

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
СУМСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
Факультет електроніки та інформаційних технологій

Кафедра електроніки,
загальної та прикладної фізики

Кваліфікаційна робота бакалавра

**СТРУКТУРНО - ФАЗОВИЙ СТАН ПЛІВКОВИХ МАТЕРІАЛІВ НА
ОСНОВІ Co I Ag ЯК ЧУТЛИВИХ ЕЛЕМЕНТІВ СЕНСОРНОЇ ТЕХНІКИ**

Студент гр. ЕП -61

Ю.П. Чалий

Науковий керівник

к-т фіз.-мат. наук, доцент

І.О. Шпетний

Завідувач кафедри ЕЗПФ

д-р фіз.-мат. наук, професор

І.Ю. Проценко

Суми – 2020

РЕФЕРАТ

Об'єктом дослідження кваліфікаційної бакалаврської роботи є структурно-фазовий стан плівкових матеріалів на основі Co і Ag як чутливих елементів сенсорної техніки

Мета роботи полягає у вивченні структурно-фазового стану плівкових матеріалів на основі Co і Ag як чутливих елементів сенсорної техніки, в тому числі з ознаками гранульованого стану та встановленні взаємозв'язку між даними властивостями.

Під час роботи аналізували методи просвічуючої електронної мікроскопії та прилади ВУП-5М, просвічуючий електронний мікроскоп ПЕМ-125К, автоматичний комплекс для дослідження магніторезистивних властивостей плівок.

Робота складається з 3 розділів, в першому з яких проведений аналітичний огляд літературних даних щодо класифікації та структурно-фазового стану магнітних плівок, в тому числі з ознаками гранульованого стану. Проаналізовано суть та ознаки таких явищ як магнітних наноструктур магнітна анізотропія та гігантський магнітний опір. Другий розділ присвячений опису техніки й методики експерименту. У третьому розділі наведений аналіз експериментальних результатів досліджень фазового та структурного стану плівкових сплавів на основі кобальту та срібла товщиною 35 нм методом просвічуючої електронної мікроскопії.

Робота викладена на 31 сторінках, включаючи 1 таблицю, 14 рисунків, список цитованої літератури із 14 джерел.

КЛЮЧОВІ СЛОВА: МАГНІТООПР, ГІГАНТСЬКИЙ МАГНІТНИЙ,
СПІНТРОНІКА, ПЛІВКОВІ ЕЛЕМЕНТИ, ЧУТЛИВІ ЕЛЕМЕНТИ
СЕНСОРНОЇ ТЕХНІКИ, ПЕМ-125.

.

ЗМІСТ

ВСТУП.....	3
РОЗДІЛ 1. ПЛІВКОВІ МАТЕРІАЛИ ЯК ЧУТЛИВІ ЕЛЕМЕНТИ СЕНСОРНОЇ ТЕХНІКИ	4
1.1 Класифікація плівкових матеріалів	4
1.2 Структурно-фазовий стан плівкових систем на основі Co і Ag	9
1.3. Застосування плівкових матеріалів у спінтроніці	13
РОЗДІЛ 2. МЕТОДИКА І ТЕХНІКА ЕКСПЕРИМЕНТУ	18
2.1. Методика отримання плівкових сплавів шляхом конденсації у вакуумі.....	18
2.2. Методика дослідження структурно-фазового стану плівок методом просвічуючої електронної мікроскопії	21
РОЗДІЛ 3. АНАЛІЗ ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИХ РЕЗУЛЬТАТІВ.....	24
ВИСНОВКИ.....	27
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ	28

ВСТУП

На сьогоднішній день вчені займаються вивченням штучно створених нанорозмірних структур, що можуть проявляти рідкісні властивості та є перспективними у практичному використанні в електроніці та спінтроніці, зокрема для створення високощільних носіїв інформації [1]. В числі таких структур досліджуються багат шарові плівки, спін-вентильні структури, плівкові сплави, нанодропи, тощо. Важливим етапом є системи із спін-залежним розсіюванням електронів [2], особисто багат шарові плівкові системи, що складаються з почергових магнітних та немагнітних шарів та магнітні плівкові сплави з чіткими ознаками гранульованого стану.

Актуальність дослідження цих структур пов'язана з перспективами їх застосування в сенсорів електроніці, наноелектроніці, застосування у житті, наприклад як магнітні елементи у різних пристроях зберігання та обробки інформації, різноманітні датчики, сенсорні екрани та інше.

Плівкові матеріали для спінтроніки мають ряд вимог, це є термічна стабільність структурно-фазового стану та властивостей у робочому діапазоні температур. Розробки нових пристроїв стають умовою для пошуку нових матеріалів, покращення технологій та методів одержання матеріалів із стабільними електрофізичними або магніторезистивними властивостями.

Мета кваліфікаційної роботи полягала у проведенні досліджень структурно фазового стану плівок на основі Co і Ag як чутливих елементів сенсорної техніки.

РОЗДІЛ 1. ПЛІВКОВІ МАТЕРІАЛИ ЯК ЧУТЛИВІ ЕЛЕМЕНТИ СЕНСОРНОЇ ТЕХНІКИ

1.1 Класифікація плівкових матеріалів

Основним принципом магнітоопіру (MO) є зміна опору (R) матеріалу або пристрою в залежності від зовнішнього магнітного поля (B), яке описується наступною формулою:

$$R = f(\beta), \quad (1.1)$$

Магнітоопір (MO) визначається як зміна електричного опору речовини в присутності магнітного поля. Сигнальний відгук пристрою найчастіше характеризується процентом MO , як показано на формулі (2), де ΔR – зміна опору в полі, а R – опір в відсутності поля:

$$MR(\%) = \frac{\Delta R}{R} \times 100\%, \quad (1.2)$$

У 1988 році Байбіч та Бінаш [4], вперше повідомили, що вони відкрили явище «гіганського» магнітоопору, виміряне на тонких багат шарових шарах Fe / Cr. Вони продемонстрували, що на електричний струм в магнітному шарі, що складається з послідовності тонких магнітних шарів, розділених однаковими тонкими немагнітними металевими шарами, сильно впливає відносна орієнтація намагніченості магнітних шарів (близько 50% при 4,2K) [3, 4]. Гіганський магніторезистивний ефект є перевагою технологічного розвитку, яке дозволяє отримувати різні магнітні структури в нанометровому

