

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

Кафедра електроніки,
загальної та прикладної фізики

Кваліфікаційна робота бакалавра
**ВИКОРИСТАННЯ МЕТОДУ ПЕМ ПРИ ДОСЛІДЖЕННІ СТРУКТУРИ І
ФАЗОВОГО СКЛАДУ ФЕРОМАГНІТНИХ ПЛІВКОВИХ
НАНОСТРУКТУР**
спеціальності 171 Електроніка

Здобувач вищої освіти гр. ЕП-81

В.І. Жаботинський

Науковий керівник

канд. фіз.-мат. наук, доцент

І.М. Пазуха

Завідувач кафедри ЕЗПФ

д-р фіз.-мат. наук, професор

І. Ю. Проценко

Суми 2022

СУМСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ФАКУЛЬТЕТ ЕЛЕКТРОНІКИ ТА ІНФОРМАЦІЙНИХ ТЕХНОЛОГІЙ
Кафедра електроніки, загальної та прикладної фізики
Спеціальність 171 – Електроніка, освітньо-професійна програма
«Електронні інформаційні системи»

ЗАТВЕРДЖУЮ

Зав. кафедри ЕЗПФ

І.Ю.Проценко

«25» травня 2022 року

ЗАВДАННЯ

НА КВАЛІФІКАЦІЙНУ РОБОТУ БАКАЛАВРА

Жаботинського Владислава Ігоревича

1. Тема роботи Використання методу ПЕМ при дослідженні структури і фазового складу феромагнітних плівкових наноструктур затверджена наказом по університету від «04» травня 2022 р., № 0316-VI

2. Термін здачі студентом закінченої роботи 08 червня 2022 року

3. Вихідні дані до роботи (актуальність, мета)

Бурхливий розвиток різних галузей плівкового матеріалознавства (мікро- і наноелектроніка, мікроприладобудування, сенсорна техніка) виступає постійним стимулом розвитку необхідної експериментальної техніки. Просвічуюча електронна мікроскопія є сьогодні одним із потужних методів дослідження, який плідно використовується у фізиці, хімії, матеріалознавстві, біології, медицині, техніці. Мова йде насамперед про сучасні методи просвічуючої і растрової електронної мікроскопії високої розрізняючої здатності, про методи аналізу хімічного та елементного складу плівкових матеріалів. Мета роботи полягає у вивченні особливостей аналізу кристалічної структури та фазового складу тонкоплівкових матеріалів при використанні методу просвічуючої електронної мікроскопії.

Мета кваліфікаційної роботи полягає в дослідженні кристалічної структури та фазового стану феромагнітних плівкових наноструктур, сформованих на основі пермалоєвого сплаву $Ni_{80}Fe_{20}$ та Au методами електроннографії та просвічуючої електронної мікроскопії.

4. Зміст розрахунково-пояснювальної записки (перелік питань, що належить їй розробити)

1. Конструкція та принцип роботи просвічуючого електронного мікроскопа, режими роботи.

2. Використання методу ПЕМ при дослідженні феромагнітних плівкових наноструктур.
 3. Методика підготовки зразків для проведення електронно-мікроскопічних досліджень.
 4. Експериментальні результати.
 5. Висновки.
5. Перелік графічного матеріалу (з точним зазначенням обов'язкових креслень)
- Слайди № 1-2 – Загальна інформація
- Слайди № 3-5 – Конструкція та принцип роботи просвічуючого електронного мікроскопа, режими роботи
- Слайди № 6-7 – Використання методу ПЕМ при дослідженні феромагнітних плівкових наноструктур
- Слайди № 8-9 – Методика експерименту
- Слайди № 10-11 – Експериментальні результати
- Слайд № 12 – Висновки
6. Дата видачі завдання 26.05.2022 р.

КАЛЕНДАРНИЙ ПЛАН

| № | Назва етапів кваліфікаційної роботи магістрів | Термін виконання етапів роботи | Примітка |
|----|--|---|-------------|
| 1. | Аналіз літературних даних | до 30.05.2022 р. | <i>вик.</i> |
| 2. | Конструкція та принцип роботи просвічуючого електронного мікроскопа, режими роботи | до 04.06.2022 р. | <i>вик.</i> |
| 3. | Аналіз дифракційних картин та мікрознімків кристалічної структури досліджуваних систем | до 06.06.2022 р. | <i>вик.</i> |
| 4. | Підготовка тексту магістерської | до 08.06.2022 р. | <i>вик.</i> |
| 5. | Попередній захист роботи | 10.06.2022 р., 10 ⁰⁵ (дистанційно) | <i>вик.</i> |
| 6. | Захист роботи в екзаменаційній комісії | 16.06.2022 р., 17.06. 2022 р., 10 ⁰⁵ (дистанційно) | <i>вик.</i> |

Здобувач вищої освіти

В.І. Жаботинський

Керівник роботи

І.М. Пазуха

РЕФЕРАТ

Мета кваліфікаційної роботи бакалавра полягала в дослідженні кристалічної структури та фазового стану феромагнітних плівкових наноструктур, сформованих на основі пермалоевого сплаву $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ та Au методами електроннографії та просвічуючої електронної мікроскопії.

Під час виконання роботи були використані методи електроннографії при дослідженні дифракційної картини та просвічуючої електронної мікроскопії при дослідженні кристалічної структури. Зразки осаджувалися у вакуумній камері ВУП-5М за допомогою методики одночасного електронно-променевого випарування при кімнатній температурі та тиску залишкових газів 10^{-4} Па. Досліди проводилися на приладі ПЕМ-125К в режимах дифракції та світлого поля.

Показано, що фазовий склад феромагнітної нанорозмірної плівкової системи $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20} + \text{Au})/\text{П}$ є двофазним та відповідає ГЦК- Ni_3Fe + ГЦК-Au із параметрам ґратки $a(\text{ГЦК-Ni}_3\text{Fe}) = 0,3548$ нм та $a(\text{ГЦК-Au}) = 0,4069$ нм, що відповідає комбінації фаз складових компонент системи. Перерозподіл інтенсивностей на електроннограмі відбувається внаслідок накладання ліній $d_{200}(\text{Ag})$ і $d_{111}(\text{Ni}_3\text{Fe})$ та $d_{311}(\text{Ag})$ і $d_{220}(\text{Ni}_3\text{Fe})$. Кристалічна структура зразка $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20} + \text{Au})/\text{П}$ є нанорозмірною з середнім розміром зерна $L = 10-12$ нм. Це пов'язано з тим що внаслідок реалізації методу одночасної конденсації відбувається сповільнення росту зерен немагнітної компоненти.

Робота викладена на 36 сторінках, зокрема, містить 22 рисунків, 4 таблиці, список використаних джерел із 24 найменувань.

КЛЮЧОВІ СЛОВА: ФЕРОМАГНІТНІ ПЛІВКОВІ НАНОСИСТЕМИ, ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВЕ ОСАДЖЕННЯ, ФАЗОВИЙ СТАН, КРИСТАЛІЧНА СТРУКТУРА

ЗМІСТ

| | с. |
|---|----|
| ВСТУП | 6 |
| РОЗДІЛ 1 ВИКОРИСТАННЯ МЕТОДУ ПЕМ ПРИ ДОСЛІДЖЕННІ СТРУКТУРИ І ФАЗОВОГО СКЛАДУ ФЕРОМАГНІТНИХ ПЛІВКОВИХ НАНОСТРУКТУР (ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД) | 7 |
| 1.1. Конструкція та принцип роботи просвічуючого електронного мікроскопа. | 7 |
| 1.2. Режими роботи ПЕМ..... | 14 |
| 1.3. Використання методу ПЕМ при дослідженні феромагнітних плівкових наноструктур..... | 17 |
| РОЗДІЛ 2 МЕТОДИКА І ТЕХНІКА ЕКСПЕРИМЕНТУ | 22 |
| 2.1. Методика підготовки зразків для проведення електронно-мікроскопічних досліджень | 22 |
| 2.2. Методика дослідження структурно-фазового складу феромагнітних плівкових наноструктур | 24 |
| РОЗДІЛ 3 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ РЕЗУЛЬТАТИ | 27 |
| ВИСНОВКИ | 33 |
| СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ | 34 |

ВСТУП

Зародження електронної оптики відбулось в кінці 19 століття і пов'язане із створенням електронно-променевої трубки. У першій електронно-променевій трубці (німецький фізик К.Ф. Браун, 1897 р.) пучок електронів відхилявся магнітним полем. У 1899 році німецький фізик І.Э. Віхерт застосував магнітне поле котушки зі струмом для фокусування електронного пучка в електронно-променевій трубці. Німецький учений Х. Буш в 1926 році дослідив рух електронів в магнітному полі котушки зі струмом і зробив висновок, що вона підходить для отримання достовірних електронно-оптичних зображень, а отже, є електронною лінзою. В майбутньому дослідження електронних лінз на основі котушок зі струмом створило підґрунтя для створення електронного мікроскопа та приладів, в яких формуються електронно-оптичне зображення тіл, що випускають заряджені частинки, або яким-небудь чином впливають на промені електронів.

Просвічуюча електронна мікроскопія – сукупність методів дослідження за допомогою ПЕМ фазового складу та структур об'єктів, а також електричних і магнітних полів шляхом пропускання через нього пучка електронів.

Електронна мікроскопія включає дослідження способів створення електронно-оптичних зображень, створення і удосконалення електронних мікроскопів і приставок до них, розробку методів підготовки зразків, а також аналіз ,одержуваної в ході мікроскопічних досліджень, інформації [1].

Метою даної роботи було дослідження кристалічної структури та фазового стану феромагнітних плівкових наноструктур, сформованих на основі пермалоевого сплаву $Ni_{80}Fe_{20}$ та Au методами електроннографії та просвічуючої електронної мікроскопії.

Результати даної роботи були представлені на Міжнародній науковій конференції «Фізика, електроніка, електротехніка ФЕЕ :: 2022» (м. Суми, 2022).

РОЗДІЛ 1

ВИКОРИСТАННЯ МЕТОДУ ПЕМ ПРИ ДОСЛІДЖЕННІ СТРУКТУРИ І ФАЗОВОГО СКЛАДУ ФЕРОМАГНІТНИХ ПЛІВКОВИХ НАНОСТРУКТУР (ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД)

1.1. Конструкція та принцип роботи просвічуючого електронного мікроскопа

Перший просвічуючий електронний мікроскоп (ПЕМ) працював за наступним принципом: пучок електронів проходячи крізь об'єкт потрапляв на електромагнітну лінзу, яка створює збільшене зображення об'єкта. Основною характеристикою ПЕМ є висока роздільна здатність. Схема лінз оптичного мікроскопа еквівалентна оптичній схемі ПЕМ, у якому замість світлового променя електронний, а роль оптичної системи лінз виконує система електронних лінз. Досліджуваний зразок повинен мати невелику товщину (менше 0,1 мкм), оскільки енергії пучка електронів повинно бути достатньо, щоб пройти через зразок та перенести інформацію на екран. До того ж ПЕМ використовує електрони високої енергії. Залежно від матеріалу, що досліджують електрони прискорюють до кінетичних енергій в межах від КеВ до МеВ, що в свою чергу буде нагрівати зразок, поки він не буде зруйнований (руйнівний метод дослідження)[2].

