

## ЭЛЕКТРОННОМИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПЛЕНОК $MnBi$

Я. М. ПОГОСЯН, М. А. СОЛИМАН

В работе электронномикроскопическим методом исследован процесс отжига пленок  $MnBi$ , полученных вакуумной конденсацией отдельных компонент. Показано, что полученные поликристаллические пленки  $MnBi$  в процессе отжига электронным пучком непосредственно в электронном микроскопе становятся монокристаллическими: при этом ось «С» стремится всегда устанавливаться в пределах некоторого угла перпендикулярно к поверхности образца. Показано, что пленки  $MnBi$ , выращенные на аморфной подложке, также, как и пленки, осажденные на сколе монокристалла слюды, имеют перпендикулярную к поверхности образца анизотропию, но, в отличие от последних, они более неоднородны, что приводит к более неоднородной магнитной структуре.

Известно, что ферромагнитные пленки  $MnBi$  обычно получают путем вакуумной конденсации на стеклянной [1] или слюдяной подложке [2] отдельных компонент  $Bi$  и  $Mn$  (50:50 ат.%), а затем пленка подвергается диффузионному отжигу. Возникшее интерметаллическое соединение  $MnBi$  ферромагнитно, и, что важно, ось анизотропии устанавливается перпендикулярно к поверхности образца. Это обстоятельство, а также и то, что пленки  $MnBi$  имеют высокое фарадеевское вращение, выдвигает их в ряд перспективных элементов для оптической записи и считывания информации с высокой плотностью. В связи с этим хотя и первые работы, посвященные пленкам  $MnBi$  и носящие познавательный характер, появились в конце 50-х годов, в настоящее время эти пленки стали предметом всестороннего исследования, так как возможность их использования приобрела реальную перспективу.

При описании кинетики роста пленок  $MnBi$  [3] исходят из того экспериментального факта, что при конденсации  $Bi$  на слюдяной подложке из-за эпитаксии рост пленки осуществляется по направлению оси «С». При последующей конденсации  $Mn$  и диффузионном отжиге предполагается, что интерметаллическое соединение образуется диффузией атомов  $Mn$  в решетку  $Bi$ , вследствие чего пленки приобретают ось легкого намагничивания в направлении, совпадающем с кристаллографической осью «С». Однако объяснение факта ориентации кристаллографической оси «С» перпендикулярно к поверхности образовавшейся пленки  $MnBi$  только эпитаксией, по-видимому, недостаточно, хотя бы потому, что пленки  $MnBi$ , выращенные на аморфной подложке, также имеют перпендикулярную к поверхности подложки ось анизотропии.

Настоящая работа посвящена электронномикроскопическому исследованию процесса отжига пленок  $MnBi$ . Исследуемые пленки получались путем вакуумной конденсации на стеклянной подложке, предварительно покрытой вакуумно осажденным подслоем  $NaCl$ , отдельных компонент (сначала  $Bi$ , а затем  $Mn$  с процентным соотношением атомных концентраций 50:50). После получения пленки  $Bi+Mn$  покрывали слоем монооксида

кремния толщиной  $150 \text{ \AA}$ . Суммарная толщина полученной пленки составляла  $\sim 600 \text{ \AA}$ .

Последующий термический отжиг пленок осуществлялся непосредственно в электронном микроскопе  $JEM-100U$  при рабочем вакууме  $10^{-5}$  тор под действием электронного пучка.

