

У подальшому передбачається продовжити обґрунтування методології забезпечення живучості інформаційно-управляючих систем спеціального призначення.

1. Растворгусев С. П. Информационная война. Проблемы и модели. Экзистенциальная математика: учебное пособие для студентов вузов, обучающихся по специальности в области информационной безопасности / С. П. Растворгусев – М.: Гелиос АРВ, 2006. – 240 с.
2. Новик И. Б. Введение в информационный мир / Новик И. Б., Абдуллаев А. Ш. – М.: Наука, 1991. – 89 с.
3. 1. Ляшенко І. О. Мережоцентризм у військовій справі / І. О. Ляшенко // Сучасні інформаційні технології у сфері безпеки та оборони. К., 2009. – № 2(5). – С. 78 – 81.
4. 2. Ляшенко І. О. Еволюція розвитку концепцій ведення збройної боротьби / І. О. Ляшенко // Сучасні інформаційні технології у сфері безпеки та оборони. К., 2009. – № 3(6). – С. 91 – 93.
5. 3. Ляшенко І. О. Кібернетичний простір - як еволюція розвитку інформаційних технологій / І. О. Ляшенко // Сучасні інформаційні технології у сфері безпеки та оборони. К., 2010. – № 2(8). – С. 14 – 16.
6. 4. Яковлев А. В. Надежность информационных систем / Владимирский гос. университет, Муромский институт (филиал). – Муром, 2004. – 63 с.
7. 5. Мартынов В. В. Надежность информационных систем / Изд-во РАУ. – Эр., 2009. – 200 с.
8. 6. Морозов Ю. Д. Качество, надежность и эффективность экономических информационных систем / Морозов Ю. Д., Бобков В. П. // Московский гос. университет экономической статистики и информатики. – М., 1986. – 269 с.
9. 7. Майерс Г. Надежность программного обеспечения / Пер. с англ. М.: Мир, 1980. – 360 с.

Поступила 18.9.2013р.

УДК 538.91+538.975+004.922

Н.Н. Крупа, Ю.Б. Скирта

## **ВЛИЯНИЕ ОТЖИГА НА ФИЗИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПЛЁНОК Ni<sub>2</sub>MnGa. АЛГОРИТМ ОБРАБОТКИ ДАННЫХ АТОМНО- СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ**

Приведены результаты влияния отжига пленок Ni<sub>2</sub>MnGa на их структуру, проводимость и магнитные свойства. Описаны алгоритмы обработки изображений поверхности пленок, полученных методом атомно-силовой микроскопии. Показано, что при отжиге пленки из аморфных становится поликристаллическими и переходят из немагнитного состояния в магнитное мартенситное состояние.

## 1        Введение.

Магнитные сплавы Гейслера  $\text{Ni}_2\text{MnGa}$  рассматриваются как преспективные материалы для создания различных магнитоуправляемых микроустройств в медицине и микротехнике. Это обусловлено высокими коэффициентами деформации при термоупругом и магнитоупругом мартенситном переходе в этих сплавах [1]. Величина деформации монокристаллов  $\text{Ni}_2\text{MnGa}$  в магнитном поле может достигать 10% [2]. При мартенситном переходе  $\text{Ni}_2\text{MnGa}$  из аустенитного состояния в мартенситное состояние изменяются его физические характеристики, в том числе электропроводность, коэффициент термоэдс и магнитная проницаемость.

Основные характеристики сплава  $\text{Ni}_2\text{MnGa}$  исследованы в монокристаллических массивных образцах и, в меньшей мере, в поликристаллических образцах. В монокристаллическом  $\text{Ni}_2\text{MnGa}$  температура мартенситного перехода находится вблизи 200 К [3], но при сильных отклонениях от стехиометрии меняется от 4.2 К до 626 К. Превращение из аустенита в мартенсит характеризуется температурой  $M_s$  начала, когда образуются первые зародыши мартенсита, и  $M_f$  конца, когда переход полностью завершился, для обратного превращения определяются температуры  $A_s$  и  $A_f$  соответственно. Для многих составов температура Кюри  $T_c$  выше  $A_f$ , поэтому ферромагнитными являются оба состояния - аустенитное и мартенситное. Когда температура Кюри близка к температуре мартенситного перехода, наблюдаются более сильные изменения физических свойств, такой переход называется магнитоструктурным [2].

