

ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ СИНТЕЗ В ФОРВАКУУМЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ТОНКОПЛЕНОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО ПОКРЫТИЯ

А.В. Тюнков, Ю.Г. Юшков, Д.Б. Золотухин

*Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники,
пр. Ленина 40, Томск 634050, Россия,
tyunkov84@mail.ru, zolotukhinden@gmail.com, yushkovyu@mail.ru*

Тонкие магнитные пленки находят широкое применение в различных электронно-вычислительных устройствах. Для повышения долговечности магнитного слоя выглядит перспективным нанесение поверх него тонкого слоя защитного электрически непроводящего покрытия, такого как бор или оксид алюминия. Одним из перспективных методов осаждения таких магнито-диэлектрических покрытий является электронно-лучевое испарение в форвакууме, позволяющее с одинаковой эффективностью испарять как электрически проводящие материалы, так и диэлектрики. В данной работе приводятся результаты эксперимента по электронно-лучевому осаждению тонких пленок магнитного вещества (никеля) в атмосфере инертного газа – гелия в форвакууме (2-3 Па). Оценка методом ферромагнитного резонанса (ФМР) показала, что магнитные свойства пленок улучшаются с увеличением толщины магнитного слоя пропорционально времени осаждения покрытия, но вместе с тем, существует проблема термической деформации подложки и покрытия вследствие теплового излучения с мишени.

Ключевые слова: магнитные покрытия; магнито-диэлектрические покрытия; форвакуумный плазменный источник электронов; пучковая плазма; электронно-лучевое испарение.

ELECTRON-BEAM SYNTHESIS IN FORE-VACUUM AND MAGNETIC PROPERTIES OF THIN NICKEL COATING

Andrey Tyunkov, Yuri Yushkov, Denis Zolotukhin

*Tomsk State University of Control Systems and Radioelectronics,
40 Lenin Ave., 634050 Tomsk, Russia,
tyunkov84@mail.ru, zolotukhinden@gmail.com, yushkovyu@mail.ru*

Thin magnetic films are widely used in various electronic computing devices. To increase the durability of the magnetic layer, it seems promising to apply a thin layer of a protective electrically nonconductive coating, such as boron or aluminum oxide, over the surface of the magnetic layer. One of the promising methods for the deposition of such magnetic-dielectric coatings is electron-beam evaporation in fore-vacuum, which makes it possible to evaporate with the same efficiency both electrically conductive materials and dielectrics. This paper presents the results of an experiment on electron beam deposition of thin films of a magnetic substance (nickel) in an inert gas (helium) in fore vacuum (2-3 Pa). An evaluation by the ferromagnetic resonance (FMR) method showed that the magnetic properties of the films improve with an increase in the thickness of the magnetic layer, which is proportional to the deposition time of the coating, but at the same time, there is a problem of thermal deformation of the substrate and coating due to thermal radiation from the target.

Keywords: magnetic coatings; magneto-dielectric coatings; fore-vacuum plasma electron source; beam plasma; electron-beam evaporation.

Введение

Благодаря плотному потоку положительных ионов из пучковой плазмы при ее генерации электронным пучком при форвакуумных (единицы-десятки Па) рабочих давлениях в вакуумной камере удастся осуществить эффективное электронно-лучевое испарение как проводящих, так и

непроводящих электрический ток материалов, и синтезировать, в том числе, магнито-диэлектрические покрытия [1], которые востребованы в широком классе электронных приборов и устройств [2]. Ранее [1] получены магнито-диэлектрические покрытия, в которых магнитный слой был получен при испарении железосодержа-

шей мишени, а диэлектрический – мишени из алюмооксидной керамики. Однако железо в чистом виде в природе не встречается, поэтому его выбор для формирования магнитного слоя наталкивается на неизбежное появление нежелательных примесей, входящих в состав любой железосодержащей мишени. Кроме того, возможно ухудшение адгезии железной пленки к нижележащим слоям покрытия или подложки. Поэтому актуальным является расширение ассортимента магнитных материалов мишени, например, с использованием никеля, способного образовать магнитный сплав с железом (пермаллой), который обладает отличной адгезией и малым коэффициентом температурного расширения. Данная работа направлена на изучение синтеза магнитного покрытия на основе никеля при испарении никелевой мишени форвакуумным источником электронов в атмосфере гелия в форвакууме. Для исключения возможного влияния взаимодиффузии материалов из различных слоев формируемого покрытия из состава осаждаемого покрытия был исключен подслой хрома и верхний защитный слой алюмооксидной керамики, способных оказать влияние на степень дефектности покрытия и в результате этого – на магнитные свойства.

