

06

## Наноструктура и проводимость аморфных гранулированных композитных пленок $(\text{Co}_{45}\text{Fe}_{45}\text{Zr}_{10})_x(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$

© И.В. Антонец,<sup>1</sup> Е.А. Голубев,<sup>2</sup> Л.Н. Котов,<sup>1</sup> Ю.Е. Калинин,<sup>3</sup> А.В. Ситников<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Сыктывкарский государственный университет им. Питирима Сорокина, 167001 Сыктывкар, Россия

<sup>2</sup> Институт геологии Коми научного центра УрО РАН, 167982 Сыктывкар, Россия

<sup>3</sup> Воронежский государственный технический университет, 394026 Воронеж, Россия  
e-mail: kotovln@mail.ru

(Поступило в Редакцию 8 июня 2015 г.)

Приведены результаты исследования наноструктуры аморфных гранулированных композитных пленок состава  $(\text{Co}_{45}\text{Fe}_{45}\text{Zr}_{10})_x(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$ ,  $0.30 < x < 0.75$  толщиной 2.2–5.8  $\mu\text{m}$ , нанесенных на подложку из ситалла. Результаты получены с использованием атомно-силовой, магнитно-силовой и сканирующей электронной микроскопии. Показано, что средние размеры зерен и содержание металлической фазы оказывают непосредственное влияние на их проводимость.

### Введение

С развитием нанотехнологий большое внимание уделяется исследованиям рельефа поверхности композитных многослойных пленок и структур. Значительное количество работ посвящено выявлению новых особенностей наноструктуры, а также их влиянию на различные свойства [1–11]. Особое место отводится исследованиям аморфных пленок [12–16], отличающихся уникальными свойствами от их кристаллических аналогов.

В работах [8–11,17,18] показано, что для тонких рентгеноаморфных металлических пленок размеры зерен, кластеров и других поверхностных неоднородностей коррелируют с такими параметрами, как проводимость и коэффициент отражения СВЧ-волн. Для металлических пленок, имеющих кластерное строение, в работах [8,10,18] выявлены зависимости удельной проводимости от толщины и, как следствие, от размеров кластеров. В работах [9–11,17–21] показано, что наноструктура металлических, металл–диэлектрических и композитных пленок различного состава определяет не только проводящие, но и отражающие свойства этих пленок.

Проводящие и отражающие свойства, а также влияние наноструктуры на эти свойства активно исследуются и для аморфных наногранулированных композитов [5,15,16,19–21]. Такие пленки обладают уникальной особенностью проводящих свойств. В работах [19,20] для пленок состава  $(\text{Co}_{45}\text{Fe}_{45}\text{Zr}_{10})_x(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$  толщиной 70–550 nm, нанесенных на лавсановую подложку, выявлено, что динамическая проводимость в диапазоне СВЧ, определяемая по коэффициенту отражения электромагнитных волн, превышает статическую, измеренную на постоянном токе, на два–четыре порядка, принимая такие значения задолго до порога перколяции металлической фазы.

В работе [21] исследована наноструктура этих пленок. Результаты, полученные с использованием атомно–силовой микроскопии и сканирующей электронной микроскопии, показывают, что именно наноструктура композитных пленок оказывает непосредственное влияние на их проводящие и отражающие свойства в диапазоне СВЧ.

В связи с этим особый интерес вызывает исследование рельефа поверхности аморфных наногранулированных композитов других составов и выявление возможной взаимосвязи между наноструктурой и проводящими и отражающими свойствами.

Целью настоящей работы является исследование методами атомно–силовой, магнитно–силовой и сканирующей электронной микроскопии рельефа, наноструктуры и свойств поверхности аморфных композитных гранулированных пленок состава  $(\text{Co}_{45}\text{Fe}_{45}\text{Zr}_{10})_x(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$ , нанесенных на подложку из ситалла.

### 1. Методика получения и характеристика исследуемых образцов

Композитные гранулированные пленки состава  $(\text{Co}_{45}\text{Fe}_{45}\text{Zr}_{10})_x(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$  (где  $x \sim 0.30–0.75$ ) получены в неглубоком вакууме  $10^{-5}$  Торр на пяти ситалловых подложках толщиной 0.47 mm и размерами  $8.0 \times 4.8$  cm.

Композитные пленки изготовлены в Воронежском государственном техническом университете методом ионно-лучевого напыления. Методика получения пленок подробно описана в работах [15,16]. Общее давление в камере до и после напыления составляло  $2 \cdot 10^{-4}$  Торр. Для осаждения аморфной ферромагнитной металлической фазы композитов применялись сплавные мишени

состава  $\text{Co}_{45}\text{Fe}_{45}\text{Zr}_{10}$ . На поверхности подложкодержателя были закреплены навески из  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Пластины из диэлектрика закреплялись на поверхности перпендикулярно продольной оси сплавной мишени. Изменения числа пластин диэлектрика и расстояния между ними давали возможность изменять соотношение объемов напыляемых магнитного и диэлектрических слоев, управляя, таким образом, соотношением долей металл-диэлектрик. При этом в одном технологическом цикле напыления можно было получать непрерывный спектр составов компонент составной мишени вдоль ее длины. Толщина напыляемого слоя определялась временем напыления.