Прилад ПЕМ-125К є стаціонарним електронним мікроскопом, який використовуюється для дослідження мікроструктури об'єктів, отримання дифракційних картин зразків, а також зображень зразків в широкому діапазоні збільшень при їх нахилі і обертанні [3].

Технічні характеристики ПЕМ-125К:

- 1) роздільна здатність по кристалічній решітці – 0,2 нм;
- 2) роздільна здатність по точках – 0,35 нм;
- 3) діапазон електронно-оптичного збільшення – від 50 до 1300000;
- 4) ефективна довжина дифракційної камери – від 80 до 3500 мм;

- 5) кут нахилу пучка – ($\pm 4^\circ$);
- 6) прискорююча напруга – від 25 до 125 кВ;
- 7) споживча потужність - 5кВт;
- 8) залишковий тиск в колоні – $1,2 \cdot 10^{-4}$ Па.

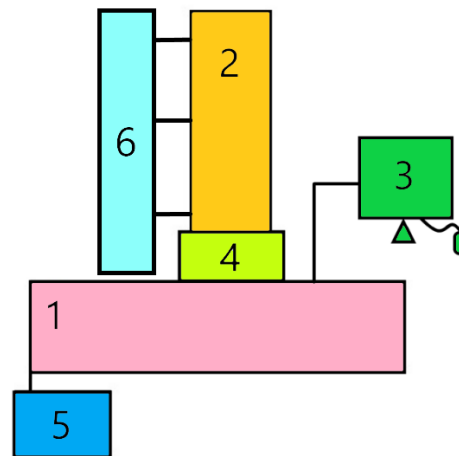


Рисунок 1.1 – Основні блоки ПЕМ-125К: 1 – станина, 2 – колона, 3 – система управління, 4 – система спостереження, 5 – система живлення, 6 – вакуумна система. Із роботи [3]

Мікроскоп ПЕМ-125К складається з масивної станини, необхідної для утримання інших блоків та гасіння зовнішніх вібрацій. На станині розташована колона. Для одержання пучка електронів і керування ним необхідне електричне живлення, що забезпечує система живлення. Система управління реалізована на комп'ютері. Вакуумна система забезпечує вакуум в колоні. Система спостереження слугує для одержання зображення досліджуваного зразка.

Колона представляє собою елемент електронної оптики і складається з двох частин. Верхня частина колони, що включає в себе електронно-променеву гармату, дві конденсорні лінзи та діафрагму формують систему освітлення. Електронно-променева гармата являє собою трьохелектродну систему, що складається з катода, анода та проміжного електрода. Між анодом і катодом прикладається висока напруга до 125 кВ, і електрони прискорюються до анода.

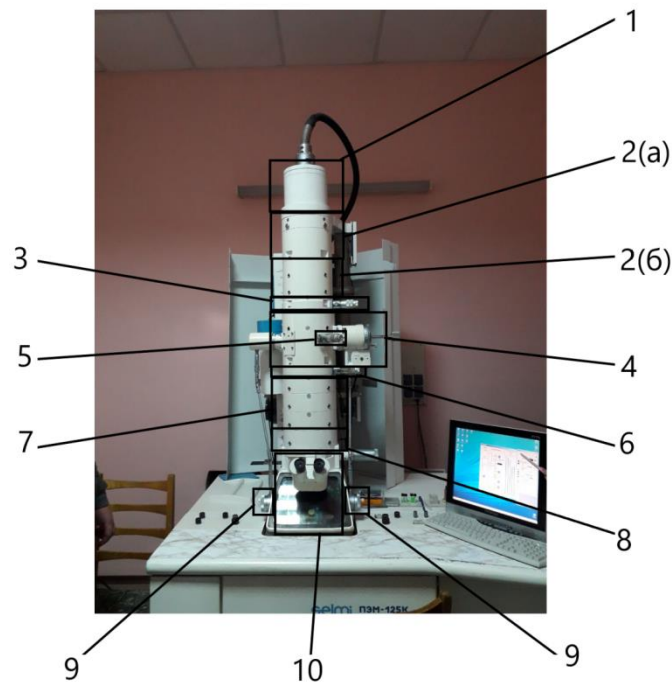


Рисунок 1.2 – Структурні елементи колони ПЕМ-125К: 1 - електронно-променева гармата, 2 - конденсорні лінзи (а - конденсор 1, б - конденсор 2), 3 - освітлювальна діафрагма, 4 - об'єктивна лінза, 5 - апертурна діафрагма, 6 - селекторна діафрагма, 7 - три проміжні лінзи, 8 - проективна лінза, 9 - ручки важелі, 10 - камера спостережен

В центрі анода зроблений отвір, через який прискорені електрони пролітають крізь анод і попадають у колону [3].

Для первинного керування пучком між анодом і катодом є проміжний електрод, який збирає електрони в первинний пучок і регулює його діаметр, що впливає на яскравість. Перша конденсорна лінза - конденсор 1 відповідає за переміщення пучка, для чого використовується дві ручки “Переміщення” з лівого і правого боку від колони, які розміщені на станині. Конденсор 2 регулює діаметр пучка, що регулюється ручкою “Інтенсивність” рисунок 1.5 [4].

Друга, вона ж нижня, частина - система формування зображення. Освітлювальна діафрагма - молибденова пластина, в якій зроблено отвір діаметрами 30, 60, 90 мкм. Вона стає на шляху пучка і відповідно пропускає через себе електрони, які попадають в цей діаметр. Освітлювальна діафрагма відрізає повільні електрони, а в центрі залишаються електрони з однаковою

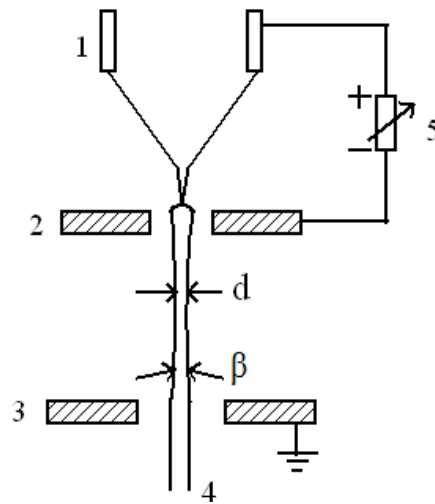


Рисунок 1.3 - Структурна схема електронно-променевої гармати: 1 - катод; 2 - проміжний електрод ; 3 - анод; 4 - пучок електронів; 5 - змінний резистор. Із роботи [3]

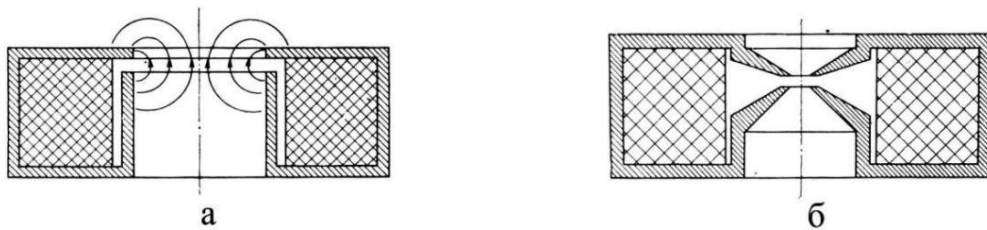


Рисунок 1.4 – Електромагнітні лінзи: електромагнітна лінза без полюсного наконечника (а) ; електромагнітна лінза з полюсним наконечником (б). Із роботи [3]

енергією, що прибирає спотворення зображення. В об'єктивну лінзу через шлюзову камеру за допомогою тримача вводиться зразок. Об'єктивна лінза - сильна лінза, яка створює початкове збільшення зображення в декілька тисяч разів. В об'єктивну лінзу також вводиться апертурна діафрагма що представляє собою молібденову пластину, як і освітлювальна, але з отворами меншого діаметру. Апертурна діафрагма відсікає дифраговані пучки. Далі розташована селекторна діафрагма , яка вводиться для того, щоб обрати меншу площу зображення , при цьому зменшиться яскравість.

Наступними в колоні розташовані три проміжні лінзи . Для забезпечення збільшення до 10^5 - 10^6 крат використовують слабкі лінзи, що розміщуються між

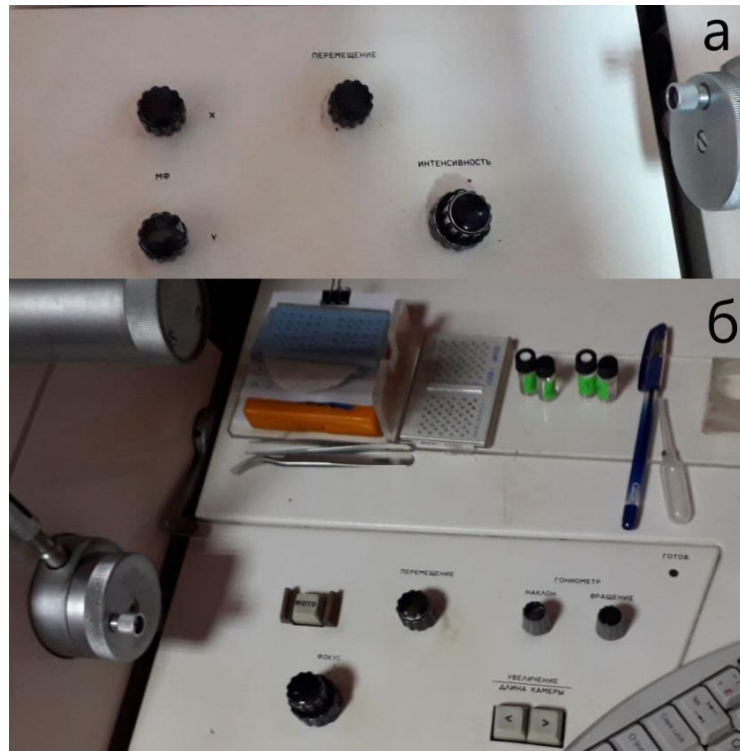


Рисунок 1.5 – Панелі керування ПЕМ-125К: Ліва панелі керування (а) ; права панель керування (б)

об'єктивом та проєктивом. Також їх використовують для повороту зображень. За проміжними лінзами йде сильна проєктивна лінза, збільшення якої не регулюється. Ручки важеля необхідні для переміщення зразка. Камера спостереження призначена для спостереження збільшеного зображення структури зразка.

По обидва боки від колони розташувались панелі керування, розберемось з їх призначенням. Ручки “Переміщення” на лівій і правій панелі керування впливають на положення коденсорних лінз, що в свою чергу призводить до переміщення пучка електронів.

Ручкою “Інтенсивність”, яка розміщена на лівій панелі керування регулюється діаметр пучка. Чим більший діаметр пучка, тим менша його яскравість. Ручками “Нахил” та “Обертання” (ручки гоніометра) у мікроскопі можливе переміщення зразка під електронним пучком, а також здійснюється його нахили. Ручка “Фокус” керує налаштуваннями об'єктивної лінзи, збільшує/зменшує різкість зображення. Ручки



Рисунок 1.6 – Елементи вакуумної системи : 1 – шлюзова камера, 2 – магніторозрядний насос, 3 – дюар

“БФ”(багатофункціональна ручка) змінюють своє призначення залежно від режиму роботи ПЕМ. Ручки “Збільшення/Довжина камери” в режимі дифракції змінюють довжину камери і збільшують кратність зображення в інших режимах.

