

## تأثیر دمای آنیل بر خواص ساختاری و مغناطیسی لایه نازک نئودمیوم آهن بور

علیرضا خانجانی\*، علی قاسمی و مرتضی هادی

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، شاهین شهر، اصفهان

(دریافت مقاله: ۱۳۹۳/۰۱/۱۵ - دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۴/۰۳/۱۶)

**چکیده** - در این پژوهش لایه‌های نازک نئودمیوم آهن بور با لایه بافر و لایه محافظ تنگستن بر زیر لایه  $\text{Si/SiO}_2$  به روش پراکنش امواج رادیویی مگنترونی تولید شد. سیستم ایجاد شده در دماهای ۴۵۰، ۵۰۰، ۵۵۰، ۶۰۰ و ۶۵۰ سانتی‌گراد در خلاء تحت عملیات بلوری شدن قرار گرفت. آنالیز فازی لایه‌ها توسط پراش پرتو ایکس بررسی شد و وجود فاز  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  بدون هیچ نوع فاز ثانویه دیگری تایید شد. با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی سطح مقطع پوشش و دانه‌بندی لایه‌ها به‌طور دقیق مورد بررسی قرار گرفت. ریخت سطح لایه‌ها توسط میکروسکوپ نیروی اتمی بررسی شد. خواص مغناطیسی لایه شامل نیروی پسماندزدا، مغناطش اشباع و سطح حلقه پسماند توسط مغناطومتر ارتعاشی مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج به‌دست آمده نشان داد که با آنیل در دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد، ساختار لایه غیربلورین است. با افزایش دمای آنیل به ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد بالاترین شدت قله به‌دست می‌آید و با افزایش بیش‌تر شدت کاهش می‌یابد. با افزایش دمای آنیل اندازه دانه افزایش می‌یابد که بر میزان نیروی پسماندزدا موثر است. با افزایش دمای آنیل به ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد نیروی پسماندزدا عمودی افزایش می‌یابد و با ازدیاد بیش‌تر دمای آنیل مقدار این متغیر به‌علت افزایش بیش‌تر از حد اندازه دانه‌ها کاهش می‌یابد. با توجه به خواص مغناطیسی و ساختاری لایه‌ها می‌توان نتیجه گرفت که لایه آنیل شده در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد دارای دلخواه‌ترین خواص مغناطیسی و ساختاری است.

واژگان کلیدی: لایه نازک، نئودمیوم آهن بور، نیروی پسماندزدا

## The Role of Annealing Temperature on Structural and Magnetic Properties of NdFeB Thin Films

A. Khanjani\*, A. Ghasemi and M. Hadi

Department of Materials Engineering, Malek Ashtar University of Technology, Shahin Shahr, Iran

**Abstract:** In the present research NdFeB thin films coupled with buffer and capping layer of W were formed on Si/SiO<sub>2</sub> substrate by means of RF magnetron sputtering. The system was annealed at vacuum at different temperatures of 450, 500, 550,

\* مسئول مکاتبات پست الکترونیکی: alikhanjani@yahoo.com

600 and 650 °C Phase analysis was carried out by XRD and it was found that NdFeB was formed without the formation of any kind of secondary phase. The cross sectional and grain size of the thin films were measured by scanning electron microscopy. Morphological studies were performed by atomic force microscopy. Magnetic properties of thin films including coercivity, saturation of magnetization and hysteresis area were evaluated by vibrating sample magnetometer. It was found that by annealing at 400 °C the amorphous layer was formed. The highest intensity of peaks was formed at 550 °C and with an increase in temperature the intensity was declined. The grain size was increased by temperature and had an impact on the coercivity. With an increase of temperature up to 600 °C, perpendicular coercivity was increased and then by further increase of temperature, coercivity was reduced. Based on the obtained data the temperature of 600 °C was selected as the optimum annealing temperature for reaching enhanced structural and magnetic feature.

**Keywords:** Thin film, NdFeB, Coercivity

## ۱- مقدمه

نازک نئودیمیوم آهن بور مقاومت به خوردگی ضعیف آن است. با اعمال لایه دوگانه AlN/SiC به عنوان لایه محافظ می توان سرعت خوردگی یکنواخت را کاهش داد و مدت زمان بیش تری بردار مغناطش در سیستم ناهمسان گرد مغناطیسی پایدار بماند [۱۶]. دسته دیگری از پژوهش های مرز دانشی در این حوزه به بررسی های نحوه تشکیل حوزه های مغناطیسی توسط شبیه سازی پرداخته است. در این گونه از پژوهش ها تلاش می شود تا شرایط بهینه برای تشکیل آرایه های نقطه ای از فاز نئودیمیوم آهن بور معین شود [۱۷].

پایداری گرمایی بردارهای مغناطش که به دلیل تقابل انرژی ناهمسان گردی مغناطوبلوری با انرژی گرمایی است نیز توسط سایر پژوهشگران بررسی شده است [۱۸]. پایداری گرمایی معین می کند که سوئیچینگ بردارهای مغناطش با گذشت دما و زمان با چه مکانیزمی رخ می دهد.

در پژوهش حاضر تلاش شد که ابتدا لایه نازک تنگستن به علت تطابق بلوری مناسب با نئودیمیوم آهن بور به زیرلایه سیلیکون پوشش دهی شود. سپس لایه نازک مغناطیسی در دماهای مختلف پوشش دهی شد. دانه بندی لایه نازک به همراه تغییرات زبری سطح و رفتار مغناطیسی لایه ها به دقت مورد مطالعه قرار گرفت. ارتباط بین ویژگی های ساختاری با خواص مغناطیسی لایه ها مشخص شد و دمای بهینه برای رشد تک فاز لایه نئودیمیوم آهن بور توسط روش پراکنش با امواج رادیویی معرفی شد.

