивної сили при поперечній і поздо-

вжній орієнтаціях фактично не змінюється, а при перпендикулярній, як це можна побачити з Рис. 5, а і 5 б, дещо зменшується. Величина магнітоопору після відпалювання при \perp і \parallel орієнтаціях дещо збільшується, однак несуттєво ($MO < 0,1\%$), в той час як при \perp орієнтації магнітоопір зростає майже у п'ять разів. Найбільше ж значення $MO = 0,34\%$ було отрима-

но для зразка $Ni_{80}Fe_{20}(22)/P$ при перпендикулярній орієнтації магнітного поля після термовідпалювання до 470 К (Рис 5, в).

Розрахунки величини анізотропного магнітоопору на основі польових залежностей опору, показали, що його величина становить 1,5-2 % при кімнатній температурі.

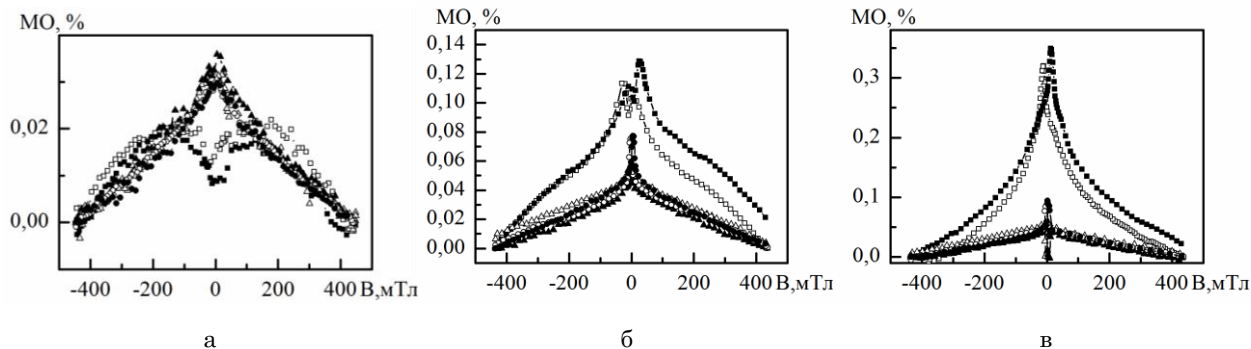


Рис. 5 – Залежність МО від індукції магнітного поля для плівок $Ni_{80}Fe_{20}(13)/P$ (а, б) та $Ni_{80}Fe_{20}(22)/P$ після конденсації (а) та термовідпалювання до $T_b = 470$ К (б, в). Орієнтація магнітного поля відносно напрямку протікання струму: перпендикулярна (\square), поперечна (\circ) і поздовжня (Δ)

4. ВИСНОВКИ

Проведений аналіз експериментальних результатів стосовно структурно-фазового стану термо-, тензо- та магніторезистивних властивостей плівок сплаву $Ni_{80}Fe_{20}$ у діапазоні товщин 10-45 нм свідчить про наступне:

- зразки у температурному діапазоні заліковування дефектів має стабільний фазовий стан, який відповідає ГЦК- Ni_3Fe ;
- характер температурних залежностей питомого опору на першому циклі нагрівання та величина температури заліковування дефектів залежить від товщини зразків (при збільшенні d відбувається поступове зростання температури заліковування дефектів);

– розмірна залежність КТ відрізняється від класичної, оскільки при зростанні товщини відбувається поступове зростання інтегрального коефіцієнта тензочувливості;

– польові залежності магнітоопору характеризуються анізотропією при переході до перпендикулярної орієнтації магнітного поля відносно напрямку протікання струму та малим значенням коерцитивної сили у поперечній і поздовжній геометрії, що є характерним для магнітом'яких матеріалів, до яких відноситься пермалой.

Робота виконана в рамках держбюджетної тематики № 0115U000664 Міністерства освіти і науки України.

Электрофизические и магниторезистивные свойства пленок сплава $Ni_{80}Fe_{20}$

А.В. Пилипенко, И.М. Пазуха, А.С. Овруцкий, Л.В. Однодворец

Сумский государственный университет, ул. Римского-Корсакова, 2, 40007 Сумы, Украина

В работе было проведено комплексное исследование структурно-фазового состояния, термо- (удельное сопротивление и температурный коэффициент сопротивления), тензо- (интегральный и дифференциальный коэффициенты продольной тензочувствительности в деформационном интервале $\Delta \epsilon_l = 0-1\%$) и магниторезистивных (магнитосопротивление и анизотропное магнитосопротивление) свойств пленок сплава $Ni_{80}Fe_{20}$ в интервале толщин 10-45 нм. Проанализировано влияние условий получения и термообработки на указанные выше свойства.

