

05

Эффект магнитомиграции при отжиге гранулированных пленок Co—Cu

© Э.Ю. Бучин, Д.А. Коканов, С.Г. Симакин, В.В. Наумов

Ярославский филиал Физико-технологического института РАН

E-mail: imi.buchin@rambler.ru

Поступило в Редакцию 28 августа 2013 г.

Исследовано влияние магнитного отжига на состав гранулированных пленок Co—Cu. Пленки осаждали ионно-плазменным методом на горячие кремниевые подложки, а затем подвергали длительному низкотемпературному (220°C) отжигу в вакууме в присутствии постоянного магнита. Напряженность поля у поверхности пленок составляла 500–550 Oe, его силовые линии были параллельны плоскости подложки. Обнаружен эффект магнитомиграции основных компонентов пленки в процессе отжига. Кобальт и медь, в силу различия в магнитных свойствах, разнонаправленно мигрировали по толщине пленки. В зависимости от времени отжига в отдельных случаях это приводило к фактическому разделению пленки на два подслоя.

Магнитные наносистемы в настоящее время активно и всесторонне исследуются. Это обусловлено обнаружением в них ряда новых физических эффектов, перспективных как для фундаментальных, так и для прикладных исследований. В работах широко используются пленочные структуры как наиболее технологичные. К ним, в частности, относятся магнитные гранулированные пленки. Магнетизм этих пленок обусловлен нанометровыми гранулами (кластерами) переходных металлов, распределенными в матрице из немагнитного материала [1]. Если матрица является проводящей, металлической, часто используют термин „гранулированные сплавы“. Нами для исследования выбрана гранулированная пленка состава Co—Cu. В соответствии с фазовой диаграммой данной системы при температуре ниже 422°C в ней не образуются устойчивые сплавы и интерметаллические соединения [2]. В предыдущей нашей работе по исследованию пленок Co—Cu был описан обнаруженный эффект магнитомиграции основных и примесных компонентов в процессе роста пленки под воздействием внешнего постоянного магнитного поля [3]. Целью данной работы является ис-

следование влияния магнитного отжига на распределение компонентов в уже сформированной гранулированной пленке.

Экспериментальные образцы гранулированных пленок Co–Cu получали методом ионно-плазменного осаждения с использованием наборной мишени. Исходный вакуум в рабочей камере установки составлял 10^{-6} Торр, при напуске плазмообразующего газа аргона вакуум поддерживался на уровне 10^{-4} Торр. Гранулированные пленки формировали по одностадийному процессу, при одновременном осаждении Co и Cu на горячие подложки (200°C). В качестве подложки использовали пластины монокристаллического кремния с ориентацией поверхности (100). До осаждения гранулированных пленок на поверхность монокристаллического кремния методом магнетронного распыления наносили слой аморфного кремния толщиной 30 нм. Такой же слой наносили на поверхность уже сформированной гранулированной пленки. Это делалось с целью обеспечения благоприятных условий для диффузии или миграции компонентов пленки в процессе последующего магнитного отжига. Все гранулированные пленки имели одинаковый состав ($\text{Co}_{20}\text{Cu}_{80}$) и толщину (100 нм).

Рентгеноструктурный анализ осажденных гранулированных пленок проводили с использованием установки „ДРОН-3М“. На дифрактограммах пленок отсутствовали линии, соответствующие микрокристаллическому кобальту. Этот факт говорит о том, что кобальт в гранулированных пленках, сформированных по одностадийной технологии, близок к аморфному состоянию и присутствует в виде мельчайших гранул (кластеров), состоящих из нескольких десятков атомов. Во внешнем магнитном поле такие кластеры проявляют парамагнитные свойства [4].

Полученные таким образом пленочные структуры затем подвергали длительному низкотемпературному (220°C) отжигу в вакууме при воздействии внешнего постоянного магнитного поля. Экспериментальное поле создавалось с помощью SmCo магнита цилиндрической формы, который монтировали либо со стороны пленки, либо с обратной стороны подложки. Напряженность поля у поверхности структуры при этом составляла 550 и 500 Ое соответственно, его силовые линии были параллельны плоскости подложки. Отжиг проводили в течение 18 h, затем структура медленно остывала и выгружалась из вакуумной камеры.

