

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Колпаков А. В., Прудников И. Р. Деп. ВИНТИ № 4098-B90. М., 1990. [2] Колпаков А. В., Прудников И. Р. // Вестн. Моск. ун-та. Физ. Астрон. 1991. 32, № 4. С. 3. [3] Takagi S. // J. Phys. Soc. Japan. 1969. 26. P. 1239. [4] Пинскер З. Г. Рентгеновская кристаллооптика. М., 1982. [5] Джеймс Р. Оптические принципы дифракции рентгеновских лучей. М., 1950. [6] Колпаков А. В. Дифракция рентгеновских лучей в кристаллах с одномерным изменением периода решетки. М., 1988. [7] Kato N. // Acta Cryst. 1980. A36. N 5. P. 763; 770. [8] Holy V. // Acta Cryst. 1984. A40, N 3. P. 675. [9] Holy V., Gabrielyan T. // Phys. Stat. Solidi(b). 1987. 140, N 1. P. 39. [10] Петрашень П. В. // Металлофизика. 1986. 8, № 1. С. 35. [11] Петрашень П. В., Чуховский Ф. Н. // Металлофизика. 1986. 8, № 3. С. 45. [12] Бушуев В. А., Кузьмин Р. Н. Вторичные процессы в рентгеновской оптике. М., 1990. [13] Кузнецов А. В., Фофанов А. Д. // Изв. вузов, Физика. 1970. 10. С. 42. [14] Хирш П. и др. Электронная микроскопия тонких кристаллов. М., 1968. [15] Ахманов С. А., Дьяков Ю. Е., Чиркин А. С. Введение в статистическую радиофизику и оптику. М., 1981. [16] Taupin D. // Bull. Soc. Fr. Mineral. Crystallogr. 1964. 87. P. 469. [17] Энтин И. Р. Теоретическое и экспериментальное исследование рентгеноакустического резонанса в совершенных кристаллах кремния: Препринт ИФТТ АН СССР. Т. 13403. Черноголовка, 1979.

Поступила в редакцию

22.01.92

После переработки —

22.03.93

ВЕСТН. МОСК. УН-ТА. СЕР. 3, ФИЗИКА. АСТРОНОМИЯ. 1993. Т. 34, № 4

УДК 539.23

СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ПЛЕНОК НИКЕЛЯ, ПОЛУЧЕННЫХ В РАЗРЯДЕ С ОСЦИЛЛИРУЮЩИМИ ЭЛЕКТРОНАМИ ПРИ БОМБАРДИРОВКЕ ИОНАМИ КРИПТОНА НИЗКОЙ ЭНЕРГИИ

Г. В. Смирницкая, С. В. Свешников, Л. В. Никитин, Д. М. Газдиев,
Е. В. Лихущина, Л. С. Миронова, Т. И. Удилина

(кафедра общей физики для естественных факультетов)

Показана зависимость структурных и магнитных параметров пленок Ni от энергии ионов Kr^+ , бомбардирующих пленку в процессе ее напыления. Полученные зависимости объясняются наличием в разряде дискретных областей ионизации, упругим и неупругим характером взаимодействия ионов Kr^+ с поверхностью пленки, соотношением потоков атомов Ni и ионов Kr^+ в двух различных режимах разряда, а также различным характером взаимодействия ионов с ГЦК и ГПУ фазами никеля.

Исследование свойств никелевых, кобальтовых и кобальт-никелевых магнитных пленок представляет интерес в связи с возможностью их использования в качестве носителей магнитной записи [1]. Применяемые в настоящее время методы изготовления магнитной ленты путем термического напыления обеспечивают большую скорость напыления, но не позволяют достигнуть большой чистоты пленки, что сказывается на однородности и воспроизводимости магнитных характеристик. Рассматриваемый в работе метод напыления пленок в разряде с осциллирующими электронами (РОЭ) [2] дает возможность проводить напыление в условиях глубокого вакуума при непрерывной очистке пленки бомбардировкой электронами из разряда. Возможно также одновременное воздействие пучка ионов, управляемого с помощью напряжения смещения U_s , на структуру и магнитные характеристики пленок.

В работе исследованы структурные и магнитные свойства никелевых пленок толщиной 3000—6000 Å, полученных в РОЭ на подложках из полированного стекла К-8, расположенных за прорезями в аноде. На подложки подавалось отрицательное смещение $U_s=10-250$ В относительно анода, что приводило к бомбардировке пленки в процессе ее роста положительными ионами Kr^+ , образовавшимися вблизи поверхности анода в результате ионизации.