Описание эксперимента

Никелевая мишень испарялась форвакуумным источником непрерывного электронного пучка на основе тлеющего разряда с полым катодом [3]. Рабочее давление гелия было равным 2.5 Па, никель испарялся электронным пучком при плавном увеличении тока эмиссии до 87 мА и ускоряющего напряжения до 10 кВ. Длительность осаждения отсчитывалась с момента визуально-наблюдаемого формирования капли расплава мишени и составляла 5 и 10 мин. После выключения источника образцы (покрывное стекло размером 5.2×2.6 мм для анализа магнитных свойств, и арсенид-галлиевые пластинки-свидетели для элементного анализа по-

крытия) остывали в вакууме в течение 60 мин. Элементный анализ исследовался сканирующим электронным микроскопом Hitachi S3400 N, оснащенным приставкой для энергодисперсионного анализа BrukerX'Flash 5010. Магнитные свойства измерялись на установке, детально описанной в работе [1], а эффективная намагниченность насыщения вычислялась по известной формуле Киттеля [4].

Результаты и их обсуждение

На рис. 1 приведены полевые зависимости коэффициента поглощения электромагнитной волны в образце и резонансных частот, соответствующих максимумам этого поглощения, для образца с никелевым покрытием, осажденным в течение 5 мин.

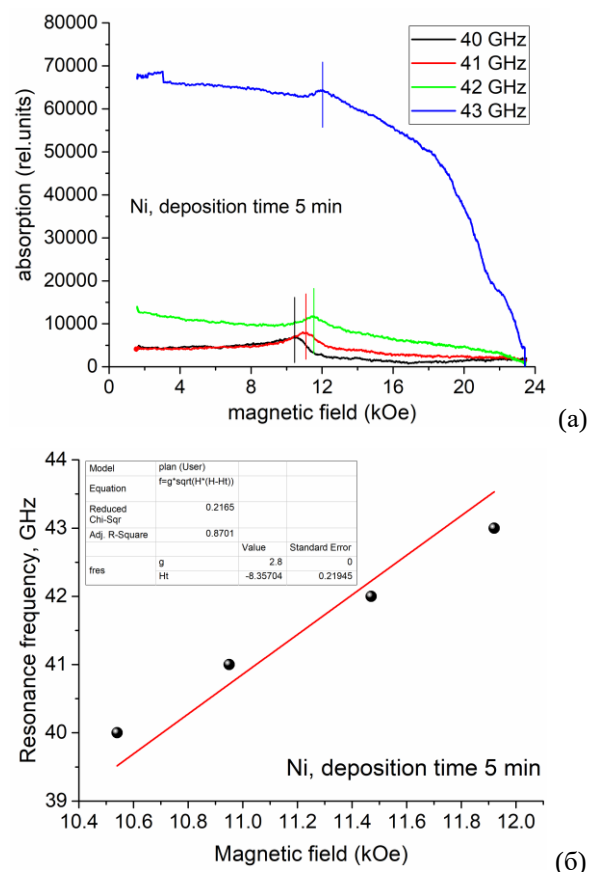


Рис. 1. Результаты ФМР покрытия, осажденного в течение 5 мин: - зависимость коэффициента поглощения (а) и резонансных частот (б) от величины тестового магнитного поля. Плоскость образца параллельна силовым линиям магнитного поля

