

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

[1] Никишов А. И., Ритус В. И. Тр. ФИАН, 1979, т. 111. [2] Жуковский В. Ч., Херрманн И. Ядерная физика, 1971, 14, с. 150. [3] Берестецкий В. Б., Лифшиц Е. М., Пятаевский Л. П. Квантовая электродинамика. М.: Наука, 1980. [4] Волков Д. М. ЖЭТФ, 1937, 7, с. 1286. [5] Соколов А. А., Тернов И. М. Релятивистский электрон. М.: Наука, 1974. [6] Соколов А. А., Борисов А. В., Жуковский В. Ч. Изв. вузов. Физика, 1975, 10, с. 51.

Поступила в редакцию
07.09.83

ВЕСТН. МОСК. УН-ТА. СЕР. 3. ФИЗИКА. АСТРОНОМИЯ, 1984, т. 25, № 3

УДК 539.23

СТРУКТУРА И СОСТАВ ПЛЕНОК Gd—Fe, ПОЛУЧЕННЫХ В РАЗРЯДЕ С ОСЦИЛЛИРУЮЩИМИ ЭЛЕКТРОНАМИ

Г. В. Смирницкая, Э. М. Рейхрудель, Н. Н. Кононкова

(кафедра общей физики для естественных факультетов)

В последние годы аморфные пленки редкоземельных-переходных металлов привлекли внимание ученых в связи с использованием их в термомагнитных записывающих устройствах. В работе [1] аморфные пленки Gd—Co, Gd—Co—Mo толщиной 80—600 Å получались распылением в высокочастотном разряде на подложках из NaCl. Пленки имели периодическую структуру, состоящую из стержней и тонких пластинок; содержание кислорода в пленках равнялось 0,15—0,20. В работе [2] установлено, что столбчатая структура пленок Gd—Co, Gd—Fe зависит от p_{Ag} и от напряжения смещения на пленке (V) и пропадает при увеличении p_{Ag} и при $V \geq 50$ В. Показано [3], что пленки Gd—Fe толщиной 0,7—12 мкм, полученные распылением в Ar, аморфные при содержании Gd больше 20 ат. % и аморфно-кристаллические при содержании Gd меньше 15 ат. %. В работе [4] установлено, что присутствие O_2 увеличивает перпендикулярную анизотропию пленок Gd—Co, а присутствие N_2 уменьшает ее. Обнаружено [5], что взаимодействие воздуха с пленкой Gd—Fe уничтожает перпендикулярную анизотропию. Для защиты пленок от воздействия воздуха на них наносился слой Si—O. В работе [6] аморфные пленки GdFe, GdCo получались методом взрывного испарения. Температура Кюри зависела от содержания Ag и O_2 в пленках. В работе [7] установлено, что пленки Gd—Fe толщиной больше 10^4 Å, полученные в высокочастотном разряде при остаточном давлении $5 \cdot 10^{-7}$ мм рт. ст. и $p_{\text{Ag}} = 10^{-2}$ мм рт. ст., имели окисленный слой толщиной ~ 1000 Å. Большое проникновение O_2 в глубину указывало на пористость пленок. Наблюдалось образование кристаллической фазы окислов в виде звезд.

В настоящей работе пленки Gd—Fe получались в разряде с осциллирующими электронами. Описание метода и установки дано в работе [8]. В качестве подложек использовался ситалл и полированное стекло К8, подложки находились при потенциале анода (земля). Перед нанесением пленок подложки прогревались в вакууме при $T = 300^\circ\text{C}$ в течение часа. Нагрев производился тепловым излучением прямонакаливаемых Ta-лент. Катоды состояли из поликристаллического сплава GdFe₂. Дифрактограмма с поверхности катода обнаружила также присутствие окислов Gd и Fe. Химический состав, полученный на рентгеновском микроанализаторе ХМА-5В, показал неоди-