Ключевые слова: Пермаллой, Структурно-фазовое состояние, Температурный коэффициент сопротивления, Коэффициент продольной тензочувствительности, Магнетосопротивление, Коэрцитивная сила.

Electrophysical and Magnetoresistive Properties of Thin Film Alloy Ni₈₀Fe₂₀

O.V. Pylypenko, I.M. Pazukha, A.S. Ovrutskyi, L.V. Odnodvoretz

Sumy State University, 2, Rymsky Korsakov st., 40007 Sumy, Ukraine

In this work, the complex investigations of crystal structure and phase state, thermoresistive (resistivity, temperature coefficient of resistance), strain (integral and differential coefficients of longitudinal tensor-sensitivity at the strain interval $\Delta\varepsilon_l=0-1\%$) and magnetoresistive (magnetoresistance and anisotropic magnetoresistance) properties of the thin film alloy Ni₈₀Fe₂₀ in the thicknesses range 10-45 nm. The effects of condensation conditions and heat treatments on referred above properties have been analyzed.

Keywords: Permalloy, Structure and phase state, Temperature coefficient of resistance, Strain coefficient, Magnetoresistance, Coercivity.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Tsann Lin, Daniele Mauri, Philip M. Rice, *J. Magn. Magn. Mater.* **262**, 346 (2003).
2. H. Kubota, T. Watabe, T. Miyazaki, *J. Magn. Magn. Mater.* **198-199**, 173 (1999).
3. Q.H. Lu, R. Huang, L.S. Wang, Z.G. Wu, C. Li, Q. Luo, S.Y. Zuo, J. Li, D.L. Peng, G.L. Han, P.X. Yan, *J. Magn. Magn. Mater.* **394**, 253 (2015).
4. Shuyun Wang, Tiejun Gao, Cuntao Wang, Jianfang He, *J. Alloy. Compd.* **554**, 405 (2013).
5. Yuan-Tsung Chen, Jiun-Yi Tseng, Tzer-Shin Sheu, Y.C. Lin, S.H. Lin, *Thin Solid Films* **544**, 602 (2013).
6. Gesche Nahrwold, Jan M. Scholtyssek, Sandra Motl-Ziegler, Ole Albrecht, Ulrich Merkt and Guido Meier, *J. Appl. Phys.* **108**, 013907 (2010).
7. Yuan-Tsung Chen, Chia-Wen Wu, *Intermetallics* **34**, 89 (2013).
8. K.V. Tyschenko, I.Yu. Protsenko, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.* **34** No 7, 907 (2012).
9. W. Gasior, Z. Moser, A. Debski, *J. Alloy. Compd.* **487**, 132 (2009).
10. Yu.O. Shkurdoda, A.M. Chornous, V.B. Loboda, Yu.M. Shabelnyk, V.O. Kravchenko, L.V. Dekhtyaruk, *J. Nano- Electron. Phys.* **8** No 2, 02056 (2016).
11. T.M. Hrychanovska, I.Yu. Protsenko, A.M. Chornous, I.O. Shpetnyi, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.* **28**, No 2, 267 (2006).
12. L.V. Odnodvoretz, S.I. Protsenko, A.M. Chornous, *Elektrofizychni ta mahnitorezistyvni vlastyivosti plivkovykh materialiv v umovakh fazoutvorenniya* : Monohrafiya (Za zah. red. prof. I.Yu. Protsenka), 203 s. (Sumy: SumDU: 2011).
13. Yuan-Tsung Chen, Jiun-Yi Tseng, S.H. Lin, T.S. Sheu, *J. Magn. Magn. Mater.* **360**, 87 (2014).
14. Ia.M. Lytvynenko, I.M. Pazukha, V.V. Bibyk, *Vacuum* **116**, 21 (2015).
15. K.V. Tyshenko, L.V. Odnodvoretz, C.J. Panchal, I.Yu. Protsenko, *J. Nano- Electron. Phys.* **4** No 4, 04014 (2012).