Понятно, что для использования в микроэлектронике и микротехнике необходимо переходить от массивных образцов к плёночным. Поэтому важно знать основные характеристики пленок  $\text{Ni}_2\text{MnGa}$ , которые пока исследованы в гораздо меньшей степени. При исследованиях пленок  $\text{Ni}_2\text{MnGa}$  прежде всего возникает вопрос получения в таких пленках мартенситного перехода. Это вызвано тем, что при напылении таких многокомпонентных, сложных пленок они, как правило, имеют аморфную, или очень близкую к аморфной мелкодисперсную структуру. Физические характеристики пленок с такой структурой могут сильно отличаться от характеристик кристаллических пленок. Кроме того, свойства пленок зависят от толщины, от структуры, материала и температуры подложки при напылении.

Обычно для получения в материалах перехода из аморфного состояния в кристаллическое используют их отжиг. Для разработки технологии получения пленок с заданными характеристиками при отжиге нужно подбирать не только атмосферу и температуру, но и контролировать время отжига. Основной целью данной работы и является выяснение влияния таких технологических параметров, как толщина пленок, структура и материал подложки, условия отжига на характеристики пленок  $\text{Ni}_2\text{MnGa}$ , то есть на их структуру, проводимость и магнитные свойства.

## **2. Методика эксперимента и полученные результаты.**

В работе исследовались пленки, полученные методом магнетронного распыления сплавных мишеней  $\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$  и  $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$  в атмосфере аргона. Плёнки толщиной 0,1, 0,2, 0,4, 0,6, 1 и 5 мкм напылялись на стеклянные и поликристаллические подложки из  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Толщина плёнок контролировалась в процессе напыления. Полученные непосредственно после напыления плёнки были немагнитными, мартенситный переход в них не наблюдался. По данным рентгенографического анализа [4] неотожженные плёнки представляют собой твёрдый раствор замещения на основе ГЦК решётки Ni с периодом  $h=0,3620 \text{ нм}$ . Средний размер частиц на подложке из  $\text{Al}_2\text{O}_3$  составляет около 10 нм, плёнки на стеклянных подложках были ещё более субдисперсными. Для получения в плёнках мартенситного перехода они отжигались в вакууме на протяжении двух часов при температуре 873 K (стеклянная подложка) и 1273 K (подложка из  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). После отжига размер кристаллических частиц увеличивался на стеклянных подложках до 30 нм и до нескольких микрон на подложках из  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . На подложках из  $\text{Al}_2\text{O}_3$  величина отдельных кристаллитов в отожжёных плёнках растёт с ростом толщины плёнки.

Измерения зависимости сопротивления пленок от температуры проводились четырёхзондовым методом, в качестве АЦП использовался модуль I-7018 фирмы ICP-DAS, управляемый разработанной нами программой. Исследования при охлаждении и нагреве показали (рис. 1), что неотожжёные плёнки имеют небольшой отрицательный температурный коэффициент сопротивления, величина которого практически не зависит от состава и толщины плёнки в диапазоне от 273 K до 373 K. Величина изменения сопротивления в этом диапазоне составляет около 2%, неотожжёные плёнки являются парамагнетиками. Это качественно совпадает с температурной зависимостью удельного сопротивления немагнитных аморфных сплавов при высоких температурах [5].

После отжига все пленки становятся ферромагнетиками. При толщине 0,1 мкм отожжёные плёнки на подложке  $\text{Al}_2\text{O}_3$  непроводящие, все более толстые плёнки - проводящие. Зависимость сопротивления пленок от температуры имеет положительный температурный коэффициент, за исключением узкой области 330-350 K для пленок  $\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$  и 325-340 K для пленок  $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$ , где на температурных зависимостях появляется характерный излом и зависимость сопротивления от температуры имеет N-образную форму. Такая форма кривой свидетельствует о происходящем в пленках мартенситном переходе.

Для плёнок, отожжёных при 1273 K, глубина спадающей части характеристики зависимости сопротивления от температуры немного больше, чем для образцов с температурою отжига 873 K, величина изменения сопротивления возрастает с толщиной, максимальное изменение сопротивления наблюдается у плёнок толщиной 5 мкм, прошедших отжиг при температуре 1273 K. При нагреве и охлаждении для плёнок толщиной 5

мкм наблюдался гистерезис около 6 K для  $\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$  и около 3 K для  $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$ . При температурах вблизи 370 K для пленок  $\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$  и 365 K для  $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$  наблюдается изменение наклона кривой  $R(T)$ , это соответствует точке Кюри, что подтверждается данными измерения намагниченности.

