

На правах рукописи

Аунг Чжо Чжо

МАГНИТНЫЕ И СТРУКТУРНЫЕ СВОЙСТВА
ВЫСОКОКОЭРЦИТИВНЫХ МАГНИТНЫХ ПЛЕНОК

Специальность 01.04.07 – Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание учёной степени
кандидата технических наук



Москва – 2020

Работа выполнена в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет)»

Научный руководитель: кандидат физико-математических наук, доцент
Зайончковский Вячеслав Станиславович

Официальные оппоненты: **Шефтель Елена Наумовна**
доктор технических наук, профессор,
ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук,
главный научный сотрудник лаборатории
конструкционных сталей и сплавов им.
академика Н.Т. Гудцова

Перминов Александр Сергеевич
кандидат физико-математических наук, доцент,
ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский
технологический университет «МИСиС»,
доцент кафедры физического материаловедения

Ведущая организация: Акционерное общество «Спецмагнит»

Защита состоится «25» ноября 2020 г. в 14 часов 30 минут на заседании диссертационного совета Д212.141.17, созданного на базе ФГБОУ ВО «Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет)» по адресу: 248600, г. Калуга, ул. Баженова, д. 2, МГТУ имени Н.Э. Баумана, Калужский филиал.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке МГТУ им. Н.Э. Баумана и на сайтах www.bmstu.ru, www.bmstu-kaluga.ru

Автореферат разослан «_____» _____ 2020 г.

Ученый секретарь
диссертационного
совета, кандидат
технических наук,
доцент



Лоскутов Сергей
Александрович

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Развитие интегральных микросхем преобразило мир. Становление, развитие и зрелость ИМС были невозможны без применения «старых» законов физики и химии, а также потребовали открытия новых закономерностей, создания новых приборов. Появились бесконтактные приборы, для функционирования которых нет необходимости в создании механического или электрического контактов. Таковыми являются микросхемы датчиков магнитного поля, которые могут быть построены при использовании эффектов Холла или магниторезистивного эффекта (МРЭ). Преимущество магниторезистивных датчиков перед датчиками на эффекте Холла состоит в том, что их выходной сигнал, в широком диапазоне магнитных полей, не зависит от величины магнитного поля, а определяется только его направлением. Вторым серьезным преимуществом является возможность реализации стабильности выходного сигнала в гораздо большем диапазоне температур. Немаловажным в области микро-, и, особенно, нанoeлектроники, является также тот факт, что чувствительный элемент магниторезистивного датчика при своем функционировании требует всего двух проводов по сравнению с чувствительным элементом на эффекте Холла, для которого требуются четыре провода. Именно вследствие этих трех преимуществ, датчик на МРЭ нашел применение в каждом компьютере, обладающем магнитным диском для хранения информации, кроме того, электронные счетчики электроэнергии уже сейчас строятся на микросхемах бесконтактных датчиков тока, функционирующих в большом диапазоне силы тока. Эти датчики находят применение в робототехнике, для измерения малых линейных перемещений в пространстве. Без их участия невозможно построение автоматических систем управления агрегатами, в состав которых входят вращающиеся части, например, коленчатые валы в двигателях внутреннего сгорания, турбины, осевые и центробежные компрессоры.

Степень разработанности темы исследования. Магнитные материалы бывают двух типов: магнитомягкие и магнитотвердые. Границей между ними является значение коэрцитивной силы, равной 4 kA/m (50 Э). Магнитотвердые материалы используют для создания постоянных магнитов, находящих широкое применение в различных устройствах, причем, как правило, в объемном исполнении. Объемные магниты производятся из сплавов на основе редкоземельных материалов типа систем Nd-Fe-B или систем Sm-Co, на ферритовых керамических системах, систем типа викаллой (Co-V), Co-Pt, из дисперсионно-твердеющих систем альнико (Al-Ni-Co) и систем, называемых сплавами Канесо (Fe-Cr-Co). В настоящее время объемные сплавы Канесо хорошо экспериментально исследованы, хотя стройной теории, которая могла бы предсказать температуру начала и конца спинодального распада в зависимости от элементного состава сплава на данный момент нет. Ранее были описаны свойства пленок сплава системы Fe-Cr-Co, которые могли быть применены для систем продольной (горизонтальной) магнитной записи информации. Это связано с отсутствием, у этих пленок, высокой одноосной

магнитной анизотропии. Эти пленки были получены с помощью вакуумного термического напыления и ионного распыления в диапазоне толщин (100-250) нм. Первым материалом, использованным для построения постоянного магнита, создающего планарное магнитное поле смещения для чувствительного элемента на основе МРЭ, был сплав Co-Pt. Этот пленочный магнит был создан на основе интегральной кремниевой технологии и был применен для работы в составе головок считывания информации, входящих в устройства памяти на жёстких магнитных дисках.

Целью диссертационной работы является определение магнитных и структурных свойств пленок, содержащих магнитотвердые слои дисперсионно-твердеющих сплавов (ДТС) системы Fe-Cr-Co, полученных управляемым магнетронным распылением.

Для достижения поставленной цели в работе решались следующие **задачи**:

- изучение возможности получения пленочных композиций, имеющих в своем составе слои ДТС в широком диапазоне толщин;
- выбор состава сплава мишени, из которой методом магнетронного распыления на кремниевой подложке формируется пленочная композиция с магнитным слоем ДТС системы Fe-Cr-Co;
- выбор состава и последовательности металлических слоев, входящих в пленочную композицию, а также получение данной пленочной композиции;
- определение условий отжига полученных композиций для достижения высококоэрцитивного состояния (ВКС) этих композиций;
- снятие петель гистерезиса для определения коэрцитивной силы, полученных пленок;
- определение морфологии поверхности магнитотвердых слоев пленочных композиций, а также, определение уровней деформации кремниевой подложки с этими пленочными композициями;
- определение фазового состава слоя ДТС системы Fe-Cr-Co в составе трехслойной пленки на кремниевой монокристаллической подложке.

Научная новизна диссертационной работы:

Впервые проведены исследования магнитных и структурных свойств тонких пленок на монокристаллической кремниевой подложке, со слоями ДТС системы Fe-Cr-Co толщиной более одного микрометра.

Установлено, что для предотвращения разрушения пленочных композиций, содержащих слои ДТС на кремниевых подложках, после отжигов на ВКС, необходимо создавать подслои меди, с толщиной не менее толщины слоя ДТС.

Установлено, что рост коэрцитивной силы пленок, содержащих слои ДТС системы Fe-Cr-Co, при малых толщинах слоя ДТС, согласован с изменением его рельефа - формированием выступов на поверхности этого слоя при высоковакуумном отжиге в диапазоне (600-670) °С.

Впервые определено, что возможно немонотонное изменение фазового состава слоя системы Fe-Cr-Co в трехслойной пленке на кремниевой подложке.

ке в зависимости от температуры в диапазоне (600-670) °С при 60-ти секундном высоковакуумном отжиге.

Теоретическая и практическая значимость работы.

Доказано, что возможно получение магнитных пленочных композиций (многослойных пленок), содержащих отожженные слои ДТС с толщиной более одного микрометра.

