



بررسی خواص مغناطیسی و میکروساختاری نانوکامپوزیت های CoCrPt/Al₂O₃ جهت ذخیره سازی داده ها

رضا پولادی^{۱*}، محمد الماسی^۲ و محمد علی بهره ور^۱

۱- دانشگاه شیراز- گروه نانو تکنولوژی و نانوفناوری

۲- دانشگاه کاشان، گروه فیزیک

* نویسنده مسئول مکاتبات: رضا پولادی (E-mail: rpooladi@yahoo.com)

چکیده

در عصر حاضر، مغناطیس و بویژه لایه های نازک مغناطیسی در ساخت حافظه ها نقش اساسی دارند. امروزه راهکارهای زیادی برای افزایش حافظه کامپیوترها بررسی می شود. یکی از راههای رسیدن به چنین نتایجی در کاهش اندازه دانه های مغناطیسی با مجزا کردن این دانه ها می باشد، که با افزایش وادارندگی مغناطیسی همراه است. در کار حاضر با استفاده از روش مگنوترون، نانوکامپوزیت های زمینه فلزی CoCrPt با درصد های مختلف Al₂O₃ ساخته می شوند. در این حالت، لایه تقریباً آمورف تشکیل می شود که دانه های بسیار ریز دارند. با آنیل کردن آنها در دماهای مختلف و تحت زمانهای متفاوت، دما و زمان بهینه، برای رسیدن به حالت کریستالی فیلم مورد بررسی قرار گرفته است. با مطالعه و اندازه گیری میزان نیروی کوئرسیویته به کمک VSM، میزان افزایش آن در شرایط مختلف برای رسیدن به حالت مطلوب محقق گردیده است. با عملیات حرارتی، لایه های CoCrPt/Al₂O₃، نیروی وادارندگی به نحو چشمگیری افزایش یافته است، که مقدار این افزایش ۲۵۰۰ اورستد است. این افزایش نیروی وادارندگی می تواند افق جدیدی را بر روی دنیای الکترونیک باز کند.

واژه های کلیدی: نانوکامپوزیت، نانو پودر آلومینا، آلیاژ CoCrPt، نیروی کوئرسیویته، مگنوترون، Sputtering.

Abstract

The rapid development of information technology calls for high-density information storage media. Herein, granular HCP-(CoCrPt)_{100-x}(Al₂O₃)_x (X represents the percent weight) thin films with Si(100) substrates have been fabricated using sputtering technique followed by annealing treatment. Structural and magnetic properties of thin film have been investigated for potential application in magnetic recording media. It was shown that coercivity increased from 0.5 to 2.5 kOe by increasing the nano-grain Al₂O₃ content in the CoCrPt magnetic layers. In thin films coercivity of 2.5 kOe has been obtained with increasing the Al₂O₃ content from 3 to 13 wt.% in the annealed thin films. The magnetic properties of the samples were measured with a VSM. The VSM results showed that the HCP-CoCrPt-Al₂O₃ granular films are a promising candidate for ultra-high-density recording media because of its low Al₂O₃ content and simple manufacturing process.

۱- مقدمه

طراحی در تولید این نوع قطعات، بر مبنای دو بخش سطح و عمق صورت می گیرد. بار مکانیکی توسط کل قطعه تحمل می شود و سطح آن، وظیفه حفاظت در برابر پدیده های سطحی را، بر عهده دارد. طبیعی است که یک ماده واحد به تنهایی قادر به پاسخگویی به چنین نیازهایی نمی

امروزه فناوری جدید، خواستار قابلیت های متعددی از مواد مهندسی می باشد. این دسته از قطعات، می بایستی دارای خواص متعددی در سطح و عمق باشند. اساس

لایه های نیمه رسانا بیشترین کاربرد را در صنایع الکترونیک و میکروالکترونیک دارا می باشند. بطوریکه اینگونه قطعات، از چند لایه نیمه رسانا با خصوصیات مختلف تشکیل می شوند. انواع نیمه رسانا ها به نیمه رساناهای ذاتی (Intrinsic)، خالص (Pure) و نیمه رساناهای غیرذاتی نوع n و p تقسیم بندی می شوند. دیاگرام باندهای انرژی، کاربردهای مهمی در سیستم های لایه نازکی که از چند لایه تشکیل شده اند، دارد. یک نمونه ساده آن شامل دو لایه نیمه هادی از نوع p و n است. که به آن اتصال P-N می گویند. از این لایه ها در ساختارهای الکترونیکی استفاده می شود.