Зліва на колоні розташовано дюар, в який заливають рідкий азот, що необхідно для охолодження зразка. Магніторозрядний насос потрібен для створення вакууму в колоні. Шлюзова камера призначена для введення зразку для його подальшого дослідження.

Блок живлення, розташований окремо від станини, та необхідний для подачі живлення на всі інші системи електронного мікроскопа. Через систему керування, представлену в вигляді звичайного комп'ютера обладнаного спеціальним ПО, здійснюється управління всіми конструктивними і програмними елементами мікроскопа. Під камерою спостереження розташовується фотокамера для реєстрації зображення на фотоплівці або фотопластинці . За своєю конструкцією фотокамери бувають: одно- або двохмагазинні.

На панелі індикації датчиків вакуума виведені дані подаються в мВ. Якщо показники датчиків знаходяться в червоній зоні (до 1,5 мВ) , то система не готова до роботи, бо магніторозрядний насос не вийшов в робочий режим. В

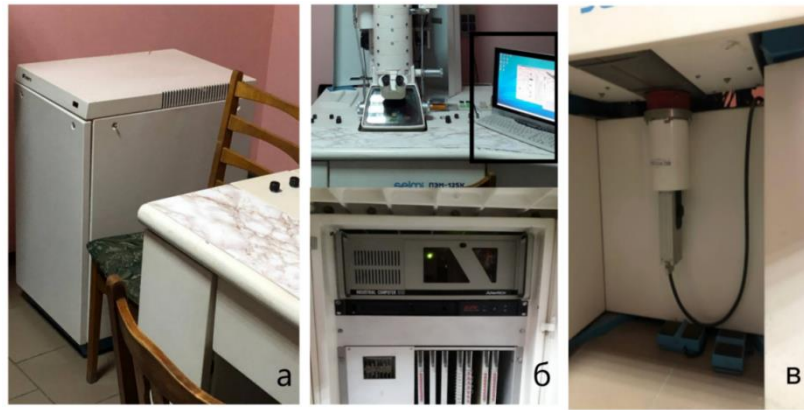


Рисунок 1.7 - Розміщення системи живлення, керування та реєстрації: блок живлення (а), комп'ютер (б), камера (в)

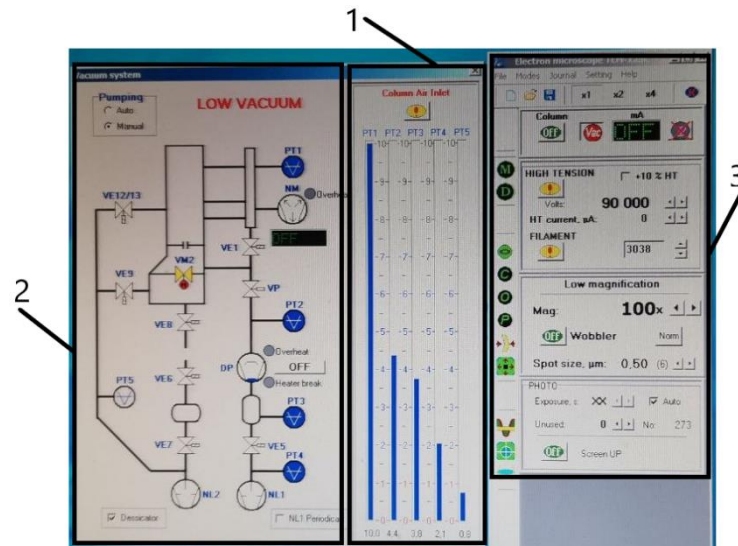


Рисунок 1.8 – Електронна система керування: 1 – датчики вакууму, 2 - схема вакуумної системи, 3 - панель керування

залежності від ступеня вакууму датчики тиску починають загоратись синім кольором , тобто сигналізують про вихід насоса в робочий режим.

Схема вакуумної системи наочно демонструє стан кожного елементу шляхом світоіндикації , за допомогою цієї схеми можна відкривати і закривати клапани, вмикати і вимикати насоси, також міняти режим роботи системи з ручного на автоматичний і навпаки.

За допомогою панелі керування можна тонко налаштувати роботу в певному режимі , а також вибирати в якому саме режимі працювати. Кнопка

Column вмикає/вимикає живлення лінз, кнопка High tension - високу напругу, кнопка Filament - розжарення катоду. Перехід в режим дифракції здійснюється через кнопку D, а в режим мікродифракцій - M, також через цю панель вмикається режим світлого Bright і темного Dark поля. За допомогою кнопки Screen Up відбувається підняття предметного столика.

1.2. Режими роботи ПЕМ

Режим дифракції проявляється у формуванні на екрані електронного мікроскопу дифракційної картини від кристалічного об'єкту. При умові, що зразок достатньо тонкий, площа поперечного перерізу пучка рівна площі зразка, з якого утворюється дифракційна картина [5].

На дифракційній картині видно від 3 до 6 дифракційних кілець. Проте по останньому дифракційному кільцю не завжди можна з достовірними даними визначити параметр кристалічної ґратки та дослідити фазовий склад зразка. Це пов'язано з тим, що відбувається обрізання внутрішніми отворами лінз частини електронного пучка [6]. Дифракційна приставка дає можливість виправити цей недолік, розмістивши зразок нижче проєктивної лінзи, необхідно здійснити нахил зразка відносно падаючого пучка, при цьому дослідження необхідно проводити в діапазоні температур зразка від -150 до 800 °C [3].

Режим мікродифракції - це дослідження обраної області дифракційної картини зразка. Під час проходження сфокусованим променем кристалічного



Рисунок 1.9 – Зовнішній вигляд дифракційної приставки Із роботи [3]

зразка, електрони розсіюються відповідно закону Брега. Пучки, що розсіюються під кутом від <1 до 2° фокусуються об'єктивною лінзою, формуючи дифракційну картину в задній фокальній площині лінзи. Коли проміжна й проєкційна лінзи налаштовані правильно, зображення в задній фокальній площині об'єктива проєктує достовірну дифракційну картину на екрані. Саме селекторна діафрагма при мікродифракції дозволяє отримати електроннограму від обмежених малою площею областей зразка.

Оптична сила проміжної лінзи зменшується, поки зображення у задній фокальній площині об'єктивної лінзи не сфокусується у площині зображення проміжної лінзи - за таких умов можна отримати мікродифракційну картину. Фактично проміжна лінза працює у режимі нульових збільшень [7].

Основними джерелами спотворення дифракційної картини при мікродифракції є сферична аберація та неправильне фокусування об'єктива. Завдяки селекторній діафрагмі можна обирати ділянку для дослідження з мінімальними розмірами. Мінімальний можливий діаметр селекторної діафрагми - 5 мкм.

Режим роботи ПЕМ, в якому на екрані мікроскопа спостерігається збільшене зображення кристалічної структури об'єкта відповідає світлопольному

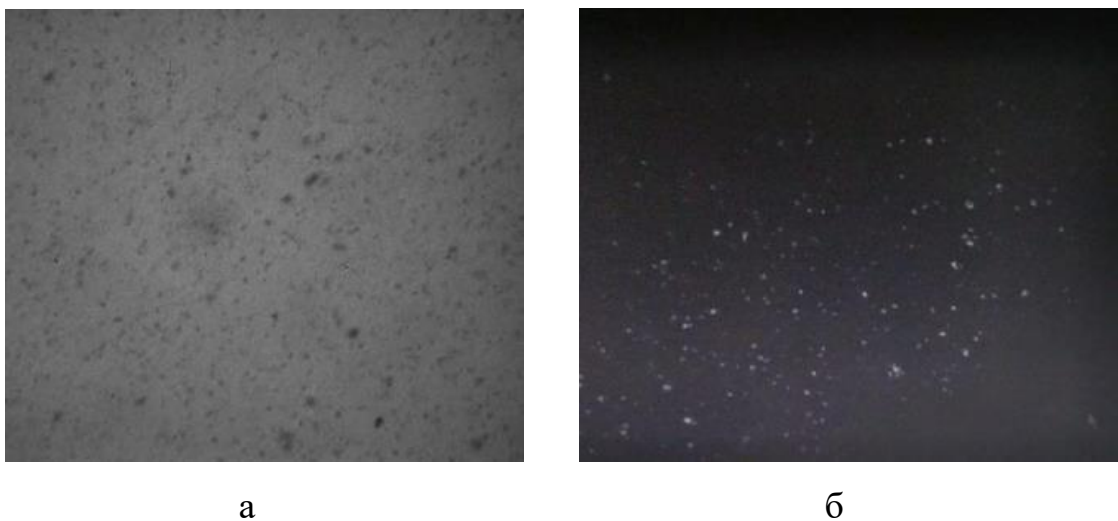


Рисунок 1.10 – Мікрознімок кристалічної структури Al в світлопольному (а) та темнопольному (б) режимах. Із роботи [2]

методу. На рисунку 1.10 показано зображення кристалічної структури плівки Al, отримана в режимі світлого поля.

При роботі у цьому режимі, зображення створюється за рахунок пучка електронів, що пройшов, коли апертурна діафрагма відтинає дифраговані пучки. ПЕМ використовує всі лінзи колони, при чому освітлювальна та апертурна діафрагми введені в систему[3].

Зразок орієнтований так, щоб відбиття систематичної послідовності вищого порядку точно відповідали умовам дифракції. Зображення формується пучком електронів, який пройшов. Висока інтенсивність фону робить фокусування легким, при цьому час експозиції короткий, що зведе ризик погіршення роздільної здатності через механічну чи іншу нестабільність пристрою до мінімуму [8].

Другим конденсатором і струмом пучка регулюється яскравість зображення. Зображення фокусується об'єктивом. Збільшення здійснюється проміжною лінзою.

Режим темного поля — це режим спостереження за дифракцією електронів на кристалічному зразку. При вимкненні об'єктива або зміні фокуса на екрані з'являється дифракційна картина у вигляді світлих максимумів на темному полі. Це пояснюється тим, що атоми розташовані так, що кристал можна розглядати як просторову дифракційну решітку електромагнітних хвиль.

Режим темного поля реалізується на приладі ПЕМ-125К наступним чином: Змістити апертурну діафрагму так, щоб перекрити пройшовший пучок і відкрити шлях для дифрагованого пучка, тобто встановити апертурну діафрагму саме на шляху дифрагованого пучка. Нахилити освітлювальну систему таким чином, щоб пройшовший пучок відхилився на перний кут, а дифрагований став спрямований унапрямку оптичної осі.

Найпростіший спосіб отримати зображення в темному полі — розмістити апертурну діафрагму на шляху променя, але оскільки дифрагований промінь нахилений відносно осі лінзи, це суттєво обмежує роздільну здатність через сферичну аберацію. Тому використання діафрагми

зменшує роздільну здатність зображення. Через це застосовують нахил системи освітлення при роботі в режимі темного поля. Для спрощення роботи в режимі темного поля ПЕМ має систему відхилення електронного променя, яка дає результати, подібні до нахилу системи освітлення [9].