В отличие от пленок, полученных на слюдяной подложке, когда образовавшиеся пленки  $Bi$  и  $Mn$  являются монокристаллическими [3], в нашем случае, как показано на рис. 1, область  $A$ , имеет место образование поликристаллической структуры. Под действием электронного пучка диффузионный отжиг сопровождается рекристаллизацией с образованием монокристаллической структуры  $MnBi$ . На электронномикроскопических снимках (рис. 1, область  $B$ ) это проявляется в изменении контраста изображения. Область, где осуществляется диффузионный отжиг, выглядит более светлой. Последующий нагрев образца приводит к окислению пленки. Окисление пленки в зависимости от интенсивности электронного пучка может иметь место как после образования интерметаллического соединения  $MnBi$ , так и минуя его. На рис. 1 в центре приводится электронномикроскопический снимок, охватывающий область, где хорошо видны 3 фазы: область  $A$  соответствует пленке  $MnBi$  до отжига,  $B$  — после диффузионного отжига,  $C_1, C_2$  — соответствующие области, претерпевшие окисление.

Микродифракционные исследования показали, что после диффузионного отжига под электронным пучком пленка становится монокристаллической, мало отличающейся от аналогичной пленки, выращенной на стеклянной подложке обычным методом.

Наряду с этим здесь обнаружено существование внутреннего фактора «запоминания» кристаллической ориентации при циклическом разрушении кристаллической структуры под электронным пучком и последующей кристаллизации исследуемой пленки. Оказывается, что при этом ось «С» всегда стремится устанавливаться перпендикулярно к поверхности образца.

В качестве иллюстрации на рис. 2 приводится серия микродифракционных картин одного и того же участка пленки с площади в несколько  $\mu\text{м}^2$  после каждой последующей кристаллизации. Видно, что хотя структура пленки остается монокристаллической, однако имеет место колебание оси «С» в пределах небольшого телесного угла. На рис. 3 приводятся электронные микрофотографии, иллюстрирующие наличие фактора «запоминания» при следующем чередовании состояний пленки: кристаллическое — аморфное — кристаллическое. Снимки получены в режиме темнопольного изображения и соответствуют рефлексу (100). Рис. 3А соответствует состоянию пленки до нагрева, и хотя пленка является монокристаллической, она состоит из блоков (когерентных областей с радиусом порядка нескольких  $\mu\text{м}$ ). При локальном нагреве образца, осуществляемом увеличением потока электронного пучка, участок пленки, ограниченный кружками диаметром в несколько  $\mu\text{м}$  (см. рис. 3В), переходит в аморфное состояние, о чем свидетельствует отсутствие рефлексов при микродифракции. Это, естественно, разрушает темнопольное изображение, обусловленное кристаллической структурой исследуемого образца. Теперь если мы снова уменьшим локальный нагрев, то очень быстро участок пленки закристаллизуется и.

что главное, вновь закристаллизовавшаяся область, в основном, «помнит» кристаллографическую ориентацию своего «предшественника». Эта процедура нами осуществлялась многократно, 10—15 раз, и при этом вплоть до полного окисления исследуемой области, за редким исключением, действует фактор «запоминания».

Установление оси «С» перпендикулярно к поверхности образца при диффузионном отжиге пленок  $MnBi$ , осажденных на аморфной подложке, указывает, что процесс формирования монокристаллической пленки  $MnBi$  обусловлен не только эпитаксией роста, но и другими факторами. Эпитаксия в данном случае, по-видимому, способствует получению пленок с более однородной структурой. Основанием для этого служит проведенное нами исследование пленок  $MnBi$ , выращенных эпитаксиально на слюдяной подложке. На рис. 4А приведена дифракционная картина, а на рис. 4 (В—D)—темнопольные изображения одного и того же участка пленки, соответствующие рефлексам (100), (010) и (110). Видно, что в случае эпитаксиального роста пленки получают более мелкодисперсными, что, по-видимому, и обуславливает однородность также в отношении магнитных свойств. Индустрирование перпендикулярной анизотропии, если оставить в стороне фактор эпитаксии, диктуется самим механизмом диффузионного отжига, сопровождающегося, по-видимому, процессом рекристаллизации.