در کار حاضر از زیر لایه (۱۰۰) Si استفاده شد. CoCrPt و آلیاژهای سه گانه مشابه زمینه مناسب ساخت محیط های ضبط و ذخیره اطلاعات هستند، زیرا نیروی وادارندگی بالای مورد نیاز بسادگی از آنها بدست می آید. بکار بردن Pt در بدست آوردن نیروی وادارنده بالا بسیار مهم است. سهم Pt در بالا بردن نیروی وادارنده آلیاژ CoCrPt حدود ۴۰ درصد می باشد [۴] پلاتین باعث افزایش ثابت های شبکه ایی آلیاژهای کبالت می شود [۵]. البته با افزوده شدن درصد پلاتین، عدم تطابق شبکه ایی بین CoCrPt و زیر لایه کروم بوجود می آید [۶]. بنابراین دسترسی به یک ساختار درون صفحه ایی مناسب در سیستم CoCrPt/Cr مشکل می شود. در این حالت یا باید از یک عنصر دیگر جهت بالا بردن پارامتر شبکه ایی کروم استفاده کرد یا از یک بین لایه ایی با ساختار hcp (hexagonal closed packed) استفاده نمود [۷]. مثلاً نشان داده شده است که استفاده از یک لایه بینابینی Cr-Ti باعث بهبود رشد اپی تکسیال CoCrPt و وادارندگی درون صفحه ای نسبت به Cr می گردد [۸]. همچنین گزارش گردیده است که استفاده از Cr-Si نیز جهت بهبود پارامتر های ساختاری لایه نازک بسیار مناسب است [۹]. یک راه مناسب دیگر رشد اپی تکسیال لایه نازک CoCrPt روی زیر لایه NiAl است. در کار حاضر، با استفاده از کامپوزیت سازی با زمینه CoCrPt و با افزودن Al_2O_3 می توان خواص مغناطیسی این آلیاژ را بهبود داده و آینده دنیای الکترونیک را برای ذخیره سازی داده ها متحول ساخت.

باشد و می بایستی از مواد کامپوزیتی که شامل آلیاژهای خاص با پوشش های مناسب باشند، استفاده نمود. از این رو نیاز به سطح مقاوم به سایش و دیگر عوامل محیطی آشکار می شود.

روش های نوینی در زمینه پوشش دهی ابداع شده است، که اصول کار این روشها مبتنی بر تکنیک های لایه گذاری و ایجاد لایه های نازک بر روی پایه ای مناسب با کاربرد خاص می باشد.

طی سالیان اخیر، موادی که کاربری هایی از نوع تحمل بار را ندارند مورد توجه بیشتری قرار گرفته اند. در فناوری پیشرفته، این مواد، اساس تحولات اطلاعاتی (communication) می باشند. غالباً مشخصه های الکترونیکی، مغناطیسی و نوری این مواد مورد توجه بوده است. نباید فراموش کرد که خواص غیر الکتریکی آنها نیز به اندازه خواص الکتریکی و مغناطیسی، مهم می باشند. از جمله مواردی که بطور گسترده در دنیا تحقیق می گردد، بحث مغناطیس و بویژه لایه های نازک مغناطیسی است که در ساخت حافظه ها نقش اساسی دارند. در این ناحیه از تحقیقات، راهکارهای افزایش حافظه کامپیوترها مطالعه می شود. به عنوان مثال IBM و GE، با هدف افزایش تراکم داده ها بر روی دیسک های سخت به طور مشترک بر روی طرحی که pattern media نامیده می شود، کار می کنند. آنها، با مجزا کردن دانه های مغناطیسی روی دیسک می توانند ظرفیت ذخیره سازی را ۳۰ تا ۴۰ مگا بایت بر سانتیمتر مربع نوید دهند [۱]. راه رسیدن به چنین نتایجی، کاهش اندازه دانه های مغناطیسی [۲] و مجزا کردن این دانه ها [۳] است که با افزایش نیروی وادارندگی مغناطیسی و افزایش مغناطش پسماند همراه است.