Определено, что для сохранения в целостности слоя ДТС в составе пленочной композиции после высоковакуумных «быстрых» (фотонных) отжигов, толщина компенсационного слоя меди, должна быть не меньше слоя ДТС.

Определено, что в магнитных пленочных композициях может быть достигнут уровень коэрцитивной силы, позволяющий этим пленочным композициям выполнять функцию постоянного магнита для создания планарного поля смещения чувствительного элемента на МРЭ.

Показано, что разрушение пленочных композиций, содержащих слой ДТС, может происходить спустя многие часы и дни после проведения отжига, проведенного с целью реализации высококоэрцитивного состояния слоя ДТС.

Определена температура одноступенчатого высоковакуумного 60-ти секундного «быстрого» отжига, при которой достигается максимальная концентрация α – фазы сплава Fe-Cr-Co в сплаве номинального состава по хрому и кобальту (25Cr12Co).

Методология и методы исследования. В данной работе для решения поставленных задач были использованы литературные данные и практический опыт сотрудников Калужского филиала МГТУ им. Н.Э. Баумана по вакуумной технике и материаловедению тонких пленок металлов. В работе были применены оптические, электронно-оптические, магнитные и рентгеновские методы исследования. Использованная оптическая микроскопия была трех видов: обычная оптическая микроскопия на отражение в диапазоне увеличений от 8^{\times} до 600^{\times} на микроскопе «**Studar**», с записью результатов съёмки на компьютер; интерференционная микроскопия с увеличением до 600^{\times} на интерференционном микроскопе «МИИ-4», конфокальная микроскопия с разрешением в плоскости образца до 1 мкм и с разрешением по нормали к плоскости до 4-х нм на конфокальном микроскопе NanoFocus в модификации « μ -surf». Эта модификация позволяет строить псевдо-цветную картину высот рельефа поверхности на плоскости и строить профиль сечения, перпендикулярного плоскости поверхности образца. Атомно-силовая микроскопия выполнялась с помощью атомно-силового микроскопа SolverP47HPRO, имеющего следующие параметры: минимальный шаг сканирования по оси z - 0.006 нм; минимальный шаг в плоскости x/y - 0.012 нм. Сканирующая электронная микроскопия, выполнявшаяся с помощью сканирующих электронных микроскопов типа JEOLJSMIT500 с увеличением до $17\,000^{\times}$ (17 KX) в НИТУ МИСИС и типа NVision 40-38-50 с увеличением до 250 KX. Магнитные параметры образцов пленок были определены из петель гистерезиса,

снятых на вибромагнетометре высокого разрешения типа LakeShore-7404 VSM кафедры магнетизма физического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова. Нормированные петли гистерезиса (без определения абсолютного значения магнитного момента образца) снимались на установке для измерения меридионального магнитооптического эффекта Керра в ИРЭ им. В.А. Котельникова РАН. Для проведения измерений изгиба подложек кремния после нанесения пленочных композиций и последующих отжигов был использован рентгеновский дифрактометр типа ДРОН-2.0. Качественный рентгенофазовый анализ трехслойных пленок на кремниевой монокристаллической подложке проводился с использованием автоматического рентгеновского дифрактометра ДРОН-7М. Составы мишеней и пленок исследовались с помощью рентгенофлуоресцентного спектрометра МетЭксперт.

Основные положения и результаты, выносимые на защиту:

1. Результаты исследований свойств магнитотвердых слоев ДТС системы Fe-Cr-Co на кремниевой подложке. Вывод о необходимости использования подслоев, обеспечивающих адгезию с подложкой и снижение механических напряжений в магнитном слое. Результаты технологических исследований трехслойных структур, характеризующихся следующими параметрами слоёв: внешний слой, состоит из ДТС Fe-Cr-Co и имеет толщину в интервале 200...3600 нм; слой, являющийся подслоем для слоя Fe-Cr-Co, состоит из меди и имеет большую, чем магнитный слой, толщину; слой, наносимый на подложку, состоит из ванадия.

2. Результаты фазового анализа слоя Fe-Cr-Co, входящего в состав трехслойной композиции и полученного магнетронным распылением из мишени номинального состава по хрому и кобальту ($25\text{Cr}12\text{Co}$) при температуре подложки 200°C . Вывод о формировании α - и γ - фаз и отсутствии σ -фазы. Последняя, наиболее хрупкая фаза, не появляется при последующих термообработках. Кроме того, при температуре одномоментного отжига вблизи 630°C имеет место резкий рост концентрации α - фазы со снижением концентрации γ - фазы, что позволяет формировать высококоэрцитивное состояние магнитного слоя с помощью разделения α_1 - и α_2 - фаз.

3. Результаты структурных исследований слоёв Fe-Cr-Co, входящих в состав трехслойной композиции и обработанных технологически необходимым одномоментным отжигом в интервале температур $(600-650)^{\circ}\text{C}$. Вывод о том, что в отдельных местах субмикронных слоев Fe-Cr-Co формируются кристаллиты округлой формы высотой примерно вдвое превосходящих высоту окружающих их кристаллитов, а в пленках микронного диапазона толщин – ограненные кристаллиты.

4. Результаты исследований деформаций кремниевой подложки, обусловленных формированием на её поверхности магнитной пленки со слоем Fe-Cr-Co. При этом сделан вывод о том, что трехслойные пленки находятся в состоянии растяжения, и что с ростом температуры отжига происходит изменение изгиба подложек, сопровождаемое уменьшением радиуса кривизны.

Достоверность полученных результатов.

Достоверность полученных результатов подтверждается использованием методик, прошедших многократное апробирование, в том числе на эталонных образцах. Выводы базируются на экспериментальных результатах и известных моделях.

Личный вклад автора. Соискатель получил все результаты исследований, изложенных в главах 2-5 либо лично, либо в соавторстве. Работа выполнялась в рамках рабочего плана аспиранта без стороннего финансирования. Соискатель участвовал в постановке задач исследования и анализа полученных результатов, при этом, выполнил большой объем работ по модернизации установок магнетронного напыления и высоковакуумного фотонного отжига. Он непосредственно участвовал в разработке и изготовлении установки «Простой вибромагнетометр». Все эксперименты по разработке и реализации пленочных композиций с ДТС ставились в соавторстве, а выполнение экспериментов по напылению пленок и проведению фотонного отжига выполнялись только силами соискателя.

Апробация работы. Результаты и выводы диссертационной работы докладывались на: XXII международной конференции по постоянным магнитам (МКПМ-2019, г. Суздаль, 23-27 сентября 2019 г.), XXV научно-технической конференции с участием зарубежных представителей, Крым, Судак, 16-22 сентября, 2018 г.; VIII международной конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов» Москва, (ИМЕТ РАН) 19 - 22 ноября 2019 г., XV международном семинаре: «Структурные основы модифицирования материалов» МНТ-XV, Обнинск, 18-20 июня 2019 г.