Послойный анализ пленочных структур выполнен с помощью вторично-ионного масс-спектрометра с времяпролетным масс-анализа-

тором TOF.SIMS⁵ в режиме регистрации молекулярных ионов вида MCs_n^+ с использованием распыляющего пучка ионов Cs^+ . Здесь M — элемент, входящий в состав распыляемого слоя, $n = 1, 2$. Данный режим наиболее подходит для исследования распределения основных компонентов по глубине структуры, поскольку формирование ионов MCs_n^+ происходит главным образом над поверхностью образца по механизму рекомбинации положительных ионов Cs^+ и нейтральных атомов примеси, следовательно, отношение ионных токов MCs_n^+/Cs_n^+ не подвержено влиянию матричных эффектов.

В настоящей работе в качестве зондирующих использовались кластерные ионы Bi_3^+ с энергией 25 keV. Интенсивность тока зондирующих ионов в постоянном режиме (DC current) составляла 22 нА. Исходная ширина зондирующего импульса составляла 13.6 ns, электродинамическая временная фокусировка (bunching) сжимала зондирующий импульс до величины 0.9 ns к моменту, когда он достигал поверхности образца. Разрешение по массам в данном случае составляло $M/\Delta M \approx 4400$ (ΔM — полная ширина на полувысоте) для $^{133}Cs^{63}Cu$. Время цикла составляло 80 μs , что задавало верхнюю границу диапазона масс в 563 а.е.

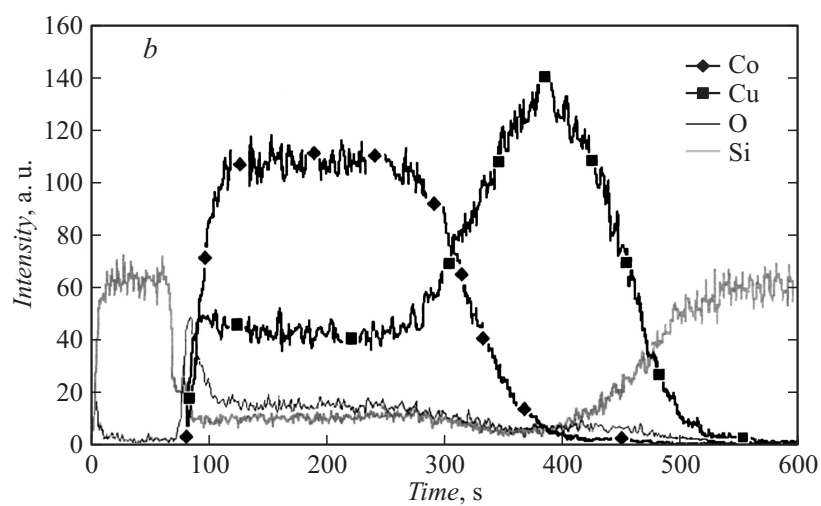
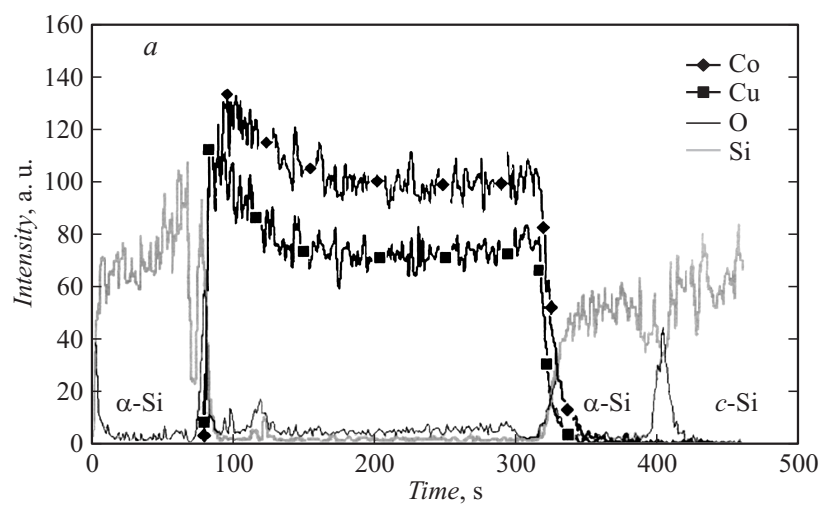
Для распыления поверхности использовался пучок ионов Cs^+ с энергией 2 keV. Интенсивность тока первичных ионов составляла 185 нА. Пучок фокусировался на поверхности образца в пятно диаметром 100 μm и разворачивался в растр $500 \times 500 \mu m$. Время воздействия распыляющего пучка в каждом цикле составляло 60 μs . Зондирующий пучок ионов висмута разворачивался в растр $50 \times 50 \mu m$ в центре области, перекрываемой распыляющим пучком. Дискретизация развертки зондирующего пучка составляла 128×128 точек.