## 2. Техника и методика эксперимента

### 2.1. Определение толщины композитных пленок

Толщины пленок определялись с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Tescan Vega LMH (Чехия) с энергодисперсионным детектором X-MAX (Oxford Instruments). Измерения толщины проводились на вырезанных фрагментах пленок с длиной стороны 1 см. Для этого ситалловая подложка с нанесенной на нее пленкой приклеивалась проводящим скотчем на кубический кристалл  $\text{MoS}_2$  таким образом, чтобы пленка выступала за верхний край кристалла. Этот выступ пленки обламывался с помощью пинцета, затем кристалл помещался в камеру микроскопа сколотым торцом пленки вверх. В микроскопе торец пленки идентифицировался в режиме фазового контраста, позволяющем отличать состоящие из легких атомов органические материалы подложки и скотча от представленной относительно тяжелыми атомами металлов пленки. Дополнительно проводилось картирование химических элементов с помощью рентгеноспектрального микроанализатора для уточнения расположения пленки на изображении, после чего измерялась толщина сколотого торца пленки в пятнадцати точках с использованием программного обеспечения микроскопа. Принцип определения толщины по электронно-микроскопическим изображениям торца скола композитной пленки представлен в работе [21]. Участки для определения толщины выбирались равномерно по всей длине измеряемого фрагмента пленки, затем строилось размерное распределение толщин и рассчитывались модальная величина толщины пленки (соответствующая максимуму указанного распределения) и дисперсия.

### 2.2. Исследование топографии композитных пленок

Исследование топографии поверхности образцов проводилось с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ) Интегра Prima (NT-MDT, Россия). Использовались полуконтактный и контактный режимы для изуче-

ния топографии и магнитно-силовой режим для изучения магнитных свойств поверхности. Для топографического сканирования использовались кантилеверы NC10 (NT-MDT). Радиус закругления зонда составлял около 10 nm. Съемки проводились в комнатных условиях. Для исключения влияния электростатических эффектов на получаемые изображения пленки в процессе съемки были заземлены. Поверхностная пористость пленок определялась с помощью программного обеспечения Nova (NT-MDT), поставленного в комплекте с микроскопом. Для определения пористости суммировалась площадь всех пор, выделяемых на изображении по заранее выбранному уровню высоты. Измерялась общая площадь пор на поверхности пленки на изображениях размерами  $2.5 \times 2.5$  и  $5 \times 5 \mu\text{m}$ .

Методом АСМ анализировалась гранулярная структура пленок сопоставимой толщины ( $4.0\text{--}4.9 \mu\text{m}$ ) с различным содержанием металлов: б — № 6 (содержание  $\text{Me} = 43.99 \text{ at.}\%$ ), в — № 8 (содержание  $\text{Me} = 49.20 \text{ at.}\%$ ), г — № 10 (содержание  $\text{Me} = 58.66 \text{ at.}\%$ ), д — № 14 (содержание  $\text{Me} = 70.50 \text{ at.}\%$ ). Съемки проводились в комнатных условиях.

### 2.3. Магнитно-силовая микроскопия композитных пленок

Для изучения магнитных свойств использовались кантилеверы MFM10 (NT-MDT). Толщина магнитного покрытия зонда составляла  $30\text{--}50 \text{ nm}$ , радиус закругления — около  $30 \text{ nm}$ . Для исключения влияния рельефа поверхности на магнитно-силовое изображение сначала определялся рельеф поверхности в традиционном режиме АСМ. Во время следующего прохода на участке сканирования зонд перемещался над поверхностью по траектории, повторяющей рельеф образца, чтобы устранить влияние сил Ван-дер-Ваальса взаимодействия с поверхностью, при этом зонд находился в поле магнитных сил образца. В результате регистрации этих сил получалось изображение структуры магнитных доменов пленки.

### 2.4. Исследование проводимости композитных пленок

Удельная проводимость определялась по обратной величине удельного электрического сопротивления, измеряемого на постоянном токе двухзондовым методом с использованием потенциометрической методики замещения [8–11,19,20].

По известной толщине пленок с учетом геометрического фактора производился пересчет измеряемого сопротивления образца в удельную проводимость.

### 3. Основные результаты экспериментов и их обсуждение

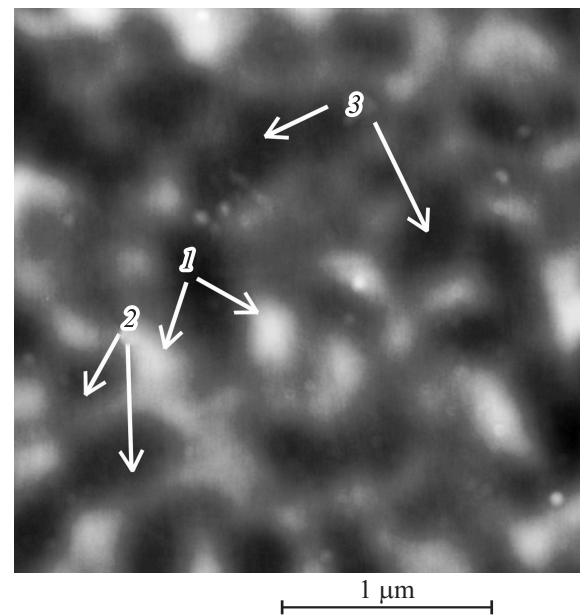
#### 3.1. Топография аморфных композитных пленок $(\text{Co}_{45}\text{Fe}_{45}\text{Zr}_{10})_x(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$