Здесь возможны две причины: с одной стороны, возникновение больших внутренних напряжений из-за различия коэффициентов теплового расширения системы пленка-подложка может привести к переориентации кристаллографических осей кристаллов таким образом, чтобы воспрепятствовать разрушению образца (в силу кристаллографической анизотропии предела прочности [4, 5]), с другой стороны, известно [6], что при формировании структуры вакуумноосажденных пленок на аморфной подложке по механизму пар-кристалл при благоприятных условиях ведения процесса (температуры подложки, скорости конденсации и т. д.) можно ожидать возникновения текстуры кристаллической структуры у металлов, обладающих высокой анизотропией поверхностного натяжения (напр.,  $Bi$ ,  $Sn$  и т. д.). При этом энергетически выгодно, чтобы на аморфной подложке кристаллические пресобразования конденсата располагались так, чтобы плоскости с максимальной плотностью атомов были бы параллельны плоскости подложки. Последнее приводит к появлению оси текстуры, перпендикулярной к поверхности подложки. Исходная поликристалличность структуры  $Mn+Bi$  (см. рис. 1) в этой связи, по-видимому, обусловлена низкой температурой подложки при конденсации. Электронномикроскопическое исследование показало, что подложка  $SiO$  не играет никакой роли в процессе установления осевой текстуры после диффузионного отжига, так как аналогичные результаты (см. рис. 2) нами получены и на пленках без подслоя  $SiO$ . Это показывает, что установление оси легкого намагничивания в пленках  $MnBi$ , по-видимому, диктуется самой кинетикой вакуумной конденсации, аналогичной приводимой в [7].

Ферромагнитные пленки  $MnBi$ , полученные как на подложке из слюды, так и на аморфных подложках, хотя и принято называть монокристаллическими, в действительности поликристалличны, но, в отличие от обыч-

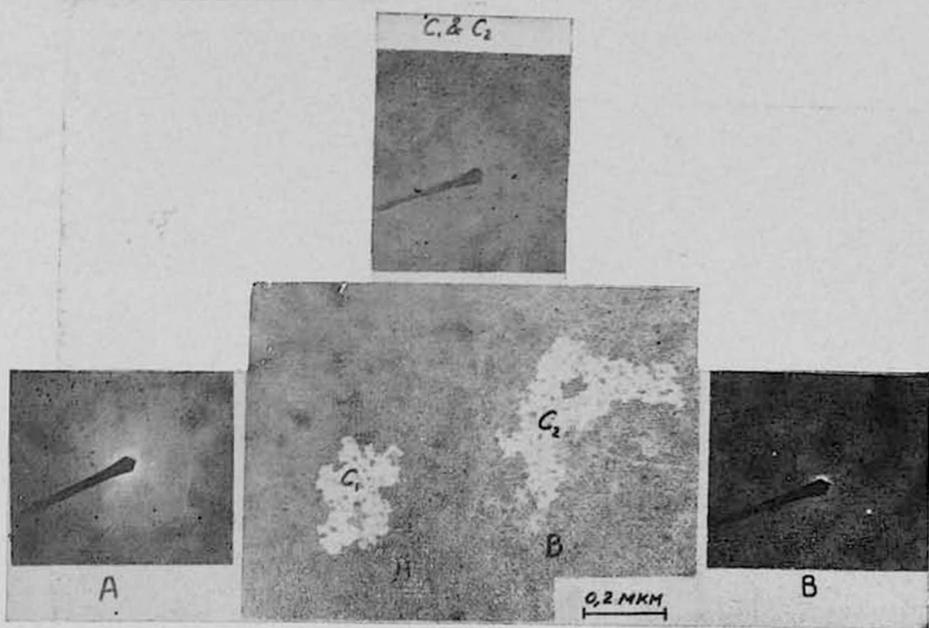


Рис. 1. Электронная микрофотография области пленки  $MnV$  с тремя фазами и соответствующие им картины микродифракции.

