

УДК 539.216.2+539.213  
PACS number(s): 68.55.Jk

## ВПЛИВ УМОВ ОСАДЖЕННЯ НА СТРУКТУРУ КОНДЕНСАТІВ Gd-Fe

**О. Миколайчук, Н. Луцик, В. Присяжнюк, О. Буберняк**

*Львівський національний університет імені Івана Франка  
кафедра фізики металів  
вул. Кирила і Мефодія, 8, 79005, Львів, Україна  
e-mail: [prysyazhnyuk@wups.lviv.ua](mailto:prysyazhnyuk@wups.lviv.ua)*

Досліджено сполуки  $GdFe_2$ ,  $GdFe_5$ ,  $Gd_2Fe_{17}$ . Їхні конденсати одержували методом термічного напилення на свіжі відколи монокристалів NaCl при температурах підкладок 300 і 500 К. Електроннографічні дослідження проводили на електронному мікроскопі УЕМВ-100К; дослідження термічної стабільності плівок – у колоні мікроскопа за допомогою приставки ПРОН-2 зі швидкістю нагрівання 10 К/хв.

Електроннограми від плівок усіх досліджуваних сполук (температура підкладки 300 К) мають дифузійний гал. Це свідчить про аморфну структуру плівок з перевагою єдиного типу найближчого міжатомного упорядкування. Ці плівки мають високу термічну стійкість. Кристалізація аморфних плівок  $GdFe_2$  починається при температурі 720 К, а аморфна структура плівок  $GdFe_5$  стабільна навіть при температурі 850 К.

Плівки, отримані при температурі підкладки 500 К, мають дрібнодисперсну полікристалічну структуру. Визначено міжплощинні відстані і розшифровано структуру досліджуваних плівок.

*Ключові слова:* плівка, аморфний, кристалічний, термічна стабільність, напилення.

Фізичні властивості плівок визначені, передусім, структурними особливостями конденсатів. Залежно від умов конденсування можна отримати як аморфні, так і полікристалічні плівки. Для отримання аморфних структур вирішальним є один з двох факторів: висока швидкість зародкоутворення або низька рухливість атомів на підкладці, визначена мірою переохолодження конденсату на підкладці та силами взаємодії між атомами й підкладкою. Тому, в разі використання термічних методів напилення на структуру суттєво впливають технологічні умови одержання плівок. Зокрема, це такий фактор, як температура підкладки. Змінюючи її, можна отримати як аморфні, так і полікристалічні конденсати. Для отримання плівок з аморфною структурою необхідно досягти інтенсивного зародкоутворення в умовах послабленої рухливості адатомів і кластерів.

Ми досліджували конденсати трьох сполук:  $GdFe_2$ ,  $GdFe_5$  і  $Gd_2Fe_{17}$ , одержані методом термічного випаровування порошків цих сплавів з наступною

конденсацією на свіжі відколи монокристала NaCl при 300 і 500 К. Електроннографічні дослідження проводили на електронному мікроскопі УЕМВ-100К.

У масивному стані сполука  $GdFe_2$  має гранецентровану кубічну ґратку типу  $MgCu_2$ , сполука  $GdFe_5$  – гексагональну ґратку типу  $CaZn_5$ , а сполука  $Gd_2Fe_{17}$  кристалізується у двох модифікаціях: гексагональній типу  $Th_2Ni_{17}$  і ромбоєдричній типу  $Th_2Zn_{17}$  [1].

Електроннограми від плівок усіх досліджуваних сполук, одержаних при  $T_n=300$  К (рис.1), мають розмиті дифузні гали. Це свідчить про аморфну структуру плівок. У табл. 1 наведено розміщення максимумів на кривих електронного розсіяння електронів для аморфних плівок системи Gd-Fe. Збіг максимумів розсіяння електронів аморфних конденсатів з розміщенням інтенсивних відбивань від площин полікристалічних взірців (див. табл. 1-3) свідчать про те, що ближній порядок розміщення атомів в аморфному стані відповідає координації атомів у кристалічній фазі. Оцінено найближчі міжатомні віддалі в аморфних конденсатах: для  $GdFe_2$ , вони становили 0.339 нм, для  $GdFe_5$  – 0.355 нм і для  $Gd_2Fe_{17}$  – 0.332 нм, що також доводить правильність нашого припущення.