در سال های اخیر، پژوهش های گسترده ای در زمینه بهینه سازی لایه های نازک که در حافظه های مغناطیسی با چگالی ذخیره اطلاعات بسیار بالا کاربرد دارند، انجام شده است [۱، ۲]. لایه های نازک مغناطیسی سخت معمولاً از جنس  $\text{PrFeB}$  و  $\text{NdFeB}$ ،  $\text{GdFeCo}$ ،  $\text{TbFeCo}$ ،  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ ،  $\text{SmCo}_5$  انتخاب می شوند، که شامل یک عنصر نادر خاکی دو یا سه ظرفیتی در اوربیتال ۴f و یک فلز انتقالی ۳d با ناهمسان گردی مغناطوبلوری بالا است [۱]. این عناصر پس از عملیات حرارتی مناسب به صورت نیتريد، بوراید و یا ترکیبات بین فلزی در ترکیب ظاهر می شوند. آلیاژ  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  به عنوان یکی از مواد مغناطیسی سخت در حافظه های مغناطیسی، موتورهای الکترومغناطیسی، محرک ها و سنسورها کاربرد گسترده ای دارد [۳-۶]. فاز  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  با ساختار تتراگونال دارای ناهمسان گردی مغناطیسی تک محوری و مغناطش اشباع بالا ( $B_s = 1/6T$ ) است [۷].

تاکنون پژوهش های به نسبت وسیعی در مورد تهیه لایه نازک NdFeB صورت گرفته است. در اکثر این پژوهش ها هدف اصلی تشکیل فاز  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  با دانه بندی و ضخامت مناسب برای افزایش نیروی پسماندزدا و مغناطش اشباع است [۸-۱۴]. اخیراً لایه نازک نئودیمیوم آهن بور توسط روش رسوب دهی پالسی لیزر تهیه شده است و حضور گاز نیتروژن در حین فرایند رشد لایه باعث ریزش دانه بندی و افزایش نیروی پسماندزدا و مغناطش اشباع شده است ولی مقاومت به خوردگی آلیاژ کاهش یافته است [۱۵]. مشکل استفاده از لایه

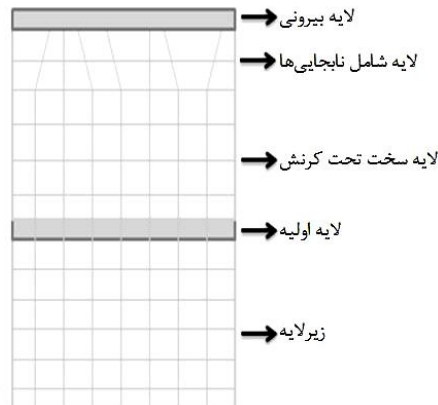
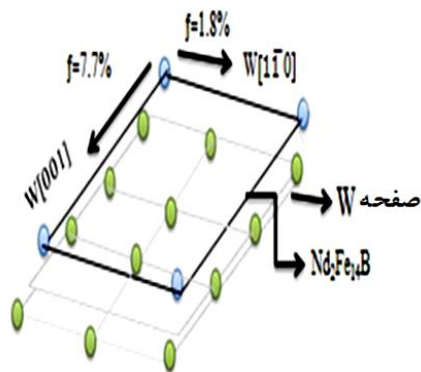
## ۲- مواد و روش پژوهش

در این پژوهش، لایه‌های نازک به وسیله روش پراکنش امواج رادیویی مگنترونی و با استفاده از هدفی با ترکیب  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  در دمای اتاق انجام شد. قبل از شروع عملیات پراکنش، برای پایدار ماندن پلاسما، به مدت ۲۰ دقیقه عملیات پراکنش اولیه انجام شد. سپس بر روی زیرلایه  $\text{Si}/\text{SiO}_2$  به ترتیب لایه‌های بافر تنگستن (ضخامت ۳ نانومتر) / لایه مغناطیسی  $\text{NdFeB}$  (ضخامت ۳۰۰ نانومتر) / لایه محافظ تنگستن (ضخامت ۳ نانومتر) پوشش داده شد. فشار اولیه سیستم کمتر از  $3 \times 10^{-6}$  تور تنظیم شد. فشار پراکنش لایه بافر تنگستن و لایه مغناطیسی  $\text{NdFeB}$  به ترتیب ۵ و  $3 \times 10^{-3}$  تور تنظیم شد. نرخ پراکنش لایه مغناطیسی و لایه بافر تنگستن ۱۷ و ۱۵ نانومتر در دقیقه انتخاب شد. به منظور بلوری شدن لایه مغناطیسی آنیل لایه‌های تهیه شده در محدوده دمایی ۴۵۰ تا ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد در کوره عملیات حرارتی لوله‌ای کوارتزی تحت گاز آرگون با نرخ گرمایش ۱۵ درجه سانتی‌گراد در دقیقه به مدت ۳۰ دقیقه انجام شد. آزمون پراش پرتو ایکس با استفاده از پرتو  $\text{CuK}\alpha$  برای نمونه‌ها انجام شد. از طول موج اشعه ایکس ۱/۵۴۲ آنگستروم و فیلتر نیکل استفاده شد. نرخ روبش معادل ۰/۵ درجه بر دقیقه، ولتاژ اعمالی برابر با ۳۰ کیلوولت و جریان معادل ۳۰ میلی‌آمپر انتخاب شد. ارزیابی میکروسکوپی از سطح مقطع و سطح لایه‌های نازک توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی انتشار میدان (FE-SEM) انجام شد. مدل میکروسکوپ الکترونی JSM-7000F, JEOL و مجهز به تحلیلگر EDS مدل JEO-۲۳۰۰F بود. به منظور اندازه‌گیری زبری و نیز مشاهده توپوگرافی سطح از میکروسکوپ نیروی اتمی با مدل ویکو استفاده شد و تصاویر حاصله در شرایط غیرتماسی بود. رفتار مغناطیسی لایه‌های نازک نیز به کمک دستگاه مغناطومتر (VSM) تعیین شد و نحوه تغییرات مغناطش اشباع و نیروی پسماندزدا با تغییرات دما مشخص شد.