Публикации. Основные результаты, полученные в работе, опубликованы в 15 печатных трудах, в том числе одна работа в **рецензируемом** журнале, **индексируемом в Scopus**, три - в журналах из перечня, рекомендованного ВАК РФ, одном патенте на полезную модель.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из: введения, пяти глав, основных выводов и заключения, списка цитируемой литературы из 116 наименований, списка сокращений, списка работ по теме диссертации и приложения. При этом она содержит 150 страниц, в том числе 69 рисунков и 15 таблиц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обоснована актуальность темы работы, сформулированы ее цель и задачи, указаны научная новизна и практическая значимость результатов, а также основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе, носящей название «Магниторезистивные чувствительные элементы и дисперсионно-твердеющие магнитные материалы (обзор литературы)» представлен обзор магниторезистивных чувствительных элементов, обоснована необходимость введения в структуру этих элементов постоянного магнита, который доводит магнитоактивный слой до состояния технического насыщения. Это приводит к подавлению части шумов, связанных со скачками Баркгаузена, которые имеют место при движении доменных

стенок. Далее проводится анализ возможности использования различных магнитотвердых материалов для создания пленочных постоянных магнитов. В числе таких кандидатов могут выступать редкоземельные магниты на основе соединений Sm-Co и Nd-Fe-B, ферритовые магниты, дисперсионно-твердеющие магнитные сплавы, а также сплавы на основе драгоценного металла (Pt-Co, Pt-Cr-Co).

Во второй главе, носящей название: «Оборудование для получения и методики измерений свойств тонких пленок с ДТС», описано оборудование для получения пленок со слоем ДТС - модифицированная установка вакуумного напыления УВН-71ПЗ, которая была оборудована тремя планарными магнетронами с диаметром мишеней 90 мм. Эта установка оснащена ротационным форвакуумным насосом и высоковакуумным турбомолекулярным насосом. При этом давление остаточных газов в вакуумной камере, перед напуском рабочего газа для зажигания магнетронного разряда было не выше $5 \cdot 10^{-3}$ Па. Температура подложек во время напыления контролировалась с помощью терморезистора со скользящим контактом. В качестве мишеней использовали диски из ванадия, меди и сплава Fe-Cr-Co с добавками, которые увеличивают склонность сплава Fe-Cr-Co к распаду пересыщенного раствора хрома в железе и кобальте, при последующих термообработках.

Установка высоковакуумного фотонного отжига была использована для проведения отжига пленок, с целью достижения ВКС. Необходимость высокого вакуума при отжигах, инициирующих спинодальный распад, была связана с тем, что при отжиге в форвакууме пленки окислялись, и не было возможности быстро изменять температуру при использовании муфельной электрической печи. При высоковакуумном отжиге вакуум был не хуже $1 \cdot 10^{-3}$ Па. И, так как высокий вакуум создавался паромасляным насосом, то в фотонном блоке была восстановительная атмосфера. Отсутствие окисленных областей в слое Fe-Cr-Co после отжига подтверждено рентгеновским фазовым анализом.

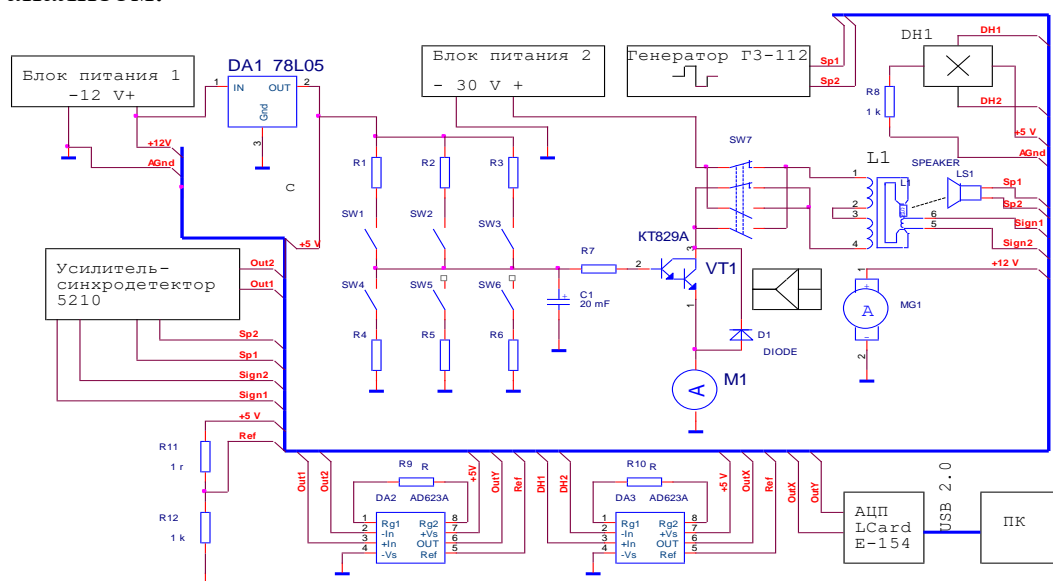


Рис. 1. Функциональная схема установки
«Простой вибромагнетометр»

Для определения коэрцитивной силы и магнитного момента пленок со слоями Fe-Cr-Co была сконструирована и изготовлена установка «Простой вибромагнетометр», функциональная схема, которого представлена на Рис. 1. Её состав - звуковой генератор ГЗ-112, усилители-ограничители напряжения ИМС AD623A, усилитель – синхронный детектор Princeton Research SR5210, АЦП -U5 типа E-154, производства фирмы L-Card. Сигналы от инструментальных усилителей типа AD623A, которые запрограммированы на определенные коэффициенты усиления резисторами R1 и R2, подаются на вход U5. Выходные сигналы АЦП по шине USB 1.0 направляются в ПЭВМ. Пример записи петли гистерезиса для прокатанной фольги никеля толщиной 25 мкм и размерами в плоскости 8x2 мм², полученный на установке «Простой магнитометр», представлен на Рис. 2. Однако уровень шумов для измерения пленок был велик, поэтому основные измерения производились на установке LakeShore-7404 VSM и установке измерения эффекта Керра. В этой же главе описаны, примененные в работе, оптические, атомно-силовые, рентгеновские и электронно-микроскопические методы исследования.

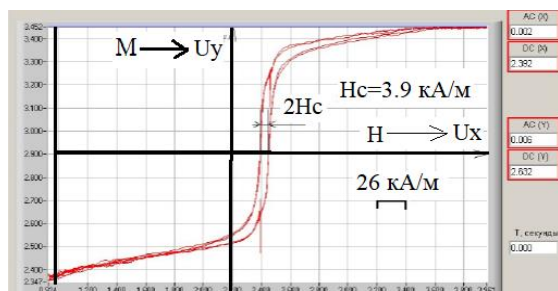


Рис. 2. Окно монитора ПЭВМ с петлей гистерезиса, полученной с помощью установки «Простой вибромагнетометр»

В третьей главе «Выбор и получение пленочной композиции для реализации постоянного магнита на основе сплава Fe-Cr-Co» обоснован выбор составов магнитных слоев и добавочных слоев пленочной композиции для реализации постоянного магнита. Выбор составов магнитных слоев производился на основе анализа материалов для объемных магнитов, производимых по ГОСТ 24897-81. При этом для получения пленок были использованы мишени, изготовленные из материалов, указанных в Таблице 1, сформированной на основе данных ГОСТ 24897-81.