1.3. Використання методу ПЕМ при дослідженні феромагнітних плівкових наноструктур

Методи просвічуючої електронної мікроскопії та електроннографії широко використовуються при дослідженні особливостей структурно-фазового стану одно- та багатокомпонентних плівкових матеріалів. Застосування даних методів дозволяє проаналізувати фазовий стан зразків свіжосконденсованих зразків та зміни у фазовому стані, які можуть виникнути внаслідок протікання конденсаційно-стимульованої дифузії під час осадження або термодифузії під час термообробки. Також використання електроннографічного методу дозволяє проаналізувати зміни у фазовому стані зразків при зміні концентрації компонент у багатокомпонентних зразках. Аналіз кристалічної структури дозволяє провести комплексний аналіз електрофізичних чи магніторезистивних властивостей.

Так, наприклад у роботі [10] використовуючи метод просвічуючої електронної мікроскопії та електроннографії було показано як змінюється фазовий стан та кристалічна структура плівок сплаву $\text{Ni}_x\text{Fe}_{1-x}/\text{П}$ у залежності від концентрації атомів Fe (рис. 1.11). Зокрема, було показано, що зразки товщиною 25 нм мають лабіринтну структуру, характерну для плівок феромагнітних металів. При цьому зразки при $c_{\text{Fe}} = 25$ і 50 ат.% мають двофазний склад: ГЦК- FeNi_3 (структурний тип Cu_3Au) у поєднанні з ГЦК-NiFe (структурний тип CuAu) відповідно з параметрами ґраток $a = 0,354 \pm 0,001$ нм та $a = 0,359 \pm 0,001$ нм. Збільшення концентрації атомів Fe до $c_{\text{Fe}} = 75$ ат.% спричиняє фазовий перехід і формування ОЦК-ґратки з параметром $a = 0,286 \pm 0,001$ нм. Також авторами роботи [10] було встановлено, що в

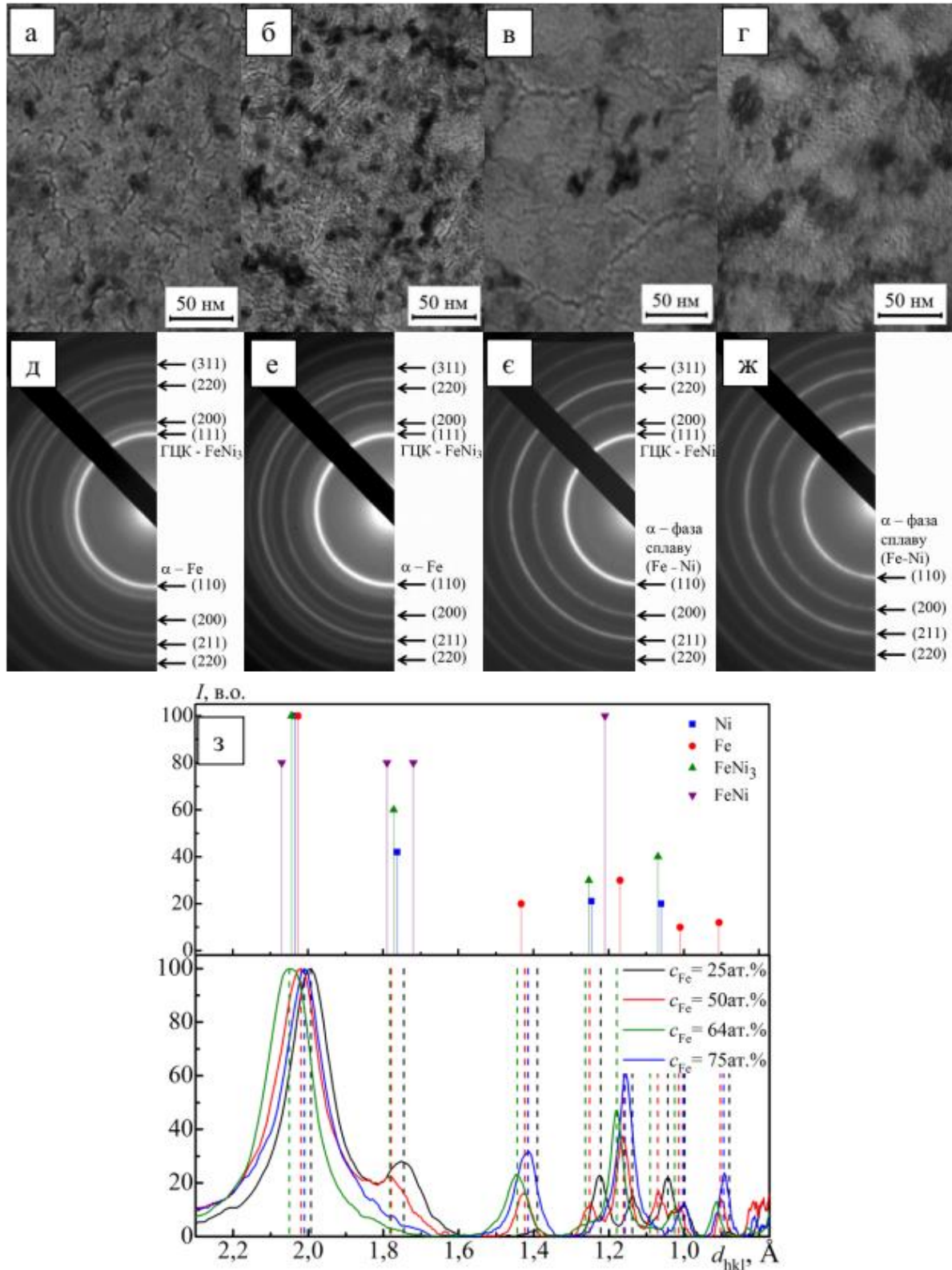


Рисунок 1.11 - Кристалічна будова (а – г), електронограми (д – ж) плівок Fe_xNi_{1-x} із концентрацією *c*_{Fe}, ат.‰: 25 (а, д), 50 (б, е), 64 (в, є) і 75 (г, ж) та спектр дифракції (з). Символами ■, ●, ▲ та ▼ позначені місцеположення дифракційних ліній, що відповідають табличним даним. Із роботи [10]

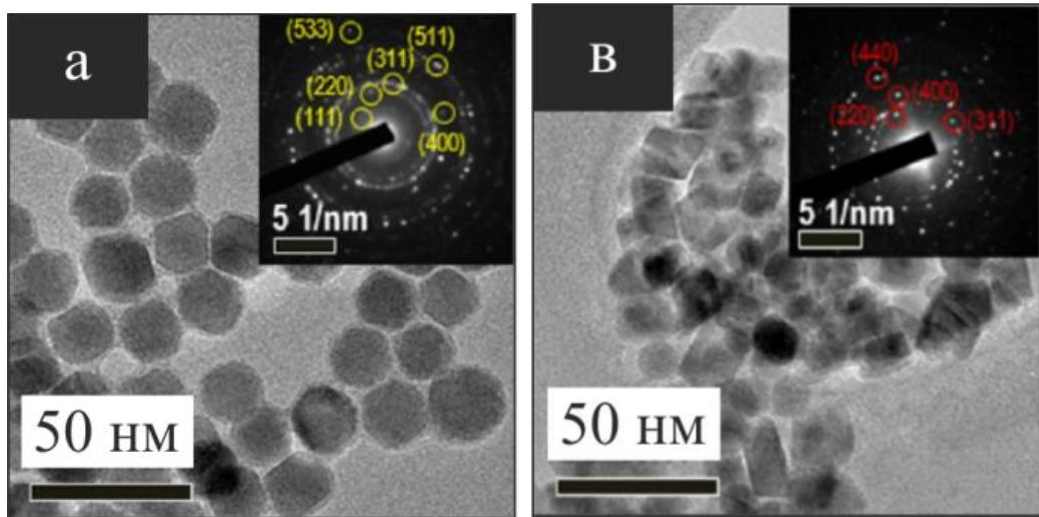


Рисунок 1.12 – Типові мікроснімки НЧ Fe_3O_4 (а) а CoFe_2O_4 (б) отримані методом просвічуючої електронної та дифракційні картина на вставках, отримані електронографічним методом для НЧ Fe_3O_4 та CoFe_2O_4 . Із роботи [16]

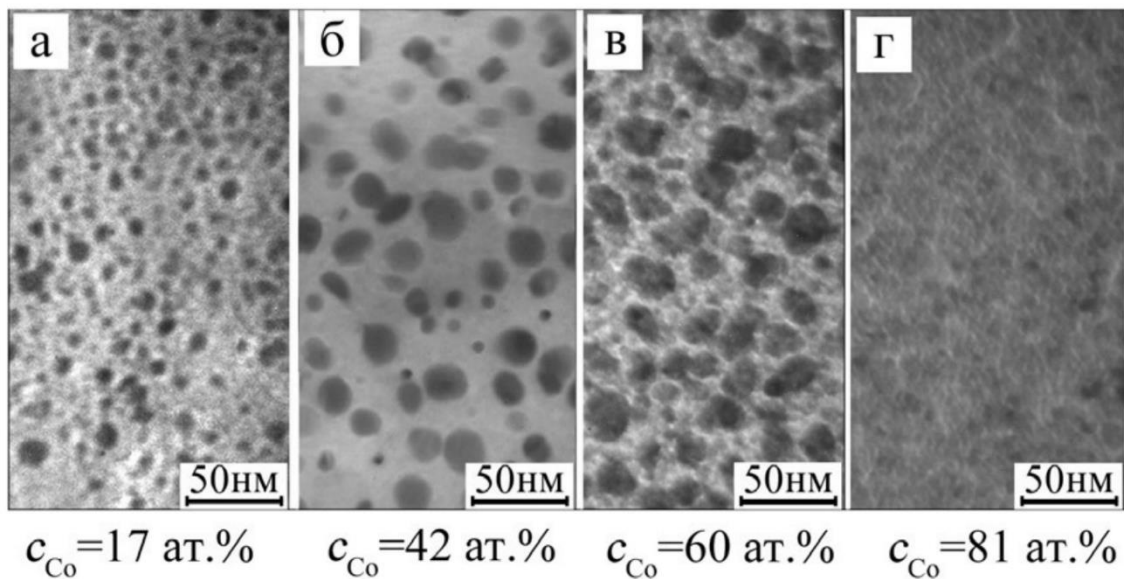


Рисунок 1.13 – Мікроснімки кристалічної структури наноструктурованих зразків, сформованих на основі Co і Ag загальною товщиною $d = 20$ нм. Із роботи [17]