Перед проведением послойного анализа в отдельном измерении на склоне кратера, протравленного ионной бомбардировкой до кремниевой подложки, регистрировали масс-спектр положительных вторичных ионов, используемый для калибровки шкалы масс и выбора интервалов интегрирования, соответствующих масс-пиками вторичных ионов $^{133}Cs^+$, $^{59}Co^{133}Cs^+$, $^{63}Cu^{133}Cs^+$, $^{133}Cs_2^+$, $^{16}O^{133}Cs_2^+$, $^{28}Si^{133}Cs_2^+$. В процессе анализа в каждой точке растра регистрировался полный масс-спектр в указанном диапазоне масс. Для построения профиля послойного анализа использовались интенсивности сигналов, интегрированных по площадям выбранных масс-пиков. Профили послойного анализа представляли собой зависимость интенсивности ионных токов от времени

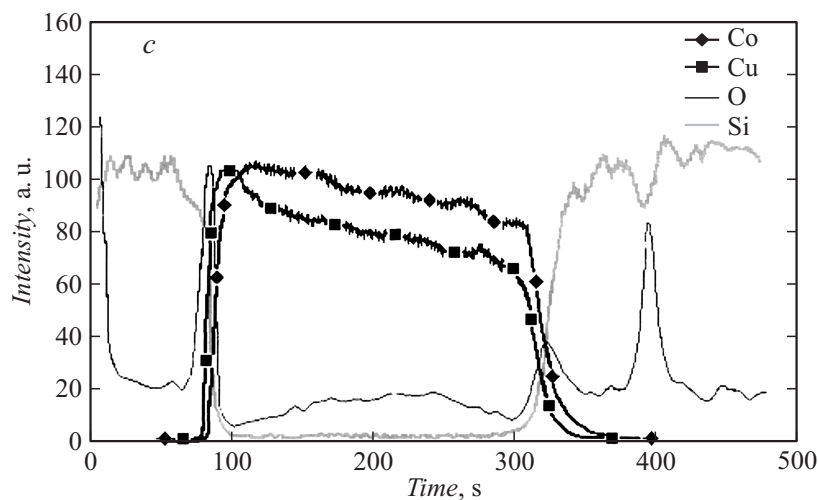
анализа. Ионные токи $^{59}\text{Co}^{133}\text{Cs}^+$ и $^{63}\text{Cu}^{133}\text{Cs}^+$, характеризующие содержание кобальта и меди, нормировались на интенсивность вторичных ионов $^{133}\text{Cs}^+$, а ионные токи $^{16}\text{O}^{133}\text{Cs}_2^+$ и $^{28}\text{Si}^{133}\text{Cs}_2^+$, характеризующие содержание кислорода и кремния, нормировались на интенсивность вторичных ионов $^{133}\text{Cs}_2^+$.

В ходе экспериментов было обнаружено существенное влияние внешнего постоянного магнитного поля на перераспределение компонентов внутри гранулированной пленки Co–Cu при ее низкотемпературном вакуумном отжиге. Результаты SIMS-анализа образцов представлены на рисунках. На рисунке, *a* приведены профили распределения основных компонентов в экспериментальной пленочной структуре сразу после ее формирования (до отжига). Хорошо видно, что в гранулированной пленке кобальт и медь распределены равномерно по ее толщине. Локальные пики кислорода отражают межслоевые границы пленочной структуры. После вакуумного магнитного отжига данной структуры характер распределения указанных компонентов существенно изменялся. На рисунке, *b* приведены концентрационные профили, образовавшиеся в результате отжига, в том случае, когда постоянный магнит был расположен у поверхности пленочной структуры. Очевидной является разнонаправленная миграция кобальта и меди под воздействием магнитного поля. Здесь нужно отметить тот факт, что при расположении магнита с тыльной стороны подложки направление миграции этих компонентов изменялось на противоположное. В обоих случаях кобальт втягивался в область сильного магнитного поля, а медь вытеснялась из этой области, что приводило практически к разделению гранулированной пленки на два подслоя различного состава.