Таблица 1.

Магнитные параметры объемных сплавов системы Fe-Cr-Co в ВКС

№ пп	Вид материала	Максимальное произведение $(BH)_{max}$, кДж/м ³	Коэрцитивная сила по индук- ции в H_c , кА/м	Остаточная индукция B_r , Тл
		Не менее		
1.	22X15КА	56	47	1,5
2.	25X12K2БА	35	40	1,25
3.	23X14K3ФА	36	41	1,27

При этом материал №1 имеет самые высокие значения магнитных параметров. Составы №2 и №3 имеют достаточно низкие значения главных магнитных параметров. Однако они обладают технологическими преимуще-

ствами перед составом №1, которые состоят в менее жестких требованиях к процессам термообработки, что показано в Таблице 2.

Таблица 2.

Режимы термообработок материалов магнитов по ГОСТ 24897-81

Вид материала	Режимы термообработок
22X15КА	Нагрев до 1250-1300 °С, выдержка 0,5-1 ч, закалка в воде. Изотермическая выдержка при 670-690 °С в течение 20-30 мин, охлаждение в магнитном поле напряженностью не менее 160 кА/м до 620 °С со скоростью 0,5-3 °С/мин. Отпуск: 620 °С - 1 ч, 600 °С - 2 ч, 580 °С - 3 ч, 560 °С - 4 ч, 540 °С - 6 ч, 520 °С - 6 ч
23X15КА 25X12К2БА 23X14К3ФА	Нагрев до 730 °С, выдержка 0,5-1 ч, охлаждение до 700 °С с произвольной скоростью, охлаждение от 700 до 600 °С в магнитном поле напряженностью не менее 120 кА/м со скоростью 1-2 °С/мин. Отпуск: 620 °С - 1 ч, 600 °С - 1 ч, 580 °С - 1 ч, 560 °С - 4 ч, 540 °С - 5 ч.

Состав №1, согласно Таблицы 2, кажется абсолютно несовместимым с технологией кремниевых интегральных схем. В то же время составы №2 и №3 могут быть вполне реализуемы в рамках технологии интегральных схем. Попытки реализации этих сплавов в виде пленки непосредственно на кремниевой монокристаллической подложке были успешными, но при отжигах в диапазонах температур спинодального распада они полностью разрушались.

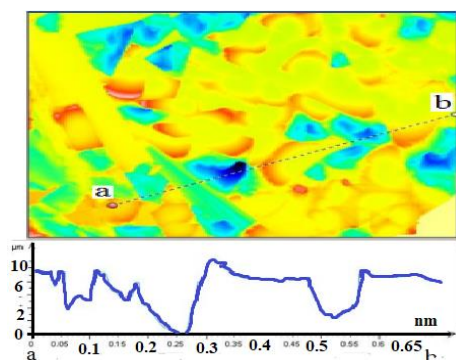


Рис. 3. Конфокальная микроскопия: вид сверху и профиль поверхности вдоль пути (a-b) с наибольшими повреждениями

На Рис. 3 показано разрушение кремниевой монокристаллической подложки с ориентацией поверхности (100) многослойной пленкой (состава V-25X12К2Б) после отжига (650°С/10мин) на спинодальный распада твердого раствора хрома в сплаве Fe-Cr-Co. При этом распаде, как известно, имеет место модуляция параметров кристаллической решетки сплава, что приводит к разрушению не только пленки, но и подложки на глубину до 10 мкм. С целью сохранения слоя ДТС было предложено в структуру пленки ввести компенсирующий слой – слой с большим значением такого важного механического параметра материала

твердого тела, как относительное удлинение при разрыве δ . Из всех кандидатов-материалов, наиболее приемлемым материалом по цене и величине δ , достигающей 60%, является медь. Но медь является плохим контактным слоем к кремниевой монокристаллической подложке или к окисленной кремниевой монокристаллической подложке. Поэтому необходимо было ввести дополнительный адгезионно-барьерный слой. Наиболее подходящим метал-

лом для этого является ванадий, который в отличие от меди не образует интерметаллических соединений с кремнием или оксидом кремния, при температурах получения и термообработок ниже 1000°C. Поэтому наиболее простейшей, и часто реализованной в этой работе, была структура слоев, показанная на Рис. 4.

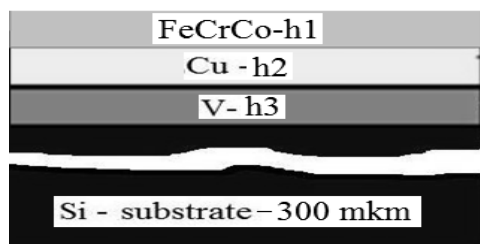


Рис. 4. Сечение структуры со слоем ДТС

В четвертой главе «Исследование структурных свойств пленочных композиций, содержащих слои Fe-Cr-Co» были описаны результаты качественного рентгенофазового анализа, результаты электронно-микроскопических исследований и измерения изгиба подложек с трехслойными пленками. Эти работы были выполнены с использованием образцов размерами 15x15x0.5 мм³

или 4x4x0.5 мм³, параметры которых указаны под №2, №4 и №5 в Таблице 3.

Таблица 3.

Параметры структур и состав слоев Fe-Cr-Co

Параметры структур		Номер структуры				
		№.1	№.2	№ 3	№4	№5
Состав мишени по хрому и кобальту		25X12 К	22X15 К	22X15 К	25X12 К	25X12К
Высота слоя, nm	h1	80	200	1000	1800	3600
	h2	120	400	1200	1900	3800
	h3	110	70	110	110	110
Тип и ориентация поверхности подложки		КЭФ -4.5 (100)			КДБ-10 (111)	

Измерения интенсивности дифракционного отражения рентгеновских лучей производилось с использованием оптической схемы Брэгга - Брентано в медном излучении ($K\alpha_1$ и $K\alpha_2$) с применением никелевого фильтра для существенного ослабления линии $K\beta_1$. На основе этих измерений были построены дифрактограммы и проиндцированы пики от кристаллографических структур, присущих кремниевой подложке и трехслойной пленке.

Дифрактограмма для образца со структурой слоев №5 Таблицы 3, полученного при температуре кремниевой подложки 200°C (до отжига), приведена на Рис. 5. Процесс индцирования пиков проводился для данной дифрактограммы и дифрактограмм, полученных от образцов, отожженных 60 с при температурах 600°C, 630°C и 650°C. Он выполнялся с использованием дифрактометрической базы данных International Centre of Diffraction Data. На этих дифрактограммах проиндцированы пики (110), (200) и (211) от α – фазы, пики от кремниевой монокристаллической подложки - «запрещенные» пики (222) $K\alpha_1$ и $K\alpha_2$, а также пик (333) $K\beta_1$, ослабленный никелевым фильтром. На дифрактограммах также присутствуют пики (111), (200), (220)

от γ -фазы слоя Fe-Cr-Co + от слоя меди. При этом пики от γ -фазы слоя Fe-Cr-Co и от слоя меди практически совпадают. Это связано с тем, что близки параметры кристаллических решеток γ -фазы и слоя меди, а также у них один тип кристаллической решетки –гранецентрированный куб (ГЦК). Суммарные пики от γ -фазы слоя Fe-Cr-Co и слоя меди на дифрактограмме Рис. 5 обозначены аббревиатурой ГЦК. Установлено, что интенсивность пиков «запрещенной» линии (222) от кремниевой монокристаллической подложки (для образцов со структурой слоев №3) была стабильной с точностью до 5%, как до, так и после отжигов при температурах 600°C, 630°C, 650°C.