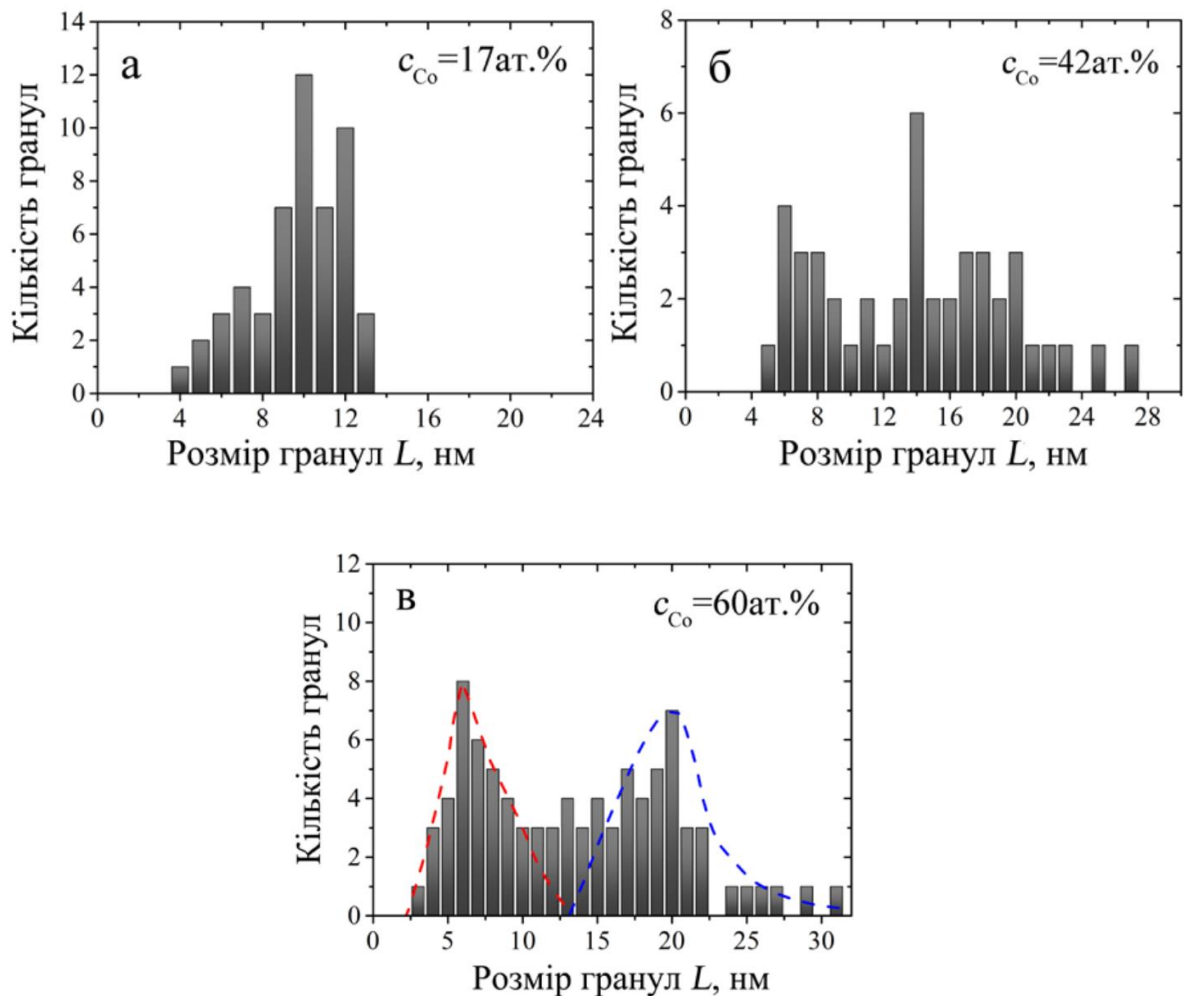


Рисунок 1.14 – Гістограми розподілу розміру гранул Co наноструктурованих зразків сформованих на основі Co і Ag загальною товщиною $d = 20$ нм. Із роботи [17]

деяких випадках (при $c_{Fe} = 75$ ат.%) фіксується двофазний склад: ГЦК-FeNi + α -фаза (Fe Ni) (рис. 1.11). Разом з тим двофазний склад ГЦК-FeNi₃ + ГЦК-FeNi не спостерігався через різні температурні інтервали їх стабілізації [11]. До того зазначено, що вузька область гомогенності фаз FeNi₃ і FeNi сприяє появі кристалітів ОЦК-Fe із параметром ґратки $a = 0,284 \pm 0,002$ нм. Так зразки із концентрацією $c_{Fe} = 25$ і 50 ат.% мають двофазний склад, а саме ГЦК-FeNi₃ + ОЦК-Fe або ГЦК-FeNi + ОЦК-Fe. При цьому концентрація зерен ОЦК-Fe є незначною. Аналогічну особливість спостерігали і автори роботи [12]. Автори робіт [13-15] аналізуючи фазовий стан плівкових сплавів Fe_xNi_{1-x}/П встановили,

що при $c_{\text{Fe}} = 20\text{-}50$ ат.%, мають однофазний склад (ГЦК- FeNi_3 або ГЦК- FeNi). При цьому на формування фазового стану не впливає метод отримання зразків.

Автори роботи [16] використовуючи метод просвічуючої електронної мікроскопії отримала мікрознімки кристалічної структури для наночастинок Fe_3O_4 та CoFe_2O_4 виготовлених методом термолізу. Це дозволило визначити форму досліджуваних наночастинок та встановити їх середній розмір, що має принципове значення при аналізі їх магнітних та властивостей.

Автори роботи [17], аналізуючи результати електронно-мікроскопічних досліджень наноструктурованих зразків, сформованих на основі Co і Ag (рис. 1.13) встановили, як залежить середній розмір гранул та як змінюється їх розподіл за розмірами (рис. 1.14) у залежності від концентрації атомів Co в системі. Так, було показано, що гранули Co при $c_{\text{Co}} = 17$ ат.% мають середній розмір $L = 4\text{-}13$ нм, а при $c_{\text{Co}} = 42$ ат.% їх середній розмір зростає до $L = 5\text{-}27$ нм. При цьому відбувається зменшення відстані між ними. Подальше збільшення c_{Co} до 60 ат.% супроводжується зростання розкиду гранул за розмірами ($L = 3\text{-}31$ нм), а при $c_{\text{Co}} = 81$ ат.% відбувається утворення суцільної феромагнітної плівки [17].

РОЗДІЛ 2

МЕТОДИКА І ТЕХНІКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

2.1. Методика підготовки зразків для проведення електронно-мікроскопічних досліджень

Перш за все, до початку проведення будь-яких досліджень зі зраками необхідно привести самі зразки до належного стану, щоб мати коректні результати дослідження. Підготовку зразків до мікроскопічних досліджень фактично можна розділити на два основних етапи. Перший – підготовка підкладки до осадження на неї зрака. Важливий етап, так як від правильності виконання дій під час цього етапу залежить якість нанесення і рівномірність розподілу осаджуваної речовини. Процедура підготовки підкладки виглядає наступним чином – на кристали KCl осаджують плівку вуглицю з графітового стержня, далі сіль з тонкою вуглецевою плівкою за допомогою пінцету поміщають в деіонізовану воду з невеликою кількістю ацетону так щоб KCl розтворився в воді, а плівка плавала на її поверхні. За допомогою пінцету і

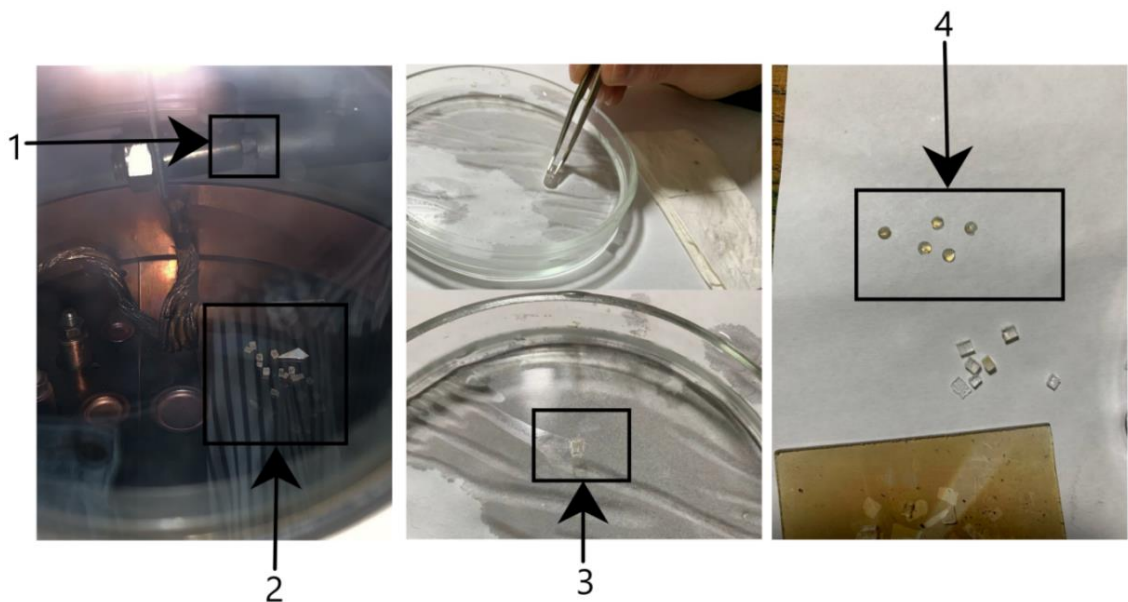


Рисунок 2.1 – Підготовка підкладки до осадження на неї зрака: 1 - графітовий стержень; 2 - кристали KCl; 3 - вуглецева плівка; 4 - мідна сітка покрита вуглецевою плівкою

мідної сітки виловлюють вуглицеві плівки з води так щоб вона рівномірно нанеслась на сітку і не пошкодилась при цьому. Другий етап - електронно-променево осадження зрака на підкладку - є основним в підготовці зразка до мікроскопічних досліджень, так як саме на цьому етапі ми формуємо зразок до того стану в якому помістимо його в колону мікроскопа перед безпосереднім досліджування.