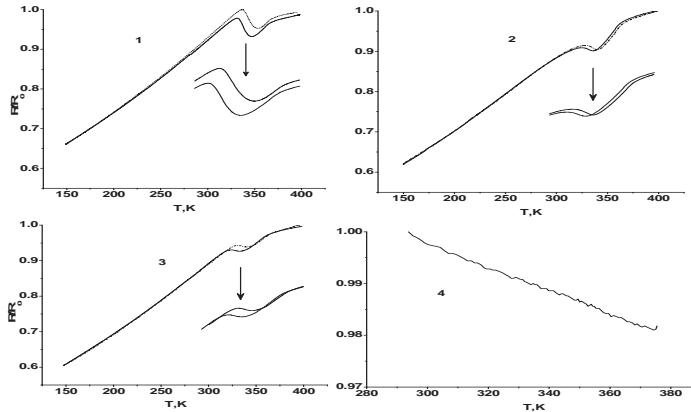


Рис.1. Зависимость сопротивления плёнок от температуры: сплошная линия - нагрев, штриховая – охлаждение. 1 – плёнка 5 мкм  $\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$ , подложка  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , отжиг  $T=1273$  K, 2 -  $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$ , 5 мкм, подложка  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $T=1273$  K, 3 -  $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$ , 5 мкм, стеклянная подложка,  $T=873$  K, 4 -  $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$ , 0,4 мкм, стеклянная подложка, без отжига.

Для измерения термоэдс была собрана установка, состоящая из держателя плёночного образца и двух прижимных свинцовых контактов. Температура холодного контакта поддерживалась около 273 K при помощи элемента Пельтье и радиатора, помещённого в воду с тающим льдом. Второй контакт медленно нагревался до температуры 400 K электрическим нагревателем, запитанным от стабилизированного источника питания Б5-47. Скорость нагрева регулировалась программно, с использованием интерфейса автоматического управления блока питания. Температура обоих контактов измерялась при помощи терморезисторов. Величина термоэдс измерялась АЦП I-7018 фирмы ICP-DAS и строилась её зависимость от разности температур горячего и холодного контактов.

Как видно из рисунка 2, коэффициент термоэдс сильнее всего отличается для отожжённых и неотожжённых плёнок, для последних он почти в два раза меньше. Зависимости для отожжённых плёнок содержат точку перегиба, соответствующую точке Кюри, участки выше и ниже этой точки практически линейны, наклон верхнего участка меньше, чем нижнего, для каждого участка зависимость хорошо аппроксимируется формулой:

$$\Delta U = A \Delta T \quad (1)$$

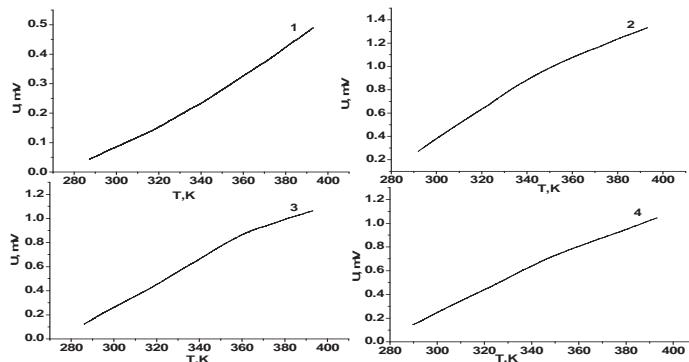


Рис.2. Зависимость термоэдс плёнок от температуры (холодный контакт находится при  $T=273,15$  К). 1 – плёнка 0,6 мкм  $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$  на стеклянной подложке без отжига, 2 – 0,4 мкм  $\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$  на стеклянной подложке, отжиг  $T=873$ К, 3 – 5,0 мкм  $\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$  на подложке  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , отжиг  $T=1273$ К, 4 - 5,0 мкм  $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$  на подложке  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , отжиг  $T=1273$ К

Для неотожжёных плёнок зависимость не имеет перегибов и может приблизительно быть описана, как квадратичная:

$$\Delta U = B_1 \Delta T + B_2 (\Delta T)^2 \quad (2)$$

Результаты измерений приведены ниже в таблицах.

Таблица 1. Термоэдс отожжённых плёнок.