Анализируя профили распределения компонентов, представленные на рисунках, *a* и *b*, можно отметить следующее. После отжига ширина „плато“ распределения кобальта уменьшилась на 25%, спад концентрации со стороны меди более пологий, чем со стороны аморфного кремния. Оба эти признака отражают его скопление у верхней границы гранулированной пленки. Медь мигрировала в противоположном направлении и более интенсивно. Высота основного пика ее распределения увеличилась, а его ширина на полувысоте уменьшилась вдвое. Граница распределения меди переместилась на расстояние 50–60 нм, при этом она полностью прошла сквозь буферный слой аморфного кремния и внедрилась в подложку. Часть кислорода от верхней межслоевой границы также переместилась из области сильного магнитного поля в глубь пленки.



Профили распределения компонентов в экспериментальных пленочных структурах: *a* — после напыления, до отжига; *b* — после магнитного отжига; *c* — после отжига без воздействия магнитного поля.



Продолжение рисунка.

Для сравнения на рисунке, *c* приведены профили распределения основных компонентов в экспериментальной пленочной структуре (см. рисунок, *a*) после ее отжига в том же режиме, но без воздействия постоянного магнитного поля. Из представленных данных хорошо видно, что характер распределения кобальта и меди в гранулированной пленке остался практически без изменения.

Важным является еще один экспериментальный факт. Если взамен гранулированной пленки Co–Cu при формировании указанной пленочной структуры наносили слой поликристаллического кобальта аналогичной толщины (ферромагнетик) или поликристаллического ванадия (парамагнетик) [5], то при том же режиме вакуумного магнитного отжига явления магнитомиграции этих компонентов не наблюдалось. Не происходило даже заметной их термодиффузии в буферные слои аморфного кремния по причине низкой температуры процесса.

Таким образом, в результате проведенных исследований был обнаружен эффект магнитомиграции основных компонентов в гранулированных пленках Co–Cu при их низкотемпературном магнитном отжиге. Под воздействием внешнего поля диамагнитные и парамагнитные компоненты разнонаправленно мигрировали вдоль его градиента. Наличие

данного эффекта обусловлено спецификой исследованного материала. Полагаем, что эффект магнитомиграции может также проявляться в целом ряде магнитных наносистем, таких как: гранулированные пленки других составов, композитные материалы, суперпарамагнетики, твердые растворы, соответствующие правилам Юм–Розери [6], и др. Учет эффекта магнитомиграции в указанных типах конденсированных сред может быть полезен для широкого круга исследователей.

Данная работа выполнена с использованием оборудования центра коллективного пользования „Диагностика микро- и наноструктур“ (Facilities Sharing Centre „Diagnostics of Micro- and Nano Structures“) при финансовой поддержке Минобрнауки РФ.

Список литературы

- [1] *Магнетизм наносистем на основе редкоземельных и 3d-переходных металлов*: Хрестоматия / Под ред. В.О. Васьковского. Екатеринбург, 2007. 133 с.
- [2] *Бозорт Р.М.* Ферромагнетизм / Пер. с англ. М.: ИЛ, 1956. 622 с.
- [3] *Бучин Э.Ю., Коканов Д.А., Симакин С.Г., Наумов В.В.* // Письма в ЖТФ. 2013. Т. 39. В. 12. С. 35–43.
- [4] *Халятин Д.Л., Ким П.Д., Турпанов И.А., Бетенькова А.Я., Бондаренко Г.В., Исаева Т.Н., Кит И.* // ФТТ. 2010. Т. 52. В. 9. С. 1665–1674.
- [5] *Физические величины*: Справочник / Под ред. И.С. Григорьева, Е.З. Мейлихова. М.: Энергоатомиздат, 1991. 1238 с.
- [6] *Mizutani U.* Hume-Rothery rules for structurally complex alloy phases. Taylor & Francis US, London. UK. 2010. 342 p.