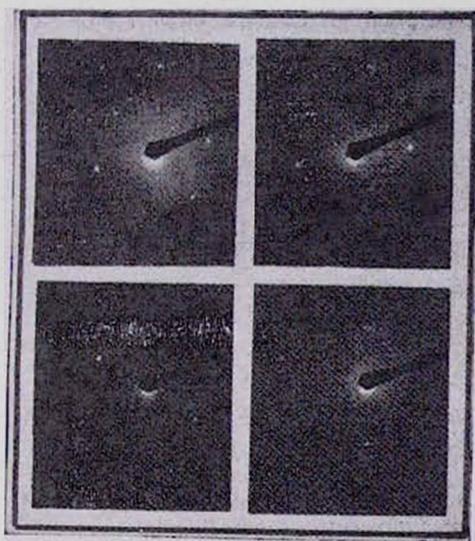


Рис. 2. Серия микродифракционных картин одного и того же участка пленки после каждого последующего цикла кристаллизации.

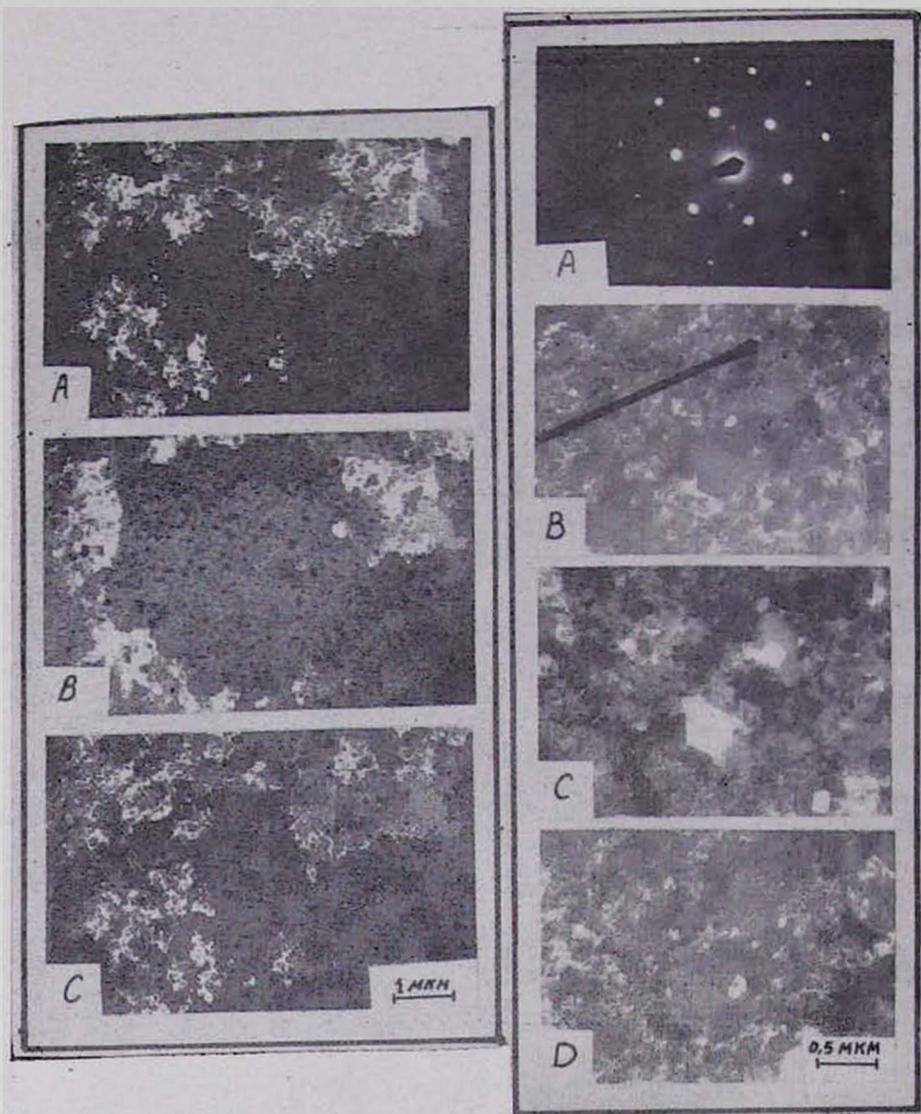


Рис. 3. Серия электронномикроскопических фотографий одного и того же участка пленки  $MnBi$ , иллюстрирующая «запоминание» при чередовании состояний: кристаллическое (A)—аморфное, (B)—снова кристаллическое (C).  
 Рис. 4. Микродифракционная картина пленки  $MnBi$  (A) и темнопольные изображения (B, C, D), соответствующие рефлексам  $(100)$ ,  $(010)$  и  $(\bar{1}\bar{1}0)$ .