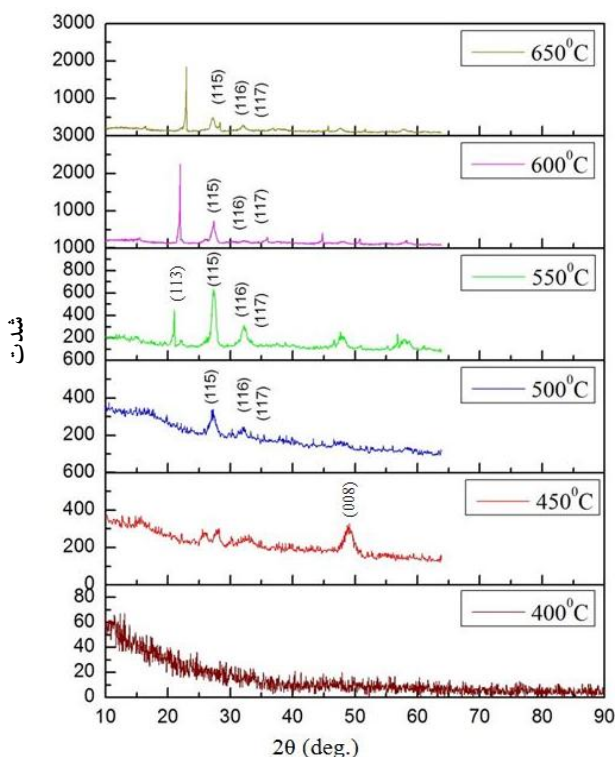
## ۳- نتایج و بحث

در این پژوهش از لایه بافر تنگستن به منظور جلوگیری از نفوذ اکسیژن موجود در زیرلایه به لایه مغناطیسی نئودمیوم آهن بور استفاده شد. همچنین لازم است که تطابق بلوری بین لایه مغناطیسی و لایه بافر ایجاد شود تا رشد لایه مغناطیسی با ناهمسان‌گردی مغناطوبلوری انجام شود. شکل ۱ ارتباط کریستالوگرافی بین لایه بافر تنگستن و لایه مغناطیسی نئودمیوم آهن بور را نشان می‌دهد. مشخص است که متغیر عدم انطباق در جهت [۱۱۰] و در صفحه (۱۱۰) تنگستن در حدود ۱/۸٪ است. میزان این متغیر در جهت [۱۱۰] تنگستن کمی بیشتر و در حدود ۷/۷٪ است. در این مورد بلوریت‌های  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  با صفحه (۰۰۱) می‌توانند بر صفحه (۱۱۰) تنگستن با متغیر عدم انطباق کم‌تر از ۹٪ رشد کنند. در شبکه  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  برای تطابق بلوری مناسب با اتم‌های صفحه (۱۱۰) لایه بافر تنگستن، کرنش الاستیکی ایجاد می‌شود. با توجه به شکل مشخص است که رشد کوهرینت صفحه (۰۰۱) فاز تراگونال  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  بر صفحه (۱۱۰) تنگستن (bcc) امکان‌پذیر است و ماکزیمم عدم انطباق دو صفحه برابر با ۷/۷٪ است که مقدار بسیار کمی است. با توجه به کوچک بودن فاکتور عدم تطابق بلوری بین لایه بافر و لایه مغناطیسی و همچنین کنترل میزان اکسیداسیون عنصر نئودمیوم در ترکیب مغناطیسی، استفاده از لایه بافر و لایه محافظ از جنس تنگستن بسیار لازم است.

شکل ۲ الگوهای پراش پرتو ایکس از لایه نازک  $\text{NdFeB}$  آنیل شده در دماهای مختلف را نشان می‌دهد. تحلیل الگوهای به دست آمده نشان می‌دهد که قله‌های موجود تطابق کاملی با فاز  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  دارند. عدم حضور فازهای ثانویه که در تشکیل نئودمیوم آهن بور بسیار محتمل است، نشان‌دهنده مناسب بودن متغیرهای فرایند در سیستم لایه‌نشانی مگنترون است. با توجه به ضخامت بسیار کم لایه تنگستن (۳ نانومتر) و دقت روش پراش پرتو ایکس که فازهای کمتر از ۵٪ را آشکار نمی‌کند، هیچ قله‌ای از این عنصر در الگوی پراش مشاهده نمی‌شود.



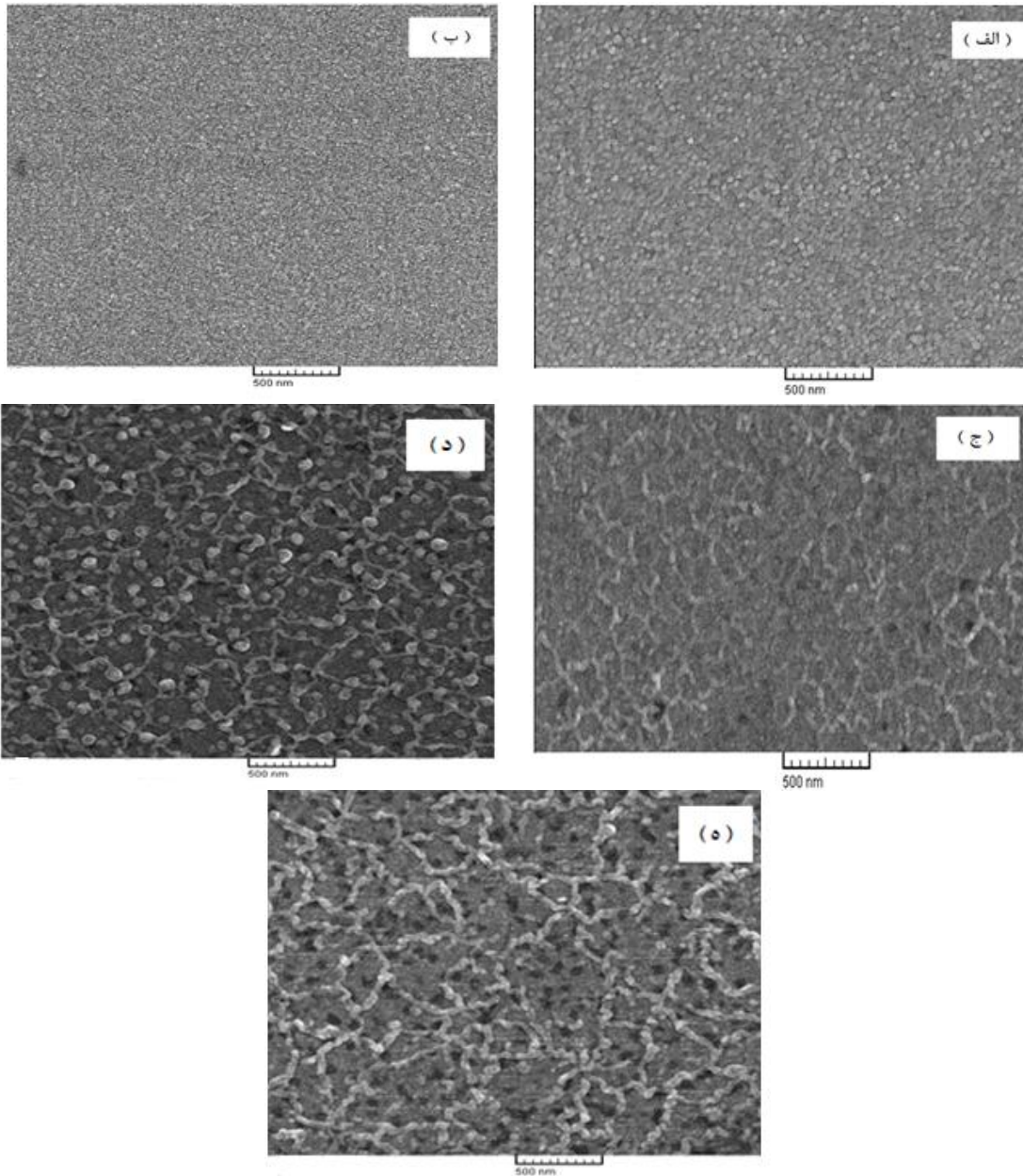
شکل ۱- ارتباط بلورشناسی شبکه بین لایه تنگستن و فاز مغناطیسی نئودیمیوم آهن بور