از طرف دیگر، کاهش ابعاد دانه ها در کاهش نویز مؤثر است. اما این کاهش، تا یک حدی می تواند رخ دهد، چرا که اگر اندازه دانه ها از مقدار معینی کوچکتر شوند، این امر منجر به رسیدن به مرز سوپر پارامغناطیس می گردد. مرزی که در آن، اثرات حرارتی به علت کوچکی دانه ها می توانند به راحتی ممان های مغناطیسی را متأثر ساخته و موجب حذف اطلاعات شوند. برای حصول به این معنا، امروزه از زیر لایه ها استفاده وسیعی می شود.

۲- فعالیت‌های تجربی

مواد اولیه استفاده شده در کار حاضر عناصر Pt, Cr, Co, Al با خلوص بالا (۹۹/۹۹۹ درصد) انتخاب شده اند. کندوپاش مگنوترون برای لایه نشانی و ساخت لایه نازک استفاده شد. در تمامی آزمایشات انجام شده از اتمسفر گاز آرگون با فشار 10^{-2} mbar استفاده شد. تغییرات ساختار داخلی به کمک دستگاه پراش پرتو ایکس Philips تحت ولتاژ ۳۰ kV و جریان ۲۵ mA بررسی شد. تغییرات ایجاد شده در مورفولوژی لایه نازک قبل و بعد از عملیات آنیلینگ بر روی نمونه هایی که تحت کندوپاش مگنوترون قرار گرفته اند انجام گرفت. به این منظور از دستگاه میکروسکوپ الکترونی عبوری (JEOL-200CX) استفاده شد. ولتاژ کاری این دستگاه ۲۰۰ kV می باشد. بمنظور بررسی رفتار مغناطیسی لایه نازک از (VSM vibrating sample magnetometer) استفاده شد.

۳- یافته ها و بحث

برای بررسی اثر Al_2O_3 بر خواص مغناطیسی و میکروساختار لایه نازک CoCrPt با استفاده از تارگت های Co, Cr, Pt و Al خالص و همچنین با استفاده از گازهای آرگون و اکسیژن (میزان گاز آرگون ۹۵٪ و اکسیژن ۵٪) در محیط، ۳ نمونه A, D, F و روی پایه (۱۰۰) Si انباشت داده شد. ولتاژ اعمالی بر روی تارگت Pt, Cr, Co برای همه نمونه ها ۱۵۰ ولت و بر روی تارگت Al در سه ولتاژ متفاوت بترتیب معادل ۱۰، ۴۰ و ۶۰ ولت (بترتیب A, D, F) انتخاب شد. فشار پایه اعمالی mbar 10^{-8} و فشار گاز آرگون 10^{-2} mbar می باشد.

فیلم $CoCrPt(Al_2O_3)$ که تصویر TEM آن در شکل ۱ مشاهده می شود دارای دانه های بسیار ریز و دارای ساختاری کاملاً آمورف می باشد. به دلیل آمورف شدن ساختار در بزرگنمایی های بالا (scale bar=10 nm) دانه ها را نمی توان از هم تفکیک کرد. فیلم های آمورف علاوه بر اینکه مستقیماً از عناصری مانند C, Si, Te و غیره به دست می آید، با استفاده از بعضی اکسیدها بعنوان زیر لایه مناسب نیز تهیه می شوند. این سیستم ها، معمولاً با تحرک سطحی کم ذره های غیر جذب شده، مشخص می

شوند. در نتیجه پیش از آنکه ذره ها قادر به رسیدن به ترجیحی ترین جایگاه های پرانرژی که متناظر با ساختار پلی کریستال نمونه است برسند، در حالت نامنظمی ثابت می شوند. بنابراین، حالت آمورف یک حالت شبه پایدار است و چنین لایه هایی معمولاً با آزاد کردن انرژی به آسانی مجدداً کریستالیزه می شوند.