По данным атомно-силовой микроскопии, исследуемая поверхность аморфных композитных пленок шероховатая, размах высот для типичного рельефа поверхности длиной до  $5 \mu\text{m}$  не превышал  $30 \text{ nm}$ , а среднеквадратическая шероховатость при окне сканирования  $5 \times 5 \mu\text{m}$  варьировалась в пределах  $10\text{--}20 \text{ nm}$  у разных пленок. Гранулированная структура пленок при разных увеличениях не просматривалась, наблюдалось лишь чередование бесформенных островков, связанных друг с другом натекоподобными мостиками (рис. 1). Островки и мостики не образовывали сплошного покрытия поверхности, между ними наблюдались многочисленные провалы, которые мы будем именовать порами. Единственной характеристикой пленок, для которой наблюдались закономерные изменения их рельефа, являлась суммарное содержание металлов ( $\text{Fe} + \text{Co} + \text{Zr}$ ). В пленках с меньшим содержанием металлов связность островков визуальнее меньше, чем в пленках с повышенным содержанием металлов. Это проявлялось в более плотном заполнении поверхности материалом пленки и соответственно в прямой зависимости величины поверхностной пористости пленок от содержания металлов. В связи с тем, что пленки имеют толщины в несколько микрометров, а величина шероховатости не превышала трех десятков нанометров, вероятность наличия в пленках сквозных (т.е. доходящих до подложки) пор чрезвычайно мала. Поэтому понятие пористости в нашем случае употребляется лишь как условная характеристика связности элементов рельефа поверхности пленок. Аналогично в силу отсутствия какой-либо геометрически правильной формы островки на поверхности пленок можно охарактеризовать лишь условным диаметром (соответствующим диаметру круга, площадь которого равна площади островка), который варьировал преимущественно в пределах  $200\text{--}400 \text{ nm}$ . Мостики имели ширину около  $100 \text{ nm}$ . Зависимости этих параметров от толщины пленок и содержания в них металлов не выявлено.

Для проявления структуры пленок они были выдержаны в печи при температуре  $550^\circ\text{C}$  в течение  $60 \text{ min}$ .

После высокотемпературного отжига пленки приобрели отчетливую гранулированную структуру при сохранении в целом островково-мостикового микрорельефа (рис. 2). Исключение составили пленки с суммарным содержанием металлов свыше  $65\%$ , в которых произошло слияние значительной части островков.

В пленках с суммарным содержанием металлов менее  $65\%$  округлые наноразмерные частицы сформировались равномерно по всей поверхности материала пленки (рис. 2) и соответственно имели плотную упаковку. Только в пленке № 10 в силу того, что размеры частиц

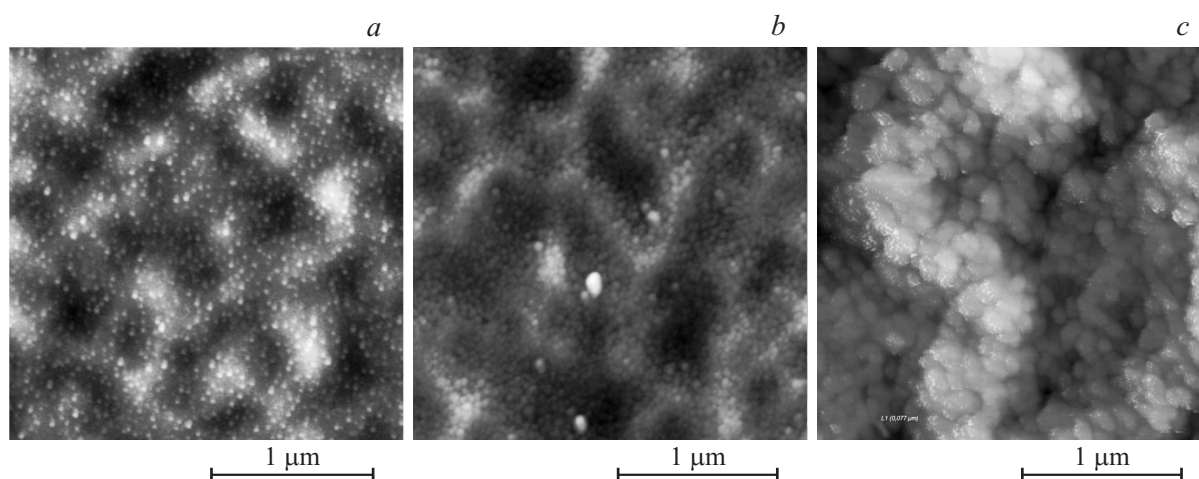


**Рис. 1.** Типичное АСМ-изображение поверхности пленки № 10 ( $d = 4.4 \mu\text{m}$ , содержание  $\text{Me} = 58.66 \text{ at.}\%$ ). Стрелками указаны: 1 — островки, 2 — мостики, 3 — поры.

оказались сопоставимы с размерами мостиков, упаковка частиц сравнительно менее плотная за счет влияния межостровковой пористости. Распределения частиц по размерам логнормальные, что в данном случае характеризует изначальную аморфность материала пленки и соответственно случайный характер распределения в ней зародышей для роста частиц при отжиге.

Частицы в пленках с содержанием металлов свыше  $65\%$  настолько укрупнились при отжиге, что произошло полное слияние островков, в результате чего микрорельеф пленок в значительной степени выровнялся. Частицы в этих пленках имели формы сглаженных многоугольников, у многих из них отчетливо просматривались фрагменты кристаллитной огранки, что может свидетельствовать о структурных изменениях в процессе отжига материала пленки в направлении его частичной кристаллизации. Очевидно, такая кристаллизация имеет связь с наличием в разной степени структурно упорядоченных зародышей кристаллитов металлической фазы в исходных пленках.

Пленка № 15 ( $d = 2.9 \mu\text{m}$ , содержание  $\text{Me} = 74.91 \text{ at.}\%$ ) после отжига по своей структуре существенно отличалась от остальных. Помимо увеличения размеров частиц и изменения их формы до кристаллоподобной в сравнении с пленками с содержанием металлов менее  $65\%$  в ходе отжига дополнительно произошло упорядочение взаимного расположения частиц (рис. 3). Они выстроились в параллельные плотно упакованные цепочки. Подобные структуры описываются как опалоподобные матрицы, и они могут проявлять свойства фотонных кристаллов. В силу относительно большой



**Рис. 2.** Эволюция гранулированного строения пленок сопоставимой толщины (4.0–4.9 μm) с увеличением содержания металлов после высокотемпературного отжига: *a* — № 6 (содержание Me = 43.99 at.%), *b* — № 8 (содержание Me = 49.20 at.%), *c* — № 14 (содержание Me = 70.50 at.%).