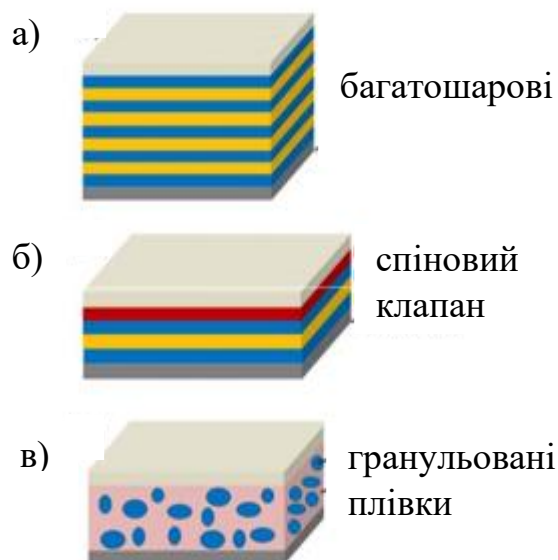


Рисунок 1.1 – Різні типи структур ГМО:

а) багатошарові; б) спіновий клапан; в) гранульовані плівки [5]

та навіть атомному масштабах. Ці ультратонкі структури демонструють широкий спектр унікальних явищ, яких нема в об'ємних матеріалів. Типові тонкоплівкові наноструктури можуть бути створені у виді епітаксійних плівок (плівок з впорядкованими кристалічними структурами хорошого монокристалічного якості), отриманих з використанням метода молекулярно-променевої епітаксії (МПЕ), або полікристалічних плівок, отриманих з використанням метода розпилення. Ці плівки формуються у вигляді багатошарових шарів, наприклад «сендвіч-структури» (рис. 1.1 а), де третя, дуже тонка немагнітна плівка поміщена між двома магнітними плівками. Межа між плівками називається інтерфейсом. Штучно вирошена структура складається з періодично змінюючихся шарів монокристалічної плівки і називається надрешіткою. Невеликі магнітні об'єкти можуть бути введені в немагнітну матрицю, і ця нанокмпозитний система називається гранульованою системою (рис. 1.1 в).

Багатошарова структура складається з двох або більше магнітних шарів феромагнетику або феромагнітного сплаву (наприклад, Fe-Co-Ni або пермалой),

розділених дуже тонким немагнітним провідним шаром (наприклад, Cu) [5]. Загальна схема мультишарової плівки показана на рис. 1.1 а. У такій системі, що складається з магнітних плівок товщиною близько 4-6 нм і шару немагнітного матеріалу товщиною близько 3-5 нм існує магнітний зв'язок між магнітними шарами. При такій конфігурації досягаються значення магнітоопору близько 4-9% у полі величиною близько 50 Е.

Ефективний метод поліпшення чутливості датчиків ГМО був запропонований в 1991 році Бернардом Дієни з співробітниками [6]. Вони запропонували новий тип ГМО сендвіч-структури, названий датчиком спінового клапана (СК). У структурі спінового клапана антиферромагнітне вирівнювання досягається не обмінною взаємодією між двома ферромагнітними плівками. Цей зміщений шар відділений неферромагнітними прокладкою від другого ферромагнітного шару. Походження спінових клапанів є окремим випадком багатошарової структури. У спінових клапанах додатковий антиферромагнітний (закріплюючий) шар додається до верхньої або нижньої частини структури, як показано на рис. 1.1 б.

Коли антиферромагнітний міжшаровий обмінний зв'язок діє на шар ферромагнетика (FM) через шар наномангнетика (NM), поле насичення H_s , на кривій MR або кривій намагнічення, де електричний опір або намагнічення насичується, пропорційне обмінній енергії зв'язку на одиницю площі J . Антипаралельними вирівнювання векторів намагніченості для FM для шарів потрібно $J < 0$ (антиферромагнітна зв'язок), а H_s відповідає магнітному полю, що додається для паралельного вирівнювання векторів намагніченості. Відношення між J і H_s записується як:

$$H_s = -4J/M_s \cdot tFM \quad (1.3)$$

де M_s і tFM - намагніченість насичення і товщина шару FM, відповідно.

У разі $J > 0$ (феромагнітна зв'язок) вектори намагніченості шарів FM вирівняні паралельно без прикладеного магнітного поля, а крива намагнічування показує проста поведінка феромагнетика ($Hs \sim 0$), а ГМО не виникає.

Знак і величина J залежать від товщини шару NM , tNM , і мають коливальний поведінку, як показано на рис. 1.2.

Оскільки ГМО з'являється тільки при $J < 0$, ГМО також показує коливальний поведінку. Величина J зменшується з tNM , і в загальному випадку J стає дуже незначним, коли tNM більше декількох нанометрів, що призводить до зникнення ГМО. Період коливань в J залежить від матеріалу і зазвичай становить кілька нанометрів [7].

Як згадано вище, хоча міжшаровий обмінний зв'язок тісно пов'язаний з ГМО важливо відзначити, що ГМО за своєю природою є абсолютно окремим фізичним явищем. Важливим моментом для появи ГМО є те, що вирівнювання намагніченості може бути змінено з паралельного на антипаралельними або з антипаралельними на паралельний із застосуванням зовнішнього магнітного поля, і немає прямої кореляції між ГМО і J . Іншими словами, незалежно від знак і величина J , вирівнювання намагніченості управляється певним методом.

Якщо між сусідніми шарами існує сильний антиферомагнітний обмінний зв'язок, потрібна велика зовнішнє магнітне поле для паралельного вирівнювання векторів намагніченості, і також отримання ГМО. Це було основною перешкодою для практичного застосування ГМО. Одним з можливих способів подолання цієї перешкоди є усунення міжшарового обмінного зв'язку шляхом збільшення товщини шару NM і забезпечення різниці коерцитивності сил між сусідніми шарами FM для досягнення антипаралельними вирівнювання векторів намагніченості [8]. Інший спосіб полягає в створенні структури спінового клапана, показаної на рис. 1.3 [9].

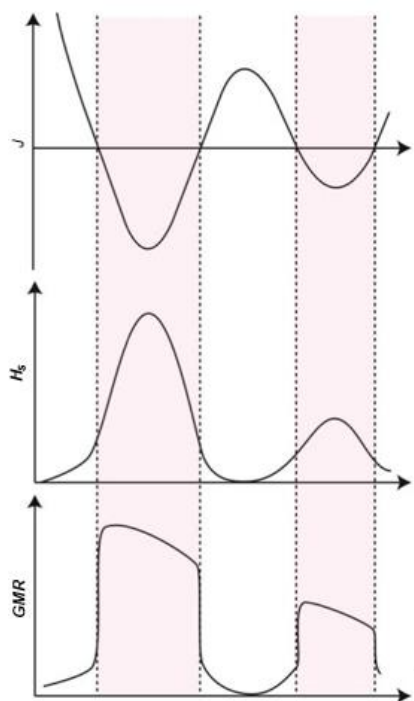


Рисунок 1.2 - Залежність товщини шару NM від енергії обмінної взаємодії J шару FM через шар NM , поле насичення H_s і ГМО для свехрешетки зі структурою FM/NM [7]