شکل ۲- الگوهای پراش پرتو ایکس لایه‌های نازک نئودیمیوم-آهن- بور آنیل شده در دمای مختلف

شرط لازم برای داشتن نیروی پسماندزدا و نسبت مربعی شدن بالا تشکیل فاز  $Nd_2Fe_{14}B$  است. با مقایسه الگوهای پراش اشعه ایکس نمونه‌ها با نتایج پژوهشگران دیگر، کاملاً غیربلورین نمونه شاهد قابل ملاحظه است. در دمای  $450^\circ C$  درجه‌سنتی‌گراد لایه‌ها دستخوش یک استحاله ساختاری می‌شوند و از حالت غیربلورین به فاز  $Nd_2Fe_{14}B$  تبدیل می‌شوند، و چیدمان در

جهت محور آسان (جهت  $c$  تتراگونال) قرار می‌گیرند. لازم به ذکر است که در روش پراکنش با امواج رادیویی شرایط پوشش‌دهی غیرتعادلی است و در صورتی‌که زیرلایه در حین فرایند و یا پس از فرایند تحت عملیات حرارتی قرار نگیرد، فاز بلوری تشکیل نخواهد شد و صرفاً هاله‌های شیشه‌ای فاز غیربلورین در الگوی پراش نمایان می‌شود. البته با اعمال دما در شرایط کنترل شده (خلاء) امکان بلوری شدن فاز نئودیمیوم آهن بور وجود دارد. اتمسفر کوره عملیات حرارتی می‌بایست به‌دقت کنترل شود. حضور اکسیژن در اتمسفر و اکتیویته بالای نئودیمیوم در واکنش با اکسیژن امکان تشکیل اکسیدهای مختلف را امکان‌پذیر می‌سازد. با افزایش دما میزان بلورینگی فاز مغناطیسی زیاد می‌شود. این موضوع را می‌توان از افزایش شدت قله‌های پراش پرتو ایکس مشاهده کرد. گفتنی است که محاسبه درصد وزنی فاز مغناطیسی در سیستم نیاز به حضور نمونه استاندارد و استفاده از روش‌های استاندارد بیرونی یا استاندارد درونی دارد. همان‌گونه که می‌دانیم محور  $c$  محور آسان مغناطیسی در فاز  $Nd_2Fe_{14}B$  تتراگونال است. در لایه‌های آنیل شده بیش‌تر از  $45^\circ$  درجه‌سنتی‌گراد لایه‌ها با بافت محوری  $c$  برجسته،  $(115)$ ،  $(116)$  و  $(117)$  به‌دست می‌آید. شدت بیشینه بازتاب فاز  $Nd_2Fe_{14}B$  در دمای آنیل  $55^\circ$  درجه‌سنتی‌گراد به‌دست می‌آید. با افزایش بیش‌تر دمای آنیل شدت قله‌های فاز  $Nd_2Fe_{14}B$  کاهش می‌یابد که در نتیجه بافت محوری  $c$  کاهش می‌یابد. نتایج به‌دست آمده تطابق مناسبی با پژوهش سایر



شکل ۳- تصاویر میکروسکوپی لایه‌های نازک نئودمیوم-آهن-بور در دمای آنیل مختلف:  
 الف) ۴۵۰، ب) ۵۰۰، ج) ۵۵۰، د) ۶۰۰ و ه) ۶۵۰ درجه‌سنتی‌گراد

پژوهشگران دارد [۷-۱۰].

شکل ۳ تصاویر میکروسکوپی لایه‌های آنیل شده را در دماهای مختلف نشان می‌دهد. تصاویر نشان می‌دهند که ریخت (مورفولوژی) سطحی کاملاً تحت تاثیر دمای آنیل است. محدوده دمای بین ۵۰۰ تا ۵۵۰ درجه‌سنتی‌گراد بالاترین سرعت رشد دانه را در میان دماهای آنیل مختلف دارد و

تغییرات اندازه دانه در این محدوده دارای بالاترین شیب است. قابل ملاحظه است که با افزایش دمای آنیل، میانگین اندازه دانه‌ها افزایش می‌یابد و در دمای ۴۵۰ درجه‌سنتی‌گراد به ۴۰ نانومتر می‌رسد و هنگامی که دمای آنیل به ۶۵۰ درجه‌سنتی‌گراد افزایش یابد، این مقدار به ۳۰۰ نانومتر خواهد رسید. در واقع افزایش دما باعث تغییر اندازه و ریخت دانه می‌شود. واضح است که با

جدول ۱- زبری سطح لایه نازک نئودمیوم آهن بور در دماهای مختلف عملیات حرارتی

دما (°C)	R <sub>a</sub> (nm)	R <sub>y</sub> (nm)	R <sub>z</sub> (nm)	R <sub>rms</sub> (nm)	R <sub>p</sub> (nm)	R <sub>v</sub> (nm)
۴۵۰	۳	۳۶	۱۷	۴	۲۱	۱۴
۵۰۰	۳	۳۸	۱۸	۴	۲۳	۱۴
۵۵۰	۳	۴۵	۲۲	۴	۲۸	۱۶
۶۰۰	۴	۴۹	۲۴	۵	۳۲	۱۶
۶۵۰	۳	۵۲	۲۵	۴	۳۴	۱۸