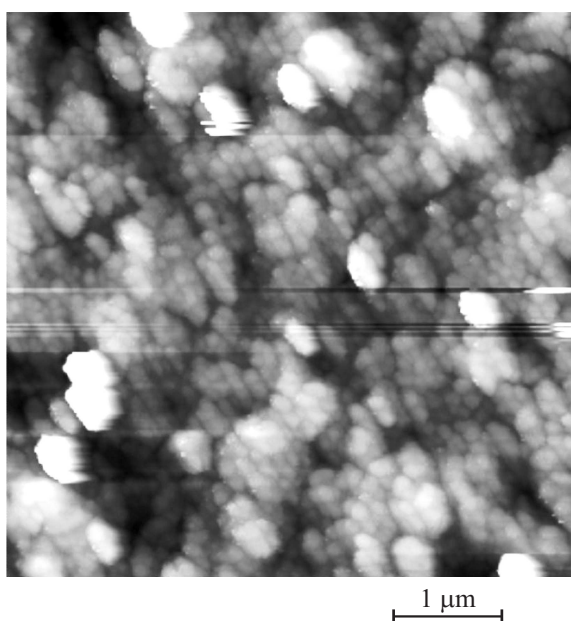
толщины пленки (несколько микрон) маловероятно ориентирующее влияние подложки на подобное упорядочение. Скорее всего, оно связано с общей кристаллизацией материала пленки во время отжига.

Отсутствие проявлений гранулированной структуры на поверхности исходных пленок может быть связано с их большой (несколько микрометров) толщиной. В тонких аморфных пленках (толщиной до первых сотен нанометров) малое количество напыляемого материала предопределяет такой характер формирования, миграции и слияния островков на поверхности в скопления, при котором часто происходит их конденсация еще

на стадии обособленности первичных островков. Такие обособленные островки в тонких пленках часто и наблюдаются как гранулы. При формировании толстых (более микрометра) аморфных пленок количество напыляемого материала столь велико, что происходит полное слияние островков в жидкой фазе, и лишь на поверхности пленок проявляется исходно островковый характер в виде характерной шероховатости. При этом у пленок, имеющих кристаллическую структуру, формирующие их кристаллиты отчетливо наблюдаются на АСМ-изображениях независимо от толщины самих пленок. Этим эффектом можно объяснить гранулирование наших пленок после отжига — произошла, вероятно, их частичная либо полная кристаллизация, опирающаяся на присутствующие в исходных пленках зародыши кристаллической фазы. В результате сформировавшиеся кристаллиты отчетливо наблюдаются на АСМ-изображениях.

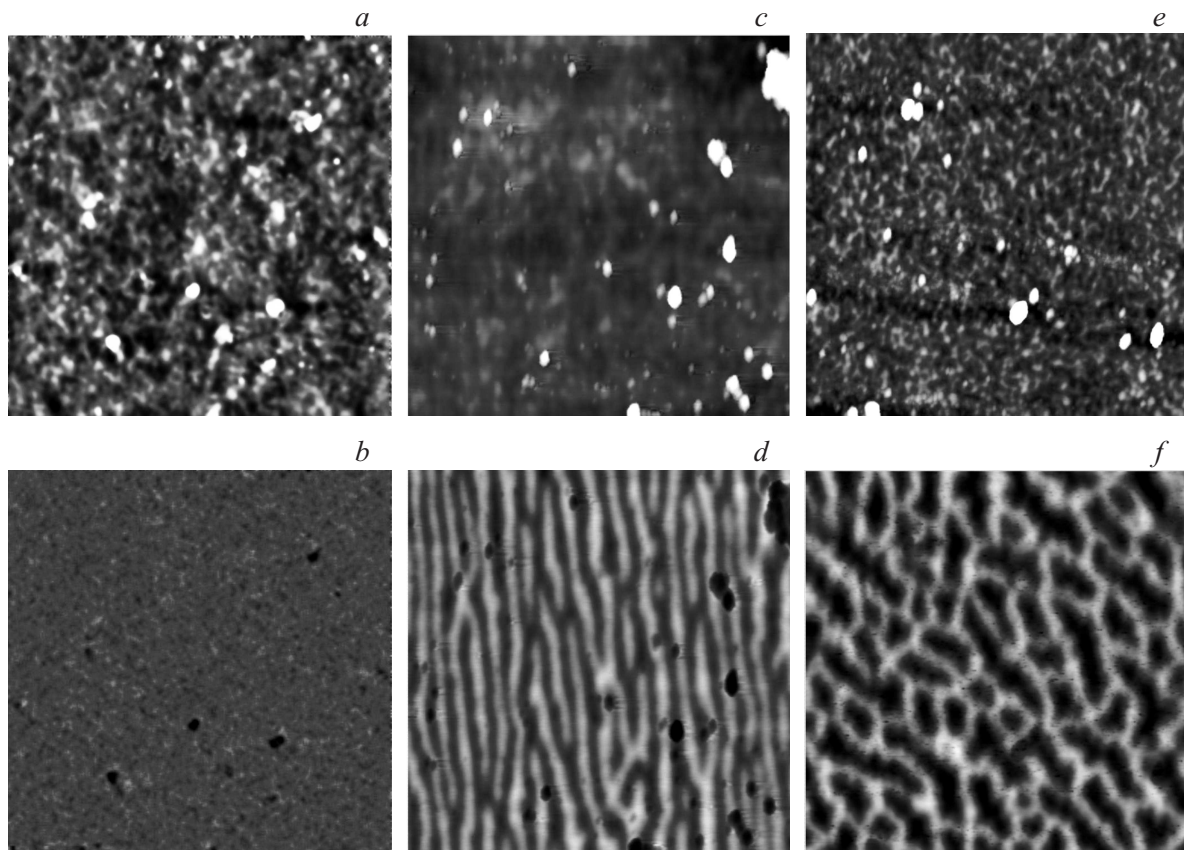
Методом МСМ в пленках была визуализирована магнитная доменная структура. Характер поведения структуры магнитных доменов в пленках с ростом содержания металлов иллюстрируют МСМ изображения, приведенные на рис. 4.