Толщина пленок измерялась микроинтерферометром, структура пленок изучалась на дифрактометре АДП-1 в монохроматизированном $Si K\alpha$ -излучения со сцинтилляционной регистрацией. Содержание Kr в пленках определялось омегатроном ИПДО-1. Магнитные свойства и структура тонкого приповерхностного слоя исследовались магнитооптическим, а объемные магнитные свойства — магнитометрическим методом.

Напыление пленок производилось при анодном напряжении $\sim 2,5$ кВ и напряженности магнитного поля 275 Э в двух режимах разряда, соответствующих разным давлениям инертного рабочего газа Kr , распределениям потенциала в ячейке, величинам разрядного тока I_a и потокам ионов N_i , поступающих из области анода на подложку [3]:

1) I режим: $p_{Kr}=(5-6) \cdot 10^{-5}$ Тор, $I_a=0,8-1,0$ мА, $N_i=10^{10}-10^{12}$ см $^{-2}$ ·с $^{-1}$ — режим разряда с отрицательным пространственным зарядом;

2) II режим: $p_{Kr}=(5-8) \cdot 10^{-4}$ Тор, $I_a=3-4$ мА, $N_i=10^{13}-10^{14}$ см $^{-2}$ ·с $^{-1}$ — плазменный режим.

Поток атомов металла на пленку с катодов для обоих режимов составлял $\sim 10^{15}$ см $^{-2}$ ·с $^{-1}$.

На рис. 1 приведены зависимости скорости нанесения пленки (S), содержания в пленках Kr (C_{Kr}), постоянной решетки (a) и экваториального эффекта Керра (δ) как функции U_s для пленок Ni , полученных в I режиме (кривые 1). Наблюдаемые зависимости носят осциллирующий характер. Осцилляции функций $a=f(U_s)$ и $C_{Kr}=f(U_s)$ хорошо коррелируют между собой, находясь в противофазе с осцилляциями функций $S=f(U_s)$ и $\delta=f(U_s)$. Средняя ошибка измерений на всех графиках составляет 3—5%. Все пленки, полученные в этом режиме, имели ГЦК-структуру с областями когерентного рассеяния ~ 80 Å. Осциллирующие зависимости упомянутых выше параметров связаны с наличием в разряде дискретных областей ионизации, а также упругими и неупругими взаимодействиями ионов, идущих из этих областей, с поверхностью пленки. На рис. 2 приведена зависимость тока, идущего через пленку, от U_s для I режима разряда. На кривой отчетливо видны ступеньки, указывающие на наличие в разряде дискретных областей ионизации, хорошо выраженные при $U_s < 200$ В. Данные результаты согласуются с зависимостями, полученными нами ранее [4].

Ионы, поступающие на пленку, вызывают различные эффекты. С одной стороны, они способствуют образованию точечных дефектов, являющихся центрами конденсации и зародышеобразования, стимулирующими рост пленки. Здесь большую роль играют неупругие взаимодействия ионов с атомами подложки и растущей пленки. С другой стороны, ионы могут вызвать обратное распыление пленки и уменьшение скорости напыления S . В этом случае существенна роль упругих взаимодействий. При низких энергиях ионов (от единиц до десятков электрон-вольт) преобладает прямое выбивание атомов с поверхно-

сти пленки. При энергии ионов, идущих из первой области ионизации, меньше пороговой энергия ионов расходуется в основном на создание дефектов и лишь малая часть смещенных атомов может выйти за пределы пленки. При U_s , близком к пороговой энергии распыления атомов Ni, S достигает минимума, а $C_{Kг}$ и a — максимума. Корреляция между $C_{Kг}$ и параметром решетки Ni объясняется скорее всего происходящим замещением атомов Ni в узлах кристаллической решетки атомами Kг и образованием разбавленного твердого раствора криптона в никеле. Так как атомный радиус Kг существенно больше, чем у Ni, наблюдается увеличение параметра решетки a по сравнению с чистым Ni и корреляция величины a с концентрацией Kг в пленке.