Для спін-клапанної структури один з двох шарів FM (вільне володіння шар) легко змінює напрямок намагніченості з низьким магнітним полем, тоді як інший (фіксований шар) має свою намагніченість, закріплену обмінної магнітною анізотропією від сусіднього антиферомагнітного шару (АФМШ)). Отже, ГМО з'являється навіть при додаванні слабкого зовнішнього магнітного поля. У практичних застосуваннях магнітом'які матеріали, такі як пермаллой (сплав $Ni-Fe$), зазвичай використовуються в якості шарів FM , Cu - в якості шару NM , а сплави Mn , такі як $FeMn$, $IrMn$, $PtMn$, або оксиди, такі як NiO і CoO , використовуються в якості атомного силового мікроскопу (АСМ). Конструкція спінового клапана використовувалася для голівки, що зчитує жорсткого диска в 1998 році і зіграла важливу роль в значному поліпшенні щільності запису.

ущільнення шарів
AFM (антиферромагнетик)
FM (фіксований шар)
NM (Cu)
FM (вільний шар)
буферний шар
субстрат

Рисунок 1.3 - Типова компоновальна структура спінового клапана [9]

1.2 Структурно-фазовий стан плівкових систем на основі Co і Ag

Гранульовані магнітні плівки - це штучно створені тверді структури, які складаються з наноструктурованих магнітних гранул, вбудованих в немагнітний метал чи ізолятор. Було визначено, що структурно-фазовий стан плівки залежать від процедури синтезу та умов відпалу. Отже, такі деталі, як розмір зерна, дефекти, міжфазова структура повинна відігравати важливу роль. Найчастіше для характеристики структурно-фазового стану використовують метод рентгенівської дифракції. Але такий метод може дати лише загальну інформацію, не виявляє нічого про локальні структурні особливості. Попри електронна мікроскопія високої роздільної здатності є ефективним інструментом для виконання цього завдання. CoAg зернистої плівки є типовим матеріалом для дослідження ГМО. Експериментальні серії гранульованих плівок на основі Co і Ag вивчалися свіжосконденсовані і відпалені при різних температурах ($T=400 \div 700 K$) зразки. Коефіцієнт магнітоопору плівок на основі Co і Ag при кімнатній температурі та після відпалу показані на рис. 1.4. Як показано на рис. 1.4, магнітопір плівки досягав найвищого значення після термообробки при $T = 500K$.

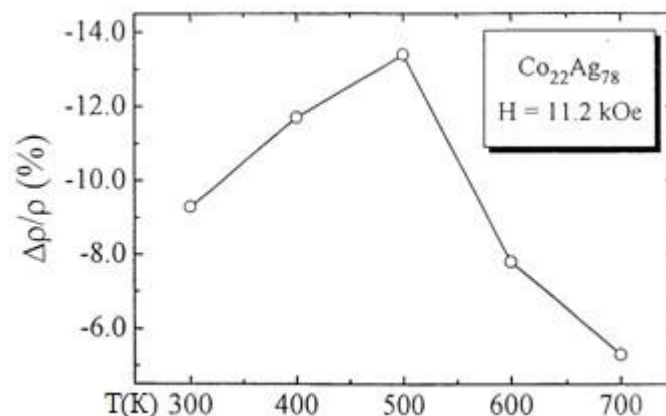


Рисунок 1.4 - Залежність магнітоопору плівкових сплаву $\text{Co}_x\text{Ag}_{100-x}$ (при $x=22$) від температури термообробки [11]

Магнітоопір вимірювали у полях з напруженістю до 11,2 кЕ. На рис. 1.6 показані рентгенівські спектри для серії зразків сплаву на основі кобальту і срібла при концентрації кобальту 22 ат. %.

Фазовий поділ природним чином призводить до зростання розмірів зерна. Втім тенденція зростання розмірів зерна непомітна, що звертає увагу невелика різниця між спектрами плівок, відпалених при 600 і 700 К, і інтуїтивно відображається просвічуючою електронною мікроскопією. На рис. 1.6 продемонстровані знімки структури плівки $\text{Co}_{22}\text{Ag}_{78}$, відпалених при різних температурах. У цих дифрактограмах Ag кільця мають більшу інтенсивність, чим кільця Co. Образи темного поля були сформовані включаючи один відрізок перших трьох кілець у об'єктивна діафрагма об'єктива. Отже, більшість яскравих плями на цих зображеннях представляють Co. У таких регіонах, вміст Co вище середнього значення плівки. Коливання композиції неминуче в розпилених плівках. Зерна Co змінюються в широкому інтервалі за розмірами, від 2,3 до 30 нм. Як до зерна Ag, їх розміри також розподіляються в цьому діапазоні. Як показано на рис. 1.6 більшість зерен мають майже рівновісну структуру, і деякі з них витягнуті.

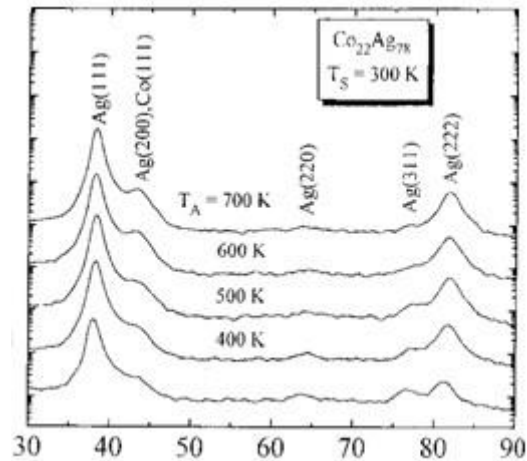


Рисунок 1.5 - Спектри рентгенівської дифракції для зразків $\text{Co}_{22}\text{Ag}_{78}$ (при $x=22$) у невідпаленому стані та після термообробки [11]

Мікрофотографії типових областей у свіжосконденсованих плівках (а) та відпалених при 500 K (б) та 700 K (в) показано на рис. 1.6. Области, позначені стрілками, є аморфними. Після відпалювання відбулося зростання розміру гранул і повне завершення розділення фаз. З погляду гігантського магнітоопору, що демонструється цими плівками, ці спостереження означають, що тонка різниця в мікроструктурах може призводити до очевидної зміни поведінки ГМО. В процесі роботи наведені упорядковані лабораторні аналізи впливу гігантського магнітоопору (ГМО) від мікроструктури у гранульованих тонких плівках [11].

Було відомо, що коефіцієнт магнітоопору залежить від концентрації кобальту у сплаві, температури підкладки.