Из рисунка видно, что с увеличением содержания металлов доменная структура пленок претерпевает существенные изменения. В пленках № 1–6 магнитной структуры не наблюдалось. Пленки № 8 и № 9 имели хорошо упорядоченную полосовую доменную структуру. Известно, что присутствие полосовой доменной структуры является показателем наличия в пленке перпендикулярной магнитной анизотропии [22,23]. Период доменной структуры составлял около 400 nm в пленке № 8 и около 500 nm в пленке № 9. В пленках № 10 и № 11 наблюдалась слабоупорядоченная доменная структура, причем ее упорядоченность связана со статистической ориентированностью доменов в одном направлении. Период доменной структуры варьировался в диапазоне



**Рис. 3.** Опалоподобное упорядочение гранул в пленке №15 ( $d = 2.9 \mu\text{m}$ , содержание Me = 74.91 at.%).





**Рис. 4.** АСМ-изображения (*a, c, e*) поверхности пленок (размер скана  $5 \times 5 \mu\text{m}$ ) и соответствующие им МСМ-изображения (*b, d, f*): *a, b* — пленка № 2, *c, d* — пленка № 9, *e, f* — пленка № 13.

600–800 nm. Пленки № 13–15 имели неупорядоченную доменную структуру в виде сеток с широким разбросом расстояний между доменами — от 400 nm до 1  $\mu\text{m}$ . Такая доменная структура характерна для пленок, намагниченность которых лежит в плоскости пленки. После отжига в пленках магнитная структура не регистрировалась.

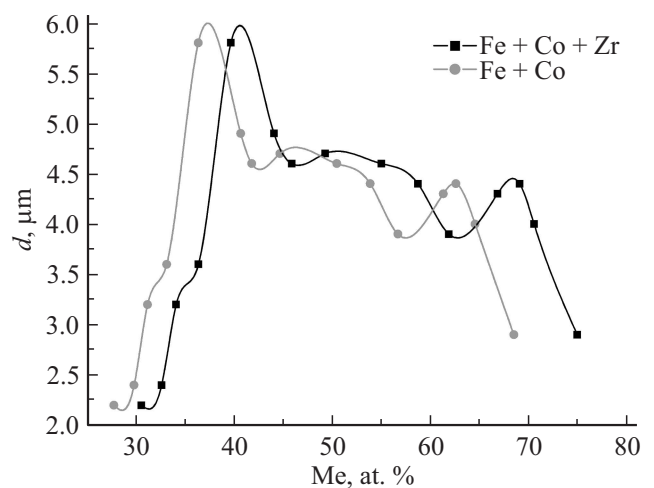
### 3.2. Толщина, содержание металлической фазы и средний размер зерен аморфных композитных пленок

Результаты определения толщин для композитных пленок приведены в таблице. На рис. 5, 6 показаны зависимости толщины  $d$  (рис. 5) и средних размеров зерен  $\Phi$  (рис. 6) от содержания металлической фазы аморфных композитных пленок.

Как видно из рис. 5, качественно зависимости толщины от содержания металлической фазы как без циркония, так и с цирконием для первых семи образцов (до  $\text{Me} < 45 \text{ at.}\%$ ) со сдвигом до 3–4 at.% практически идентичны. При  $\text{Me} > 45 \text{ at.}\%$  с ростом содержания циркония смещение кривых, представленных на рис. 5, увеличивается и к последнему пятнадцатому образцу составляет около 6.5 at.%. Однако никаких дополнительных особенностей добавление циркония в качественный вид

зависимостей толщины от содержания металлической фазы не вносит, поэтому в дальнейших исследованиях будем учитывать только суммарное содержание всех трех металлов.

Кроме того, глядя на рис. 5, можно предположить, что именно содержание металлической фазы является



**Рис. 5.** Зависимость толщины  $d$  от содержания металлической фазы  $\text{Me}$  аморфных композитных пленок.

Толщина пленок, содержание элементов, средний размер зерен и проводимость аморфных композитных пленок

№	Толщина $d, \mu\text{m}$	Содержание, at.%		Средний размер зерен $\Phi, \text{nm}$	Проводимость $\sigma, \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$
		Fe + Co	Fe + Co + Zr		
1	2.2	27.68	30.46	$40 \pm 8$	$1.29 \cdot 10^3$
2	2.4	29.73	32.53	$30 \pm 8$	$1.16 \cdot 10^3$
3	3.2	31.10	34.02	—*	$0.92 \cdot 10^3$
4	3.6	33.05	36.29	—	$0.62 \cdot 10^3$
5	5.8	36.27	39.60	—	$0.57 \cdot 10^3$
6	4.9	40.60	43.99	$23 \pm 6$	$0.88 \cdot 10^3$
7	4.6	41.73	45.81	$36 \pm 6$	$1.18 \cdot 10^3$
8	4.7	44.60	49.20	$34 \pm 9$	$2.37 \cdot 10^3$
9	4.6	50.40	54.94	—	$1.10 \cdot 10^4$
10	4.4	53.80	58.66	$59 \pm 9$	$2.86 \cdot 10^4$
11	3.9	56.62	61.82	$64 \pm 10$	$4.92 \cdot 10^4$
12	4.3	61.24	66.78	—	$7.22 \cdot 10^4$
13	4.4	62.55	69.04	$107 \pm 23$	$9.01 \cdot 10^4$
14	4.0	64.50	70.50	$133 \pm 25$	$9.25 \cdot 10^4$
15	2.9	68.44	74.91	$111 \pm 23$	—

\* значение не определялось.