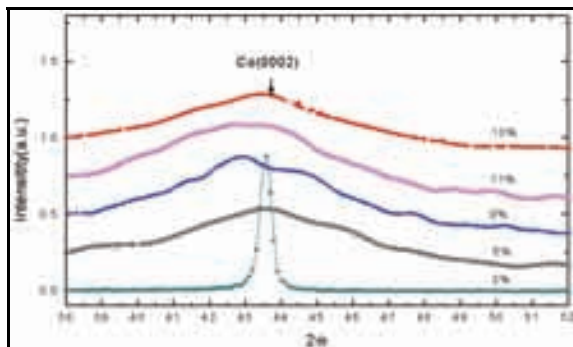
تنها راه کاهش اندازه دانه ها در آلیاژها و لایه ها، تغییر شکل پلاستیکی دانه ها و ایجاد دانه های جدید توسط آنیلینگ است. یکی از عوامل اصلی تولید لایه های آمورف کاهش تحرک سطحی ذره هاست. این نوع کاهش را (در سیستم هایی که تحت شرایط عادی می توان بوسیله آنها لایه های بلوری تهیه کرد)، با اضافه کردن گاز یا مخلوطی از گازها به گاز باقیمانده سیستم بدست می آورند [۱۰]. گاز اکسیژن تحت فشار بکار رفته از تشکیل خرده بلورهای موادی که به آسانی اکسیده می شوند جلوگیری می کند، بنابراین از الحاق و ادغام جزیره ها و تشکیل خرده بلورهای بزرگ ممانعت بعمل می آید [۱۱].

در ساختار Al_2O_3 آرایه یونهای O^{2-} hcp است. فاصله بین یونهای Al^{3+} و O^{2-} مجاور آن فقط ۰/۱۹۱ nm است و با توجه به نیروی جاذبه کولنی بین آنها و انرژی پیوند بالایی که بین آنها وجود دارد رسانندگی الکتریکی آن بسیار کم است. از آنجا که ترکیبها در مقایسه با اجزای مربوط به خود ذاتاً کوئوردیناسیون اتمی پیچیده تری دارند، بنابراین برای حرکت اتم ها نفوذ پذیری آنها کم است. با کاهش تحرک سطحی اتم ها، گاز اکسیژن باقیمانده در سیستم در مرحله اولیه رشد، در بین هسته ها قرار می گیرد و از رشد دانه ها در این نواحی ممانعت بعمل می آورد [۱۱].

وجود اکسیژن بواسطه اثر مستقیم اش روی رشد دانه و همچنین با تأثیرش روی مرز دانه ها، حرکت ها و هسته بندی مجدد، ساختار را متأثر می سازد. پس تمایل افزایشی برای تشکیل لایه آمورف بوجود آمده و در واقع در این لایه ها با ساختار پلی کریستالی خرده بلورهایی با اندازه متفاوت بوجود می آید.

اگر خرده بلورها دارای اندازه ایی کوچکتر از ۲ nm باشند، در این حالت امکان تشخیص چنین لایه هایی از لایه آمورف وجود ندارد. در واقع مرز مشخص بین حالت های

کاملاً آمورف شدن فیلم و در نتیجه ریز شدن اندازه دانه‌های تشکیل دهنده آن را نشان می‌دهد.



شکل ۲: نمودار پراش X-ray درصدهای مختلف Al_2O_3 در فیلم $\text{CoCrPt}(\text{Al}_2\text{O}_3)$ با درصدهای مختلف آلومینا.

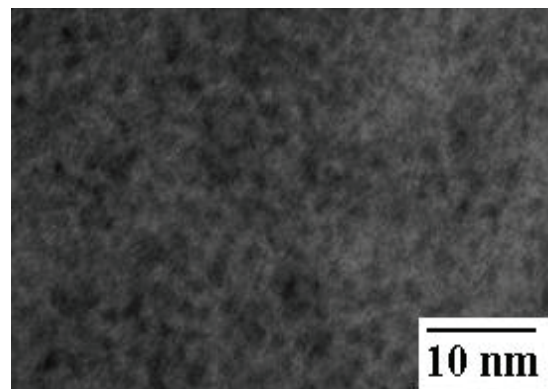
در الگوی پراش، شکل ۳ هیچگونه حلقه اینترفراکسی شکل نگرفته است. که کاملاً قابل انتظار است. علت آن این است که، دانه های ریز فیلم به صورت کاتوره ای قرار گرفته اند، ساختار کریستالی در آنها، فرصت شکل گرفتن نداشته، در نتیجه پراش شارپ وجود ندارد.



شکل ۳: طرح پراش اشعه X توسط فیلم $\text{CoCrPt}(\text{Al}_2\text{O}_3)$ حاوی ۱۳٪ Al_2O_3 قبل از عملیات حرارتی.