Зразки осаджувалися у вакуумній камері ВУП-5М за допомогою методики одночасної конденсації методом електронно-променевого випарування при кімнатній температурі та тиску залишкових газів 10^{-4} Па (рис. 2.2). Швидкість конденсації складала 3-5 нм/хв. Конденсація проводилася на мікроскопічні сіточки з попередньо нанесеними плівками вуглецю для дослідження структурно-фазового стану зразків. Схема розміщення електронно-променевих гармат у вакуумній камері приладу представлена на рисунку 2.3. Наважки $Ni_{80}Fe_{20}$ та Au розташовувалася безпосередньо на анодах електронно-променевих гармат, які бомбардувалися електронами, що емітували з катодів під дією напруги 1 кВ [18]. Осадження проводилося за температури підкладки $T_{\text{п}} = 300\text{K}$. Контроль товщини кожного шару (з точністю до 10%)

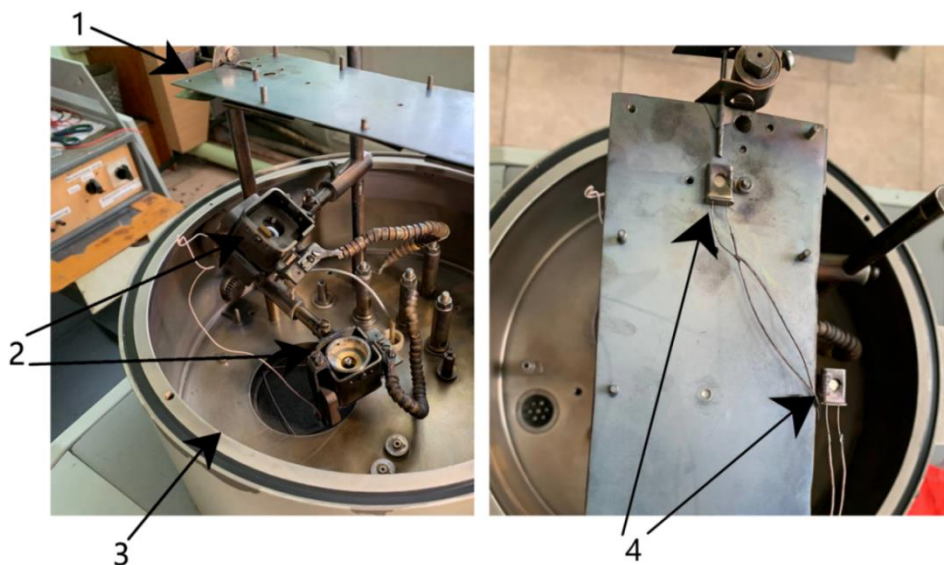


Рисунок 2.2 – Схема робочої камери установки ВУП-5М: 1 – тримач підкладок, 2 – електронно-променеві гармати; 3– робоча камера, 4 - кварцеві резонатори

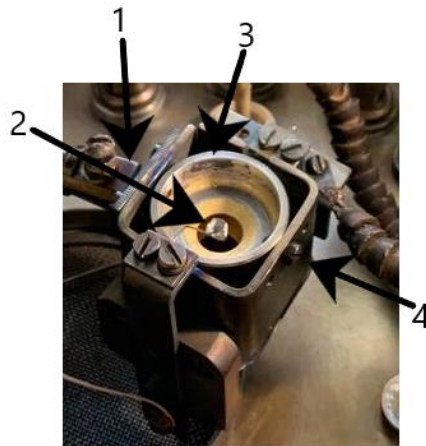


Рисунок 2.3 – Електронно-променева гармата: 1 – корпус; 2- вольфрамовий анод із наважкою; 3 – катод; 4 – керамічна ізоляція

проводився за допомогою системи із двох незалежних кварцевих резонаторів. Використовувалися кварцові пластини РГ-08 з резонансною частотою 6 МГц, стабілізоване джерело живлення Б5-50, приладами для вимірювання частоти Ф5035 або ЧЗ-34А [19].

За описаною вище методикою була отримана серія феромагнітних нанорозмірних плівкових систем $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20} + \text{Au})/\text{П}$ загальною товщиною 45 нм. На прикладі зразка з концентрацією атомів Au $c_{\text{Au}} = 30$ ат.% буде проведено дослідження структурно-фазового стану з використанням методів електроннографії та просвічуючої електронної мікроскопії. Також для коректного аналізу фазового стану зразків після конденсації були окремо отримані плівкові зразки компонентів системи $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}(45)/\text{П}$ та $\text{Au}(45)/\text{П}$ (в дужках товщина вказана у нм) та проведено аналіз їх структурно-фазового стану.

2.2. Методика дослідження структурно-фазового складу феромагнітних плівкових наноструктур

Методику дослідження фазового складу можна умовно розділити на два етапи. Перший етап - отримання електроннограми дифракційним методом на ПЕМ-125К (рис. 2.4). Другий етап - розшифровка електроннограми шляхом

використання п'яти фундаментальних рівнянь електроннографії [20].

Співвідношення 2.1 пов'язує кут розсіювання з міжплощинними відстанями та довжиною хвилі (закон Бреггів):

$$2d_{hkl} \cdot \sin \Theta = n \cdot \lambda , \quad (2.1)$$

де d_{hkl} - міжплощинна відстань (hkl – індекси Міллера); n – порядок відбиття хвилі (в електроннографії $n=1$); Θ – кут відбиття; λ – довжина хвилі.

Співвідношення 2.2 пов'язує сталу приладу з діаметром дифракційних кільця. Через те, що кути Θ приблизно дорівнюють (2 – 4), можна записати $\text{tg} 2\Theta \cong \sin 2\Theta \cong 2\Theta = D/2L$. Із (2.3) визначаємо 2Θ як відношення $2\lambda/2d_{hkl} = \lambda/d_{hkl}$. Звідси:

$$D/2L = \lambda/d_{hkl} \text{ або } D \cdot d_{hkl} \cong 2L \cdot \lambda \quad (2.2)$$

Величина $2L \cdot \lambda = C$ - :

$$C = 2L \cdot \lambda = (D \cdot d_{hkl}) \quad (2.3)$$

Сталу приладу визначають за допомогою електроннограми від еталонного зразка з відомими міжплощинними відстанями (це плівки Al, Au, Ag, NaCl, TlCl, MgO) . Знаючи C , ми можемо знайти d_{hkl} для невідомого зразка та визначити параметри решітки та її тип [20].

Для визначення стала приладу потрібно визначити діаметри кільця на електроннограмі еталону , як можна точніше ($\pm 0,1$ мм). Для розрахунків електроннограм від невідомого зразка необхідно скористатися 2.4, 2.5 та 2.6 співвідношеннями. Третім рівнянням може бути квадратична форма, яка у випадку кубічної сингонії має такий вигляд [20]:

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a_{hkl}^2} \quad (2.4)$$

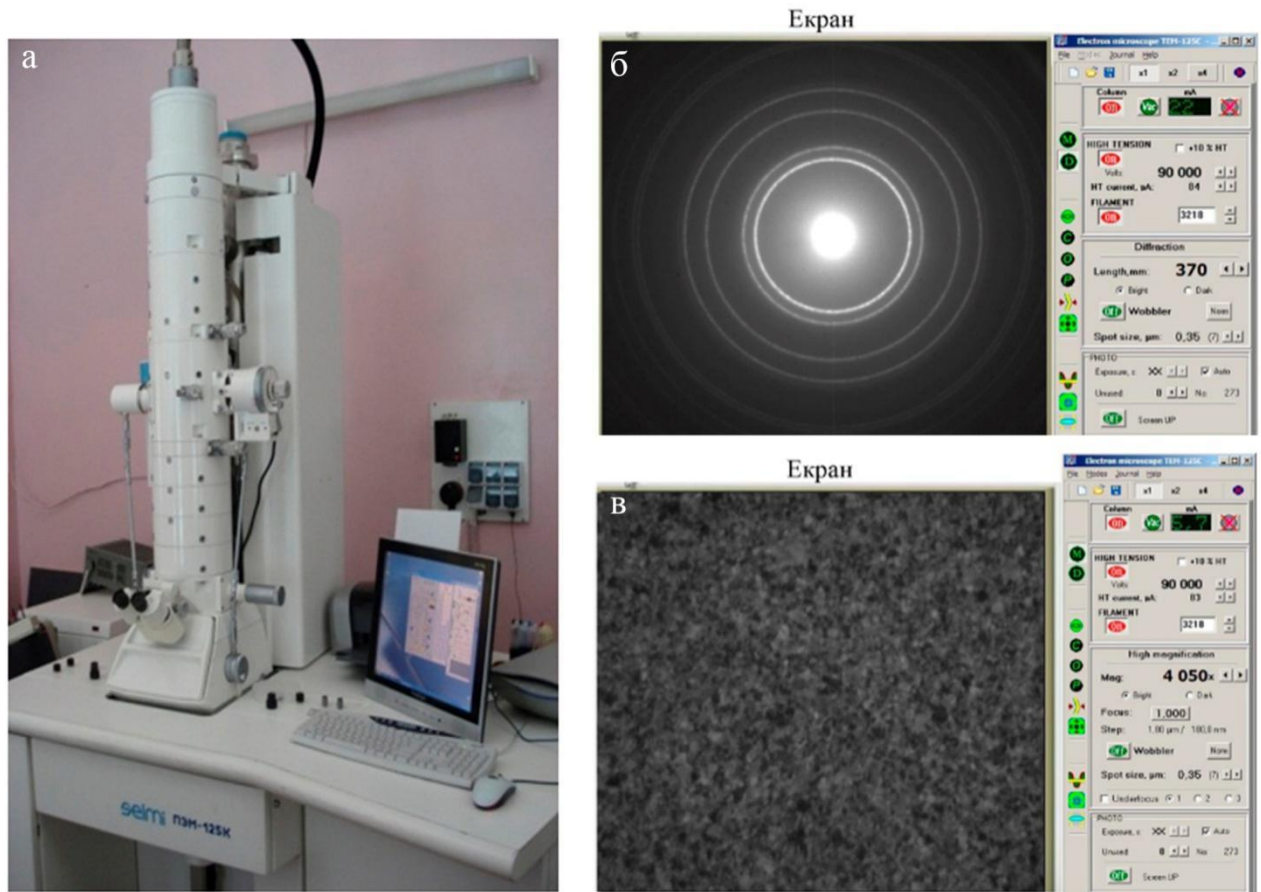


Рисунок 2.4 - Зовнішній вигляд приладу ПЕМ-125К (а) та скріншоти програми при роботі в режимі дифракція (б) та режимі великих збільшень (б)

З 2.4 випливають 2.5 і 2.6 рівняння електронографії

$$\frac{1}{d_{h_1k_1l_1}^2} : \frac{1}{d_{h_2k_2l_2}^2} : \frac{1}{d_{h_3k_3l_3}^2} : \dots = (h_1^2 + k_1^2 + l_1^2) : (h_2^2 + k_2^2 + l_2^2) : (h_3^2 + k_3^2 + l_3^2) : \dots \quad (2.5)$$

$$a_{hkl} = d_{hkl} \cdot \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (2.6)$$

Дослідження кристалічної структури зразка відбувається в режимі великих збільшень (т.зв. «світле поле»). У цьому режимі, зображення формується пройшовшим променем електронів, коли апертурна діафрагма відтинає дифраговані пучки. У мікроскопі задіюються всі лінзи колони, введені апертурні та освітлювальна діафрагми.

РОЗДІЛ 3

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ РЕЗУЛЬТАТИ

Дослідження фазового стану та кристалічної структури феромагнітних плівкових наноструктур та їх складових компонент, проводяться з метою комплексного аналізу їх фізичних властивостей (електрофізичних, електромеханічних, магнітооптичних, магніторезистивних тощо). У випадку феромагнітних плівкових наноструктур періодичного типу (багатошарові структури та мільтишари, спін-вентельні структури) аналіз процесів фазоутворення дозволить отримати додаткову інформація про стан меж подіту, т.зв. інтерфейсів, а саме про їх стабільність чи навпаки не стабільність. У випадку структур, сформованих методом одночасної конденсації (гранульовані структури, композити) за даними методу просвічуючої електронної мікроскопії можна судити про середній розмір зерен компонент систем. Особливо це важливо з точки зору аналізу магніторезистивних властивостей феромагнітних багатокомпонентних матеріалів. Також застосування методі просвічуючої електронної мікроскопії та електроннографії дозволяють визначити вплив умов осадження (температура підкладки, швидкість осадження, ступінь вакууму) на фазовий стан та кристалічну структуру зразків.

