

Данное значение несущественно отличается от величины  $\partial\Theta_2/\partial p = -0,85$  К/кбар при  $H \parallel b$ . Это можно объяснить тем, что  $\Theta_2$  и  $\Theta_p$  в основном определяются величиной интеграла косвенного обмена  $A$ . Давление практически не меняет тангенс угла наклона прямых, который пропорционален постоянной Кюри—Вейса  $C$  (см. (3)). Поскольку величина  $C$  пропорциональна квадрату магнитного момента иона  $\mu_{eff}^2$ , это указывает на отсутствие заметного изменения  $\mu_{eff}$  иона тербия.

## ЛИТЕРАТУРА

- [1] Никитин С. А. // Магнитные свойства редкоземельных металлов и их сплавов. М., 1989. [2] Tatsumoto E., Fujiwara H., Fujii H., Iwata N., Okamoto T. // J. Appl. Phys. 1968. 39. P. 861. [3] Винокурова Л. И., Кондорский Е. И., Иванов В. Ю., Муравьева В. М. // ФТТ. 1972. 14. С. 3546. [4] Bartholin H., Bloch D. // J. Phys. Chem. Solids. 1968. 29. P. 1063. [5] McWhan D., Stevens A. // Phys. Rev. 1965. A139. P. 682. [6] Okamoto T., Fujii H., Hidaka Y., Tatsumoto E. // J. Phys. Soc. Japan. 1968. 24. P. 951. [7] Milton J., Scott T. // Phys. Rev. 1967. 160. P. 387. [8] Fujiwara H., Fujii H., Hidaka Y. et al. // J. Phys. Soc. Japan. 1977. 42. P. 1194. [9] Никитин С. А., Бездушный Р. В. // ЖЭТФ. 93, № 3. С. 1854. [10] Inoue C., Kadomatsu H., Okamoto T. // J. Phys. Soc. Japan. 1973. 35. P. 1322.

Поступила в редакцию  
06.03.91

ВЕСТН. МОСК. УН-ТА. СЕР. 3, ФИЗИКА. АСТРОНОМИЯ. 1991. Т. 32, № 5

УДК 539.216.2; 539.261; 539.537.333.35

### МИКРОСТРУКТУРА МНОГОСЛОЙНЫХ НАПЫЛЕННЫХ ПЛЕНОК Ta/Al СО СВЕРХРЕШЕТКОЙ

А. С. Илюшин, Н. А. Хатанова, У Цзи-Чин (КНР), Юэн Шян-Янг (КНР)

(кафедра физики твердого тела)

Методами рентгеновского анализа и электронной микроскопии установлено, что при напылении многослойных пленок Ta/Al на стекло приповерхностный слой имеет аморфную структуру, а последующие кристаллические слои Ta и Al образуют плоскую аксиальную текстуру. В этих пленках возникает сверхрешетка с периодом 72 Å. После отжига при 550 °С двухслойная микроструктура трансформируется в четырехслойную.

В последние годы большое внимание уделяется многослойным напыленным пленкам, в которых при чередовании тонких слоев, состоящих из элементов с большими и малыми значениями атомных номеров, образуются сверхрешетки. Такие пленки применяются в качестве отражателей в мягкой рентгеновской и ультрафиолетовой областях синхротронного излучения. Хорошо известны некоторые многослойные пленки, в которых такие пары элементов, как W/C, Mo/Si, Nb/Al, обеспечивают высокие отражающие свойства. Однако поиски новых пар элементов продолжаются. В работе [1] методом рентгеновского анализа была исследована многослойная пленка Ta/Al, напыленная на плоскость (111) монокристалла кремния. Авторы [1] установили, что между слоями Ta (110) и Al (111) наблюдается структурная когерентность, и предложили трапециевидную схему модуляции состава по толщине пленки, учитывающую двухкомпонентную переходную прослойку твердого раствора между слоями.

Для практического использования многослойных пленок со сверхрешетками необходима стабильность периодических структур. Однако в результате диффузионных процессов между слоями из чистых металлов могут возникать не только прослойки из твердых растворов, но и из кристаллохимических соединений, что может привести к нарушению периодичности слоев и ухудшению оптических характеристик сверхрешеток.