тем основным параметром, в зависимости от которого следует исследовать проводящие, отражающие и другие свойства аморфных композитных пленок. В предыдущих работах [8–11,17–21] таким параметром являлась толщина. Однако в данном случае для пленок при сопоставимых толщинах  $d$  содержание металлической фазы может отличаться до 2.5 раз, что существенным образом скажется на их свойствах.

На рис. 6 представлена зависимость размеров зерен  $\Phi$  от содержания металлической фазы для аморфных композитных пленок. Из рисунка следует, что средние размеры зерен имеют ярко выраженную зависимость от содержания, начиная с  $\text{Me} \sim 44 \text{ at.}\%$ , и увеличиваются с ростом последней.

Изменение размеров зерен с содержанием металлической фазы хорошо описывается функцией, которой,

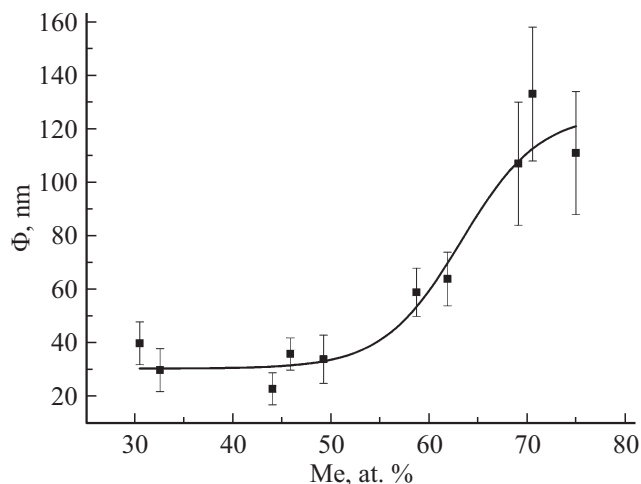


Рис. 6. Зависимость средних размеров зерен  $\Phi$  от содержания металлической фазы  $\text{Me}$  в аморфных композитных пленках.

как отмечалось в предыдущих работах [10,17,18,21], для тонких пленок различных металлов и металл-диэлектрических пленок описывалось изменение проводимости с толщиной  $\sigma(d)$ , а для некоторых аморфных наногранулированных композитов — изменение среднего размера зерен с толщиной  $\Phi(d)$ :

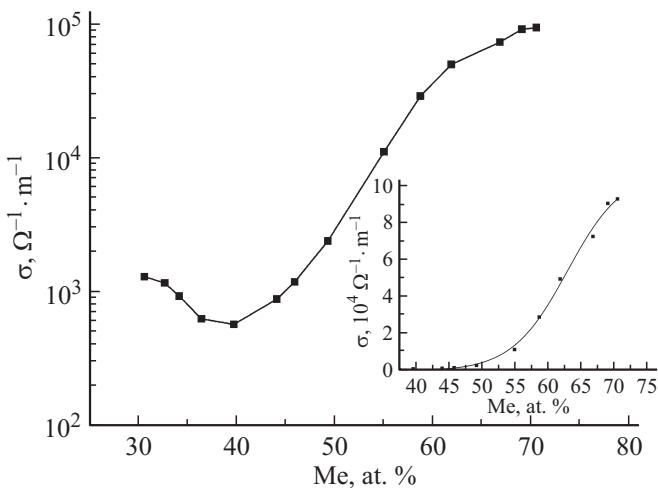
$$y(x) = \frac{A_1 - A_2}{1 - \exp\left(\frac{x-x_0}{dx}\right)} + A_2, \quad (1)$$

где  $y(x) = \Phi(\text{Me})$ ,  $A_1 = 30.73 \text{ nm}$ ,  $A_2 = 129.91 \text{ nm}$ ,  $x_0 = 63.84 \text{ at.}\%$ ,  $dx = 4.51 \text{ at.}\%$ .

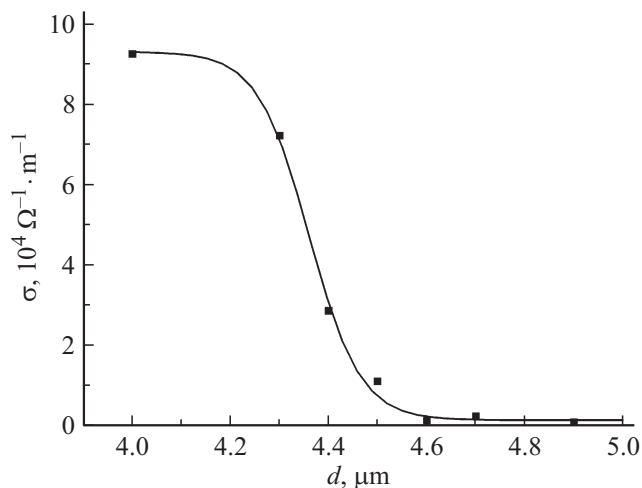
Как следует из рис. 6 (аппроксимация экспериментальных точек функцией (1)), при  $\text{Me} < 50 \text{ at.}\%$  средний размер зерен  $\Phi$  изменяется незначительно вокруг некоторого среднего значения  $\sim 30 \text{ nm}$  (от 23 до 40 nm). Начиная с  $\text{Me} \sim 50 \text{ at.}\%$ , средний размер зерен  $\Phi$  резко возрастает (от 34 до 133 nm). Таким образом, при увеличении содержания металлической фазы в 1.43 (с 49.20 до 70.50 at.%) раза размер зерен увеличился в 3.91 раза. Несколько заниженное значение  $\Phi$  (111 nm) для  $\text{Me} = 74.91 \text{ at.}\%$ , по-видимому, связано со значительно меньшей толщиной образца № 15 ( $d = 2.9 \mu\text{m}$ ), в то время как все остальные измеряемые образцы при  $\text{Me} > 50 \text{ at.}\%$  имели сопоставимую толщину 3.9–4.4  $\mu\text{m}$ , а также особенностями наноструктуры этой пленки, описанными выше.