Состав	$h$ , мкм	$T_{\text{отжига}}$ , К	$A_1$ , мкВ/К	$A_2$ , мкВ/К	$T_{\text{перегиба}}$ , К
$\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$ на стекле	0,1	873	8,813	4,559	344,4
$\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$ на стекле	0,2	873	11,238	7,873	357,8
$\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$ на стекле	0,4	873	12,639	7,703	347,7
$\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$ на стекле	0,6	873	7,478	5,641	362,6
$\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$ на $\text{Al}_2\text{O}_3$	5,0	1273	9,425	5,778	372,8
$\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$ на стекле	0,2	873	8,327	4,622	354,7
$\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$ на $\text{Al}_2\text{O}_3$	0,2	1273	10,243	7,841	377,6
$\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$ на $\text{Al}_2\text{O}_3$	0,4	1273	7,497	5,396	391,3
$\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$ на $\text{Al}_2\text{O}_3$	5,0	1273	9,742	7,218	349,7

Таблица 2. Термоэдс неотожжённых плёнок.

Состав	$h$ , мкм	$B_1$ , мкВ/К	$B_2$ , мкВ/ $K^2$
$\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$ на стекле	0,6	1,56	0,0097
$\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$ на стекле	0,6	2,66	0,0117
$\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$ на стекле	5,0	3,72	0,0137

Для отожжённых плёнок было качественно проверено влияние постоянного магнитного поля на термоэдс, для этого плёнка во время нагрева была помещена в поле постоянного магнита, при этом заметно уменьшение абсолютных значений термоэдс в поле, особенно выше точки перегиба.

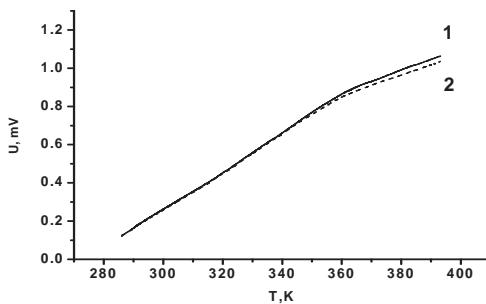


Рис.3. Влияние магнитного поля на термоэдс плёнки, толщина 5,0 мкм  $\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$  на подложке  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , отжиг  $T=1273\text{K}$ , 1 – без поля, 2 – поле  $H=1,4 \text{ kOe}$ .

Изучение поверхности плёнок проводилось при помощи атомно-силового микроскопа Solver-Pro-M фирмы NT-MDT полуконтактным методом, позволяющим получать топологию поверхности. При этом выбирались относительно большие участки квадратной формы со стороной 95 мкм для получения более полного представления о характере поверхности. Полученные изображения обрабатывались как в стандартной программе управления микроскопом Nova, так и в специально разработанной нами программе Pattern, которая использовалась для выделения границ зёрен. Наша программа состоит из оболочки, предназначеннной для чтения, записи и отображения данных с микроскопа, и набора динамических библиотек, содержащих функции обработки изображений. Все атомно-силовые изображения плёнок на стеклянной подложке имеют сплошную, относительно ровную поверхность, без заметных границ между зёрнами, мало зависящую от состава, толщины и температурной обработки. Изображения плёнок на  $\text{Al}_2\text{O}_3$  до отжига имеют аналогичный вид, после отжига характер рельефа меняется, и эти изменения зависят от толщины пленки.

Картина изображения поверхности плёнок складывается из двух групп деталей рельефа, которые разделены между собой за счет изменения высоты рельефа. Для пленки толщиной  $h=0,1$  мкм изображение поверхности состоит из отдельных изолированных высоких областей, разделённых впадинами. При  $h=0,2$  мкм эти более высокие области, похоже, соединяются и образуют непрерывную сетку, хотя между ними остаются достаточно широкие впадины. Примерно такая структура изображения наблюдается и в пленках толщиной 0,4 и 0,6 мкм, хотя относительные размеры площади более высоких областей возрастают с увеличением толщины. При большей толщине более высокие

области доминируют и изображение поверхности как бы состоит из больших плоских областей, разделённых узкими, неглубокими границами.

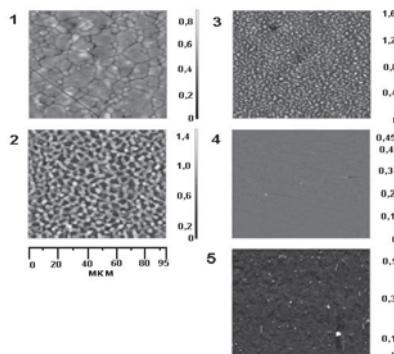


Рис. 4. Изображение топологии поверхности плёнок, полученное полуконтактным методом на атомно-силовом микроскопе. 1 – плёнка толщиной 5,0 мкм  $\text{Ni}_{49.5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22.5}$  на подложке  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , отжиг  $T=1273\text{K}$ , 2 - 0,2 мкм  $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$  на подложке  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , отжиг  $T=1273\text{K}$ , 3 - 0,1 мкм  $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$  на подложке  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , отжиг  $T=1273\text{K}$ , 4 - 1,0 мкм  $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$  на стекле без отжига, 5 – 5,0 мкм  $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$  на стекле, отжиг  $T=873\text{K}$ .