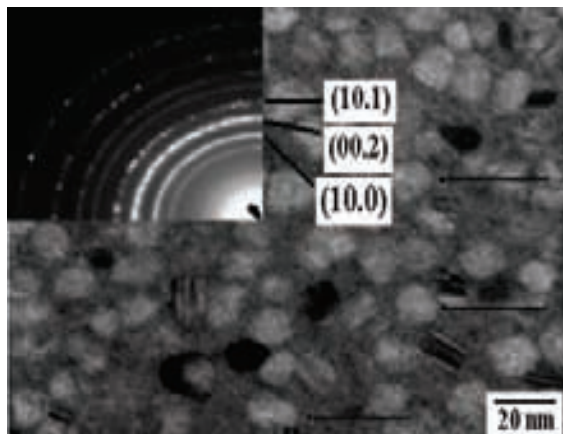
برای آنکه نیروی وادارندگی بالا رفته و شرایط مطلوب برای بروز خواص مغناطیسی لایه ها بوجود آید، یعنی ساختار کریستالی این ذره های ریز شکل بگیرد، تحت دماهای متفاوت و در زمانهای مختلف نمونه ها را آنیل کرده و در هر مورد میزان نیروی کوئرسیویته های مربوط به هر نمونه را از روی منحنی های هیستریزس مربوطه محاسبه نموده ایم. منحنی تغییرات مغناطش بر حسب H برای سه نمونه انتخابی F، D، A در شرایطی که این سه

آمورف و میکروکریستالی وجود ندارد. هنگامی که فیلم ها با پراش اشعه X آزمایش می شود، در اثر ظاهر شدن انعکاس های اشعه X یا عدم ظاهر شدن انعکاسهای اشعه X (خطوط یا حلقه های اینترفراکسی) می توان ثابت نمود که لایه نازک مربوطه متبلور و یا آمورف است. بدین ترتیب که، در صورت ظاهر شدن اینترفراکس، متبلور است. البته باید توجه داشت که این گزاره، استثنایی هم دارد. اجسامی وجود دارند که به علت درجه پراکندگی زیاد می توانند اینترفراکس ها را ناپدید کنند، در حالی که آمورف نیستند و همچنین بندرت در بعضی اجسام آمورف مانند هیالتس $(\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O})$ اینترفراکس ظاهر می شود.



شکل ۱: تصویر TEM فیلم $\text{CoCrPt}(\text{Al}_2\text{O}_3)$.

در شکل ۲ نمودار پراش X-ray درصدهای مختلف Al_2O_3 در فیلم $\text{CoCrPt}(\text{Al}_2\text{O}_3)$ نشان داده شده است. طرح پراش اشعه X به وسیله لایه نازک فوق الذکر، در این حالت و تحت این شرایط ریز بودن دانه ها را کاملاً نشان می دهد. این الگوی پراش، بیانگر آمورف بودن میکروساختار لایه ساخته شده است. زیرا با بالا رفتن درصد Al_2O_3 ، از تیزی پیک ها کاسته می گردد. این به معنای ریز شدن دانه ها و در نتیجه شکل نگرفتن ساختارهای بلوری ذرات لایه است. هرچه دانه های بلور ریزتر شود، خطوط انعکاسی اشعه X روی دیافراگم پهن تر دیده می شود پس از روی پهن یا نازک بودن این خطوط تقریباً می توان میزان اندازه دانه ها را تشخیص داد. چنانکه در شکل ۲ مشهود است با افزایش درصد Al_2O_3 پیک ها بتدریج از بین رفته اند به طوری که بهترین نمونه، نمونه با ۱۳ درصد Al_2O_3 است که



شکل ۶: TEM همراه با الگوی پراش X آنیل شده شده در دمای °C ۷۰۰ به مدت ۱۵ min.

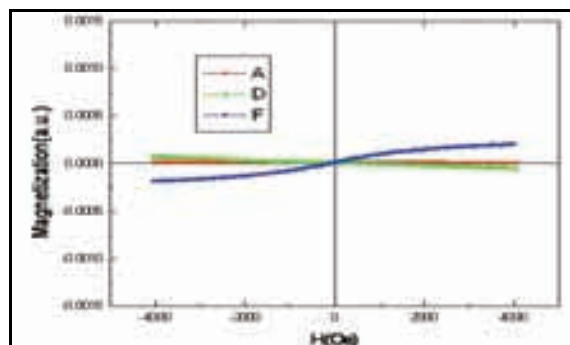
۴- نتیجه‌گیری

با ساخت فیلم‌های نانوکامپوزیتی چند لایه، با استفاده از ذرات Al_2O_3 تحت عملیات حرارتی شده، نیروی وادارندگی به نحو چشمگیری افزایش می‌یابد. در شرایطی که فیلم‌ها به مدت ۱۵ دقیقه در دمای ۷۰۰ درجه سانتیگراد آنیل شدند، مقدار این افزایش ۲۵۰۰ اوستد می‌باشد. این افزایش نیروی وادارندگی، می‌تواند افق جدیدی را بر روی دنیای الکترونیک باز کند.