По мере увеличения U_s на пленку начинают поступать ионы из последующих областей ионизации. Следующий минимум S и максимум величины $C_{Kг}$ и a наблюдается при энергиях ионов, идущих из второй области ионизации, близких к пороговой энергии, и т. д. При значениях U_s , соответствующих S_{max} , наряду с упругими взаимодействиями проявляются и неупругие. Часть ионов может быть нейтрализована встречным потоком медленных электронов, а также в результате резонансной перезарядки при взаимодействии основного уровня Kг с 3d-уровнем атомов Ni. Поперечное сечение резонансной нейтрализации является осциллирующей функцией от энергии ионов [5]. Это может привести к образованию структурных дефектов и полей упругих напряжений, стимулирующих создание зародышей и рост пленки [6]. Часть нейтральных атомов Kг может быть отражена и в дальнейшем не участвует в распылении. Эти эффекты приводят к росту S и уменьшению величин $C_{Kг}$ и a . Сохранение ГЦК-структуры пленок, полученных в этом режиме, по-видимому, связано с тем, что относительно большой поток напыленных атомов ($\sim 10^{15} \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$) по сравнению с потоком ионов, бомбардирующих пленку ($\sim 10^{10} - 10^{12} \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$) при ее формировании, приводит к тому, что концентрация дефектов недостаточна для изменения устойчивой ГЦК-структуры.

Магнитооптическое и оптическое исследование магнитных свойств и структуры тонкого приповерхностного слоя толщиной $\sim 300 \text{ \AA}$ показало, что характер частотных зависимостей экваториального эффекта Керра δ , действительной ϵ_1 и мнимой ϵ_2 частей диэлектрической проницаемости для пленок, полученных в I режиме, совпадает с характером аналогичных зависимостей для поликристаллического никеля с ГЦК-решеткой. Однако величина экваториального эффекта Керра, пропорциональная намагниченности приповерхностной области исследуемых пленок, существенно зависит от режима напыления и напряжения смещения U_s . Для пленок, полученных в I режиме напыления, осциллирующая зависимость $\delta = f(U_s)$ взаимосвязана с кривыми $a = f(U_s)$ и $S = f(U_s)$, приведенными на рис. 1. Можно предположить, что в процессе бомбардировки ионами Kг⁺ на поверхности Ni появляются немагнитные включения, объемная доля которых зависит от U_s и определяется концентрацией атомов Kг в пленке.

На рис. 1 представлены также кривые $S = f(U_s)$, $a = f(U_s)$, $\delta = f(U_s)$ для пленок, полученных во II режиме (кривые II). Увеличение давления приводит к сглаживанию областей ионизации и уменьшению осцилляций $S = f(U_s)$, четкой корреляции между $a = f(U_s)$ и $C_{Kг} = f(U_s)$ не наблюдается. Для пленок, полученных в этом режиме, имеется ряд особенностей. Наряду с ГЦК-структурой в пленках появляется ГПУ-фаза. При малых энергиях ионов ($U_s = 20 \text{ В}$) пленка почти полностью состоит из ГЦК-фазы Ni, постоянная решетки которой незначительно превышает параметр решетки массивного образца (a_0 на

рис. 1, в). Однако даже в этом случае рентгенограммы, полученные методом постоянного времени и приведенные к аморфному кварцу, после вычета вклада интенсивности рассеяния подложки обнаруживают следы рефлексов ГПУ-структуры. При энергиях ионов, близких к пороговой ($U_s=40-60$ В), количество ГПУ-фазы резко увеличивается, а ГЦК — уменьшается. При этом измеренные параметры ГПУ-фазы составляют: $a=2,60$ Å, $c=4,29$ Å, $c/a=1,65$. Сравнение со значениями параметров для массивного образца ($a=2,66$ Å, $c=4,33$ Å, $c/a=1,63$) указывает на некоторые искажения гексагональ-