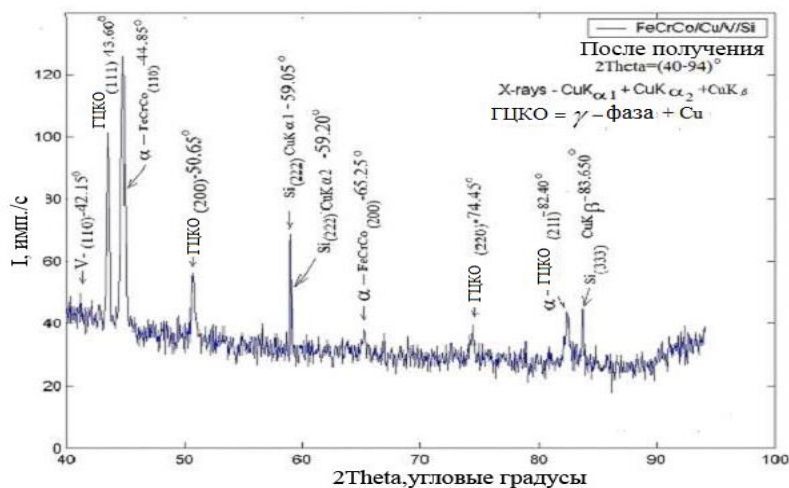


Рис. 5. Дифрактограмма образца со структурой слоев №5 из Таблицы 3

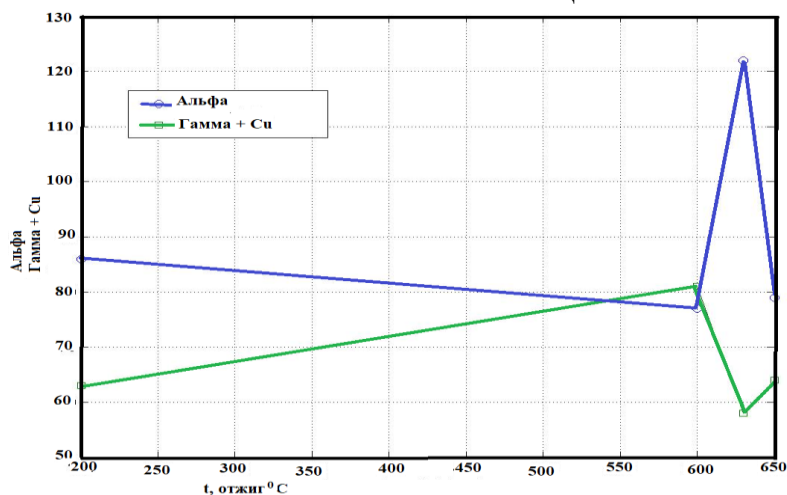


Рис. 6. Зависимости интенсивности рентгеновских пиков (110) альфа фазы и (111) «гамма + Cu»-фазы от температуры 60-ти секундного изохронного отжига

ры ГЦК (концентрации γ -фазы слоя Fe-Cr-Co и от слоя меди) – минимума. Толщина слоя меди при таких отжигах не изменяется, значит, температурный ход структуры ГЦК связан только с изменением концентрации γ -фазы слоя Fe-Cr-Co. При этом есть температура отжига, при которой концентрация

Это свидетельствовало о высоком качестве функционирования источника, механической системы гониометра и приемно-усилительного тракта установки ДРОН-7М, используемой в этом исследовании. Поэтому стало возможным корректно построить температурную зависимость интенсивностей дифракционного отражения (110) от α -фазы слоя Fe-Cr-Co при температурах 60-ти секундных отжигов 600°C, 630°C и 650°C, Рис. 6. На этом же рисунке дана зависимость дифракционного отражения (111) структуры ГЦК. Согласно Рис. 6 существует температура отжига (630°C) при которой интенсивность отражения (концентрации) α -фазы достигает максимума, а для струк-

γ – фазы слоя Fe-Cr-Co минимальна. А именно это необходимо для корректного проведения последующего отжига с целью достижения ВКС.

Морфология поверхности образца №2 (Таблица 3) с толщиной слоя ДТС 200 нм (до отжига), изучалась с помощью электронного сканирующего микроскопа высокого разрешения и представлена на Рис. 7.

Одновременно, с этим построено представительное распределение кристаллитов по площади с помощью программы обработки данных сканирующей зондовой микроскопии **Gwyddion**. Согласно Рис. 7 б) максимум распределения кристаллитов по площади (на участке 2 мкм^2) приходится примерно на 1500 нм^2 . После отжига ($650^\circ\text{C}/60 \text{ с}$) состояние поверхности резко менялось. Первоначально сформированные кристаллиты превратились в зерна.

При этом наиболее вероятная площадь проекции их на плоскость снимка составила 3000 нм^2 . Одновременно с этим, на поверхности появились зерна столбчатого типа, о чем свидетельствует РЭМ-снимок (Рис. 8а и 8б) и скан атомно-силового микроскопа (Рис. 9), позволившего определить высоту этих зерен – до 100 нм . Разновысотность кристаллитов до отжига не превосходила 15 нм , при толщине слоя Fe-Cr-Co равной 200 нм . Такой перепад высот кристаллитов мог быть причиной значительного роста коэрцитивной силы после отжига.

После напыления пленок со слоями Fe-Cr-Co наблюдается изгиб структуры – подложка + пленка. Величина этого изгиба возрастает сильно с увеличением толщины слоя Fe-Cr-Co до микрометра и более, а также с увеличением температуры отжига. Измерения радиуса изгиба структур проводили с

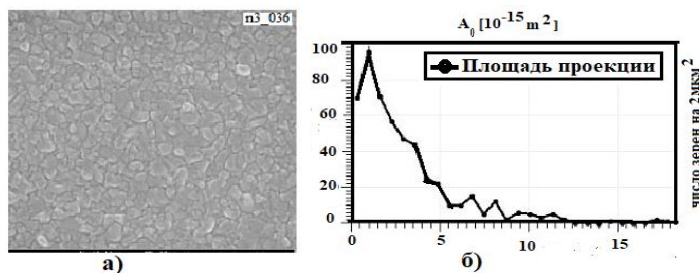


Рис. 7. а) - вид поверхности образца №2 после напыления пленки - увеличение 200 КХ, б)- зависимость числа кристаллитов от величины их площади на площади 2 мкм^2