ных поликристаллических пленок, пленки  $MnBi$  имеют осевую текстуру. т. е. ось «С» устанавливается в секторе некоторого телесного угла перпендикулярно к поверхности образца. При этом пленки, полученные на слюдяной подложке, из-за их мелкодисперсности более однородны, чем пленки, полученные на аморфной подложке. Последние состоят из крупных когерентных областей с осями «С», разориентированными на большие углы, чем у пленок, полученных на слюдяной подложке. Последнее, по-видимому, и является причиной неоднородности магнитных характеристик пленок, полученных на стеклянной подложке.

Ереванский государственный  
университет

Поступила 21.I.1975

### ЛИТЕРАТУРА

1. H. J. Williams et al. J. Appl. Phys., 28, 1181 (1957).
2. D. Chen. J. Appl. Phys., 37, 1486 (1966).
3. W. K. Unger, M. J. Stolz. J. Appl. Phys., 42, 1085 (1971).
4. Л. С. Палатник и др. ДАН СССР, 151, 556 (1963).
5. Л. С. Палатник и др. ДАН СССР, 167, 77 (1966).
6. Л. С. Палатник, М. Я. Фукс, В. М. Косевич. Механизм образования и субструктура конденсированных пленок, Изд. Наука, 1972.
7. Л. С. Палатник, Ю. Ф. Комчик. Кристаллография, 5, 775 (1960).

### $MnBi$ ԹԱՂԱՆԹՆԵՐԻ ԷԼԵԿՏՐՈՄԱՆԻՐԱԿՐԱԿՍԿՈՅԻՆ ՀԵՏԱԶՈՏՈՒԹՅՈՒՆԸ

ՅԱ. Մ. ՊՈԴՈՍՅԱՆ, Մ. Ա. ՍՈԼԻՄԱՆ

Աշխատանքում էլեկտրամանրադիտակային մեթոդով հետազոտված է  $MnBi$  թաղանթների չերմամշակման պրոցեսը: Ցույց է տրված, որ ստացված  $MnBi$ -ի բաղմարյուրեղային թաղանթները անմիջապես էլեկտրոնային մանրադիտակում էլեկտրոնային փնջով չերմամշակման ենթարկելիս դառնում են միաբյուրեղային, ընդ որում «С» առանցքը ձգտում է ուղղվել նմուշի մակերևույթին ուղղահայաց, Բացի այդ ցույց է տրված, որ ամորֆ տակդիրի վրա աճեցրած  $MnBi$  թաղանթները նույնպես ունեն նմուշի մակերևույթային ուղղահայաց անիզոտրոպիա, սակայն ի տարբերություն վերջիններիս, դրանք ավելի անհամասեռ են, որն էլ հավանաբար բերում է ավելի անհամասեռ մագնիսական կառուցվածքի:

### ELECTRON MICROSCOPIC STUDY ON $MnBi^*$ FILMS

J. M. POGOSYAN, M. A. SOLIMAN

The process of the annealing of  $MnBi$  films prepared by the vacuum condensation of separated components was studied by electron microscopy. It was shown that the polycrystalline  $MnBi$  became monocrystalline during the annealing process by using electron beams, the "C" axis taking a direction perpendicular to the film plane. It was also shown, that the  $MnBi$  films deposited on amorphous substrate and those prepared on cleaved monocrystalline mica had anisotropy perpendicular to the film plane.