наковое содержание Gd и Fe в разных участках катода. Для уменьшения содержания инертного газа в пленках и для предотвращения воздействия энергичных нейтралов на пленку [9] распыление производилось в криптоне. Катоды очищались распылением их ионной бомбардировкой при закрытых подложках и давлении $p_{Kr} \sim 10^{-5}$ мм рт.ст. в течение 30 мин. После этого вентиль на насосе НЭМ-300 перекрывался и катоды распылялись в течение 30 мин при давлении $p_{Kr} \sim 10^{-4}$ мм рт.ст.; при этом работал дополнительный магнитоэлектрический стеклянный насос, который являлся геттером активных газов. Давление остаточных газов было $\sim 5 \cdot 10^{-8}$ мм рт.ст. После предварительного распыления заслонки открывались и производилось нанесение пленок на подложки, помещенные за окнами в цилиндрическом аноде. Толщина пленок определялась интерферометром МИИ-5 и контролировалась также взвешиванием подложек до и после нанесения на них пленок. Структура пленок исследовалась на рентгеновском дифрактометре УРС-50 ИМ. Съемка велась на $Co K_{\alpha}$ -излучении с β -фильтром из Fe. Химический состав поверхности пленки определялся на рентгеновском микроанализаторе ХМА-5В. Состав химических элементов в пленках исследовался с помощью оже-электронного анализа на установке *Varian*. Применялось травление пучком ускоренных ионов Ag^{+} с энергией 2 кэВ. Микрорельеф поверхности пленок исследовался с помощью металломикроскопа и растрового электронного микроскопа. Нанесение пленок происходило при анодном напряжении 2,5 кВ, $I = 275$ Э и при двух значениях p_{Kr} , соответствующих различным режимам разряда: 1) $p_{Kr} = 5 \cdot 10^{-4}$ мм рт.ст., разрядный ток $I_p = 4$ мА (плазменный режим разряда), 2) $p_{Kr} = 2 \cdot 10^{-4}$ мм рт.ст., $I_p = 900$ мкА (режим разряда с отрицательным пространственным зарядом).

Измерения показали, что скорость напыления пленок в плазменном режиме разряда равнялась $S = 22 \pm 2$ А/мин; при режиме с отрицательным пространственным зарядом $S = 20 \pm 2$ А/мин. Масса, напыляемая на единицу тока в единицу времени, в плазменном режиме равнялась $M = 0,6 \cdot 10^{-3}$ г/(А·мин), в режиме с отрицательным пространственным зарядом $M = 1,9 \cdot 10^{-3}$ г/(А·мин). Уменьшение M в плазменном режиме объясняется уменьшением энергии ионов, бомбардирующих катоды, и угла их падения на катод, что приводит к уменьшению коэффициента катодного распыления, а также тем, что при этих значениях давления возможны также соударения распыляемых атомов с атомами газа и обратное возвращение их на катод.

Опыты показали, что пленки, нанесенные в плазменном режиме, были аморфными независимо от рода подложки. На рис. 1 показаны дифрактограммы пленки толщиной 3,1 мкм, нанесенной на стекле в плазменном режиме. Дифрактограмма *a* снята через месяц после выноса пленки в атмосферу; видно, что пленка имеет аморфное строение. Дифрактограмма *b* снята после 12 мес пребывания пленки на воздухе (намечается появление максимумов, соответствующих образованию окислов), а *в* — через 15 мес нахождения пленки на воздухе (максимумы — Gd_2O_3 , Fe_2O_3 — стали более отчетливыми). Дифрактограммы обнаруживают медленное окисление пленки и ее кристаллизацию при нахождении на воздухе. Процесс зависит от толщины пленки и для тонкой пленки протекает быстрее.