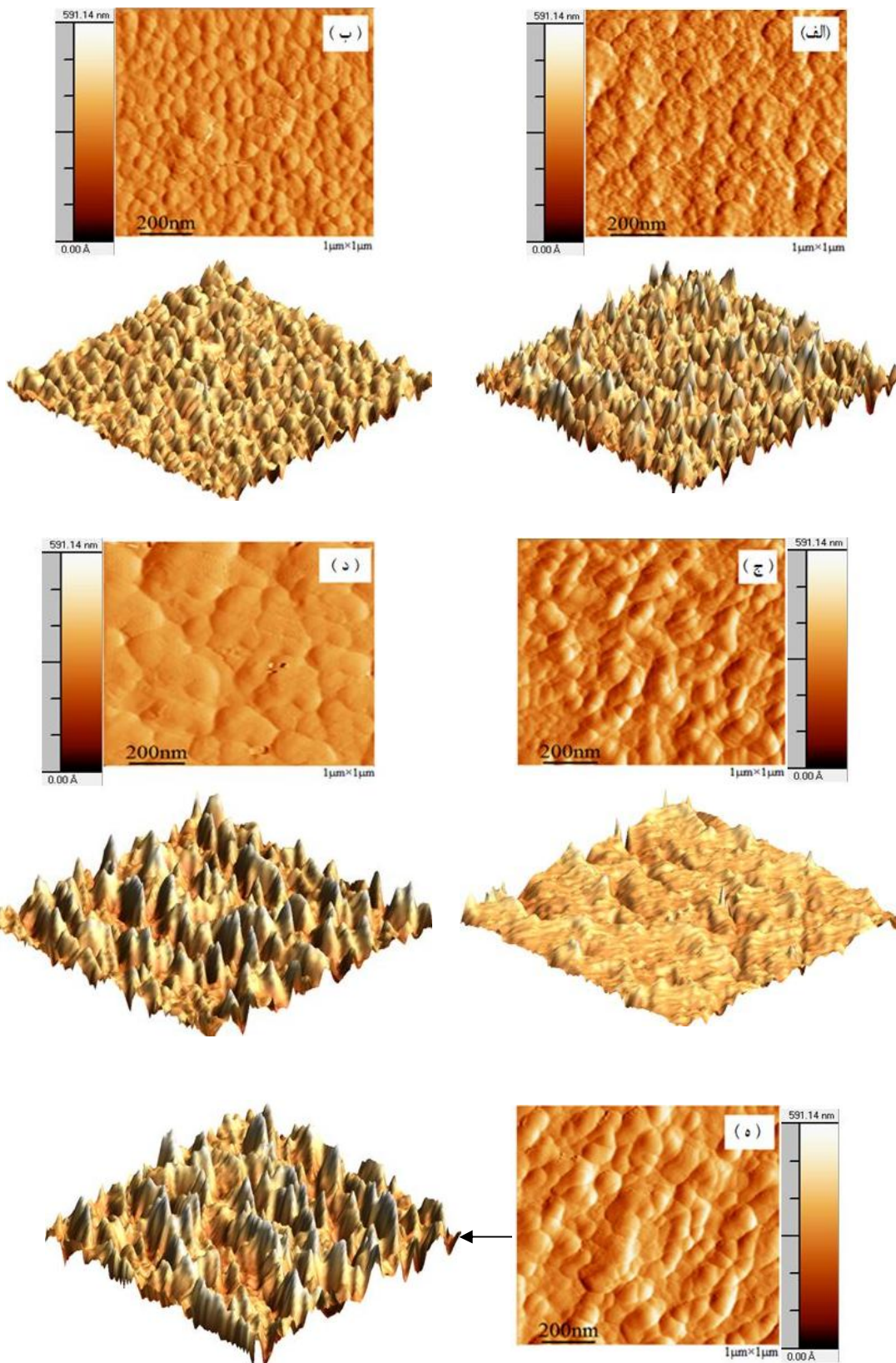
میزان زبری سطح افزایش یابد، مکان‌های میخ‌کوب در دانه‌ها زیادتر می‌شوند و در نتیجه حرکت دیواره حوزه‌های مغناطیسی و چرخش غیرکوهرنت بردار مغناطش سخت‌تر می‌شود. این موضوع باعث افزایش نیروی پسماندزدا می‌شود. نیروی پسماندزدا بالاتر به پایداری بیش‌تر بردار مغناطش با گذشت زمان و ثابت بودن چگالی اطلاعات ذخیره شده در طولانی مدت ارتباط دارد. هم‌چنین زبری سطح بالاتر باعث می‌شود که توزیع میدان سوئیچینگ گسترده‌تر شود و البته این موضوع در تقابل با افزایش نیروی پسماندزدا است و لذا می‌بایست تعادلی مناسب بین افزایش نیروی پسماندزدا و توزیع میدان سوئیچینگ ایجاد شود.

شکل ۵ منحنی‌های پسماند نمونه‌های آنیل شده را در دماهای مختلف نشان می‌دهد. تغییرات خواص مغناطیسی منحنی پسماند عمود و موازی لایه‌های آنیل شده در دماهای مختلف در جدول ۲ خلاصه شده‌اند. لایه‌های آنیل شده در دمای پائین‌تر از ۴۵۰ درجه‌سانتی‌گراد دارای خواص مغناطیسی نرم هستند و تفاوت زیادی در مقدار نیروی پسماندزدا در جهت موازی و عمود بر میدان مشاهده نمی‌شود. نیروی پسماندزدا در نمونه‌های آنیل شده در دمای کمتر از ۴۵۰ درجه‌سانتی‌گراد به دلیل ناکافی بودن عملیات حرارتی برای بلوری شدن فاز Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B، کوچک است. مغناطش اشباع تابع تعداد اسپین‌های هم‌جهت شده در واحد حجم است و چون این میزان در جهات