Знайдено, що ідеальне значення ГМО спостерігали в підготовленому зразку $\text{Co}_{22}\text{Ag}_{78}$ при температурі 300 K . Мікроструктури даних плівок щільно пов'язані з процесом створення, і таким чином значно впливало на величину ГМО. На рис.1.7 продемонстровано структури плівок, виготовлених при різних температурах підкладки. Та рис.1.7 (а) показана мікроструктура зразка $\text{Co}_{22}\text{Ag}_{78}$,

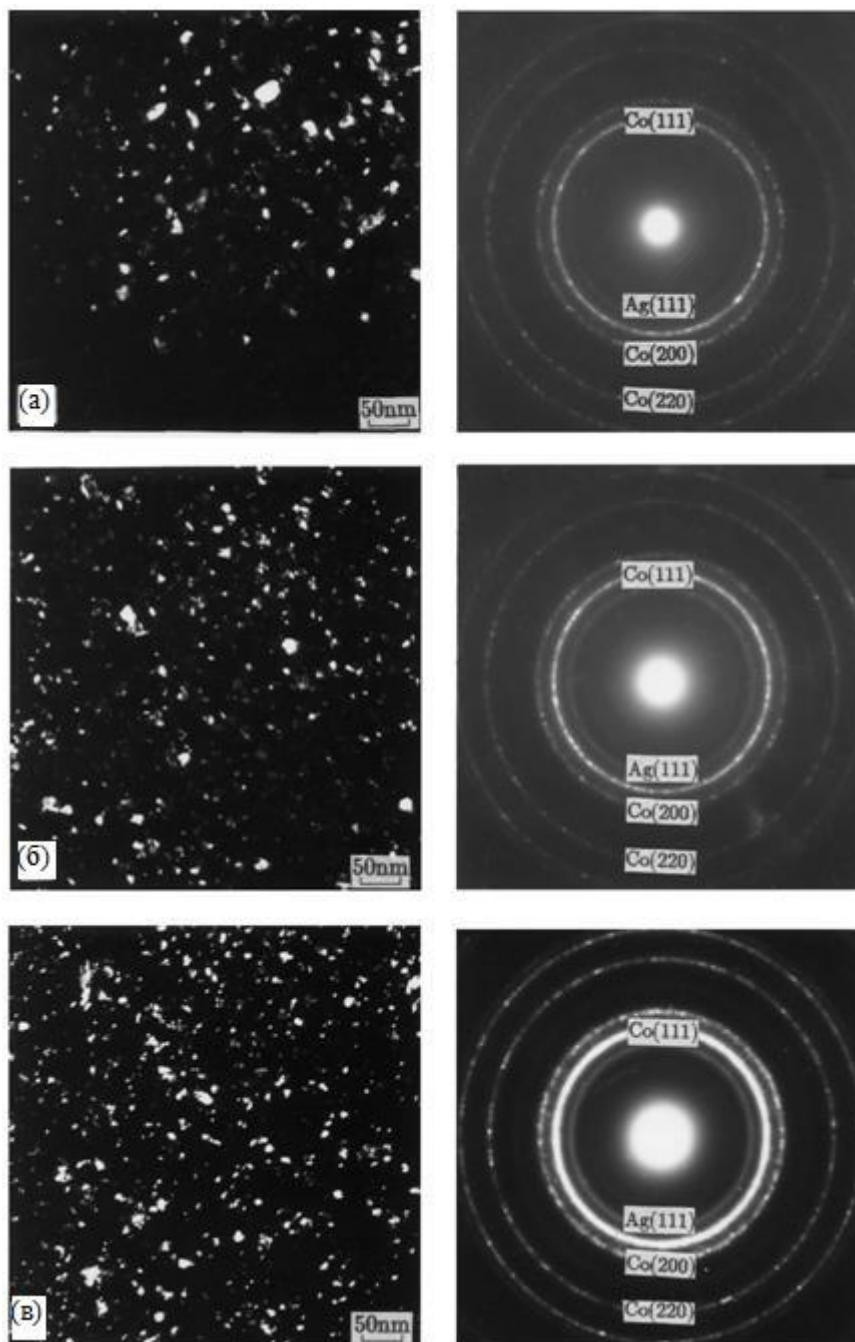


Рисунок 1.6 - Структури та дифракційні картини від плівки $\text{Co}_{22}\text{Ag}_{78}$ у невідпаленому стані (а), та після термообробки при 400 К (б), 500К (в) відповідно [11]

котрий одержаний при температурі підкладки $T = 300\text{ K}$, на рис.1.9 (б) що був зроблений при температурі підкладки в $T = 400\text{ K}$.

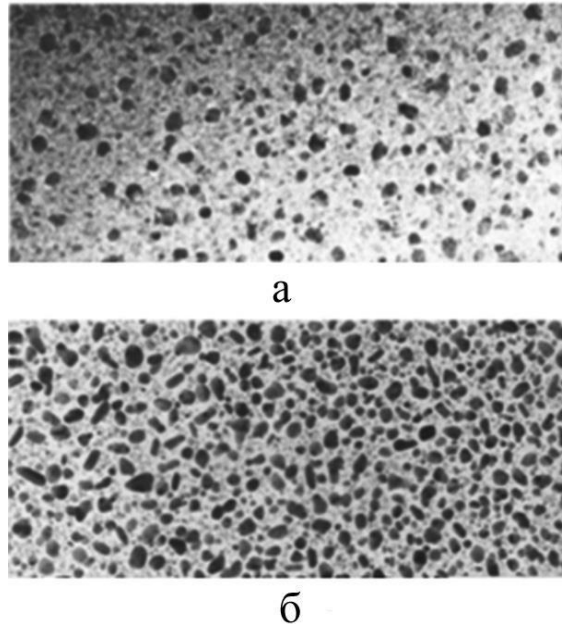


Рисунок 1.7 - Мікроструктура плівок сплавів $\text{Co}_{22}\text{Ag}_{78}$ осаджених при температурі підкладки $T_S = 300\text{ K}$ (а) та $T_S = 400\text{ K}$ (б) [11]

Як видно з рис.1.7, гранули кобальту неоднорідно дисперговані у срібній матриці. Осадження плівок сплавів на підкладку з температурою $T_S = 400\text{ C}$ сформувало структуру з більшим розміром гранул, чим при осадженні при $T_S = 300\text{ C}$.