На рис. 2, *a* приведена дифрактограмма первоначально аморфной пленки толщиной 0,6 мкм, снятая через 12 мес пребывания пленки на воздухе. Максимумы соответствуют окислам Fe_2O_3 и Gd_2O_3 . Дифрактограммы, снятые с пленок, нанесенных в режиме разряда с отрица-

тельным пространственным зарядом, сразу после нанесения обнаруживали максимумы (рис. 2, б), которые соответствовали Fe_2O_3 , FeO , Gd_2O_3 . Образование кристаллографической структуры в пленках зависит от степени подвижности адсорбированных атомов. При распыле-

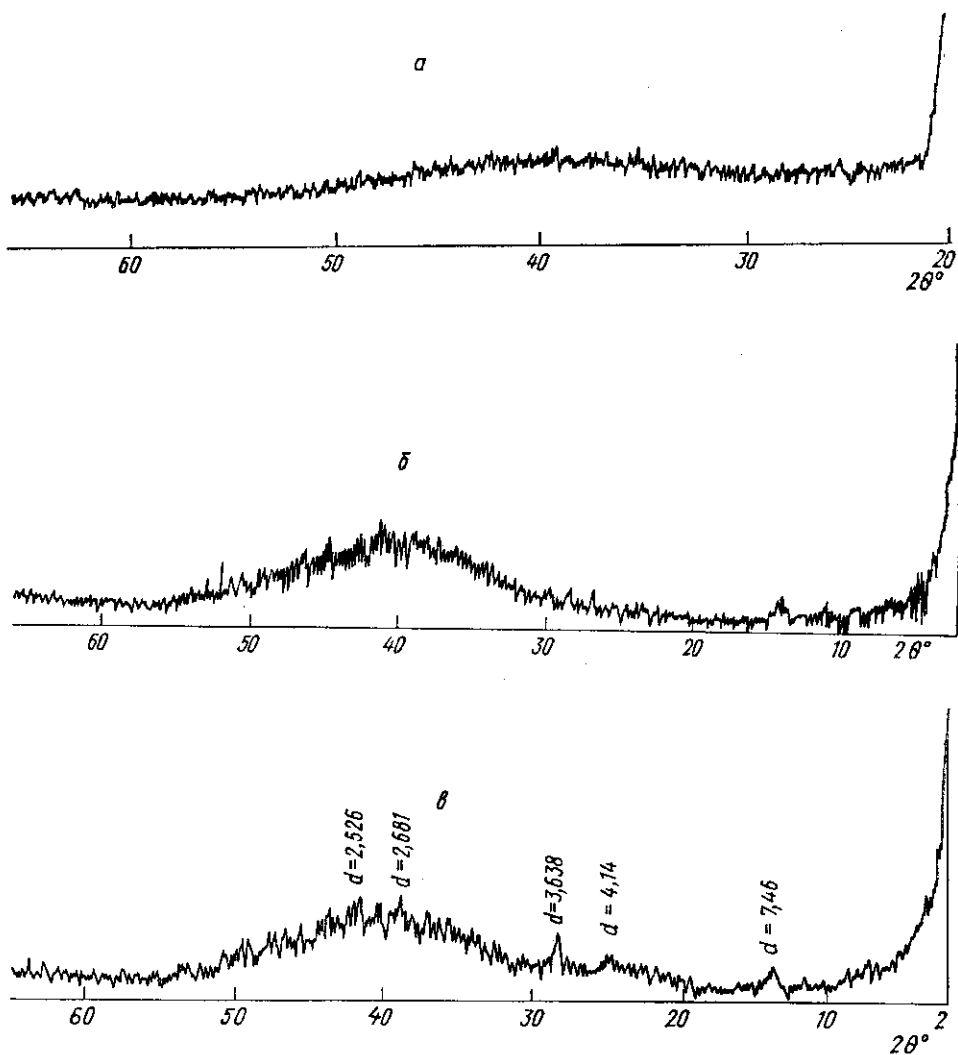


Рис. 1. Дифрактограммы пленок толщиной 3,1 мкм (плазменный режим): а — через 1, б — через 12 и в — через 15 мес пребывания пленки на воздухе (d — постоянная решетки)

нии катодов ионами большой энергии при низком рабочем давлении средняя подвижность осажденных частиц значительно выше, чем при распылении в плазменном режиме; это способствует кристаллизации. Кроме того, при более низком давлении инертного газа увеличивается относительная доля примесей, что может вызвать окисление пленки в процессе образования.