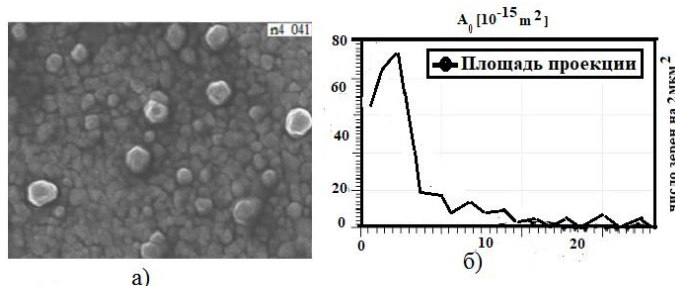


Рис. 8. а) - вид поверхности образца №2 после отжига ($650^\circ\text{C}/60 \text{ с}$), увеличение 100КХ, длина мерного отрезка-200 нм, б)- зависимость числа кристаллитов от величины их площади на площади 2 мкм^2

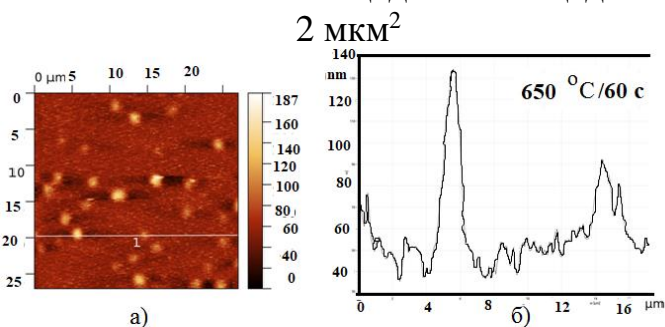


Рис. 9 а)- атомно-силовой скан и б)- сечение поверхности вдоль части линии 1 скана, для образца структуры № 1, прошедшего одноступенчатый отжиг ($650^\circ\text{C}/60 \text{ с}$)

помощью регистрации дифракции медного излучения $\text{CuK}\alpha_1$ для пика (333) со стороны кремниевой подложки, свободной от пленки. Многочисленными экспериментами определено, что устойчивой к разрушению в процессе хранения, после отжига в диапазоне (600 – 670) °С, является структура, в которой толщина слоя меди больше, чем толщина слоя ДТС. Результаты измерения изгиба подложек размерами $15 \times 15 \times 0.5 \text{ мм}^3$ с трехслойными пленками до и после 60 с отжига, помощью регистрации дифракции рентгеновских лучей от кремниевой монокристаллической подложки со структурами слоев №4 и №5 показаны на Рис. 10.

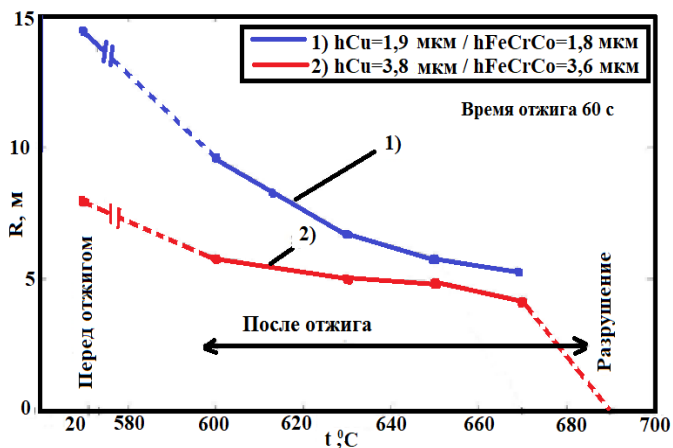


Рис.10. Температурная зависимость радиуса кривизны образцов пленочных композиций со слоями ДТС от изохронного дноступенчатого отжига (время отжига-60 с)

Минимально достижимый радиус кривизны подложек без разрушения пленок составлял 6 м.

Разрушение пленок начиналось с появления трещин, размерами менее микрометра. Эти и другие дефекты - типа отслаиваний, проплавлений слоев с формированием капель или дендритов, зарегистрированные с помощью растровых электронных микроскопов, представлены на Рис. 11.

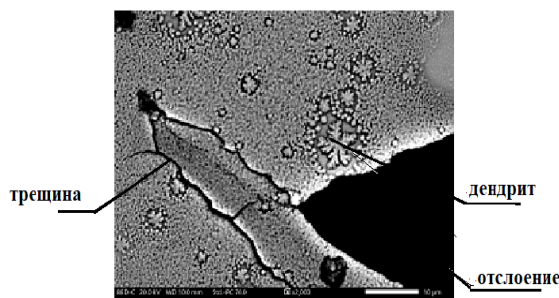


Рис. 11. Дефекты слоя ДТС структуры №2 после одноступенчатого отжига при 670°C/60 с

№5 из Таблицы 3), в зависимости от температуры и времени отжига. При этом размеры образцов были $4 \times 4 \times 0.5 \text{ мм}^3$. Во всех экспериментах по отжигам образцов не применялось магнитное поле, так как это сложно было осуществить, в связи с необходимостью проведения отжига в высоком вакууме. При снятии петель гистерезиса образцов при ориентации внешнего магнитного поля перпендикулярно плоскости пластин техническое насыщение достигалось в полях до 800 кА/м, что свидетельствовало об отсутствии одноосной магнитной анизотропии значительной величины.

Основным назначением пленочных постоянных магнитов с малой величиной одноосной анизотропии является создание планарного поля подмагничивания. В связи с этим, здесь показаны результаты измерений гистерезисных свойств, которые производились только при приложении внешнего

магнитного поля параллельного плоскости образцов. На Рис.12 представлена петля гистерезиса образца, со структурой слоев №1 из Таблицы 3, до отжига.

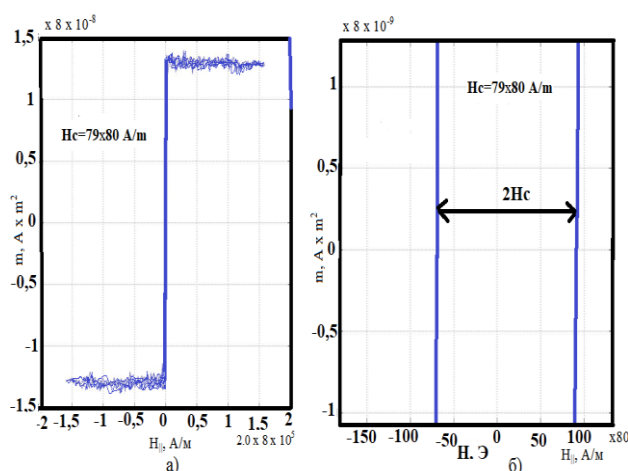


Рис.12. Петля гистерезиса структуры №1 перед отжигом:

а)- полная петля, б)- после растяжки

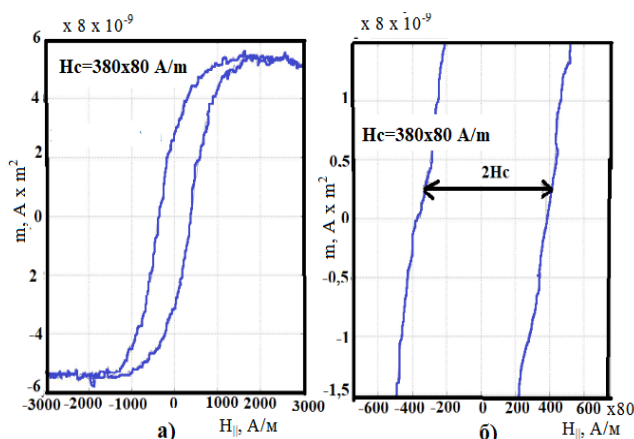


Рис.13. Петля гистерезиса структуры №1 после отжига (650 °C / 60 с).