### 3.3. Проводимость аморфных композитных пленок $(\text{Co}_{45}\text{Fe}_{45}\text{Zr}_{10})_x(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$

Результаты определения удельной проводимости для композитных пленок приведены в таблице. Выявлено, что удельная проводимость исследуемых пленок изменялась в диапазоне от  $10^3$  до  $10^5 \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$ , причем ее



**Рис. 7.** Зависимость проводимости  $\sigma$  от содержания металлической фазы Me. На врезке показана зависимость проводимости от содержания металлической фазы в линейном масштабе, аппроксимированная функцией (1).



**Рис. 8.** Зависимость проводимости  $\sigma$  от толщины  $d$  аморфных композитных пленок.

увеличение в исследуемом интервале толщин сопровождалось увеличением содержания металлической фазы от 30 до 75%.

На рис. 7, 8 показаны зависимости проводимости  $\sigma$  от содержания металлической фазы Me, at.% (рис. 7) и от толщины  $d$  (рис. 8) в диапазоне 4.0–4.9  $\mu\text{m}$  для аморфных композитных пленок.

Как видно из рис. 7, зависимость проводимости от содержания металлической фазы не монотонна. При  $\text{Me} < 40$  at.% наблюдается некоторый спад проводимости, после чего  $\sigma$  резко возрастает с ростом Me.

Следует отметить, что практически в том же интервале  $\text{Me} < 44$  at.% на рис. 6 заметно уменьшение среднего размера зерен (экспериментальные точки) с 40 до 23 nm. То есть, несмотря на увеличение содержания

металлической фазы в 1.44 раза (см. таблицу), средний размер зерен уменьшился в 1.74 раза, что, по-видимому, и определило некоторый спад проводимости.

При дальнейшем увеличении содержания металлической фазы в 1.60 раз (начиная с  $\text{Me} \sim 44$  at.%) проводимость возрастает более чем на два порядка. Основной рост проводимости приходится на интервал  $43.99 < \text{Me, at.\%} < 70.50$  (см. таблицу). В этом же интервале средний размер зерен увеличивается практически в шесть раз (5.78 раз). Таким образом, одновременный значительный рост содержания металлической фазы и размеров зерен определяет поведение проводимости.

На врезке рис. 7 экспериментальная зависимость проводимости (в линейном масштабе) от содержания металлической фазы в рассматриваемом интервале Me аппроксимирована функцией (1), где  $y(x) = \sigma(\text{Me})$ ,  $A_1 = 0$ ,  $A_2 = 1.08 \cdot 10^5 \Omega^{-1} \text{m}^{-1}$ ,  $x_0 = 62.93$  at.%,  $dx = 4.20$  at.%.

Поскольку качественный вид функций (1) в зависимостях, представленных на рис. 6 и на врезке рис. 7 идентичен, а определяемые параметры  $x_0$  и  $dx$  совпадают с точностью до 99 и 93% соответственно, можно говорить о том, что зависимости проводимости и среднего размера зерен от содержания металлической фазы коррелируют между собой, т.е. проводимость аморфных композитных пленок определяется особенностями их наноструктуры и состава (параметрами  $\Phi$  и Me).

На рис. 8 представлена зависимость проводимости пленок от толщины в диапазоне 4.0–4.9  $\mu\text{m}$ . Экспериментальные точки аппроксимированы функцией (1), где  $y(x) = \sigma(d)$ ,  $A_1 = 93036 \Omega^{-1} \text{m}^{-1}$ ,  $A_2 = 1605 \Omega^{-1} \text{m}^{-1}$ ,  $x_0 = 4.36 \mu\text{m}$ ,  $dx = 0.05 \mu\text{m}$ .

Из рис. 8 видно, что проводимость в рассматриваемом интервале толщин уменьшается. В наших предыдущих работах [8–11, 18–21] показано, что проводимость тонких металлических, металл-диэлектрических и некоторых аморфных композитных пленок увеличивается с ростом толщины, если в этом же интервале толщин увеличивается средний размер зерен.

В данном случае, как следует из таблицы и рис. 5, при увеличении толщины пленки с 4.0 до 4.9  $\mu\text{m}$  уменьшается размер зерен со 133 до 23 nm (в 5.78 раза) и содержание металлической фазы — с 70.50 до 43.99 (в 1.60 раза), что и приводит к уменьшению проводимости.

#### 4. Основные результаты работы

Исследована наноструктура аморфных гранулированных композитных пленок состава  $(\text{Co}_{45}\text{Fe}_{45}\text{Zr}_{10})_x(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$ , нанесенных на подложку из ситалла.

Исследования методом атомно-силовой микроскопии не выявили гранулированной структуры пленок, наблюдались лишь бесформенные островки, связанные друг с другом натекоподобными мостиками.

После высокотемпературного отжига все пленки с суммарным содержанием металлов менее 65% приобрели отчетливую гранулированную структуру. Определено логнормальное распределение частиц по размерам, что характеризует изначальную аморфность материала пленки. Пленки с содержанием металлов свыше 65% в процессе отжига частично кристаллизовались.

Методом МСМ визуализирована магнитная доменная структура пленок. Выявлено, что с ростом содержания металлов характер поведения структуры магнитных доменов в пленках существенно изменяется. В пленках с содержанием металлической фазы до 45% магнитной структуры не обнаружено. При дальнейшем увеличении содержания металлов в пленках наблюдалась хорошо упорядоченная полосовая доменная структура, что является показателем наличия в пленке перпендикулярной магнитной анизотропии. Период доменной структуры варьировался от 400 нм в пленках с содержанием металлической фазы 49,20% до 1 мкм в пленках с содержанием металлов более 69%.