Исследование химического состава пленок на рентгеновском микроанализаторе показало, что пленки однородны по составу. Измерения показали, что в пленках через несколько часов после выноса их

на воздух содержание Fe (неокисленного) составляло 62 ± 3 ат.%, Gd (неокисленного) — $23,3 \pm 0,7$ ат.%, остальное — примеси O, C, осажденные из воздуха. Через 2 мес пребывания пленок в атмосфере

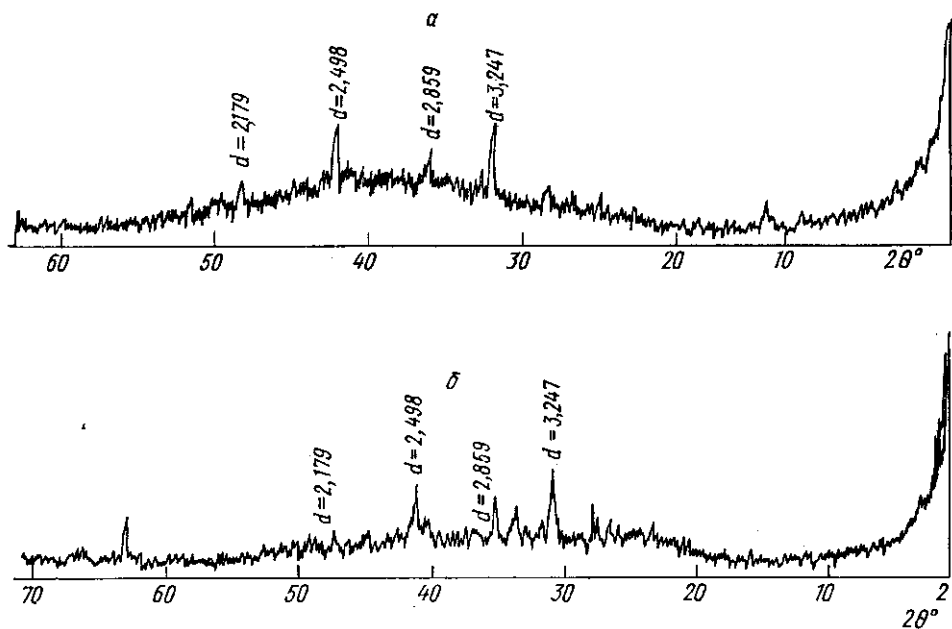


Рис. 2. Дифрактограммы пленок: *a* — толщиной 0,6 мкм (плазменный режим) через 12 мес пребывания на воздухе, *б* — толщиной 1,3 мкм (режим разряда низкого давления) через 1,5 мес

их состав изменился, содержание Fe стало 58 ± 3 ат.%, Gd — $17,7 \pm 0,7$ ат.%. Пленки, находящиеся на воздухе в течение года, имели содержание Fe 49 ± 2 ат.%, Gd $2,2 \pm 0,5$ ат.%. Защита пленок от окисления на воздухе может быть достигнута нанесением на них слоя SiO, Al₂O₃ или Sr. Наблюдение поверхности аморфных пленок, полученных

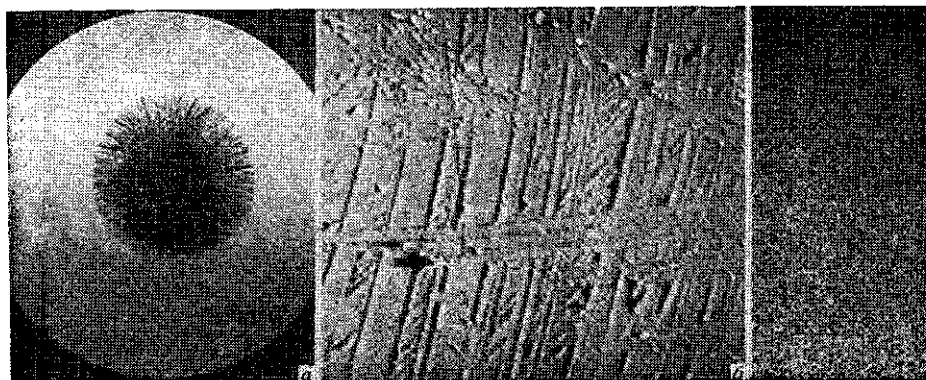


Рис. 3. Поверхность пленки толщиной 5 мкм ($p_{кг} = 2 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст.): *a* — металломикроскоп, увеличение 200, подложка — стекло, *б* — электронный микроскоп, увеличение 555, подложка — синталл. Распределение железа по поверхности пленки в области «звезды» в растровом электронном микроскопе — *в*