В двух первых случаях для выделения границ зёрен хорошо подходит обыкновенный пороговый метод – определяется средняя высота плёнки, вычисляется порог (мы брали 0,1 средней высоты), всё, что выше – зерно, перепад – граница. Для толстых плёнок мы разработали следующий алгоритм – вначале всё изображение обрабатывалось медиальным фильтром с шириной окна 5 пикселей для сглаживания и подавления шумов [6]. После этого для каждого пикселя изображения анализируются 4 отрезка, центром которых он является, длиной 5 пикселей, направленные горизонтально, вертикально и под углом 45 градусов.

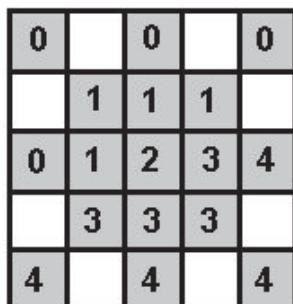


Рис.5. Выделение границ зёрен. Пронумеровано 4 отрезка или массива пикселей, номер 2 – центральный пиксель, для которого производится проверка.

Для каждого отрезка проверяется выполнение 4х условий:

$$\begin{aligned} V_1 + V_3 - 2V_2 &< H, V_0 + V_3 - V_1 - V_2 < H, V_0 + V_4 - V_2 - V_3 < H \\ V_0 + V_4 - \frac{1}{3}(V_1 + V_2 + V_3) &< H \end{aligned} \quad (3)$$

где  $Vn$  - значение пикселя,  $H$  - порог, отсчитываемый от среднего значения. Если выполняется хоть одно условие хоть для одного отрезка, пиксель принадлежит границе, иначе - зерну. Полученное сегментированное изображение сохраняется в графическом файле стандартного формата, который можно редактировать вручную для устранения отдельных сбоев алгоритма. Размеры зёрен определяются по сегментированному изображению, для определения характеристик самих зёрен сегментированное изображение накладывается на начальное.

Анализ шероховатости поверхности плёнок проводился при помощи модуля Image Analysis [7] программы Nova управления микроскопом. Для каждого изображения проводилась коррекция плоскости путём вычитания поверхности 3-го порядка, для исключения влияния не плоскопараллельного закрепления образца. После этого вычислялись статистические характеристики изображения ( $N$  - количество элементов изображения,  $h_i$  - высота одного элемента,  $p_i$  - вероятность, с которой элемент принимает данное значение).

Средняя высота поверхности.

$$H_a = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N h_i \quad (4)$$

Средняя шероховатость поверхности.

$$R_a = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (h_i - H_a)^2 \quad (5)$$

Среднеквадратичное отклонение высоты поверхности.

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (h_i - H_a)^2} \quad (6)$$

Коэффициент асимметрии распределения, характеризующий перекос распределения вероятностей, для симметричного относительно математического ожидания распределения он равен нулю [6].

$$R_{sk} = \frac{1}{N} \frac{\sum_{i=1}^N (h_i - H_a)^3}{\sigma^3} \quad (7)$$

Коэффициент эксцесса, для нормального распределения равен нулю. Если кривая распределения плотности вероятности имеет более острую и высокую вершину, чем нормальное распределение, эксцесс положителен, если более низкую и пологую – отрицателен [6].

$$R_{ka} = \frac{1}{N} \frac{\sum_{i=1}^N (h_i - H_a)^4}{\sigma^4} \quad (8)$$

Энтропия изображения, характеризующая хаотичность распределения высот.

$$I = -\sum_{i=1}^N p_i \log_2 p_i \quad (9)$$

Таблица 3. Статистические характеристики атомно-силовых изображений поверхности плёнок. Прочерк в колонке  $T_{\text{отж.}}$  – плёнка без отжига.