В настоящей работе методами рентгеновского анализа и электронной микроскопии проведено изучение микроструктуры многослойной пленки Ta/Al на стекле через один год после напыления. Использование стекла в качестве подложки значительно упрощает технологию приготовления оптических отражателей, однако влияние материала подложки на микроструктуру пленок не изучено. Поэтому в работе было пред-

принято не только исследование закономерностей трансформации структуры пленок после их нагрева, но и изучение влияния подложки на микроструктуру пленок.

Пленки Ta/Al на стекле были получены методом магнетронного распыления [2]. Толщина пленки составляла  $\sim 9000$  Å. Соотношение толщин слоев Al и Ta — 3:1.

Изучение структуры многослойных пленок проводилось двумя дифракционными методами: рентгеноструктурного анализа и просвечивающей электронной микроскопии с дифракцией электронов. Для рентгеноструктурного анализа использовали фильтрованное излучение Mo и съемку «на отражение» в камере РКСО на плоскую пленку. Электронно-микроскопическое исследование проводили на электронном микроскопе «Tesla-613» при ускоряющем напряжении 80 кВ. Образцы для электронной микроскопии получали путем отделения крупинки напыленной пленки со стекла и нанесения их на медную сетку. Отжиг проводили в вакуумной печи с вакуумом  $10^{-4}$  мм рт. ст.

Съемка рентгенограмм по схеме «на отражение» проводилась от края напыленной пленки так, чтобы падающий рентгеновский пучок составлял с поверхностью образца угол  $5^\circ$ . Интенсивность дифракционной картины была небольшой и репродуцировать рентгенограмму не удалось. Поэтому полученная рентгенограмма представлена на рис. 1 в виде схемы.

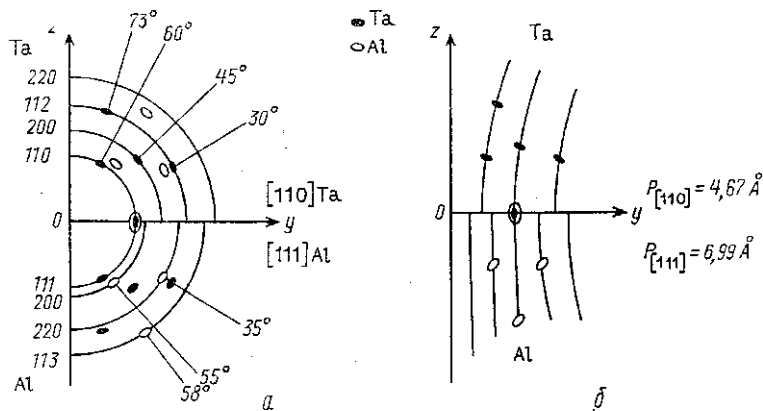


Рис. 1. Схема рентгенограммы после напыления: а — с дебаевскими кольцами Al и Ta (указаны значения центральных углов); б — со слоевыми линиями для Al и Ta

На рентгенограмме присутствуют текстурные рефлексы с рассеянием текстуры в пределах  $25^\circ$ . Из схемы на рис. 1, а видно, что все текстурные рефлексы располагаются на дебаевских кольцах, соответствующих отражениям от чистых алюминия и тантала (Al — ГЦК-решетка с  $a=4,04$  Å, Ta — ОЦК с  $a=3,30$  Å [3]). Межплоскостные расстояния  $d_{(111)}^{Al} = d_{(110)}^{Ta}$  и соответствующие дебаевские кольца совпадают, но среди рефлексов, расположенных на этих кольцах, наложились друг на друга лишь рефлексы  $(111)_{Al}$  и  $(110)_{Ta}$ , находящиеся на горизонтальной оси рентгенограммы «у». Это является указанием на то, что оси текстур Al и Ta совпадают с кристаллографическими направлениями  $[111]_{Al}$  и  $[110]_{Ta}$ , которые при выбранной схеме съемки параллельны нормали к образцу. На совпадающих дебаевских кольцах рефлексы, принадлежащие алюминию и танталу, легко разделить, используя значения центральных углов.