1.3. Застосування плівкових матеріалів у спінтроніці

Дивовижно, використовуючи межі розриву між металевими плівками визначеної товщини і шаром молекули C_{60} , нещодавно було продемонстровано, що можна змінити електронними станами неферромагнітних матеріалів, таких як діамагнітна та парамагнітний марганець, щоб подолати критерій Стонера для ферромагнетизму і зробити їх ферромагнітними при комнатній температурі. Це є найкращий доказовим фактором, що реалізує межі кордону, розділеного між

молекулою і металом у визначенні феромагнетизму або ефективної спінової поляризації матеріалів. Механізм запропонував використати молекулярну зв'язок для створення магнітних метаматеріалів з використанням більшого числа нетоксичних компонентів, таких як *OSCs*. Магнітні метаматеріали можуть передавати пробіл з-за нехватки SP-інжекторів електронів із звичайних магнітних матеріалів для ефективних біполярних спінових клапанів, таких як спин-OLED.

Таблиця 1.1 - Потенційні феромагнітні матеріали для спінтронних приладів та їх властивості. [12]

FM електроди	Поляризація P (%)	Робоча функція (eV)	Температура Кюрі T _c (K)
LSMO	~100	4.8	360
Co	34	4.9	1388
Fe	44	4.5	1043
Ni	31	5.15	631
CrO ₂	~ 100	3.4 , 6.9	390
Fe ₅₀ Co ₅₀	50	4.7	720
Fe ₃ O ₄	80	5.5	860
Ni ₈₁ Fe ₁₉	45	4.5	869
Co ₂ MnSi	~100	4.5	985

Напруженого SSE експлуатувало ISHE в двох різних структурах пристрою: однаково представляє собою одну провідну конфігурацію, яка вимірює спіновий струм, паралельний графік температурний температур.

Цю конфігурацію можна знайти з простої простої конструкції, хоча вона застосовується лише до ізолятора, як вказано нижче. Друга установка представляє собою поперечну конфігурацію [12], яка вимірює спіновий струм, яка протікає перпендикулярно градієнтній температур. Ця конфігурація має

більш складаний структуру пристрою, яка поздовжньому, но вона використовувалась для вимірювання SSE в різних магнітних матеріалах, від металових и напівпровідникових до ізоляторів.

Рисунок 1.8 (а) показує схематичну ілюстрацію поздовжнього пристрої SSE. Структура пристрою дуже проста і складається з плити або плівки з феромагнетика (F), покритої плівкою з парамагнітного металу (PM). Коли градієнт температури ∇T застосовується до шару F в напрямку, перпендикулярному кордоні розділу PM / F (напрямок z), теплове напруга генерується і вводить спінової струм в просторовому напрямку J_s і спінової поляризації. Вектор σ , паралельний намагніченості M з F , в плівку PM вздовж напрямку ∇T (див. рис. 1.8 (а)). В провіді PM цей інжекційні спінової струм перетвориться в електричне поле E_{ISHE} завдяки $ISHE$.

Рисунок 1.8 (b) показує схематичне зображення поперечного пристрою SSE, яке складається з прямокутного F з одним або декількома проводами PM , прикріпленими до верхньої поверхні F . Типова довжина шару F вздовж напрямку x складає ~ 10 мм, набагато довше довжини спінової дифузії. У поперечної конфігурації, щоб генерувати напругу $ISHE$, індуковане SSE вздовж напрямку PM -дроти, шар F повинен бути намагнічений вздовж напрямку ∇T . Тому аномальний ефект Нернста в F -шарі зникає через колінеарний орієнтації ∇T і M , що дозволяє чисто детектувати поперечні SSE в різних магнітних матеріалах.

Тепловий спінової струм Ефект Зеебека відноситься до генерації електричної напруги в результаті температурного градієнта в провідниках, який був відкритий Т. Дж. Зеебеком в 1820-х роках (див. рис. 1.9 а)) [12].

Ефект Зеебека грає важливу роль в галузі електроніки; він широко використовується в пристроях вимірювання температури (інфрачервоного

випромінювання), датчиках теплового потоку і термоелектричних генераторах.

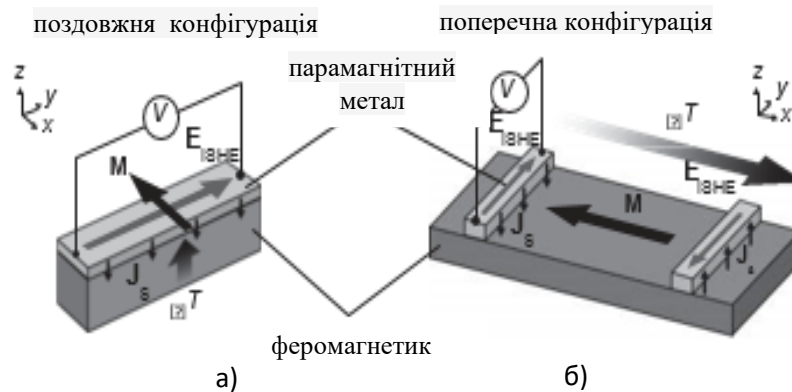


Рисунок 1.8 Схематичні ілюстрації поздовжнього *SSE* (а) та поперечного *SSE* (б) [13]

В області спітроніки спінова версія ефекту Зеебека, спіновий ефект Зеебека (*SSE*), привернула велику увагу [13]. *SSE* відноситься до генерації «спінового напруги» в результаті градієнта температури в магнітних матеріалах. Тут спіновий напруга є потенціалом для спинів електрона, який управляє спіновим струмом; Коли провідник приєднаний до частини магніту з кінцевим напругою обертання, напруга обертання вводить ток обертання в провідник (див. рис. 1.9 б)). Спочатку *SSE* був виявлений в феромагнітній металевій плівці $Ni_{81}Fe_{19}$ [13] за допомогою методу спінового детектування, заснованого на зворотному спіновому ефекті Холла в плівці Pt. У 2010 році, використовуючи той же експериментальний метод, Яворський також спостерігали це явище в феромагнітному напівпровіднику GaMnAs в області низьких температур і Учїда показали, що *SSE* з'являється навіть в магнітних ізоляторах, таких як, $LaY_2Fe_5O_{12}$ [14].

Коли до провідника прикладений температурний градієнт ∇T , електричне поле E генерується вздовж напрямку ∇T . Схематичне зображення спінового

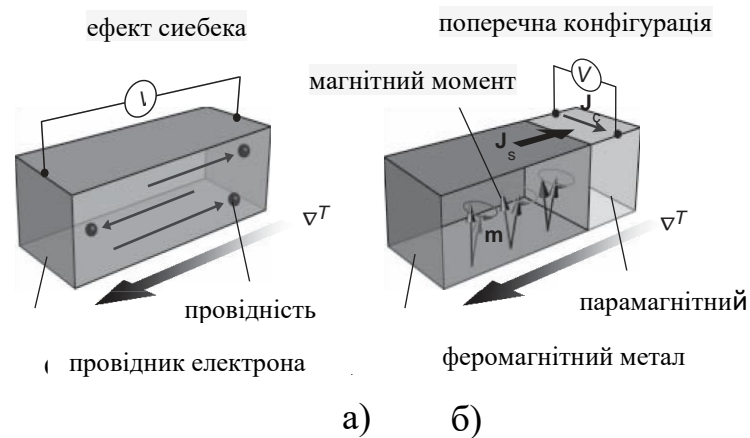


Рисунок 1.9 Схематичне зображення ефекту Зеєбека. [13]

ефекту Зеєбека. Коли ∇T подається на феромагнетик, спінові напруга генерується динамікою намагніченості, яка накачує спіновий струм J_s в приєднаний парамагнетичний метал. У парамагнітному металі цей спіновий струм перетвориться в електричне поле E_{ISHE} завдяки зворотному спін-ефекту Хола [14]. Ці спостереження показують, що SSE є універсальним явищем в магнітних матеріалах.