Как видно из рис. 1, ферромагнитный резонанс для покрытия, полученного в течение 5 мин, присутствует лишь в довольно ограниченном диапазоне частот (40-43 ГГц). Оценка эффективной намагниченности при фиксированном значении магнитомеханического отношения γ показала величину 8.4 ± 0.2 кГс (рис. 1, б), что заметно больше известного значения для никеля (6.05 кГс). Завышенное значение, скорее всего, объясняется небольшим количеством экспериментальных точек, по которым построена зависимость, из-за узости исследованного диапазона частот, в которых наблюдался ферромагнитный резонанс. Слабость магнитного сигнала связана также с малой толщиной осажденной пленки. Так, элементный анализ этого покрытия (рис. 2) показывает низкую (~8 %) долю никеля, по сравнению с долями компонентов подложки – мышьяка (~45 %) и галлия (~46 %). Это значит, что тонкая пленка никелевого покрытия пробивается электронным пучком микроскопа, и далее анализируется лежащая ниже подложка.

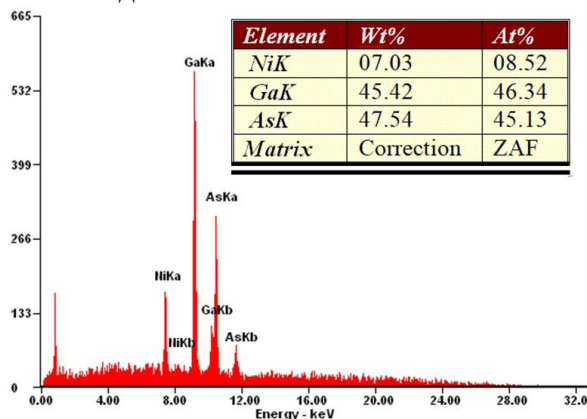


Рис. 2. Элементный анализ покрытия, осажденного в течение 5 мин

С увеличением длительности осаждения покрытия увеличивается его толщина, а значит, более явно проявляются магнитные свойства (рис. 3).

Из рис. 3 следует, что резонансные кривые для образца, осажденного в течение 10 мин, уверенно детектировались в более широком диапазоне частот, чем для образца, осажденного в течение 5 мин.

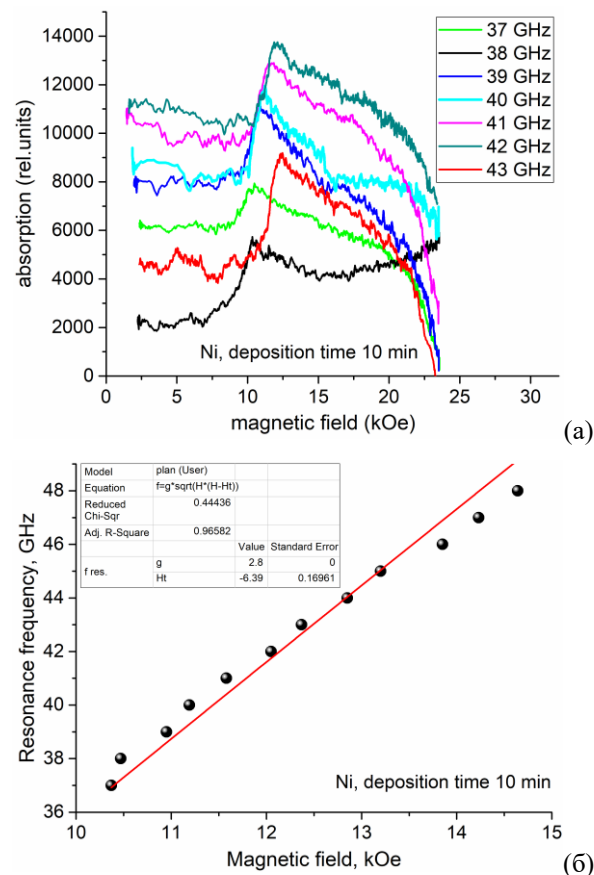


Рис. 3. Результаты ФМР покрытия, осажденного в течение 10 минут: а) зависимость коэффициента поглощения в диапазоне частот 37-43 ГГц (а), и б) резонансных частот во всем доступном для изучения диапазоне частот 37-48 ГГц, от величины тестового магнитного поля. Плоскость образца параллельна силовым линиям магнитного поля

Однако кривые не симметричны и заметно уширены, по-видимому, из-за изогнутости подложек вследствие теплового излучения со стороны мишени. Оценки эффективной намагниченности насыщения для покрытия, осажденного в течение 10 мин, при фиксированном значении магнитомеханического отношения γ равном 2.8, позволили получить значение 6.4 ± 0.2 кГс, что ближе к известному значению для никеля (~6.05 кГс).