в плазменном режиме, на металломикроскопе и в электронном микроскопе показал, что поверхность их однородна. В толстых пленках (~5 мкм), нанесенных в режиме низкого давления на стеклянную подложку, наблюдалось образование «звезд» (рис. 3, а), а в пленках

на ситалловых подложках возникла стержневая структура (рис. 3, б). Исследование химического состава «звезд» показало, что он не отличается от химического состава всей пленки. На рис. 3, в показано распределение железа по поверхности пленки в области «звезды».

На рис. 4 приведены оже-спектры пленки толщиной 5 мкм на стекле, полученной в режиме разряда с отрицательным пространственным зарядом. Пики О и С, довольно значительные на поверхности пленки, сильно уменьшаются на глубине 150 А, что говорит об адсорбции компонент из воздуха.

Проведенные исследования показывают, что структура пленок (аморфная или аморфно-кристаллическая) зависит от режима разряда с осциллирующими электронами. Аморфные пленки Gd—Fe не являются устойчивыми и постепенно окисляются и кристаллизуются, поэтому для сохранения их свойств необходимо покрывать пленки слоями (SiO, Sr, Al₂O₃), предохраняющими их от окисления.

Авторы выражают искреннюю благодарность Ф. Г. Щегловой, О. С. Щеглову, Р. П. Баберцяну за участие в экспериментах.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] Graczyk J. F. J. Appl. Phys., 1978, 49, N 3, p. 1738. [2] Kusuda T., Honda S., Ohkoshi M. J. Appl. Phys., 1982, 53, N 3, p. 2338. [3] Mimura Y. et al. J. Appl. Phys., 1978, 49, N 3, p. 1208. [4] Hoshi Y., Nave M., Yamanaka S. J. Appl. Phys., 1982, 53, N 3, p. 2344. [5] Tsunashima S. et al. J. Appl. Phys., 1980, 51, N 11, p. 5901. [6] Аностанов А. и др. Болг. физ. журн., 1979, 6, № 4, с. 472. [7] Gill H., Chen M., Judy J. J. Appl. Phys., 1978, 49, N 3, p. 1741. [8] Кононкова Н. Н., Рейхрудель Э. М., Смирницкая Г. В. ЖТФ, 1980, 50, с. 599. [9] Козловский Л. В., Рейхрудель Э. М., Смирницкая Г. В. В кн.: Взаимодействие атомных частиц с твердым телом. Ч. 2. Минск, 1981, с. 253.

Поступила в редакцию
21.09.83

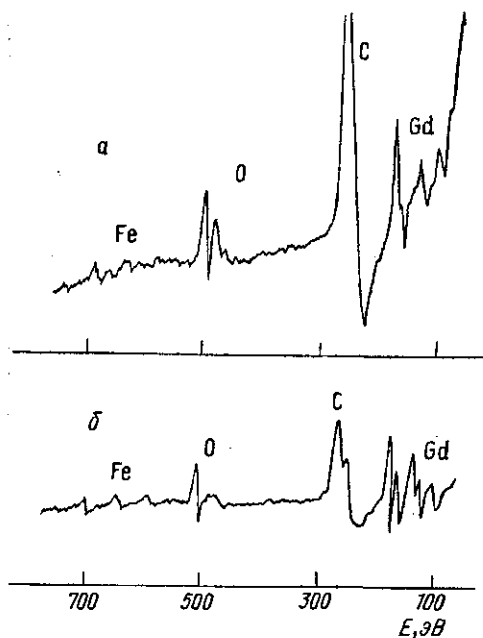


Рис. 4. Оже-спектры пленки толщиной 5 мкм, $p_{жт} = 2 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст., подложка—стекло: а — с поверхности пленки, б — с глубины 150 А