РОЗДІЛ 2. МЕТОДИКА І ТЕХНІКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

2.1. Методика отримання плівкових сплавів шляхом конденсації у вакуумі

Є багато методів отримання плівкових зразків (в тому числі гранульованих плівкових сплавів). Отримання наноструктур, в яких діє ефект ГМО, є важливою задачею для приладів електронної техніки. Синтез плівкових сплавів методом термічного випаровування у технологічному вакуумі є екологічно безпечним та економним.

На рисунку 2.1 схематично продемонстровано робочу камеру вакуумної установки. Модифікування установки ВУП-5М дозволила зробити випаровування компонентів з двох електронно-променевих випарників одночасно. Між випарниками розташовувалась екранна пластина для перешкодження потраплянню випаровуваної речовини з одного випарника на ізолятори іншого.

На рисунку 2.2 показано прилад для отримання плівкових зразків у робочому об'ємі вакуумної установки для досліджень структурнофазового стану та магніторезистивних властивостей. Як підкладки використовували пластини ситалу, мікроскопічні сітки, з попередньо напиленим на них вуглецем, або монокристали КСІ. На ситалові підкладки робили осадження металевих плівок, в яких потім досліджували магнітотранспортні властивості. На мікроскопічні сітки з розміром комірки 50 мкм або на монокристали NaCl осаджували плівки для вивчення їх структурно-фазового стану методом просвічуючої електронної мікроскопії на приладі ПЕМ-125. Свіжосконденсовані зразки витримували у вакуумі протягом певного часу при температурі підкладки для їх стабілізації.

Для замірів товщини зразків в процесі осадження плівок користуються методом кварцевого резонатору. Цей метод дає можливість отримувати достовірні результати в робочому інтервалі температур 230-310 K, у випадку коли маса осадженої плівки не перевищує 1% від маси пластини резонатора.

Максимальна температура, при якій можливо контролювати товщини плівок за даним методом, становить 450 K. Товщина сконденсованої плівки визначалася за співвідношенням:

$$d = \frac{N_a \cdot D_q}{D_f \cdot f_q^2} \cdot (f_q - f) \quad (2.1)$$

де $N_a = 1,668 \cdot 10^3$ Гц·м – частотна стала для кварцової пластини;

D_q та D_f – густина кварцу і речовини, що конденсується, відповідно;

f_q, f – резонансна частота кварцу до і після конденсації металу, відповідно

До переваги кварцевого методу вимірювання відноситься можливість поточного (в процесі осадження) контролюванні за товщиною плівки, вища точність вимірювання, ніж при вимірюванні товщини плівки з допомогою інтерферометру, особливо при малих товщинах плівок. В якості кварцевого датчика використовують кварцові резонатори з частотою 10 МГц. Стабілізований блок живлення забезпечує роботу активуючого генератора. Частотомір зафіксує зміну частоти коливань, що надає змогу контролювати товщину плівки з точністю до 10%.

Спираючись на геометрію рис.2.2, товщину плівки окремих компонент плівкового сплаву можна розрахувати за співвідношеннями:

$$d_1 = d_{01} \cdot \left[1 + \left(\frac{l_1}{h} \right)^2 \right]^{-\frac{2}{3}}, \quad d_2 = d_{02} \cdot \left[1 + \left(\frac{l_2}{h} \right)^2 \right]^{-\frac{2}{3}} \quad (2.2)$$

де d_{01} та d_{02} – товщина плівки кожного компоненту плівкового сплаву на аапластині кварца 1 та 2 відповідно;

l_1 та l_2 – відстань від кварцу 1 та 2 до зразка плівкового сплаву аавідповідно;

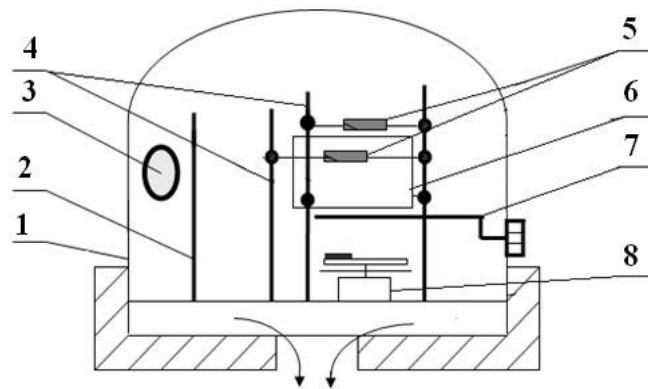


Рисунок 2.1 - Схематичне зображення робочої камери вакуумної установки ВУП-5М: 1 - ковпак; 2 - штатив; 3 - вікно; 4 – штатив випаровувача; 5 – випарники; 6 - екранна пластина; 7 - екран; 8 – столик з підкладкою та кварцевими резонаторами для вимірювання товщини

Посередині столика можна отримувати сплав, шляхом одночасного осадження. По краям предметного столика отримуємо однокомпонентні суміші. Там же можна розташувати кварцові резонатори.

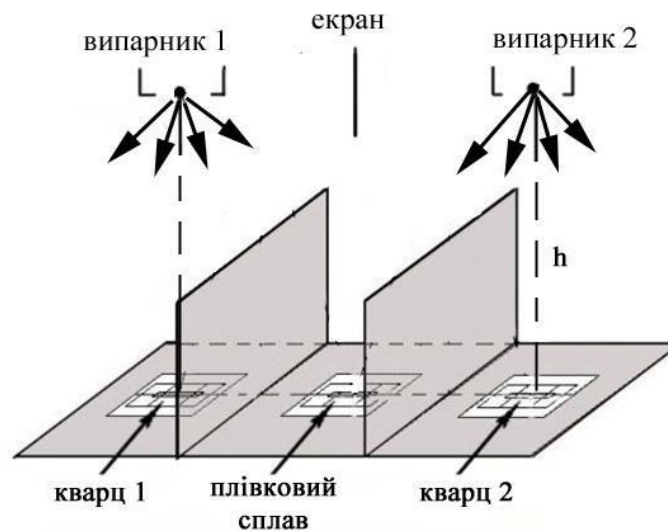


Рисунок 2.2 - Схема отримання одно- і двокомпонентних зразків при одночасному випаруванні з двох джерел

d_{01} та d_{02} – товщина плівки на кварцевій пластині, що розміщений під випаровувачем.