Саме це була обумовлена мета даної роботи, яка полягає у дослідження кристалічної структури та фазового стану феромагнітних плівкових наноструктур, сформованих на основі пермалоевого сплаву $Ni_{80}Fe_{20}$ та Au методами електроннографії та просвічуючої електронної мікроскопії.

Для коректного аналізу фазового стану зразків після конденсації додатково було проведено аналіз структурно-фазового стану одношарових плівок $Ni_{80}Fe_{20}(45)/P$ та $Au(45)/P$ (в дужках товщина вказана у нм).

За методикою описаною у розділі 2, спочатку було проведено визначення сталої приладу. Еталонним зразком була обрана плівка Al, яка забезпечує точність $\pm 0,001$ нм [20]. На рисунку 3.1 представлена типова дифракційна картина від плівки $Al(50)/P$, а результати розрахунку сталої приладу за

співвідношенням (2.4) зведені у таблиці 3.1.

На рисунки 3.1-3.3 представлені мікроснімки кристалічної структури та дифракційні картини для зразків Au(45)/П, Ni₈₀Fe₂₀(45)/П та (Ni₈₀Fe₂₀+Au)/П при $c_{Au} = 30$ ат.% і $d = 45$ нм відповідно. Результати розрахунку електронограм зведені у таблицях 3.1-3.3.

Проаналізуємо спочатку мікроснімки кристалічної структури та дифракційні карти для складових компонентів (Au(45)/П, Ni₈₀Fe₂₀(45)/П) досліджуваного зразка (Ni₈₀Fe₂₀+Au)/П при $c_{Au} = 30$ ат.% і $d = 45$ нм. Дифракційні дослідження одношарових плівок Au, показали, що їх фазовий

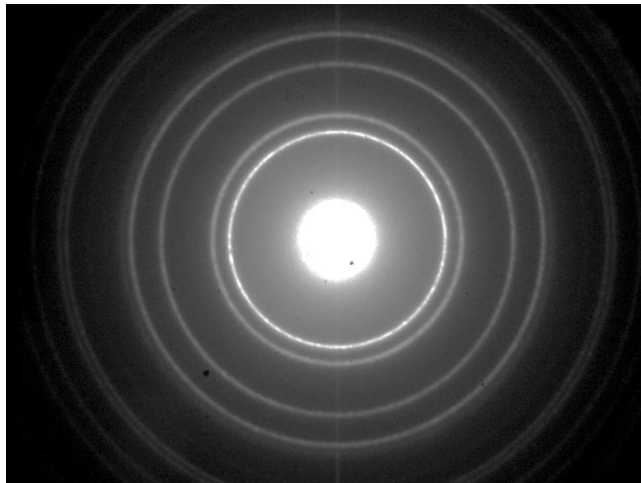


Рисунок 3.1 – Дифракційна картина від плівки Al ($d = 30$ нм)

Таблиця 3.1 – Визначення сталої приладу

| № | D , мм | | | hkl | d_{hkl} , нм | $C = D \cdot d$, мм·Å |
|-------------------|----------|-------|----------|-------|----------------|------------------------|
| | D_1 | D_2 | $D_{ср}$ | | | |
| 1 | 161 | 163 | 162 | 111 | 0,2338 | 37,875 |
| 2 | 187 | 188 | 187,5 | 200 | 0,2038 | 38,212 |
| 3 | 265 | 265 | 265 | 220 | 0,1432 | 37,942 |
| 4 | 310 | 312 | 311 | 311 | 0,1221 | 37,973 |
| $C = 38,002$ мм·Å | | | | | | |

D_1 та D_2 – діаметри кілець у двох взаємно перпендикулярних напрямках

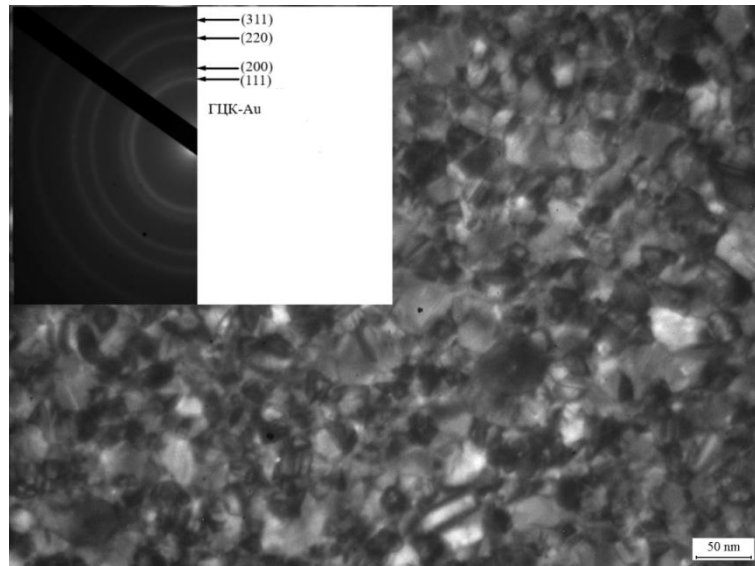


Рисунок 3.2 – Дифракційні картина (на вставці) та кристалічна структура від плівки Au(45)/П після конденсації

Таблиця 3.2 – Розшифровка дифракційної картини плівок Au(45)/П після конденсації

| Плівка | № | d_{hkl} , нм | hkl | фаза | a_{hkl} , нм | d_{hkl}^0 , нм [21] |
|---|---|----------------|-------|--------|----------------|-----------------------|
| Au | 1 | 0,2361 | 111 | ГЦК-Au | 0,4089 | 0,235 |
| | 2 | 0,2029 | 200 | | 0,4058 | 0,203 |
| | 3 | 0,1439 | 220 | | 0,4070 | 0,1439 |
| | 4 | 0,1233 | 311 | | 0,4089 | 0,1227 |
| \bar{a} (ГЦК-Au) = 0,4076 нм $a_0 = 0,4078$ нм | | | | | | |

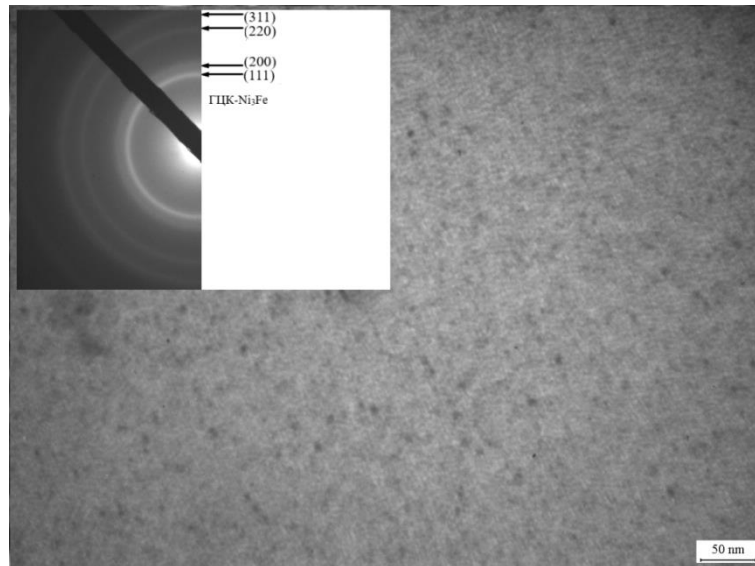


Рисунок 3.3 – Дифракційна картина (на вставці) та кристалічна структура від плівки $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}(45)/\text{П}$ після конденсації

Таблиця 3.3 – Розшифровка дифракційної картини плівок $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}(45)/\text{П}$ після конденсації

| Плівка | № | d_{hkl} , нм | hkl | фаза | a_{hkl} , нм | d_{hkl}^0 , нм [22] |
|--|---|----------------|-------|-----------------------------|----------------|-----------------------|
| $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ | 1 | 0,204 | 111 | ГЦК- Ni_3Fe | 0,3533 | 0,2044 |
| | 2 | 0,1761 | 200 | | 0,3522 | 0,1772 |
| | 3 | 0,1251 | 220 | | 0,3538 | 0,1253 |
| | 4 | 0,1066 | 311 | | 0,3535 | 0,1069 |
| \bar{a} (ГЦК- Ni_3Fe) = 0,3532 нм | | | | | | |
| $a_0 = 0,3545$ нм | | | | | | |

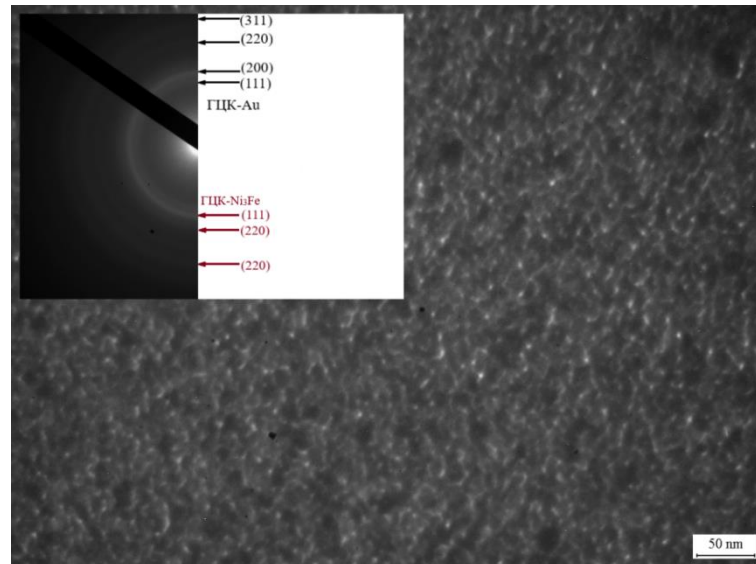


Рисунок 3.4 – Дифракційні картина та кристалічна структура від плівки $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20} + \text{Au})/\text{П}$ загальною товщиною 45 нм при $c_{\text{Au}} = 30$ ат.%

Таблиця 3.3 – Фазовий склад зразка $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20} + \text{Au})/\text{П}$ загальною товщиною $d = 45$ нм після конденсації

| № | $d_{hkl}, \text{нм}$ | hkl | фаза | $a_{hkl}, \text{нм}$ | $d_{hkl}^0, \text{нм}$ [21, 22] |
|--|----------------------|-------|------------------------|----------------------|---------------------------------|
| 1 | 0,2350 | 111 | ГЦК-Au | 0,4070 | 0,235 |
| 2 | 0,2038 | 111 | ГЦК-Ni ₃ Fe | 0,3529 | 0,2044 |
| | | 200 | ГЦК-Au | 0,4076 | 0,203 |
| 3 | 0,1779 | 200 | ГЦК-Ni ₃ Fe | 0,3558 | 0,1772 |
| 4 | 0,1435 | 220 | ГЦК-Au | 0,4058 | 0,1439 |
| 5 | 0,1258 | 220 | ГЦК-Ni ₃ Fe | 0,3558 | 0,1253 |
| 6 | 0,1228 | 311 | ГЦК-Au | 0,4072 | 0,1227 |
| \bar{a} (ГЦК-Ni ₃ Fe) = 0,3548 нм; $a_0 = 0,3545$ нм. \bar{a} (ГЦК-Au) = 0,4069 нм; $a_0 = 0,4078$ нм. | | | | | |

склад відповідає ГЦК-Au із середнім параметром ґратки $\bar{a}(\text{Au}) = 0,4076$ нм, що відповідає табличним значенням для масивних зразків $a_0(\text{Au}) = 0,4078$ нм (табл. 3.2). Аналіз мікрознімків кристалічної структури (рис. 3.2) показав, що плівка Au крупнокристалічна, середній розмір кристалітів становить $L = 30$ нм. Середній розмір кристалітів визначався за співвідношенням $L_{\text{сер}} = \frac{N_1 \cdot L_1 + N_2 \cdot L_2 + \dots + N_n \cdot L_n}{N_1 + N_2 + \dots + N_n}$, де $L_{i(i=1, 2, \dots, n)}$ – розмір кристалітів, який визначався за допомогою програмного забезпечення Altami Studio; N_i – кількість кристалітів [20].