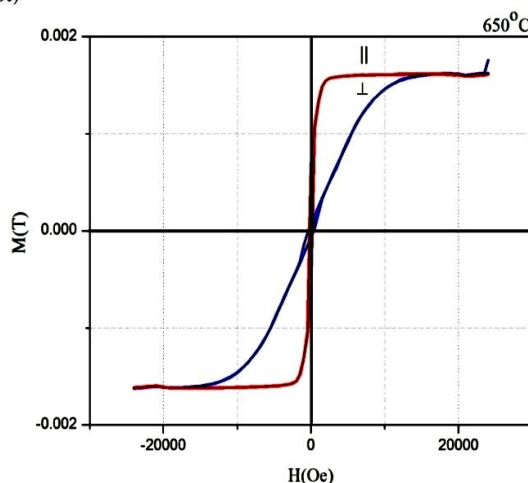
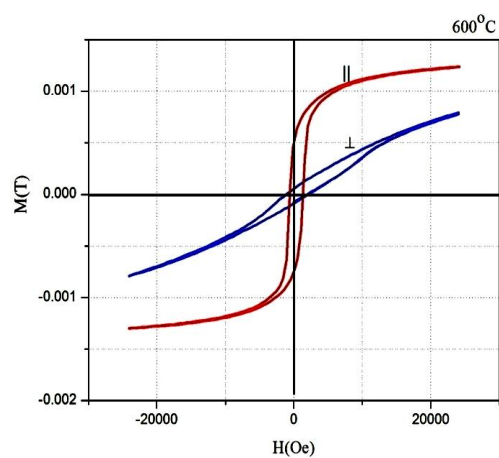
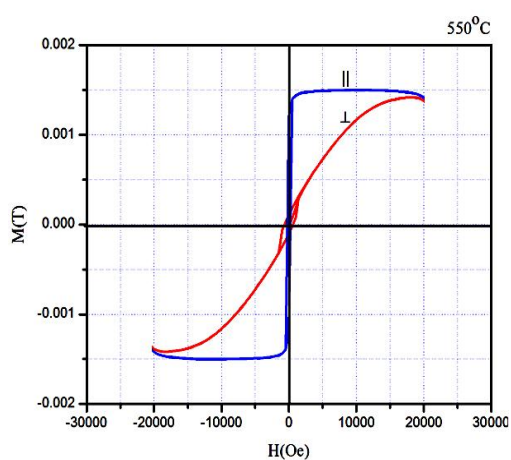
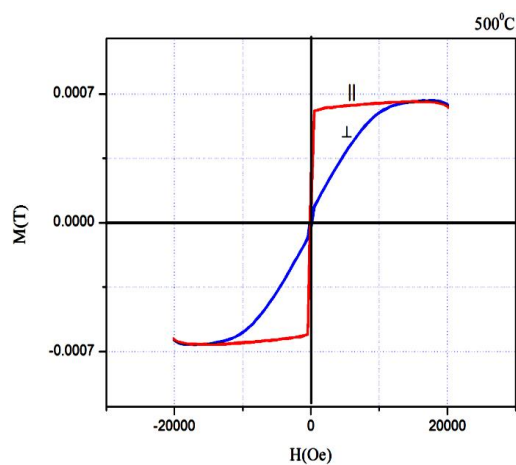
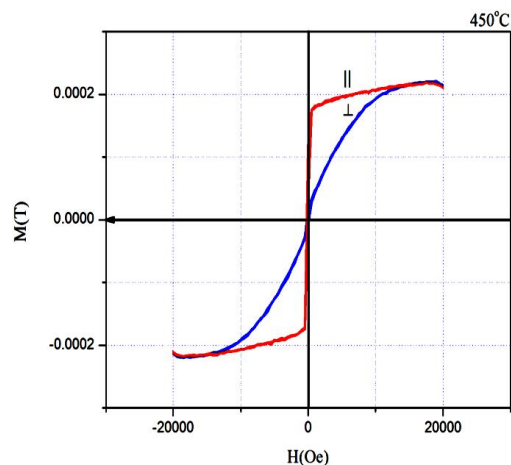
ازدیاد دما ضریب نفوذ عناصر افزایش می‌یابد. این موضوع باعث رشد دانه در سیستم می‌شود. از طرفی امکان نفوذ متقابل عناصر زیرلایه در لایه مغناطیسی فراهم می‌شود. با توجه به حضور لایه بافر تنگستن، نفوذ متقابل عناصر زیرلایه و لایه مغناطیسی امکان‌پذیر نخواهد بود. از آنجایی که تنگستن یک عنصر دیرگداز است، نفوذ آن به‌درون لایه مغناطیسی نیاز به دماهای بسیار بالا دارد که در این پژوهش انتخاب دمای عملیات حرارتی به‌گونه‌ای بود که ضمن تشکیل فاز نئودمیوم آهن بور در سیستم، امکان نفوذ عناصر تنگستن وجود نداشته باشد. نکته مهم دیگری که از تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی معین است تغییر ریخت دانه‌های مغناطیسی است. دانه‌ها در دماهای پایین (کمتر از ۵۰۰ درجه‌سانتی‌گراد) دارای رشد ناهمسان‌گرد تتراگونال هستند. افزایش دما باعث می‌شود که علاوه بر رشد عمودی، رشد صفحه‌ای نیز انجام شود و در نتیجه ناهمسان‌گردی مغناطوبلوری کاهش یابد. این موضوع به‌خصوص در دمای ۶۵۰ درجه‌سانتی‌گراد به‌خوبی مشخص است که سیستم شامل دو نوع دانه‌بندی است. نوع اول دانه‌ها با رشد عمودی که باعث ایجاد ناهمسان‌گردی مغناطوبلوری بالا می‌شوند و نوع دوم دانه‌های جانبی که مانع ارتقاء ناهمسان‌گردی بلوری می‌شوند. با توجه به اینکه اندازه دانه‌ها از حد سوپرپارامغناطیس برای نئودمیوم آهن بور بسیار بزرگتر است، لذا انتظار رفتار فرومغناطیس در سیستم می‌رود که این موضوع از منحنی‌های پسماند نتیجه گرفته شد.