а)-полная петля, б)-после растяжки по двум осям

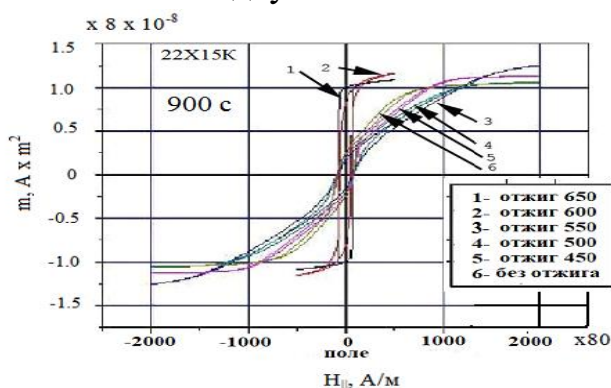


Рис. 14. Петли гистерезиса шести образцов.

На всех рисунках, где изображены петли гистерезиса, значения величины напряженности магнитного поля нормированы на 80, чтобы было легко переводить напряженность поля из А/м в Ое (Эрстеды). Максимально достигнутая коэрцитивная сила для отожженного (650°С/60 с) образца №1 равна 380*80 А/м - как показано на Рис. 13, при значении исходной величины (до отжига – Рис. 12) на уровне 79*80 А/м. При этом, после отжига резко ухудшился коэффициент прямоугольности петли. Рост коэрцитивной силы можно связать с появлением анизотропии формы зерен, а снижение коэффициента прямоугольности с неоднородностью поля упругих напряжений, возникающих в ферромагнитном слое. Для образцов со структурой №3 из Таблицы 3 снято семейство петель гистерезиса до и после 900 – секундного одноступенчатого отжига в диапазоне температур (450 – 650) °С, которое представлено на Рис. 14.

Было зафиксировано, что такой вид отжигов не существенно изменяет величину коэрцитивной силы. Фрагмент этого Рисунка в увеличенном виде представлен на Рис. 15, на котором показаны петли гистерезиса двух образцов из серии, показанной на Рис.14 для 15 минутных отжигов при температурах 600°С и 650°С и уровни коэрцитивной силы для серийных объемных анизотропных образцов.

В этих случаях петли близки к прямоугольным, а значит и близким к однофазным, но без реализации ВКС.

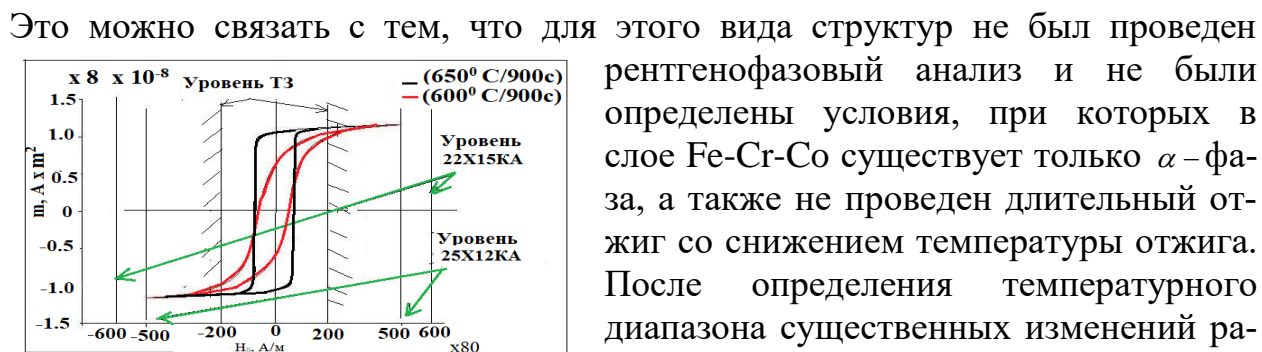


Рис. 15. Петли гистерезиса структуры №3 после отжига при температурах 600 °C и 650 °C

Результаты измерений представлены на Рис. 16. Уровень коэрцитивной силы для тонкого слоя (200 нм) в пленке структуры №2 из Таблицы 3 после отжига (670°C) вполне может быть использован для целей смещения магниторезистивных преобразователей даже после простого одноступенчатого отжига. Образец структуры №5 имеет существенно более низкое значение коэрцитивной силы и нуждается сначала в оптимизации фазового состава посредством правильного выбора температуры предварительного отжига, а затем проведения серии ступенчатых отжигов.

Это можно связать с тем, что для этого вида структур не был проведен рентгенофазовый анализ и не были определены условия, при которых в слое Fe-Cr-Co существует только α -фаза, а также не проведен длительный отжиг со снижением температуры отжига. После определения температурного диапазона существенных изменений радиуса кривизны подложек (600-650) °C было проведено исследование коэрцитивной силы для двух видов структур из Таблицы 3 после 60-секундного от-

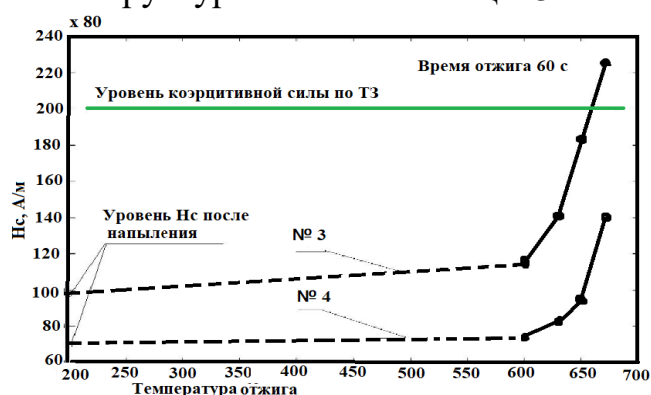


Рис. 16. Зависимость коэрцитивной силы образцов со структурой слоев №2 и №5 от температуры 60-ти секундного отжига

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТЫ

1. Экспериментально установлено, что для сохранения в целостности слоя Fe-Cr-Co в составе пленки после 60-ти секундных отжигов (600-650)°C, располагающейся на кремниевой подложке, необходимо, чтобы толщина компенсационного слоя меди была не меньше, чем толщина слоя Fe-Cr-Co.
2. Определена морфология поверхности слоя Fe-Cr-Co двух составов и двух толщин этих слоев в трехслойной пленке. Найдены распределения по величинам площадей кристаллитов для указанных слоев субмикронных толщин и микронного диапазона толщин.
3. Методом атомно-силовой микроскопии и электронной микроскопии высокого разрешения установлено, что при 60-секундных отжиге в диапазоне температур (600-650)°C в субмикронных пленках в отдельных местах слоя формируются кристаллиты округлой формы, высотой вдвое превосходящие высоту окружающих их кристаллитов, а в пленках микронного диапазона толщин – ограниченные кристаллиты.
4. Методом качественного рентгенофазового анализа определено, что при напылении слоя Fe-Cr-Co из мишени номинального состава по хрому и ко-

бальту, в этих слоях отсутствует очень хрупкая σ -фаза, и она не появляется при последующих 60 секундных высоковакуумных отжигах в диапазоне температур (600-650)°C. Кроме того, установлена температура 60-ти секндного отжига, при которой имеет место резкий рост концентрации σ -фазы, что в дальнейшем позволит проводить ступенчатые отжики и достигать высоких значений коэрцитивной силы в толстых слоях Fe-Cr-Co.