Состав	$h, \mu\text{мм}$	$T_{\text{отж.}}, \text{К}$	$H_a, \text{нм}$	$R_a, \text{нм}$	$\sigma, \text{нм}$
Ni <sub>49,5</sub> Mn <sub>28</sub> Ga <sub>22,5</sub> на стекле	0,6	873	108,188	6,480	9,985
Ni <sub>49,5</sub> Mn <sub>28</sub> Ga <sub>22,5</sub> на Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,0	1273	538,239	71,607	94,174
Ni <sub>49,5</sub> Mn <sub>28</sub> Ga <sub>22,5</sub> на стекле	0,6	-	66,082	10,147	14,174
Ni <sub>52</sub> Mn <sub>24</sub> Ga <sub>24</sub> на Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,1	1273	701,203	214,956	257,855
Ni <sub>52</sub> Mn <sub>24</sub> Ga <sub>24</sub> на Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,2	1273	211,028	53,975	68,245
Ni <sub>52</sub> Mn <sub>24</sub> Ga <sub>24</sub> на стекле	0,2	-	106,612	5,621	9,479
Ni <sub>52</sub> Mn <sub>24</sub> Ga <sub>24</sub> на Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,4	1273	636,826	215,645	243,485
Состав	$R_{sk}$		$R_{ka}$		$I$
Ni <sub>49,5</sub> Mn <sub>28</sub> Ga <sub>22,5</sub> на стекле	2,456		46,661		7,754
Ni <sub>49,5</sub> Mn <sub>28</sub> Ga <sub>22,5</sub> на Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-0,651		1,470		11,202
Ni <sub>49,5</sub> Mn <sub>28</sub> Ga <sub>22,5</sub> на стекле	1,989		19,872		8,199
Ni <sub>52</sub> Mn <sub>24</sub> Ga <sub>24</sub> на Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,824		0,641		12,296
Ni <sub>52</sub> Mn <sub>24</sub> Ga <sub>24</sub> на Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,129		12,850		9,768
Ni <sub>52</sub> Mn <sub>24</sub> Ga <sub>24</sub> на стекле	2,670		107,72		7,425
Ni <sub>52</sub> Mn <sub>24</sub> Ga <sub>24</sub> на Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,104		-1,129		12,374

Нами были построены гистограммы распределения высот на изображении поверхности плёнок разного типа. Была обнаружена существенная разница в форме гистограмм для плёнок на стеклянной подкладке и на Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, в последнем случае гистограммы отличаются и для плёнок различной толщины – 0,1 мкм, 0,2 мкм и 5,0 мкм.

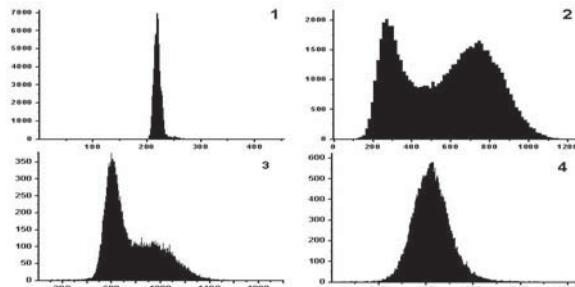


Рис. 6. Гистограммы распределения высот на изображении поверхности плёнок, по оси X – высота в нм, по оси Y – количество пикселей на изображении. 1 – плёнка толщиной 0,2 мкм Ni<sub>52</sub>Mn<sub>24</sub>Ga<sub>24</sub> на стекле, без отжига, 2 - 0,2 мкм Ni<sub>52</sub>Mn<sub>24</sub>Ga<sub>24</sub> на подложке Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, отжиг  $T=1273\text{K}$ , 3 - 0,1 мкм Ni<sub>52</sub>Mn<sub>24</sub>Ga<sub>24</sub> на подложке Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, отжиг  $T=1273\text{K}$ , 4 - 5,0 мкм Ni<sub>49,5</sub>Mn<sub>28</sub>Ga<sub>22,5</sub> на подложке Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, отжиг  $T=1273\text{K}$ .

Для плёнок на подложке  $\text{Al}_2\text{O}_3$  при помощи нашей программы на изображении были выделены отдельные зёра и проведен анализ их размеров. Для двух значений толщины – 0,1 мкм и 5 мкм были построены гистограммы распределения площади зёрен и средних перепадов высоты на их поверхности. Гистограммы в обоих случаях имеют похожую форму, общее количество зёрен и перепад высот больше для плёнки толщиной 0,1 мкм, площадь зёрен больше для плёнки 5 мкм.