Более длительное время осаждения покрытия позволило увеличить фиксируемую элементным анализом долю никеля до ~53-58 % (рис. 4).

Однако фотография поверхности (рис. 4) показывает, что никелевая пленка имеет тенденцию к растрескиванию и

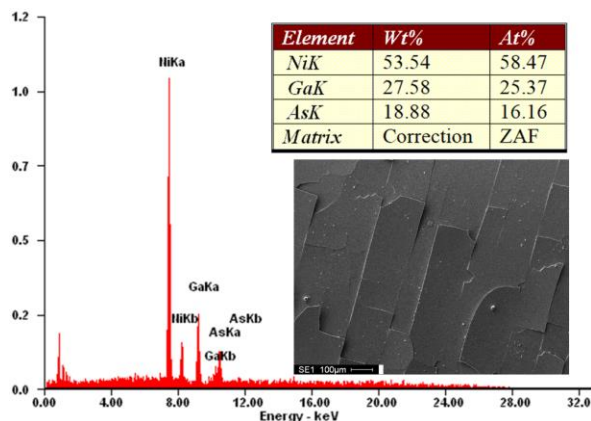


Рис. 4. Элементный анализ покрытия, осажденного в течение 10 мин

отслаиванию либо вследствие повышенной толщины, либо чрезмерного нагрева тепловым излучением мишени. Наличие расколов на поверхности пленки является другим вероятным фактором низкого качества сигнала ФМР покрытия. Таким образом, логичным продолжением работ выглядят усилия по получению более толстых покрытий с одновременной минимизацией уровня нагрева тепловым излучением мишени.

Заключение

С использованием электронно-лучевого испарения в инертном газе в форвакууме осуществлен синтез тонкопленочного магнитного никелевого покрытия и оценены его магнитные свойства (эффективная намагниченность насыщения). Несмотря на отсутствие в составе осажденного покрытия других примесных элементов, помимо материалов никелевой мише-

ни и подложки, кривые поглощения электромагнитного излучения зашумлены. Это свидетельствует о заметной доле дефектов в покрытии, ухудшающих магнитные свойства. Возможным путем минимизации дефектов может быть оптимизация тепловых режимов образца как в процессе осаждения покрытия, так и в процессе его остывания.

Работа по изучению магнитных свойств покрытия выполнялась в рамках Гранта Президента (МК-1399.2022.4). Отработка режимов испарения и осаждения металлического покрытия выполнялась при поддержке Российского научного фонда (грант № 21-79-10035). <https://rscf.ru/project/21-79-10035/>. Авторы выражают благодарность Журавлеву В.А. (ТГУ) за ценные обсуждения и проведение измерений магнитных свойств покрытий.

Библиографические ссылки

1. Zolotukhin D.B., Tyunkov A.V., Yushkov Yu.G., Zhuravlev V.A. Synthesis of magneto-dielectric coatings in electron-beam produced plasma in medium vacuum. *Ceramics International* 2020; 47(4): 34704-34711.
2. Volkerts J.P. *Magnetic Thin Films: Properties, Performance and Applications*. Hauppauge, NY, USA: Nova Science Pub Inc; 2012. 409 p.
3. Бурдовицин В.А., Климов А.С., Медовник А.В., Окс Е.М., Юшков Ю.Г. Форвакуумные плазменные источники электронов. Томск: Изд-во Том. ун-та; 2014. 288 с.
4. Кикоин И.К. Таблицы физических величин. Москва: Атомиздат; 1976. 1008 с.