5. Посредством проведения качественного рентгенофазового анализа определено, а с помощью магнитооптического эффекта Керра подтверждено отсутствие окислов на поверхности слоя Fe-Cr-Co, как после получения, так и после проведения высоковакуумных отжигов.

6. Разработан и изготовлен вибромагнетометр простой конструкции для измерения магнитного момента и коэрцитивной силы, малогабаритных образцов, с цифровой регистрацией сигнала.

7. Методом дифракции рентгеновских лучей определено, что трехслойные пленки со слоем Fe-Cr-Co находились в состоянии сжатия, и что с ростом температуры указанных выше отжигов, уменьшался радиус кривизны подложек.

8. Определен состав дефектов тонких пленок на кремниевой подложке после проведения указанных выше отжигов, содержащих слои Fe-Cr-Co. В состав дефектов могут входить трещины, капли, выколки, отслоения и дендриты.

Основные результаты диссертации отражены в следующих работах:

1. Рентгенодифракционное исследование тонких металлических пленок с магнитными слоями сплава Fe-Cr-Co / Аунг Чжо Чжо (Aung Kyaw Kyaw) [и др.] // Конденсированные среды и межфазные границы. 2020. Т. 22, № 1. С. 58-65. (0,5 п.л./ 0,18 п.л.).

2. Тонкие металлические пленки с дисперсионно-твердеющими магнитными слоями сплава Fe-Cr-Co / Аунг Чжо Чжо [и др.] // Конденсированные среды и межфазные границы. 2019. Т. 21. № 4. С. 505-518. (0,87 п.л./0,23 п.л.).

3. Простой вибромагнетометр / Аунг Чжо Чжо [и др.] // Электромагнитные волны и электронные системы. 2017. Т. 22. № 2. С. 23-26. (0,25 п.л./0,11 п.л.).

4. Реализация структуры чувствительного элемента Холла / Аунг Чжо Чжо [и др.] // Электромагнитные волны и электронные системы. 2019. № 1. С. 52-56. (0,31 п.л./0,14 п.л.).

5. Зайончковский В.С., Аунг Чжо Чжо, Андреев А.В. Исследование морфологии поверхности тонких металлических пленок с магнитными слоями Fe-Cr-Co // Электромагнитные волны и электронные системы. 2020. № 1-2. С. 69-75. (0,43 п.л./0,27 п.л.).

6. Многослойная тонкая пленка для продольного магнитного смещения магниторезистивных преобразователей: пат. 2018121313 РФ / Аунг Чжо Чжо [и др.]. Заявл. 08.06.2018; опубл. 10.12.2019. Бюл. № 34.

7. Зайончковский В.С., Аунг Чжо Чжо. Выбор и обоснование состава пленочной композиции для получения пленочного постоянного магнита с намагниченностью в плоскости пленки, совместимого с кремниевой интегральной технологией // Наука, техника и образование. 2019. №4 (27). С. 94-103. (0,62 п.л./0,44 п.л.).
8. Зайончковский В.С., Аунг Чжо Чжо, Прохоров И.А. Влияние отжига на изгиб структур на основе монокристаллического кремния, содержащих дисперсионно-твердеющие слои Fe-Cr-Co // Структурные основы модифицирования материалов МНТ-ХV: Тезисы докладов ХV международной конференции. Обнинск. 18-20 июня 2019. С. 68-73. (0,37 п.л./0,14 п.л.).
9. Пленочные композиции, содержащие дисперсионно-твердеющие слои сплава Fe-Cr-Co / Аунг Чжо Чжо [и др.] // Деформация и разрушение материалов и наноматериалов: Тезисы VIII международной конференции. М., 19-22 ноября 2019. С. 67-68. (0,12 п.л./0,04 п.л.).
10. Тонкие магнитные пленки для планарного смещения пленочных магниторезисторов и фильтров на магнитостатических волнах / Аунг Чжо Чжо [и др.] // Тезисы XXII международной конференции по постоянным магнитам. Суздаль. 23-27 сентября 2019. С. 114-115. (0,12 п.л./0,10 п.л.).
11. Зайончковский В.С., Прохоров И.А., Аунг Чжо Чжо. Использование компенсационных подслоев меди при получении пленок с высококоэрцитивным слоем Fe-Cr-Co на кремнии // Наукоемкие технологии в приборостроении и развитии инновационной деятельности в ВУЗе: Материалы Региональной научно-технической конференции. Калуга. 2019. Т. 1. С. 186-190. (0,31 п.л./0,10 п.л.).
12. Многослойная тонкая пленка для продольного магнитного смещения магниторезистивных преобразователей / Аунг Чжо Чжо [и др.] // Вакуумная наука и техника: Тезисы докладов XXV научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов. Судак. Крым. 16-22 сентября 2018. С.160-165. (0,37 п.л./0,18 п.л.).
13. Исследование адгезии плёнок системы V-Cu к окисленному кремнию / Аунг Чжо Чжо [и др.] // Наукоемкие технологии в приборостроении и развитии инновационной деятельности в ВУЗе: Материалы региональной научно-технической конференции. Калуга. 2017. Т. 2. С. 194-196. (0,18 п.л./0,04 п.л.).
14. Аунг Чжо Чжо, Зайончковский В.С., Скипер А.В. Каплеобразование в тонких пленках меди и борьба с ним // Наукоемкие технологии в приборостроении и развитии инновационной деятельности в ВУЗе: Материалы Всерос. научно-технической конференции. Калуга. 2017. Т. 2. С. 136-139. (0,25 п.л./0,08 п.л.).
15. Анализ магнитной системы планарного магнетронного источника с помощью магнитного сканера / Аунг Чжо Чжо [и др.] // Тонкие пленки в электронике: Тезисы докладов XXVII международного симпозиума. М., 2016. С. 163-166. (0,25 п.л./0,12 п.л.).

Аунг Чжо Чжо

Магнитные и структурные свойства высококоэрцитивных
магнитных пленок

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Подписано в печать 22.09.2020г. Формат 60х84 1/16.

Бумага офсетная. Печать офсетная. Печ. л. 1.

Усл. печ. л. 0,93. Тираж 100 экз. Заказ №

Отпечатано в Редакционно-издательском отделе
Калужского филиала МГТУ им. Н.Э. Баумана
248600, г. Калуга, ул. Баженова, д. 2, тел. (4842) 57-31-87