Выявлено, что от содержания металлической фазы  $M_e$  значительно изменяются средние размеры зерен  $\Phi$  и проводимость  $\sigma$ . Причем эти изменения хорошо описываются функцией, которой для тонких металлических, металл-диэлектрических пленок ранее описывались зависимости проводимости от толщины  $\sigma(d)$ , а для некоторых аморфных гранулированных композитных пленок — зависимости средних размеров зерен от толщины  $\Phi(d)$ .

Показано, что наноструктура аморфных гранулированных композитных пленок определяет их проводящие свойства, а зависимости проводимости и среднего размера зерен от содержания металлической фазы коррелируют между собой.

По результатам АСМ-исследований выявлен интервал содержания металлической фазы, при котором наблюдалась резкая зависимость размеров зерен  $\Phi(M_e)$  и, как следствие, проводимости  $\sigma(M_e)$ . При  $M_e < 40$  at.% обнаружен некоторый спад  $\sigma(M_e)$ , что, по-видимому, вызвано уменьшением средних размеров зерен. В интервале  $43.99 < M_e, \text{ at.} \% < 70.50$  выявлен резкий монотонный рост проводимости, сопровождающийся увеличением размеров зерен практически в шесть раз.

Показано, что в интервале толщин 4.0–4.9 мкм с уменьшением содержания металлической фазы и среднего размера зерен проводимость аморфных гранулированных композитных пленок также уменьшается, несмотря на рост толщины.

Авторы выражают глубокую признательность В.К. Туркову (ФГБОУ ВО СГУ им. Питирима Сорокина) за проведение отжига пленок, С.С. Шевчуку и В.А. Радаеву (Институт геологии Коми НЦ УрО РАН) за электронно- и зондово-микроскопические исследования.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 13-02-01401-а.

## Список литературы

- [1] Бажин И.В., Лещева О.А., Никифоров И.Я. // ФТТ. 2006. Т. 48. № 4. С. 726–731.
- [2] Грабов В.М., Демидов Е.В., Комаров В.А. // ФТТ. 2008. Т. 50. № 7. С. 1312–1316.
- [3] Кукушкин С.А., Осипов А.В. // УФН. 1998. Т. 168. № 10. С. 1083–1116.
- [4] Муслимов А.Э., Буташих А.В., Коновко А.А., Смирнов И.С., Роцин Б.С., Волков Ю.О., Ангелуц А.А., Андреев А.В., Шкуринов А.П., Каневский В.М., Асадчиков В.Е. // Кристаллография. 2012. Т. 57. № 3. С. 471–476.
- [5] Ганышина Е.А., Кочнева М.Ю., Подгорный Д.А., Щербак П.Н., Демидович Г.Б., Козлов С.Н. // ФТТ. 2005. Т. 47. № 7. С. 1333–1337.
- [6] Серов И.Н., Марголин В.И., Потсар Н.А., Солтовская И.А., Фантиков В.С., Тупик В.А. // Поверхность. 2004. № 7. С. 31–35.
- [7] Антонец И.В., Котов Л.Н., Голубев Е.А. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2007. № 8. С. 65–71.
- [8] Антонец И.В., Котов Л.Н., Некипелов С.В., Голубев Е.А. // ЖТФ. 2004. Т. 74. № 3. С. 24–27.
- [9] Антонец И.В., Котов Л.Н., Макаров П.А., Голубев Е.А. // ЖТФ. 2010. Т. 80. № 9. С. 134–140.
- [10] Антонец И.В. Отражающие и проводящие свойства тонких металлических пленок и их наноструктура. Сыктывкар: Изд-во Сыктывкарского госуниверситета, 2007. 124 с.
- [11] Антонец И.В., Котов Л.Н., Шавров В.Г., Щеглов В.И. // Радиотехника и электроника. 2004. Т. 49. № 10. С. 1243–1250.
- [12] Бек Г., Гюнтеродт Г.И. Металлические стекла. М.: Наука, 1983. 454 с.
- [13] Полухин В.А., Ватолин Н.А. Моделирование аморфных металлов. М.: Наука, 1985. 288 с.
- [14] Луцев Л.В., Звонарева Т.К., Лебедев В.М. // Письма в ЖТФ. 2001. Т. 27. № 15. С. 84–89.
- [15] Калинин Ю.Е., Пономаренко А.Т., Ситников А.В., Стогней О.В. // Физика и химия обработки материалов. 2001. № 5. С. 14–20.
- [16] Золотухин И.В., Калинин Ю.Е., Неретин П.В., Ситников А.В., Стогней О.В. // Альтернативная энергетика и экология. 2002. № 2. С. 7–14.
- [17] Антонец И.В., Котов Л.Н., Некипелов С.В., Карпушов Е.Н. // ЖТФ. 2004. Т. 74. № 11. С. 102–106.
- [18] Котов Л.Н., Антонец И.В., Голубев Е.А., Петрунев С.Н. // Вестник Поморского государственного университета. Серия „Естественные науки“. 2008. Т. 3. С. 50–57.
- [19] Антонец И.В., Котов Л.Н., Калинин Ю.Е., Ситников А.В., Шавров В.Г., Щеглов В.И. // Письма в ЖТФ. 2014. Т. 40. № 14. С. 1–6.
- [20] Антонец И.В., Котов Л.Н., Курпичева О.А., Голубев Е.А., Калинин Ю.Е., Ситников А.В., Шавров В.Г., Щеглов В.И. // Журнал радиоэлектроники. Электронный журнал. 2014. № 4. <http://jre.cplire.ru/koi/apr14/12/>
- [21] Антонец И.В., Голубев Е.А., Котов Л.Н. // Известия Коми научного центра УрО РАН. 2015. № 1 (21). С. 13–21.
- [22] Sulitani N. // J. Magnetism and Magnetic Materials. 2001. Vol. 231. P. 85–93.
- [23] Kohmoto O., Mineji N., Isagawa Y. // J. Magnetism and Magnetic Materials. 2002. Vol. 239. P. 36–38.