Текстурные рефлексы от Al и Ta образуют две системы слоевых линий I рода вокруг оси «у» по аналогии с рентгенограммой вращения от ориентированного монокристалла (рис. 1, б), что говорит об аксиальности текстур. Расчеты по слоевым линиям показали, что периоды идентичности  $P$  вдоль осей текстуры  $P_{[111]}^{Al}$  и  $P_{[110]}^{Ta}$  совпадают. Следовательно, при напылении кристаллиты Al и Ta образуют плоскую аксиальную текстуру, т. е. все они в своих слоях располагаются плоскостями  $\{111\}_{Al}$  и  $\{110\}_{Ta}$  параллельно плоскости подложки и хаотически ориентированы по отношению друг к другу.

Рентгеновская дифракция позволяет также определить период сверхрешетки Al. Так, вблизи совпадающих отражений  $(111)_{Al} + (110)_{Ta}$  наблюдается появление пэ

обе стороны от максимума сателлитов (рис. 2). Период сверхрешетки определяется по положениям отражений для основного максимума и сателлитов [1]:

$$\Lambda = \lambda/2 [(\sin \theta_i - \sin \theta_{i+1})],$$

где  $\lambda$  — длина волны  $\text{CuK}\alpha$ ,  $\theta_i$  и  $\theta_{i+1}$  — углы отражения двух соседних рефлексов, что дает среднее значение  $\Lambda = 72 \pm 5 \text{ \AA}$ .

Применение метода электронной микроскопии позволило получить дополнительную информацию о структурных особенностях напыленных пленок, не выявляемую рентгеновским методом. Получена дифракция электронов в виде двух диффузных гало, характерная для рассеяния аморфной пленкой. На рис. 3 показано темнопольное изображение этой пленки в рефлексе первого диффузного гало. Кроме того, зафиксирована также дифракция от мелких кристаллитов  $\text{Al}_3\text{Ta}$  ( $\text{Al}_3\text{Ta}$  имеет тетрагональную решетку с параметрами  $a = 3,83 \text{ \AA}$ ,  $c = 8,53 \text{ \AA}$ , пространственной группой  $I4/mmm$  и  $Z = 2$  [3]). В каких слоях пленки происходит формирование аморфной прослойки, определить однозначно нельзя. Однако можно предположить, что это приповерхностный слой, который наследует структуру аморфного стекла — подложки.

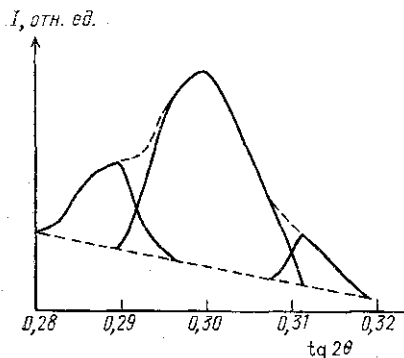


Рис. 2. Профили интенсивностей совпадающих отражений  $(111)_{\text{Al}} + (110)_{\text{Ta}}$  и сателлитов.



Рис. 3. Темнопольное изображение аморфной пленки в рефлексе первого гало.

Для изучения термической стабильности многослойных пленок  $\text{Al/Ta}$  образец был подвергнут двухчасовому отжигу при  $550^\circ\text{C}$ . После отжига на рентгенограмме видны существенные изменения: кроме текстурных рефлексов  $\text{Al}$  и  $\text{Ta}$ , положения которых не изменились, появились текстурные рефлексы от  $\text{Al}_3\text{Ta}$  (рис. 4). При определении оси текстуры для кристаллитов  $\text{Al}_3\text{Ta}$  существенно то, что на горизонтальной оси рентгенограммы располагаются два сильных рефлекса —  $(002)$  и  $(112)$  от  $\text{Al}_3\text{Ta}$ , полученные в результате образования двух текстур, осями которых являются нормали к плоскостям типа  $(002)$  и  $(112)$ . В тетрагональной решетке  $\text{Al}_3\text{Ta}$  нормаль к плоскости  $(112)$  с учетом рассеяния текстуры близка к направлению  $[221]$ . В наибольшем количестве представлены рефлексы, соответствующие текстуре  $\text{Al}_3\text{Ta}$   $(112)$ . На это указывают центральные углы, характеризующие положения рефлексов на дебаевских кольцах, соответствующие углам, которые ось текстуры  $[221]$  образует с другими кристаллографическими направлениями. Два оставшихся рефлекса —  $(002)$  и  $(004)$  принадлежат второй аксиальной текстуре. Для решетки интерметаллида  $\text{Al}_3\text{Ta}$  межплоскостное расстояние  $d_{(112)} = 2,28 \text{ \AA}$ , что близко к значениям  $d_{(111)}^{\text{Al}} = d_{(110)}^{\text{Ta}} = 2,33 \text{ \AA}$ , и поэтому соответствующие рефлексы от  $\text{Al}$ ,  $\text{Ta}$  и  $\text{Al}_3\text{Ta}$ , расположенные на горизонтали, практически накладываются друг на друга, что приводит к уширению рефлексов. Это не позволило детально проанализировать угловую область, в которой возможно появление сателлитов от сверхрешетки.