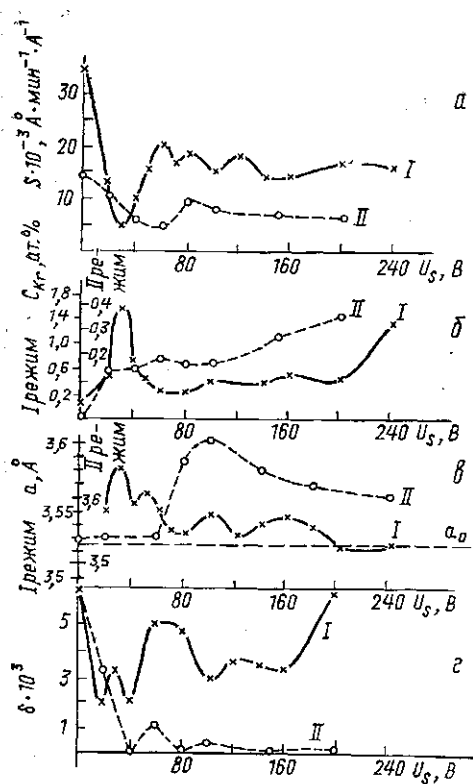


Рис. 1

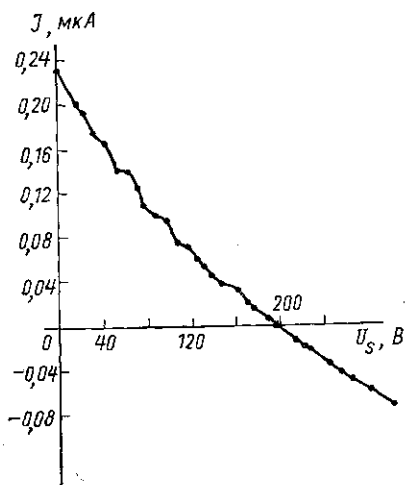


Рис. 2

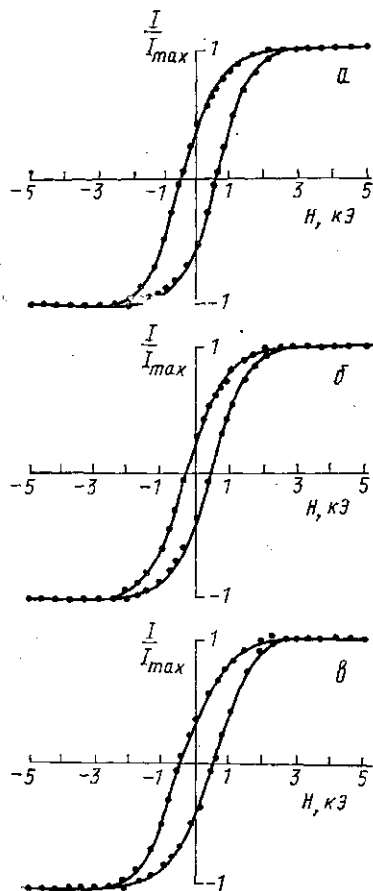


Рис. 3

ной решетки. Присутствие обеих фаз наблюдается и при увеличении энергии ионов, причем параметры ГЦК-фазы существенно зависят от U_s , а параметры ГПУ-фазы практически не меняются. Последнее говорит о

преимущественном взаимодействии ионов Kr^+ с атомами решетки ГЦК-никеля. Отсутствие четкой корреляции между параметром решетки ГЦК-фазы и $S_{Kr}(U_s)$ на рис. 1, по-видимому, может быть объяснено одновременным существованием в пленках двух фаз (ГЦК и ГПУ) и разным характером взаимодействия потока ионов Kr^+ с обеими фазами. Комбинированная съемка пленки, полученной при $U_s=200$ В, при симметричной геометрии и при фиксированном угле падения ($\varphi=10^\circ$) показала, что ГПУ-фаза локализуется в поверхностном слое, а ГЦК — в объеме.

При магнитооптическом исследовании свойств поверхности пленок никеля, полученных во II режиме напыления, было обнаружено, что для некоторых образцов экваториальный эффект Керра равен нулю, что свидетельствует о полном отсутствии намагниченности у отражающей свет никелевой поверхности. Исследование оптических свойств поверхности выявило, что у образцов с нулевой намагниченностью при-поверхностного слоя частотные зависимости действительной ϵ_1 и мнимой ϵ_2 частей диэлектрической проницаемости в районе энергий $\hbar\omega \sim 1,3 \div 1,8$ эВ имеют особенности, указывающие на отличие рассматриваемой структуры от ГЦК-фазы никеля.

При исследовании объемных магнитных свойств образцов, полученных в I и II режимах напыления, на вибрационном магнитометре обнаружено, что все образцы имеют подобные петли гистерезиса с близкими по величине объемными намагниченностями. Сравнение полученных результатов с данными магнитооптического метода, когда зондируется только тонкий приповерхностный слой толщиной ~ 300 Å, показывает, что обнаруженная ГПУ-фаза никеля локализована на поверхности и имеет нулевую намагниченность. На рис. 3 приведены петли гистерезиса для двух пленок никеля с отличной от нуля намагниченностью поверхности, полученных в I и II (рис. 3, а и б соответственно) режимах напыления, а также для пленки Ni, полученной во II режиме (рис. 3, в), намагниченность поверхности которой равна нулю.

Возможным объяснением появления в пленках, полученных во II режиме, ГПУ-фазы является возросший по сравнению с I режимом поток ионов Kr^+ ($10^{13}—10^{14}$ см $^{-2}$.с $^{-1}$), который становится сравнимым с потоком атомов Ni (10^{15} см $^{-2}$.с $^{-1}$). При этом могут реализоваться два механизма формирования ГПУ-фазы:

- 1) образование твердого раствора Ni—Kr, имеющего ГПУ-структуру, в результате замещения атомов Ni атомами Kr в узлах решетки,
- 2) создание полей напряжений, стимулирующих фазовый переход ГЦК→ГПУ, так как атомы Kr в узлах решетки Ni можно рассматривать как дефекты.

