05 Эффект магнитомиграции в гранулированных пленках Co–Cu, осаждаемых ионно-плазменным методом

© 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 22 февраля 2013 г.

Исследовано влияние постоянного магнитного поля на структуру и состав гранулированных пленок Co-Cu, осаждаемых ионно-плазменным методом. Обнаружен эффект магнитомиграции основных и примесных компонентов. Необходимым условием проявления данного эффекта является высокая подвижность адатомов, для чего пленки осаждали на горячие подложки (200°C) и при высоких энергиях ионного удара. Под воздействием внешнего поля напряженностью более 300 Ое в процессе роста пленки диамагнитные и парамагнитные адатомы разнонаправленно мигрировали по нормали к его силовым линиям. Используя данный эффект, можно получать тонкие магнитные пленки с низким содержанием нежелательных примесей, таких как хлор, водород, углерод, аргон и других, обладающих высокой диамагнитной восприимчивостью.

Гранулированные магнитные пленки наравне с другими структурами, обладающими эффектом магнитосопротивления, в настоящее время активно исследуются применительно к сенсорам различного назначения, компьютерной памяти и носителям информации с высокой плотностью записи [1]. Магнетизм этих пленок обусловлен нанометровыми кластерами (гранулами) переходных металлов, распределенными в матрице из немагнитного материала. Если матрица является проводящей, металлической, часто используют термин "гранулированные сплавы", имея, однако, в виду, что в равновесных условиях выбранная пара металлов не образует между собой устойчивых сплавов и интерметаллических соединений. Типичным представителем данной группы материалов являются пленки состава Co–Cu, именно они и являются объектом нашего исследования. Свободная поверхностная энергия Co (2.71 J/m^2) в 1.5 раза превышает эту же энергию для Cu (1.93 J/m^2) , что способствует формированию выделенных кобальто-

35

вых нанокластеров в медной матрице. Теплота образования соединения из Со и Сu является положительной величиной, $(+13 \text{ kJ/g} \cdot \text{ atom})$, что препятствует возникновению прочных химических связей между этими элементами [2]. Однако при их одновременном осаждении в процессе перемешивания адатомов образуются метастабильные твердые растворы, поскольку несоответствие параметров решетки для fcc Co и fcc Cu составляет всего 2%. В отличие от массивных образцов, в пленочном состоянии Со формируется именно с данной кристаллической решеткой в присутствии меди [3]. При нагреве, в зависимости от температуры, твердые растворы частично распадаются, что приводит к сегрегации компонентов. Учитывая тот факт, что медь является диамагнетиком, а кобальтовые нанокластеры проявляют парамагнитные свойства, представлялось интересным исследовать влияние внешнего постоянного магнитного поля, приложенного к образцу в процессе роста пленок, на их структуру и состав.

Экспериментальные образцы гранулированных магнитных пленок Со-Си получали методом ионно-плазменного осаждения с использованием наборной мишени. Исходный вакуум в рабочей камере установки составлял 10⁻⁶ Тогг, при напуске плазмообразующего газа аргона вакуум поддерживался на уровне 10⁻⁴ Torr. Гранулированные пленки формировали по одностадийному процессу, при одновременном осаждении Со и Си на горячие подложки (200°С) из монокристаллического кремния с поверхностной ориентацией (100). Дополнительно для повышения энергии ионного удара на подложку подавали постоянное отрицательное электрическое смещение величиной -30 V. Оба фактора, нагрев и смещение, увеличивали подвижность адатомов до такой степени, что поверхностный слой растущей пленки находился в псевдосжиженном состоянии. При этих условиях эффект воздействия внешнего магнитного поля должен был проявится наиболее ярко. Экспериментальное поле создавалось с помощью SmCo постоянного магнита цилиндрической формы, который монтировали с обратной стороны подложки. Напряженность поля в зоне роста достигала 500 Ое, его силовые линии были параллельны поверхности подложки.

Структуру гранулированных пленок и латеральное распределение компонентов исследовали с помощью сканирующего электронного микроскопа высокого разрешения "Zeiss Supra-40" в комплекте с энергодисперсионным рентгеновским (EDX) спектрометром.

Распределение компонентов по толщине пленки исследовали с помощью вторично-ионного масс-спектрометра с времяпролетным массанализатором "TOF.SIMS⁵". Перед проведением послойного анализа в отдельном измерении на склоне кратера, протравленного ионной бомбардировкой до кремниевой подложки, регистрировали масс-спектр отрицательных вторичных ионов в диапазоне атомных масс от 0 до 80 единиц. Затем выбирали диапазоны интегрирования, соответствующие масс-пикам ¹H⁻, ¹²C⁻, ¹⁶O⁻, ²⁸Si⁻, ³⁵Cl⁻, ⁵⁹Co⁻, ⁶³Cu⁻. Послойный анализ осуществлялся с использованием распыляющих ионов Cs⁺, имеющих энергию 1000 eV. Интенсивность тока ионов цезия составляла 130 пА. Пучок фокусировался на поверхности образца в пятно диаметром 75 μ m и разворачивался в растр размером 350 × 350 μ m. В процессе анализа в каждой точке растра регистрировался полный массспектр в указанном диапазоне масс. Для построения профиля послойного анализа использовались интенсивности сигналов, интегрированных по площади масс-пиков. Профили послойного анализа представляли собой зависимость интенсивности ионных токов от времени анализа. Для уменьшения зашумленности измеряемого профиля интенсивности сигнала суммировались по трем сканам. Определение глубины кратеров ионного травления осуществляли с помощью механического профилометра (Talystep). Измеренные значения полной глубины кратера использовались для калибровки шкалы глубин профилей послойного анализа в предположении, что скорость распыления при данном анализе является величиной постоянной.