Електронографічні дослідження зразка $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}(45)/\text{П}$ показали, що плівка має ГЦК-ґратку (рис. 3.3), а параметр ґратки становить величину \bar{a} (ГЦК- Ni_3Fe) = 0,3532 нм (табл. 3.3), що відповідає даним для масивного матеріалу $a_0(\text{Ni}_3\text{Fe}) = 0,3545$ нм. Кристалічна структура зразка дрібнодисперсна, лабіринтна, з середнім розміром зерна $L = 5$ нм. Така структура характерна для плівок феромагнітного пермалоевого сплаву $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ [21].

Аналіз електронограм системи $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20} + \text{Au})/\text{П}$ свідчить про наступне. По-перше, на електронограмі фіксуються лінії, що належать двом ГЦК ґраткам (рис. 3.4). Розшифровка електронограм (табл. 3.4) показала, що ці лінії належать ГЦК- Ni_3Fe та ГЦК-Au, що відповідає фазовому стану складових компонент системи. Розрахунки параметрів ґраток ($a(\text{ГЦК-Au}) = 0,4078$ нм та $a(\text{ГЦК-Ni}_3\text{Fe}) = 0,3548$) свідчить про відповідність параметрам ґраток для його складових компонент та табличним даним. Слід також відмітити, що ліній з міжплощинними відстанями Аналізуючи розподіл інтенсивностей ліній на електронограмах слід зазначити, що лінії $d_{200}(\text{Ag})$ і $d_{111}(\text{Ni}_3\text{Fe})$ та $d_{311}(\text{Ag})$ і $d_{220}(\text{Ni}_3\text{Fe})$ фактично співпадають, що призводить до перерозподілу інтенсивностей на дифракційній картині.

Аналізуючу кристалічну структуру зразка $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20} + \text{Au})/\text{П}$, що вона є нанорозмірною з середнім розміром зерна $L = 10-12$ нм. Внаслідок реалізацію методу одночасні конденсації відпивається сповільнення росту зерен немагнітної компоненти[24].

ВИСНОВКИ

1. Метод просвічуючої електронної мікроскопії може бути реалізований за допомогою просвічуючого електронного мікроскопу ПЕМ-125К. Розглянуто конструкцію та принцип роботи структурних елементів даного приладу, а також порядок роботи з використанням спеціального програмного забезпечення до нього. Визначені особливості роботи на даному приладі в режимі «дифракція» та «світле поле»..

2. Метод просвічуючої електронної мікроскопії у поєднанні з методом електроннографії широко використовується при дослідженні особливостей структурно-фазового стану одно- та багатоконпонентних плівкових матеріалів, визначити характер розподілу зерен магнітної компоненти у немагнітній матриці, визначити форму наночастинок та встановити їх середній розмір.

3. Використовуючи метод просвічуючої електронної мікроскопії та електроннографії було проведено дослідження структурно-фазового стану одношарових плівок $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}(45)/\text{П}$ та $\text{Au}(45)/\text{П}$ та сформованої на їх основі феромагнітної нанорозмірної плівкової системи $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20} + \text{Au})/\text{П}$ з концентрацією атомів Au $c_{\text{Au}} = 30$ ат.%.

4. Фазовий склад феромагнітної нанорозмірної плівкової системи $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20} + \text{Au})/\text{П}$ є двофазним та відповідає ГЦК- Ni_3Fe + ГЦК-Au із параметрами ґратки $a(\text{ГЦК-Ni}_3\text{Fe}) = 0,3548$ нм та $a(\text{ГЦК-Au}) = 0,4069$ нм, що відповідає комбінації фаз складових компонент системи. Перерозподіл інтенсивностей на електроннограмі відбувається внаслідок накладання ліній $d_{200}(\text{Ag})$ і $d_{111}(\text{Ni}_3\text{Fe})$ та $d_{311}(\text{Ag})$ і $d_{220}(\text{Ni}_3\text{Fe})$.

5. Кристалічна структура зразка $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20} + \text{Au})/\text{П}$ є нанорозмірною з середнім розміром зерна $L = 10-12$ нм. Це пов'язано з тим що внаслідок реалізацію методу одночасної конденсації відбувається сповільнення росту зерен немагнітної компоненти.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. <https://www.docsity.com/ua/elektronniy-mikroskop/1111820/> – Зародження електронної оптики (дата доступу 14.05.2022 р.).
2. Lyashenko O.A. Using the Scanning Electron Microscopy for diagnostics of a surface of semiconductors: the graduation research, 2003. – 43 p.
3. Проценко І.Ю., Чорноус А.М., Проценко С.І. Прилади і методи дослідження плівкових матеріалів / За загальною редакцією проф. І.Ю. Проценка: Навчальний посібник. – Суми: Вид-во СумДУ, 2007. – 264 с.
4. Гірін О.Б., Овчаренко В.І. Методичні вказівки до виконання лабораторного практикуму з розділу «Прикладний електронно-мікроскопічний аналіз матеріалів» з дисципліни «Прикладне матеріалознавство» для студентів ІV курсу механічного факультету та факультету КН та І. – Д.: ДВНЗ УДХТУ, 2017. – 35 с.
5. Бутенко Т.І., Колінько С.О., Ващенко В.А. Конспект лекцій з дисципліни «Контроль структури, елементного та фазового складу матеріалів» для здобувачів освітнього ступеня бакалавр за спеціальностями галузі знань 13 “Механічна інженерія” денної форми навчання. – Черкаси : ЧДТУ, 2021. – 75 с.
6. Пазуха І.М., Степаненко А.О. Методичні вказівки до лабораторних робіт з курсу «Електронна та іонна оптика» /– Суми: Вид-во СумДУ, 2012. – 31 с.
7. Загородній В.В. Локальні методи досліджень: підручник для студентів спеціальності 105 «Прикладна фізика та наноматеріали» /; КПІ ім. Ігоря Сікорського. – Електронні текстові дані – Київ: КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2019, - 323 с.
8. Grimley E.D., LeBeau J.M. Transmission Electron Microscopy (STEM and TEM), 2019. – P. 1-13.
9. <https://studfile.net/preview/9264363/page:9/> Режими роботи ПЕМ-125К (дата доступу 18.05.2022 р.)
10. Тищенко К.В. Електромеханічні властивості плівкових матеріалів на основі

- магнітних металів : дис. на здобуття наукового ступеня канд. фіз.-мат. наук за спеціальністю 01.04.07 – Фізика твердого тіла. – Суми : СумДУ, 2018. – 150 с.
11. Бібик В.В., Гричановська Т.М., Проценко І.Ю. Електрофізичні властивості плівкових систем на основі Ni та Fe // *Металлофіз. Новітні технології.* – 2005. – Т. 27, № 6. – С. 775 – 784.
 12. A study on electrodeposited Ni_xFe_{1-x} alloy films / M. Bedir, O.F. Bakkaloglu, I.H. Karahan [et al.] // *Pramana – J. Phys.* – 2006. – V. 66. – P. 1093 – 1104.
 13. Sim G.-D., Vlassak J.J. High-temperature tensile behavior of freestanding Au thin films // *Scripta Mater.* – 2014. – V. 75. – P. 34 – 37.
 14. Xiang Y., Vlassak J.J. Bauschinger and size effects in thin-film plasticity // *Acta Mater.* – 2006. – V. 54. – P. 5449 – 5460.
 15. Mechanical properties of electrodeposited permalloy thin film measured by using a tensile test / X. Li, G. Ding, H. Wang [et al.] // *Book of abstract 14th international solid-state sensors, actuators and microsystems conference [«Transducers 2007 »].* – 2007. – P. 555.
 16. Synthesis of core/shell spinel ferrite/carbon nanoparticles with enhanced cycling stability for lithium ion battery anodes / Yun-Ho Jin, Seung-Deok Seo, Hyun-Woo Shim [et al.] // *Nanotechnology.* – 2012. – V.23, №12. – P.125402–1 – 125402–6.
 17. Influence of the magnetic field on the structural characteristics of granular Co_xAg_{100-x} thin film alloys / I.O. Shpetnyi, V.Ya. Pak [et al.] // *Thin Solid Films.* – 2021. – V. 724 – P. 138613-1 – 138613-8.
 18. Структурно-фазовий стан, магніторезистивні та магнітні властивості плівок пермалою / Я. М. Литвиненко, І. М. Пазуха, О. В. Пилипенко [та ін.] // *Металлофіз. новейшие технол.* – 2015. – Т. 37, №10. – С.1001 – 1017.
 19. Тищенко К.В., Чешко І.В. Моделювання тензорезистивних властивостей плівкових матеріалів // *Матеріали міжнародної наукової конференції «Моделювання – 2010».* – Київ, 2010. – С. 229 – 234.
 20. Технологія одержання і фізичні властивості плівкових матеріалів та основи

- мікроелектроніки (практикуми): навчальний посібник / І.Ю.Проценко, Л.В.Однодворець. - Суми: Сумський державний університет, 2020. – 231 с.
21. Грінченко В.Ф., Митрохин О.В., Грінченко О.В. Кристалографія», частина 2. – К.: Вид-во «Київський університет», 1999 - 48 с.
22. Gasior W., Moser Z., Debski A. Heat of formation of FeNi70, FeNi73. 5 and FeNi80 ordered alloys from the homogenous region of the FeNi3 phase // J. Alloy. Compd. – 2009. – V.487. – P.132-137.
23. Structural-phase state, magnetoresistive and magnetic properties of permalloy films / Іа.М. Lytvynenko, І.М. Pazukha, О.В. Pylypenko [et al.] // Metallofiz. Noveishie Tekhnol. – 2015. – V.37, №10. – С.1377 –1393.
24. Жаботинський В.І., Логвинов А.М., Пазуха І.М. Структурно-фазовий стан нанорозмірних плівкових систем на основі пермалоєвого сплаву $Ni_{80}Fe_{20}$ та Au // Матеріали науково-технічної конференції «Фізика, електроніка, електротехніка ФЕМ :: 2022». – Суми: Сумський державний університет, Суми, 2022. – С. 34.