После отжига электронограммы не обнаруживают рассеяния от аморфной прослойки, но выявляются точечные рефлексы от крупных кристаллов  $\text{Al}_3\text{Ta}$  (рис. 5).

Анализ полученных результатов позволяет предположить следующую модель структуры многослойной пленки  $\text{Ta/Al}$ , напыленную на стекло. В процессе напыления первый приповерхностный слой наследует структуру стекла и представляет собой аморфную пленку, в которой содержатся кристаллические зародыши интерметаллида  $\text{Al}_3\text{Ta}$ . При дальнейшем напылении образуются текстурированные слои  $\text{Ta}$  и  $\text{Al}$  с переходными слоями между ними, состав которых близок к стехиометрии  $\text{Al}_3\text{Ta}$ . После

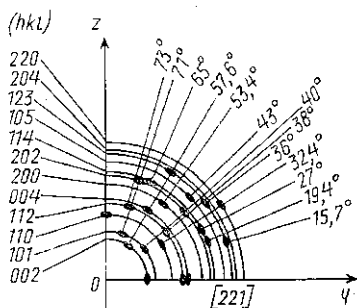


Рис. 4. Схема рентгенограммы после двухчасового отжига при 550 °С. Текстурные максимумы Al и Ta исключены (указаны значения центральных углов между осью текстуры [221] для  $Al_3Ta$  и соответствующими нормальными к отражающим плоскостям)

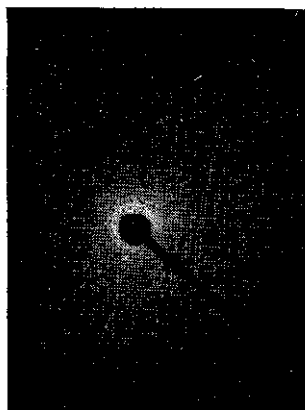
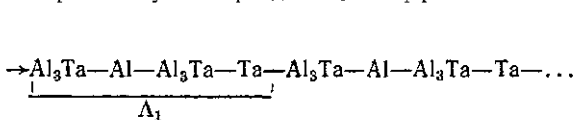


Рис. 5. Точечная электронограмма соединения  $Al_3Ta$  после двухчасового отжига при 550 °С; ось зоны совпадает с направлением [110]

отжига в аморфной прослойке и в переходных слоях происходит кристаллизация  $Al_3Ta$  и двухслойная периодическая структура со сверхрешеткой с периодом  $\Lambda_0$  переходит в четырехслойную с периодом  $\Lambda_1$ : аморфный слой —  $Al-Ta-Al-Ta \dots \rightarrow$



Образование слоев  $Al_3Ta$ , не имеющих строгой структурной когерентности с Ta и Al, связано с возникновением сильных напряжений между этими слоями, что приводит к отслаиванию пленки от подложки, т. е. к ее деградации.

### ЛИТЕРАТУРА

[1] Jiang S. S., Hu A., Chen H., Zhang Y. X., Qin Y., Feng D. // J. Appl. Phys. 1989. 66, N 11. P. 5258. [2] Wang Yuan-nang, Hu Au, Yu Zheng, Li Xiang-jin, Feng Duan. // Phys. Stat. Solidi(a). 1986. 96, P. 377. [3] Миркин Л. И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов. М., 1961.

Поступила в редакцию  
27.03.91