В ходе экспериментов было обнаружено существенное влияние внешнего постоянного магнитного поля на структуру осаждаемых гранулированных пленок. На рис. 1 представлены SEM-изображения поверхности образцов состава $Co_{20}Cu_{80}$. Пленки толщиной 150 nm, осажденные на кремниевые подложки без воздействия магнитного поля, содержали большое количество квазикристаллических пирамидальных включений. Данные EDX-спектрометрического анализа показали, что эти включения состоят преимущестенно из меди и содержат только 6% at. кобальта. Их образование вызвано высокой диффузионной способностью меди, а точками роста являются поверхностные дефекты монокристаллической кремниевой подложки, например винтовые дислокации. Анализ поперечных сколов образцов показал, что медь диффундирует в кремний на большую глубину, до 1 μ m при напылении пленки в течение 20 min. Количество пирамидальных включений



Рис. 1. Панорамные SEM-изображения поверхности гранулированных пленок Co₂₀Cu₈₀, полученных при прочих равных условиях: *a* — без воздействия магнитного поля; *b* — при воздействии магнитного поля.



Рис. 2. Приведенные профили распределения основных компонентов в исследуемых гранулированных пленках, осажденных: *а* — без воздействия магнитного поля; *b* — при воздействии постоянного магнитного поля напряженностью 500 Ос в зоне роста.

примерно соответствует плотности дислокаций данного типа в используемом кремнии. Пленки того же состава, осажденные при прочих равных условиях, но при дополнительном воздействии параллельного магнитного поля напряженностью 500 Ое, имели однородную структуру без каких-либо включений. Данный факт можно объяснить следующим образом: в условиях высокой подвижности адатомов, под воздействием постоянного внешнего поля значительная часть диамагнитных атомов меди вытесняется к поверхности растущей пленки, а на их место мигрируют парамагнитные атомы кобальта, которые втягиваются полем по направлению к подложке и таким образом маскируют дефекты ее кристаллической поверхности.



Для проверки этого предположения был проведен послойный анализ распределения основных компонентов в указанных образцах. На рис. 2 представлены данные ВИМС-анализа пленок состава Co₂₀Cu₈₀, осажденных без воздействия магнитного поля и при воздействии параллельного поля напряженностью 500 Ое в зоне роста. Профили распределения компонентов представлены в приведенном виде, для каждого компонента максимальное его количество соответствует 100%. При осаждении пленок без воздействия магнитного поля распределение кобальта и меди по толщине пленки в целом было равномерным. В поверхностном слое кремниевой подложки зарегистрировано существенное количество меди и кобальта, что связано с наличием в пленке упомянутых выше квазикристаллических включений. В местах выхода дислокаций медь активно диффундирует в кремний с образованием обедненного кобальтом твердого раствора.

При осаждении гранулированных пленок под воздействием внешнего постоянного магнитного поля профили распределения основных



Рис. 3. Приведенные профили распределения примесей в исследуемых гранулированных пленках, осажденных: *а* — без воздействия магнитного поля; *b* — при воздействии постоянного магнитного поля напряженностью 500 Ое в зоне роста.

компонентов существенно видоизменяются. Большая часть меди, в виде твердого раствора с кобальтом, находится у поверхности пленки. Существенная часть кобальта под воздействием магнитного поля, наоборот, мигрирует к подложке и даже проникает в ее приповерхностную область в местах дефектов. Таким образом, действительно можно говорить об экранировании поверхностных дефектов подложки атомами Со. В результате перераспределения кобальта и меди стали образовываться структурно-однородные гранулированные пленки.

Поскольку процесс осаждения пленок происходил при относительно неглубоком вакууме, в рабочей камере присутствовали следы остаточных газов, которые вошли в состав пленок в качестве нежелательных примесей. На рис. 3 представлены приведенные профили распределения



некоторых примесей, таких как водород, углерод, кислород и хлор. Поскольку эти примеси обладают высокой диамагнитной восприимчивостью [4], эффект их вытесенения магнитным полем к поверхности пленки проявился достаточно ярко. Профиль распределения кислорода имеет два максимума, что, очевидно, связано с различием в магнитных свойствах ионизированного (диамагнетик) и молекулярного (парамагнетик) кислорода.

Таким образом, в результате проведенных исследований был обнаружен эффект магнитомиграции основных и примесных компонентов в гранулированных пленках Co-Cu, осаждаемых ионно-плазменным методом при дополнительном воздействии внешнего постоянного магнитного поля с градиентом, направленным по нормали к поверхности подложки. Необходимым условием проявления данного эффекта является высокая подвижность адатомов. Под воздействием внешнего поля диамагнитные и парамагнитные атомы разнонаправленно мигрируют

вдоль его градиента. Используя данный эффект, можно получать тонкие магнитные пленки с низким содержанием нежелательных примесей, таких как хлор, водород, углерод, аргон и других, обаладющих высокой диамагнитной восприимчивостью.

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] Stearns M.B., Cheng Y. // Appl. Phys. 1994. V. 75. N 10. P. 6894-6899.
- [3] Jesche A., Gorbunoff A., Mensch A. et al. // J. Appl. Phys. 2010. V. 107. P. 023 904; doi: 10.1063/1.3277023.
- [4] Физические величины: Справочник / Под ред. И.С. Григорьева, Е.З. Мейлихова. М.: Энергоатомиздат, 1991. 1238 с.