توپوگرافی لایه‌های نازک که توسط میکروسکوپ نیروی اتمی تهیه شده، در شکل ۴ نشان داده شده است. این شکل نشان می‌دهد که سطح لایه‌ها عاری از هرگونه ترک و تخلخل است. تصاویر میکروسکوپی نیروی اتمی در شرایط دوبرعده‌ی سه‌بعدی تهیه شده است. روشن است که با افزایش دما و ازدیاد ضریب نفوذ و رشد چندجانبه دانه‌ها، میزان زبری سطح افزایش می‌یابد. جدول ۱ روند افزایش میزان زبری متوسط را با دما مشخص می‌کند. لازم به ذکر است که میزان زبری می‌تواند بر نیروی پسماندزدا و میدان جوانه‌زنی تأثیرگذار باشد. هرچقدر





شکل ۴- تصاویر میکروسکوپی روبشی لایه‌های نازک نئودمیوم آهن بور در دمای آنیل مختلف:  
 (الف) ۴۵۰، (ب) ۵۰۰، (ج) ۵۵۰، (د) ۶۰۰ و (ه) ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد



شکل ۵- منحنی پسماند لایه‌های نازک نئودیمیوم-آهن-بور آئیل شده در دماهای مختلف

با توجه به عدم تشکیل فاز بلوری نئودیمیوم آهن بور (مطابق با الگوی پراش پرتو ایکس) حضور فازهای نرم مغناطیسی مانند آهن باعث ایجاد چنین رفتار پسماندی می‌شود. با افزایش دما به  $550^\circ\text{C}$  درجه‌سانتی‌گراد، مجدداً رفتار منحنی پسماند یک رفتار

عمودی و موازی یکسان است، لذا انتظار می‌رود که مغناطش اشباع موازی و عمودی برابر باشند. میزان نیروی پسماندزدا و مغناطش باقی‌مانده در این دما نزدیک به صفر است که نشان‌دهنده نامناسب بودن دمای عملیات حرارتی است. احتمالاً



جدول ۲- میزان متغیرهای مغناطیسی لایه‌های نئودمیوم-آهن-بور آنیل شده در دماهای مختلف

دمای آنیل	۴۵۰°C	۵۰۰°C	۵۵۰°C	۶۰۰°C	۶۵۰°C
$H_{c\perp}$ (koe)	۲/۰	۰/۳	۱	۲	۱
$H_{c\parallel}$ (koe)	۲/۰	۰/۳	۰/۴	۵/۰	۰/۳
$M_{s\perp}$ (T)	۵۹/۰	۶/۰	۶۴/۰	۶۸/۰	۸۲/۰
$M_{s\parallel}$ (T)	۵۹/۰	۶/۰	۵۵/۰	۶۸/۰	۴۱/۰
$S=(M_r/M_s)$	۱۲/۰	۱۲/۰	۱۲/۰	۱/۰	۲۶/۰

هستند. این موضوع در نتایج سایر پژوهشگران نیز مشاهده شده است [۷، ۸]. با توجه به افزایش نیروی پسماندزدا و ناهمسان‌گردی مغناطیسی لایه نازک، می‌توان احتمال داد که این لایه برای کاربردهای حافظه مغناطیسی مناسب است. افزایش بیش‌تر دما به ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد باعث کاهش نیروی پسماندزدا شده است. در واقع عوامل مؤثر بر نیروی پسماندزدا اندازه دانه و ثابت ناهمسان‌گردی است. این متغیر با ثابت ناهمسان‌گردی رابطه مستقیم و با اندازه دانه رابطه معکوس دارد. با توجه به افزایش اندازه دانه با زیاد شدن دما می‌توان انتظار داشت که میزان ناهمسان‌گردی تک‌محوری سیستم کاسته شده، باعث شود که مغناطش اشباع در دو حالت موازی و عمودی یکسان شوند. به‌عنوان جمع‌بندی و با مقایسه نتایج حاصل شده می‌توان دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد را به‌عنوان دمای بهینه برای عملیات حرارتی لایه نازک نئودمیوم آهن-بور بر لایه بافر تنگستن اعلام نمود. در این دما میزان بهینه‌ای از رشد دانه، زبری سطح، بلورینگی فاز نئودمیوم آهن-بور، مقدار نیروی پسماندزدا و مغناطش اشباع حاصل می‌شود که برای استفاده در سیستم‌های حافظه مغناطیسی می‌تواند به‌عنوان یک کاندید عمل کند.

#### ۴- نتیجه‌گیری

- تنگستن به‌دلیل تطابق بلوری مناسب با نئودمیوم آهن-بور به‌عنوان لایه بافر می‌تواند مفید باشد.

نرم مغناطیسی است. هرچند از این دما فرایند بلوری شدن نئودمیوم آهن-بور آغاز می‌شود، لکن کامل شدن آن نیاز به دماهای بالاتری دارد. در این منحنی نیز مغناطش اشباع موازی و عمودی در میدان‌های کم با یکدیگر برابر هستند. افزایش دما به ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد باعث زیاد شدن نیروی پسماندزدا عمودی به‌میزان تقریباً ۱۰۰۰ Oe شد. میزان نیروی پسماندزدا موازی از عمودی بسیار کم‌تر است و مشخص است که ناهمسان‌گردی تک‌محوره در سیستم در حال شکل‌گیری است. این موضوع را می‌توان با مقایسه الگوهای پراش پرتو ایکس نیز متوجه شد. در این دما نیز مغناطش اشباع موازی و عمودی با یکدیگر برابرند.

با عملیات حرارتی لایه‌های نازک در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد منحنی‌های موازی و عمودی دارای پسماند بیش‌تری شدند، به‌گونه‌ای که نیروی پسماندزدا عمودی به بیش از ۲۰۰۰ Oe افزایش یافت. مشاهده می‌شود که مغناطش اشباع موازی و عمودی یکسان نیستند و این موضوع با نظریه‌های موجود تطابق ندارد. دلیل این موضوع به اشباع نرسیدن منحنی پسماند در حالت عمودی است. در واقع در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد ثابت ناهمسان‌گردی تک‌محوری به اندازه‌ای زیاد شده است که برای رسیدن به حالت اشباع نیاز به میدان‌های اعمالی بیش از ۲۴ kOe است. در صورتی که میدان‌های بالاتری اعمال شود و لایه نازک نئودمیوم آهن-بور به اشباع برسد، آنگاه مغناطش اشباع در دو حالت با یکدیگر برابر

- با افزایش دمای عملیات حرارتی از ۴۰۰ به ۴۵۰ درجه سانتی گراد فاز بلوری نئودمیوم آهن بور شروع به جوانه زنی و رشد می کند و در دمای ۶۰۰ درجه سانتی گراد به بلورینگی مناسب برای کاربرد حافظه مغناطیسی می رسد.
- با افزایش دما رشد تک محوری نئودمیوم آهن بور به رشد جانبی تبدیل می شود و دمای این استحاله حدود ۵۵۰ درجه سانتی گراد است
- میزان زبری سطح لایه نازک مغناطیسی با افزایش دما زیاد می شود و در ۶۵۰ درجه سانتی گراد به مقدار بیشینه خود می رسد.
- در دمای ۶۵۰ درجه سانتی گراد، میزان بیشینه نیروی پسماندزدا عمودی تشکیل می شود و ثابت ناهمسان گردی مغناطیسی بلوری زیاد می شود. این دما به عنوان دمای بهینه برای عملیات حرارتی لایه نازک نئودمیوم آهن بور بر لایه بافر تنگستن معرفی می شود.