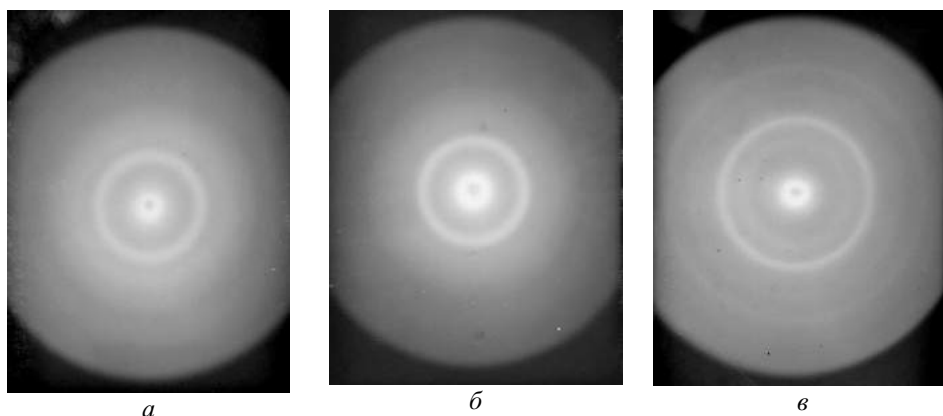


Рис. 1. Електроннограми досліджуваних сполук,  $T_n=300$ К:  
 $a$  –  $GdFe_2$ ;  $b$  –  $GdFe_5$ ;  $v$  –  $Gd_2Fe_{17}$

Електроннографічні дослідження засвідчили, що плівки суцільні без пор і дуже дрібнодисперсні. Розміри зародків становили 7-9 нм. Не виявлено декорування відколів лужногалоїдних монокристалів, що свідчить про низьку поверхневу рухливість адатомів у процесі осадження.

Підвищення температури підкладки до 500 К приводить до появи дифракційних максимумів на електроннограмах від усіх сполук, що пов'язано з частковою кристалізацією аморфної фази.

Плівки  $GdFe_5$  і  $Gd_2Fe_{17}$ , одержані при температурі підкладки 500 К, мали дрібнодисперсну полікристалічну будову (рис. 2, 3, табл. 3). Розмір кристалітів менше 10 нм. На відміну від них, плівки  $GdFe_2$ , одержані при  $T_n=500$  К, були аморфно-кристалічні. На електроннограмах поряд з широкими дифузними "гало" від аморфної фази наявні чіткі лінії і рефлекси полікристалічної фази. Близько половини об'єму плівки становить аморфна фаза, а решту – полікристалічна, структура якої відповідає характерній для масивного стану  $GdFe_2$  кубічній

структурі з гранецентрованою ґраткою (див. табл. 2). Можна також зазначити, що в разі осадження плівок  $GdFe_2$  відбувається епітаксіальна розбудова площини (100)  $NaCl$ . На електроннограмах наявні рефлекси (220), (400), (440) від орієнтованих кристалітів розмірами близько 50 нм. На електроннограмах також є дифракційні максимуми від площин (311), (331), (511), (533) безладно орієнтованої частини кристалітів, структура яких відповідає кубічній гранецентрованої ґратці (див. табл. 2). Схильність до епітаксіального росту плівок  $GdFe_2$  на  $NaCl$  можна пояснити близькістю їхніх параметрів ґраток ( $a_{GdFe_2}=0.739$  нм,  $a_{NaCl}=0.6639$  нм).

Крім того, ми досліджували вплив товщини на структуру плівок  $GdFe_2$ , одержаних при  $T_{\text{п}}=500$  К. Товщину плівок змінювали в межах 50-90 нм. З'ясовано, що на початкових стадіях осадження нарощуються орієнтовані щодо монокристалічних підкладок  $NaCl$  в напрямі [100] кристаліти  $GdFe_2$ . Формування орієнтованих кристалітів  $GdFe_2$  зумовлене двома причинами – подібністю кристалічних ґраток  $NaCl$  і  $GdFe_2$  та порівняно високою поверхневою рухливістю адатомів  $Gd$  і  $Fe$  на атомарно гладкій поверхні свіжих відколів монокристалів  $NaCl$ . Зі зростанням товщини плівок виникають мікронапруження в кристалітах, зумовлені невідповідністю параметрів ґраток  $NaCl$  і  $GdFe_2$ . Вони приводять до появи дефектів росту та зриву орієнтованого росту. Крім цього, зростаюча шершавість поверхні плівок приводить до поступового зниження поверхневої рухливості адатомів  $Gd$  і  $Fe$ . Тому далі ростуть лише безладно орієнтовані дрібнодисперсні кристаліти з наступним переходом до росту аморфної фази. Збільшення товщини плівок приводить лише до збільшення об'ємної частки аморфної фази. Наприклад, об'ємна частка аморфної фази в плівках товщиною 50 нм становить близько 50 %, а для плівок товщиною 90 нм – близько 70 %.