Концентрації компонент у плівковому сплаві розраховували за співвідношеннями:

$$c_1 = \frac{D_1 d_1 \mu_1^{-1}}{D_1 d_1 \mu_1^{-1} + D_2 d_2 \mu_2^{-1}} \text{ та } c_2 = \frac{D_2 d_2 \mu_2^{-1}}{D_1 d_1 \mu_1^{-1} + D_2 d_2 \mu_2^{-1}} \quad (2.3)$$

де D і μ – густина і молярна маса.

2.2. Методика дослідження структурно-фазового стану плівок методом просвічуючої електронної мікроскопії

Для вивчення кристалічної структури та фазового складу можна застосовувати електронний мікроскопа ПЕМ-125К (рис. 2.3). ПЕМ-125К -

просвічуючий електронний мікроскоп, який має високу роздільну здатність. Дає можливість досліджувати мікроструктуру і фазовий склад об'єктів в нанотехнологіях, мікроелектроніці, біології, медицині та ін., а також спостерігати і фотографувати зображення об'єктів в широкому діапазоні збільшень, здобувати дифракційні картини, досліджувати об'єкти при їх обертанні та нагинанні за допомогою гоніометра. Препаровані на мікроскопічну сітку плівкові зразки досліджувалися у невідпаленому і відпаленому стані. Підраховували постійну приладу (C) за допомогою еталонного зразка плівки Al з відомими міжплощинними відстанями. Обробка отриманих електроннограм включала в себе вимірювання діаметрівкілець у двох взаємно перпендикулярних напрямках, розрахунок міжплощинних відстаней (d_{hkl}) та параметрів решітки a_{hkl}):

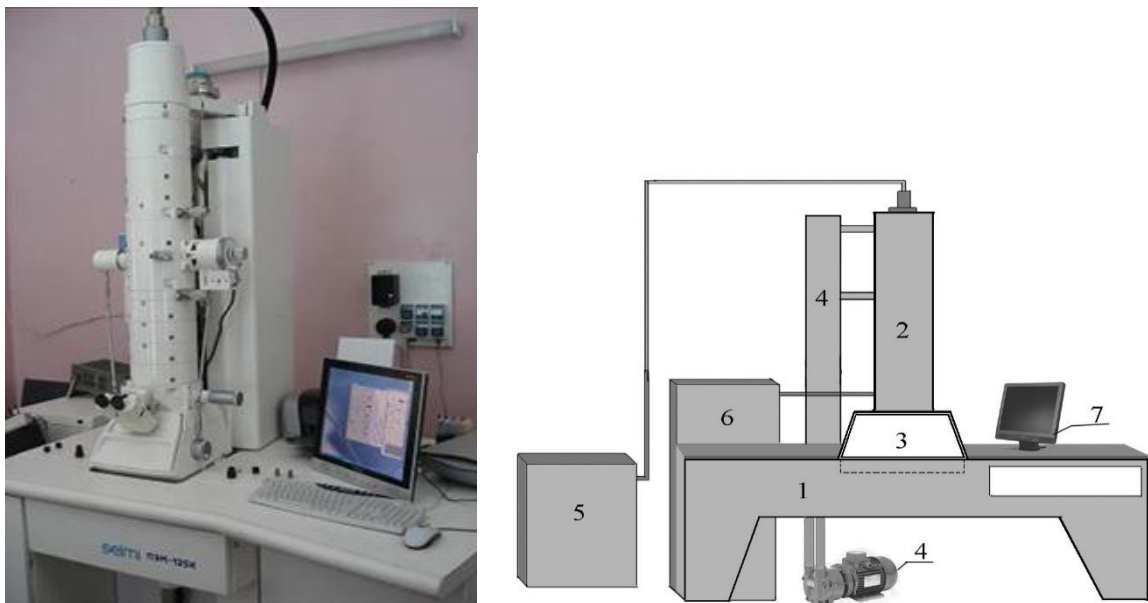


Рисунок 2.3 - Зовнішній вигляд просвічуючого електронного мікроскопу ПЕМ-125 К:1 - станина приладу; 2 - колона;
3 - камера спостереження і реєстрації; 4 - вакуумна система;
5 - високовольтний генератор; 6 - блок живлення лінз; 7 - комп'ютер

При інтерпретації результатів розшифровки електронограм використовувалися відомі табличні дані про величину міжплощинних відстаней та відносну інтенсивність ліній на дифрактограмах для масивних зразків.

РОЗДІЛ 3. АНАЛІЗ ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИХ РЕЗУЛЬТАТІВ

Проведемо аналіз результатів власних експериментальних досліджень фазового та структурного стану плівкових сплавів на основі кобальту та срібла товщиною 35 нм. Методом просвічуючої електронної мікроскопії досліджувалися зразки у невідпаленому стані та після термообробки при температурах 600 та 700 К.

На рис. 3.1 показано електронограму від зразка невідпаленого плівкового сплаву з концентрацією кобальту 40 ат. %.

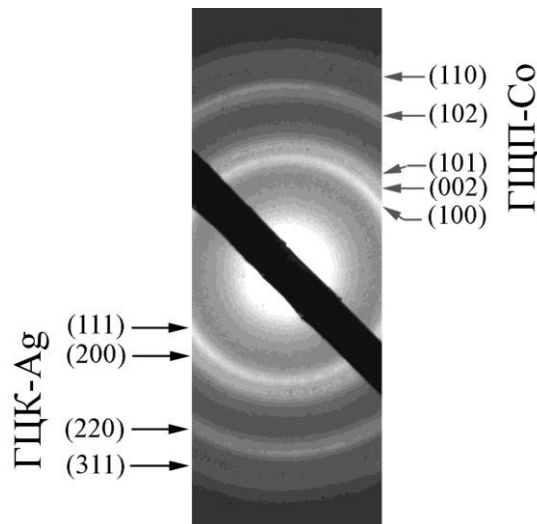


Рисунок 3.1 – Електронограма від невідпаленого плівкового сплаву на основі кобальта та срібла з концентрацією кобальту $x = 40$ ат. %. Товщина плівки 35 нм

Розрахунок міжплощинних ліній показав, що фазовий стан зразка відповідає ГЦК-Ag та ГЦП-Co. Тобто зразок залишається двокомпонентним, складається з кобальту та срібла.