## مراجع

1. Sagawa, M., Togawa, N., Yamamoto, H. and Matsuura, Y., "New Material for Permanent Magnets on a Base of Nd and Fe (Invited)", *Journal of Applied Physics*, Vol. 55, pp. 2083-2087, 1984.
2. Velu, E.M.T. and Lambeth, D.N., "High Density Recording on SmCo/Cr Thin Film Media", *IEEE Transactions on Magnetism*, Vol. 28, pp. 3249 - 3254, 1992.
3. Weller, D., Moser, A., Folks, L., Best, M., Lee, W., Toney, M., Schwickert, M., Thiele, J. and Doerner, M., "High Ku Materials Approach to 100 Gbits/in<sup>2</sup>", *IEEE Transactions on Magnetism*, Vol. 36, pp. 10-15, 2000.
4. Sagawa, M., Fujimura, S., Yamamoto, H., Matsuura, Y. and Hirose, S., "Magnetic Properties of rare-Earth-Iron-Boron Permanent Magnet Materials", *Journal of Applied Physics*, Vol. 57, pp. 4094-4098, 1985.
5. Kronmuller, H., Durst, K.D. and Sagawa, M., "Analysis of the Magnetic Hardening Mechanism in RE-FeB Permanent Magnets", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 74, pp. 291-302, 1988.
6. Hirose, S., Matsuura, Y., Yamamoto, H., Fujimura, S., Sagawa, M. and Yamauchi, H., "Magnetization and Magnetic Anisotropy of R2Fe14B Measured on Single Crystals", *Journal of Applied Physics*, Vol. 59, pp. 873-877, 1986.
7. Liu, X., Shiozaki, Y. and Morisako, A., "Magnetization Reversal Mechanism of Ultra Thin Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B Films with Perpendicular Magnetic Anisotropy", *Journal of Applied Physics*, Vol. 103, pp. 103-107, 2008.
8. Yu, M., Liu, Y., Liou, S.H. and Sellmyer, D.J., "Nanostructured NdFeB Films Processed by Rapid Thermal Annealing", *Journal of Applied Physics*, Vol. 83, pp. 6611-6613, 1998.
9. Kim, M.J., Li, Y., Kim, Y.B., Ryu, K.S., Song, C.B., Kim, C.O. and Kim, T.K., "Structural and Intrinsic Magnetic Properties of Y<sub>3</sub>(Fe<sub>0.96</sub>Ti<sub>0.04</sub>)<sub>29</sub> and its Nitride", *IEEE Transactions on magnetism*, Vol. 36, pp. 3339-3341, 2000.
10. Neu, V., Melcher, S., Hannemann, U., Fahler, S. and Schultz, L., "Growth, Microstructure, and Magnetic Properties of Highly Textured and Highly Coercive Nd-Fe-B Films", *Physical Review*, Vol. 70, pp. 144418-144422, 2004.
11. Suzuki, S., Hatayama, Y., Iwama, H. and Shima, T., "Effect of Heat Treatment on the Magnetic Properties for Nd-Fe-B/Nd-Cu Multilayer Films", *IEEE Transactions on Magnetism*, Vol. 47, pp. 2796-2799, 2011.
12. Serrona, L.K.E.B., Sugimura, A., Fujisaki, R., Okuda, T., Adachi, N., Ohsato, H., Sakamoto, I., Nakanishi, A. and Motokawa, M., "Magnetic and Structural Properties of NdFeB Thin Film Prepared by Step Annealing", *Materials Science and Engineering*, Vol. B97, pp. 59-63, 2003.
13. Serrona, L.K.E.B., Fujisaki, R., Sugimura, A., Okuda, T., Adachi, N., Ohsato, H., Sakamoto, I., Nakanishi, A., Motokawa, M., Ping, D.H. and Hono, K., "Enhanced Magnetic Properties of Nd-Fe-B Thin Films Crystallized by Heat Treatment", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 260, pp. 406-414, 2003.
14. Speliotis, T., Niarchos, D., Skumryev, V., Zhang, Y. and Hadjipanayis, G., "Effect of Post Deposition Annealing on the Hysteresis Loops of Sputtered NdFeB Films", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 272-276, pp. 877-879, 2004.
15. Constantinescu, C., Patroi, E., Codescu, M. and Dinescu, M., "Effect of Nitrogen Environment on NdFeB Thin Films Grown by Radio Frequency Plasma Beam Assisted Pulsed Laser Deposition", *Materials Science and Engineering*, Vol. B178, pp. 267-271, 2013.

16. Lei, T., Heqin L., Jiong, S., Kai, Q., Wei, W., Chu, Z., Jing, Z. and Qiong, T., "Corrosion Resistance of the NdFeB Coated with AlN/SiC Bilayer Thin Films by Magnetron Sputtering under Different Environments", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 375, pp. 124-128, 2011.
17. Fujiwara, R., Shinshi, T. and Kazawa, E., "Micromagnetization Patterning of Sputtered NdFeB/Ta Multilayered Films Utilizing Laser Assisted Heating", *Sensors and Actuators A: Physical*, Vol. 220, pp. 298-304, 2014.
18. Constantinescu, C., Ion, V., Codescu, M., Rotaru, P. and Dinescu, M., "Optical, Morphological and Thermal Behaviour of NdFeB Magnetic Thin Films Grown by Radiofrequency Plasma-Assisted Pulsed Laser Deposition", *Current Applied Physics*, Vol. 13, pp. 2019-2025, 2013.