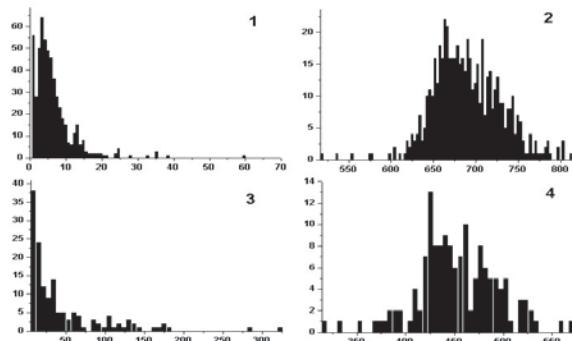


Рис. 7. Гистограммы распределения площадей и среднего перепада высот на поверхности зёрен плёнок, по оси X - площадь зёрен в квадратных мкм или перепад высоты в нм, по оси Y – количество зёрен на изображении. 1,2 - плёнка 0,1 мкм  $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$  на подложке  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , отжиг  $T=1273\text{K}$  (1-площади, 2-высоты). 3,4 - 5,0 мкм  $\text{Ni}_{49.5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22.5}$  на подложке  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , отжиг  $T=1273\text{K}$  (3-площади, 4-высоты).

Для некоторых плёнок были рассчитаны статистические характеристики зёрен:  $N_g$  - среднее количество зёрен на одном изображении размером 95 мкм на 95 мкм,  $S_g$  - средняя площадь зерна,  $S_{g\max}$  - максимальная площадь зерна,  $H_g$  - средний перепад высот на поверхности зерна,  $H_{g\max}$  - максимальный перепад высот на поверхности зерна,  $S_g/S_0$  – коэффициент заполнения, отношение суммы площадей всех зёрен ко всей площади изображения. Все проанализированные плёнки напылены на подложке  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и отожжены при 1273 К. Из приведённых в таблице данных видно, что количество зёрен на изображении для плёнки толщиной 0,1 мкм значительно больше, чем при толщине 5,0 мкм, а площадь, соответственно, меньше. Для плёнок промежуточной толщины 0,2 и 0,4 мкм программа выделяла кластеры соединяющихся зёрен как одно целое, чем обусловлено малое количество зёрен и их большая площадь. Средний перепад высот на поверхности зёрен уменьшается с ростом толщины плёнки, отношение  $S_g/S_0$  - растёт.

Для плёнки толщиной 5,0 мкм  $S_g/S_0$  - это отношение площади зёрен без площади разделяющих их углублений - границ к площади всей поверхности, для более тонких - отношение площади всех возвышенностей ко всей площади поверхности.

Таблица 4. Статистические характеристики изображений зёрен.

<b>Состав</b>	<b>H, мкм</b>	<b>N<sub>g</sub></b>	<b>S<sub>g</sub>, мкм<sup>2</sup></b>	<b>S<sub>gmax</sub>, мкм<sup>2</sup></b>
Ni <sub>52</sub> Mn <sub>24</sub> Ga <sub>24</sub>	0,1	559	5,499	195,687
Ni <sub>52</sub> Mn <sub>24</sub> Ga <sub>24</sub>	0,2	29,125	163,853	4501,759
Ni <sub>52</sub> Mn <sub>24</sub> Ga <sub>24</sub>	0,4	14,813	344,397	5348,954
Ni <sub>49,5</sub> Mn <sub>28</sub> Ga <sub>22,5</sub>	5,0	186,75	32,439	323,482
<b>Состав</b>	<b>H<sub>g</sub>, нм</b>	<b>H<sub>gmax</sub>, нм</b>	<b>S<sub>g/S<sub>0</sub></sub></b>	
Ni <sub>52</sub> Mn <sub>24</sub> Ga <sub>24</sub>	994,689	2201,673	0,364	
Ni <sub>52</sub> Mn <sub>24</sub> Ga <sub>24</sub>	813,481	1031,326	0,508	
Ni <sub>52</sub> Mn <sub>24</sub> Ga <sub>24</sub>	801,453	993,868	0,548	
Ni <sub>49,5</sub> Mn <sub>28</sub> Ga <sub>22,5</sub>	542,678	895,740	0,667	

### 3. Обсуждение и выводы.

При измерении температурных зависимостей сопротивления для всех отожжённых плёнок наблюдался характерный N-образный участок, соответствующий мартенситному переходу, что объясняется изменением кристаллической структуры в этом температурном интервале. Он более выражен у плёнок, отожжённых при 1273 К чем при 873 К. При более высокой температуре на кривой наблюдается излом, соответствующий точке Кюри. Для плёнок состава Ni<sub>49,5</sub>Mn<sub>28</sub>Ga<sub>22,5</sub> точка Кюри ближе к точке мартенситного перехода, чем для Ni<sub>52</sub>Mn<sub>24</sub>Ga<sub>24</sub>, такой переход можно считать магнитоструктурным [2], что делает мартенситный переход более явно выраженным. Наиболее сильно N-образный участок проявляется в плёнке Ni<sub>49,5</sub>Mn<sub>28</sub>Ga<sub>22,5</sub> толщиной 5,0 мкм на подложке из Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, отожжённой при 1273 К. Качественно полученные нами зависимости подобны описанным в [8] для сплавов немного отличающегося состава.