مراجع

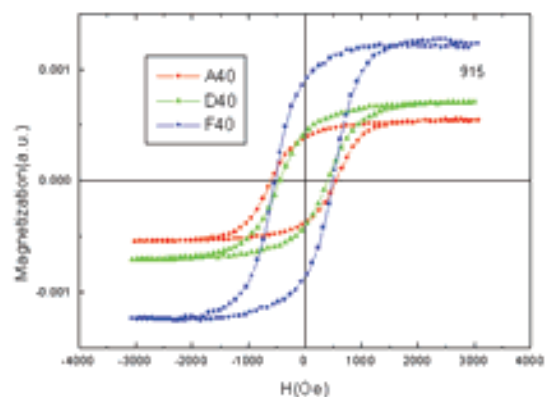
- [1] J.I. Martin, J. Nogues, K. Liu, J.L. Vicent, I.K. Schuller, *Journal of Magnetism and Magnetic materials*, **256**, 2003, 449.
- [2] M. Almasi-Kashi, P.J. Grundy, G.A. Jones, H. Nadgaran, X. Zhao, *Journal of Magnetism and Magnetic materials*, **248**, 2002, 190.
- [3] P.J. Grundy, *Journal of Physics D-applied physics*, **41**, 1998, 2975.
- [4] G. Bate, *Journal of Magnetism and Magnetic materials*, **100**, 1991, 413.
- [5] D. Kumar, J. Narayan, A.V. Kvit, A.K. Sharma, J. Sankar, *Journal of Magnetism and Magnetic materials*, **232**, 2001, 161.
- [6] N.H. Duc, D.T. Huong Giang, A. Fnidiki, J. Teillet, J. *Journal of Magnetism and Magnetic materials*, **262**, 2003, 420.
- [7] T. Chen, T. Yamashita, *IEEE Transactions on Magnetics*, **24**, 1988, 2700.
- [8] K. Tanahashi, R. Arai, Y. Hosoe, *IEEE Transactions on Magnetics*, **41**, 2005, 577.
- [9] T.S. Suzuki, Y. Sakka, K. Kitazawa, *Advanced Engineering Materials*, **3**, 2001, 490.
- [10] C. Chang, M. Plumer, C. Brucker, J. Chen, R. Ranjan, E. Van, J. Yu, D. Karns, Y. Kubota, G. Ju, D. Weller, *IEEE Transactions on Magnetics*, **38**, 2002, 1637.
- [11] J.Z. Shi, S.N. Piramanayagam, C.S. Mah, H.B. Zhao, J.M. Zhao, Y.S. Kay, C.K. Pock, *Applied physics letters*, **87**, 2005, 222503.

نمونه مدت ۱۵ دقیقه تحت دمای ۵۰۰ درجه سانتیگراد قرار داده شدند، در شکل ۴ ملاحظه می‌گردد.



شکل ۴: تغییرات M بر حسب Hc برای نمونه عملیات حرارتی شده در دمای °C ۵۰۰.

نمودار تغییرات مغناطش بر حسب نیروی کوئرسیویته در دمای ۷۰۰ درجه سانتیگراد در شکل ۵ دیده می‌شود که می‌توان به نیروی کوئرسیویته ۲/۵ kOe دست یافت.



شکل ۵: تغییرات M بر حسب H نمونه عملیات حرارتی شده در دمای °C ۷۰۰.

TEM همراه با طرح پراش اشعه X فیلم، ساخته شده از نانوکامپوزیت $CoCrPt/Al_2O_3$ در این حالت و تحت شرایط فوق (عملیات حرارتی تحت ۷۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۵ دقیقه) در شکل ۶ مشاهده می‌گردد. حلقه انعکاسی مربوط به صفحه‌های پراش کبالت در شکل به وضوح دیده می‌شود. حلقه وسطی پررنگ تر از بقیه بنظر می‌رسد که این دلیلی بر چرخش محور آسان قطبش به سمت درون صفحه بوده که باعث بالا رفتن نیروی وادارندگی می‌گردد.