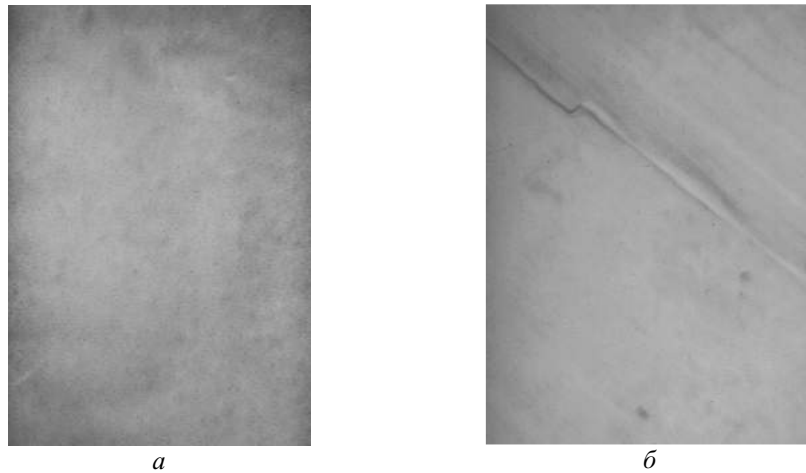


Рис. 2. Мікроструктура полікристалічних плівок,  $T_{\text{п}}=500$  К,  $\times 6000$ :  
*a* –  $GdFe_5$ , *б* –  $Gd_2Fe_{17}$

Розмитість дифракційних ліній від плівок  $Gd_2Fe_{17}$  ускладнює розшифрування структури плівок. З'ясовано, що розмиті дифракційні лінії формуються внаслідок накладання декількох близько розміщених інтенсивних рефлексів гексагональної модифікації  $Gd_2Fe_{17}$  (див. табл. 3).

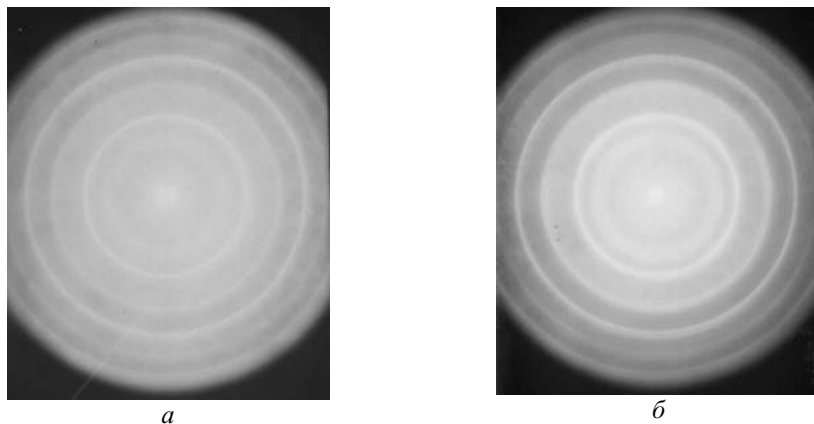


Рис. 3. Електроннограми полікристалічних плівок,  $T_{\text{п}}=500$  К:  
 $a$  –  $\text{GdFe}_5$ ,  $b$  –  $\text{Gd}_2\text{Fe}_{17}$

Таблиця 1

Розміщення дифракційних максимумів на кривих  $I(S)$  для аморфних плівок, одержаних при  $T_{\text{п}}=300$  К

Плівки	$S, \text{Å}^{-1}$			
	1	2	3	4
$\text{GdFe}_2$	2.28	3.12	–	–
$\text{GdFe}_5$	2.18	3.08	4.38	–
$\text{Gd}_2\text{Fe}_{17}$	2.33	3.15	4.46	5.45

Таблиця 2

Інтенсивність дифракційних максимумів та значення  $d_{\text{hkl}}$  для масивних зрізів та плівок  $\text{GdFe}_2$ , одержаних при  $T_{\text{п}}=500$  К

Масивний зріз			Плівка *		
$I$ , відн. од.	$d_{\text{hkl}}$ , нм	(hkl)	$I$ , відн. од.	$d_{\text{hkl}}$ , нм	(hkl)
63	0.2610	(022)	60	0.266	(022)
100	0.2229	(113)	100	0.217	(113)
16	0.2134	(222)	10	0.186	–
3	0.1696	(133)			
20	0.1509	(224)	10	0.164	(224)
19	0.1423	(333)	10	0.145	(333)
18	0.1307	(044)	10	0.132	(044)
7	0.1169	(026)	10	0.114	–
7	0.1128	(335)			
$a = 0.7394$ нм			$a = 0.750$ нм		