Как указано в работе [9], коэффициент термоэдс S для ферромагнетиков состоит из трёх составляющих, S<sub>d</sub> - диффузионная термоэдс, S<sub>g</sub> - фононное увлечение, S<sub>m</sub> - магнитное увлечение.

$$S = S_d + S_g + S_m \quad (11)$$

Диффузионная составляющая для случая вырожденного электронного газа определяется по формуле [9]:

$$S_d = (\pi^2 k^2 T / 3e) \left( \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \varepsilon} \right)_\eta \quad (12)$$

где k - волновой вектор электрона, e - заряд электрона, ε - энергия электрона, σ - проводимость металла, частная производная берётся для энергии, соответствующей уровню Ферми. Из приведённых формул видно, что термоэдс сильно зависит от проводимости металла и для ферромагнетиков имеет особенность в точке Кюри, что наблюдалось на практике для большинства ферромагнитных материалов [9]. В наших измерениях мы видели излом, соответствующий точке Кюри, наиболее заметный для плёнки

$\text{Ni}_{49,5}\text{Mn}_{28}\text{Ga}_{22,5}$  толщины 5,0 мкм, отожжённой при 1273 К, испытывающей магнитоструктурный переход. Никаких особенностей в точке мартенситного перехода мы не наблюдали, скорее всего, из-за недостаточной точности измерений. Сильное отличие коэффициентов термоэдс в отожжённом и неотожжённом состояниях объясняется различной удельной проводимостью в этих состояниях. Влияние магнитного поля на термоэдс, вероятно, обусловлено изменением проводимости плёнки под действием поля, что требует дополнительных исследований.

При исследовании поверхности плёнок методом атомно-силовой микроскопии была обнаружена существенная разница топологии свеженапылённых и отожжённых плёнок  $\text{Ni}_2\text{MnGa}$ . Поверхность неотожжённых пленок имеет гладкую структуру, по данным рентгеноструктурного анализа [4] структура пленки очень мелкодисперсная, близкая к аморфной. После отжига рельеф поверхности пленок на стеклянных подложках практически не изменяется, а по данным рентгеноструктурного анализа слабо увеличивается размер кристаллитов в пленке. Пленки, напыленные на подложки из  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , после отжига становятся поликристаллическими. С увеличением толщины плёнки увеличивается размер видимых на поверхности зёрен. Рассчёт статистических характеристик даёт возможность описать различия между пленками количественно. Предложенный нами алгоритм выделения зёрен рассчитан на данный тип пленок, но при некоторой доработке – изменение ширины окна и граничных условий для отрезков, может быть полезен и для анализа пленок других типов.

- 1 *K. Ullakko, J.K. Huang, C. Kantner, R.C. O'Handley, V.V. Kokorin*, Large magnetic-field-induced strains in  $\text{Ni}_2\text{MnGa}$  single crystals, *Appl. Phys. Lett.* 69, (1996), p.1966-1968.
- 2 *В.Д.Бучельников и др.* Магнитные сплавы с памятью формы: фазовые переходы функциональные свойства, УФН 8,176(2006), с.900-906.
- 3 *A.H. Васильев и др.* Ферромагнетики с памятью формы, УФН 6,173(2003), с.577-603.
- 4 *А.Ф.Андреева, Н.Н.Крупа, Е.И.Крысюк и др.* Исследование структуры и физических свойств тонких пленок  $\text{Ni}-\text{Mn}-\text{Ga}$ , Труды института проблем материаловедения им. Францевича, электронное строение и свойства тугоплавких соединений и сплавов, наносистемы и их роль в физическом материаловедении, Киев, 2004, с.121-123.
- 5 *В.В. Немошканенко, А.В. Романова, А.Г. Ильинский и др.* Аморфные металлические сплавы, Киев, Наукова думка, 1987, 248 с.
- 6 *В.Яншин, Г.Калинин*, Обработка изображений на языке С для IBM PC, Москва, Мир, 1994, с. 240.

Поступила 30.9.2013р.