На рис. 3.2 представлено результати дослідження структурного стану невідпалених та відпалених при температурі 600 та 700К плівок. Як видно з рисунка 3.2 а, структура невідпалених плівок складається з гранул розміром 4-

18 нм. Відпал при температурі 600К майже не змінив розмір гранул. Внаслідок відпалу при температурі 700К розмір гранул збільшився. При цьому гранули мають розмір, що змінюється в інтервалі 7-30 нм.

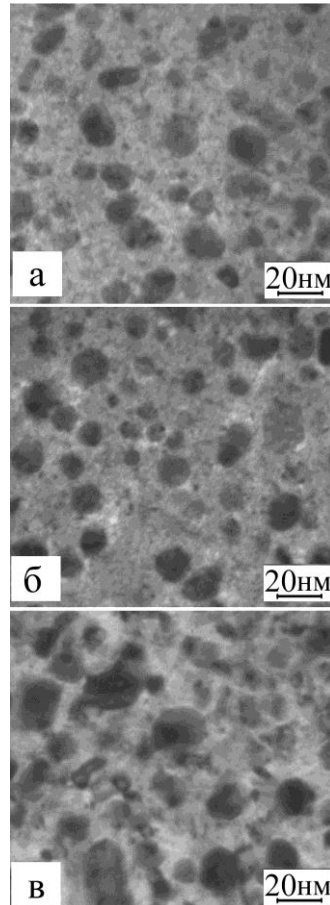


Рисунок 3.2 – Мікроструктура від зразка невідпаленого (а) плівкового сплаву на основі кобальта та срібла з концентрацією кобальту $x = 40$ ат.%. та після термообробки при 600 (б) та 700К (в). Товщина плівки 35 нм

Проаналізувавши літературні дані інших авторів, можна стверджувати, що гранули відповідають ГЦП-Co, а матриця відповідає ГЦК -Ag.

Таким чином можна стверджувати, що в плівковому сплаві на основі кобальту та срібла, отриманому методом одночасного випаровування з двох електронно-променевих випарників у вакуумі, при концентрації кобальту $x=40$ ат.% спостерігалось утворення гранульованої структури. У такій структурі

можливо реалізувати явище гігантського магнітоопору, внаслідок розсіювання електронів провідності на магнітних гранулах кобальту. Такі структури гранульованих плівкових сплавів на основі кобальту та срібла можуть використовуватися як чутливі елементи електронних приладів електроніки.

ВИСНОВКИ

1. Розглянуто суть та ознаки таких феноменів магнітних наноструктур як магнітна анізотропія та гігантський магнітний опір. Встановлено, що для гранульованих матеріалів найбільше значення мають енергії кристалічної й морфологічної анізотропії.

2. Зроблено аналіз літературних даних по результатам дослідження магнітних, магніторезистивних властивостей та структурно-фазового стану плівок на основі кобальту та срібла. Аналіз структурного стану методом просвічуючої електронної мікроскопії з високою роздільною здатністю продемонструвало, що такі фактори як розмір зерна, дефекти плівки, міжфазова структура відіграють ключову роль при формуванні ГМО структур.

3. Зроблено аналіз використання плівкових наноструктур, встановлено, що гранульовані магнітні плівкові структури застосовуються у біології, медицині, екології, харчової промисловості, автомобілебудуванні.

4. Освоєно методику отримання гранульованих плівкових сплавів методом одночасної конденсації з двох випарників у вакуумі. Освоєно методику структурно-фазового стану плівок сплавів.

5. Було проведено аналіз результатів власних експериментальних досліджень фазового та структурного стану плівкових сплавів на основі кобальту та срібла товщиною 35 нм.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Елисеев А.А., Лукашин А.В. Функциональные наноматериалы // Под ред. Третьякова Ю.Д. – Москва: ФИЗМАТЛИТ, 2010. – 456 с.
2. Казаков В.Г. Тонкие магнитные пленки // Соросовский образовательный журнал. Т. 1 №1. – 1997. – 107-114 с.
3. Ramli, Mitra Djamal, and Khairurrijal, Effect of Ferromagnetic Layer Thickness on the Giant Magnetoresistance Properties of NiCoFe/Cu/NiCoFe Sandwich Proceeding 3rd Asian Physic Symposium (APS) 2009, Bandung, 22 – 23 July 2009. P. 65 – 67.
4. Djamal, M, Ramli, Yulkifli, and Khairurrijal, Effect of Cu Layer Thickness on Giant Magnetoresistance Properties of NiCoFe/Cu/NiCoFe Sandwich Proceeding on ICCAS-SICE 2009 Fukuoka, Japan, August 18-21, 2009, P. 365-368.
5. Ranchal, R.; Torija, M.; L'opez, E.; S'anchez, M.C.; Aroca, C.; S'anchez, P. The influence of anisotropy on the magnetoresistance of permalloy–copper–permalloy thin films. *Nanotechnology*. 2002, 13, P. 392-397.
6. Dieny, B.; Speriosu, V.S.; Metin, S.; Parkin, S.S.P.; Gurney, B.A.; Baumgart, P. Wilhoit, D.R. Magnetotransport properties of magnetically soft spin-valve structures. *J. Appl. Phys.* 1991, 69, P. 4774-4779.
7. S. S. P. Parkin, N. More, and K. P. Roche, *Phys. Rev. Lett.*, 64, 1990, P. 2304.
8. T. Shinjo and H. Yamamoto, *J. Phys. Soc. Jpn.*, 59, 1990, P. 3061.
9. B. Dieny, V. S. Speriosu, S. S. P. Parkin, et al., *Phys. Rev. B*, 43, 1991, P. 1297.

10. Sang H., Zhang S.Y Microstructural characterization of CoAg granular films *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* V. 191 – 1999, P. 17—24.
11. A. Tsukamoto, T. Sato, S. Toriumi, and A. Itoh, Precessional switching by ultrashort pulse laser: Beyond room temperature ferromagnetic resonance limit, *J. Appl. Phys.*, 109, 2011, P. 302.
12. G. Schütz, W. Wagner, W. Wilhelm, et al., Absorption of circularly polarized x rays in iron, *Phys. Rev. Lett.*, 58, 1987, P. 737-740.
13. I. Radu, K. Vahaplar, C. Stamm, et al., Transient ferromagnetic-like state mediating ultrafast reversal of antiferromagnetically coupled spins, *Nature*, 472, 2011, P. 205–208.
14. T. A. Ostler, J. Barker, R. F. L. Evans, et al., Ultrafast heating as a sufficient stimulus for magnetization reversal in a ferrimagnet, *Nature Communications*, 3, 2012, P. 666.