Таким образом, измерения показывают, что облучение пленки в процессе ее нанесения ионами Kr^+ низкой энергии приводит к образованию поверхностного слоя (ГПУ-фазы), отличающегося по структуре и магнитным свойствам от глубинных слоев пленки (ГЦК-фазы). Плотность слоя зависит от энергии ионов и от соотношения потоков атомов металла и ионов Kr^+ , поступающих на пленку.

Следует заметить, что параметры пленок, находившихся в атмосфере в течение года, сохраняли свои значения.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Василевский Ю. А. и др.//Техника кино и телевидения. 1991. № 5. С. 14. [2] Кононкова Н. Н., Рейхрудель Э. М., Смирницкая Г. В.// ЖТФ. 1980. 50, № 3. С. 593. [3] Смирницкая Г. В., Рейхрудель Э. М.,

Яхшиева Е. В. // Приб. и техн. эксперимента. 1989. № 6. С. 153. [4] Рейхрудель Э. М., Смирницкая Г. В., Нгуен Хыу Ти. // Радиотехн. и электроника. 1968. 13, № 5. С. 902. [5] Erickson R. L., Smith D. P. // Phys. Rev. Lett. 1975. 34, N 6. P. 297. [6] Гусева М. Б. // Изв. АН СССР. 1986. 50, № 3. С. 459.

Поступила в редакцию
30.03.92

ВЕСТН. МОСК. УН-ТА. СЕР. 3, ФИЗИКА. АСТРОНОМИЯ. 1993. Т. 34, № 4

УДК 539.1

ПРЯМОЕ ОБНАРУЖЕНИЕ НЕОДНОРОДНОГО БЛИЖНЕГО ПОРЯДКА В СПЛАВЕ Al — 0,5 ат. % Cu

В. М. Силонов, Б. Т. Бокебаев, Е. В. Евлюхина
(кафедра физики твердого тела)

Методом диффузного рассеяния рентгеновских лучей в сплаве Al — 0,5 ат. % Cu установлено, что непосредственно после сплавления существует неоднородный ближний порядок.

Сплавы Al—Cu характеризуются весьма узкой областью твердых растворов: при 800 °C концентрация достигает ~2 ат. % и резко уменьшается с уменьшением содержания меди [1, 2]. Исследованию структуры и свойств дисперсионно-твердеющих сплавов Al—Cu посвящен ряд работ [3—9]. Было установлено, что помимо возникновения Θ -фазы, в этой системе возникают зоны Гинье—Престона. В [3] при интерпретации изменения электросопротивления сплавов Al—Cu предполагалось существование кластеров с ближним порядком. Однако прямых доказательств существования ближнего порядка в твердых растворах Al—Cu ранее установлено не было [2, 8—11]. Более того, до недавнего времени считалось, что с помощью рентгеновских методов невозможно обнаружить существование ближнего порядка в подобных системах [6, 10, 12].

Целью данной работы является обнаружение ближнего порядка в разбавленных твердых растворах Al—Cu.

Методика эксперимента

Сплав Al—0,5 ат. % Cu выплавлялся из чистых шихтовых материалов в печи сопротивления в корундовом тигле под флюсом KCl—NaCl с последующим охлаждением тигля вместе с печью до комнатной температуры. Из слитка вырезался цилиндрический образец, который шлифовался и полировался до зеркального блеска. Отжиг сплава проводился в вакуумной печи. Измерения интенсивности диффузного рассеяния рентгеновских лучей (ДРРЛ) проводились на рентгеновском дифрактометре со сцинтилляционной регистрацией на монохроматическом FeK_α -излучении. Приведение к электронным единицам измеренных значений интенсивности ДРРЛ осуществлялось по методике [11].

Параметры ближнего порядка Каули (α_i) рассчитывались методом наименьших квадратов на ЭВМ БЭСМ-6 с использованием выражений

$$J(q_j) = nc_Ac_B(f_A - f_B)^2 \sum_i \alpha_i \left[C_i \frac{\sin q_j R_i}{q_j R_i} + L_{ij} + Q_{ij} \right], \quad (1)$$

где $J(q_j)$ — экспериментальные значения интенсивности ДРРЛ, $q_j = 4\pi \sin \theta / \lambda$, λ — длина волны используемого рентгеновского излучения, θ — угол рассеяния, n — число атомов в элементарной ячейке,