Таблиця 3

Інтенсивність дифракційних максимумів та значення  $d_{hkl}$  для масивних взірців та плівок  $Gd_2Fe_{17}$ , одержаних при  $T_p=500$  К

Масивний взірець (ромбоєдрична ґратка типу $Th_2Zn_{17}$ )			Масивний взірець (гексагональна ґратка типу $Th_2Ni_{17}$ )			Плівка *	
I., відн. од	$d_{hkl}$ , нм	(hkl)	I., відн. од	$d_{hkl}$ , нм	(hkl)	I., відн. од	$d_{hkl}$ , нм
83	0.297	(113)	30	0.297	(112)	90	0.276
73	0.246	(030)	13	0.260	(013)		
26	0.238	(024)	42	0.245	(030)		
100	0.213	(220)	46	0.212	(220)	100	0.201
98	0.211	(033)	100	0.211	(032)		
53	0.207	(006)	29	0.209	(014)		
33	0.189	(223)	11	0.196	(123)		
24	0.148	(226)	22	0.189	(222)		
27	0.134	(333)	12	0.148	(224)	80	0.142
24	0.123	(060)	17	0.134	(332)		
9	0.106	(440)	15	0.122	(060)	75	0.116
8	0.105	(066)	14	0.121	(036)		
5	0.103	(0012)	12	0.106	(064)		
8	0.093	(2212)	7	0.099	(336)	40	0.101
			10	0.090	(362)	30	0.090

\* Максимуми є сумами груп ліній, тому говорити про індекси hkl не можна.

Аморфну плівку, одержану при  $T_p=300$  К, можна перевести в кристалічний стан також за допомогою термовідпалювання. Для цього необхідна температура відпалювання понад 500 К [3]. Ці аморфні плівки мають велику термічну і часову стійкість. Одночасне співіснування аморфної та кристалічної фази в конденсатах  $GdFe_2$ ,  $GdFe_5$  і  $Gd_2Fe_{17}$  дає змогу одержувати нанокристаліти в аморфних матрицях і таким способом розширити їхні функціональні можливості.

1. Физика и химия редкоземельных элементов. Справочник / Под. ред. К. Гшнайдера, Л. Айринга. М., 1982.
2. Буравихин В. А., Неделько А. А., Шелковников В. Н. О времени и температуре отжига железогадолиниевых пленок // Физика магнитных пленок. 1970. Т. 24. С. 45-49.
3. Лагунов В. А., Синани А. Б. Компьютерное моделирование формирования кристаллической структуры при переходе из аморфного состояния // Физика твердого тела. 2000. Т. 42. №4. С. 1087-1091.

**INFLUENCE OF CONDITIONS OF EVAPORATION  
ON THE STRUCTURE OF CONDENSATES Gd-Fe****O. Mykolaychuk, N. Lutsyk, V. Prysyzhnyuk, O. Bubernyak**

*Ivan Franko Lviv National University, Physic of Metals Department  
Kyryla & Mephodiya Str., 8, UA-79005, Lviv, Ukraine  
e-mail: [prysyzhnyuk@wups.lviv.ua](mailto:prysyzhnyuk@wups.lviv.ua)*

We have explored three compounds:  $GdFe_2$ ,  $GdFe_5$ ,  $Gd_2Fe_{17}$ . Their condensates were obtained by method of the thermal evaporation on fresh chip of monocrystals NaCl at 300 i 500 T<sub>s</sub>. Electron-diffraction investigations were carried out on the electronic microscope UEMV-100K. The investigation of thermal stability and kinetics of crystallization of films was carried out in column of microscope using attachment PRON-2 with heat rate of 10K/mines.

The electron-diffractions from films of all explored compounds (temperature of substrate 300 K) are characterized by a diffusion halo. It proves the existence of amorphous structure of films with prevalence of a uniform type of the proximate interatomic ordering. The proximate interatomic distances were determined. This films have high spalling resistance. The crystallization of amorphous films  $GdFe_2$  begins at temperature 720 K. Amorphous structure of films  $GdFe_5$  is stable even at temperature 850 K.

Films obtained at temperature of substrate 500 K have a fine-dyspersated polycrystalline structure. The interplanar distances and structures of explored films were determined.

*Key words:* film, amorphous, crystallization, thermal stability, evaporation.

Стаття надійшла до редколегії 07.10.2002  
Прийнята до друку 06.02.2003