

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФГАОУ ВО «КРЫМСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ им.
В.И. ВЕРНАДСКОГО»
ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

На правах рукописи

УДК 533.924; 538.955; 538.958; 538.975; 533.9.072

О Т Ч Ё Т

по научно-исследовательской работе
«МОДИФИКАЦИЯ СВОЙСТВ ПЛЕНОК ФЕРРИТОВ ГРАНАТОВ
МЕТОДОМ ИОННО-ПЛАЗМЕННОЙ ОБРАБОТКИ ДЛЯ
СВЕРХЧУВСТВИТЕЛЬНЫХ ДАТЧИКОВ МАГНИТНОГО ПОЛЯ»
(Естественные науки)

Работа выполнена в рамках гранта
Государственного совета Республики Крым
молодым учёным Республики Крым (пост. № п653-2/23 от 30.01.2023)

Руководитель и
исполнитель:
аспирант кафедры
экспериментальной
физики ФТИ

дата, подпись

Сыров
Анатолий Андреевич

Симферополь-2023

РЕФЕРАТ

Отчёт по НИР: 74 стр., 32 рис.

Объект исследования: эпитаксиальные плёнки ферритов-гранатов и тонкоплёночные микроструктуры сложной формы на их основе.

Цель исследования: разработка методик и режимов неоднородного ионного травления эпитаксиальных плёнок ферритов гранатов для формирования заданного 3D-профиля применительно к сверхчувствительным датчикам магнитного поля, а также исследование влияния ионного травления на структурные и магнитные свойства эпитаксиальных плёнок ферритов-гранатов.

Основные задачи НИР:

- разработка методик и отработка режимов ионной обработки поверхности диэлектрических плёнок феррит-гранатов для изотропного послойного травления;

- теоретический и модельный (в том числе с использованием специализированных программных пакетов) анализ задачи о возможности формирования тонкоплёночных микроструктур сложной формы методом травления через маску;

- теоретическое и экспериментальное исследование оптических, магнитных, магнитооптических, структурных, а также резонансных свойств в результате формирования микроструктур с заданным 3D-профилем.

Отчёт содержит основные результаты по исследованию свойств тонкоплёночных микроструктур сложной формы с заданным 3D-профилем на основе эпитаксиальных плёнок ферритов-гранатов.

Всего по результатам НИР были поданы 2 статьи в международные рецензируемые издания (индексируются в базе Scopus), сделано 4 научных доклада на 3 международных конференциях с публикацией тезисов, также результаты легли в основу патента на изобретение № 2805030.

СОДЕРЖАНИЕ

ПЕРЕЧЕНЬ УСЛОВНЫХ СОКРАЩЕНИЙ	5
ВВЕДЕНИЕ	6
1. Методы и методики исследований, технологическое оборудование, оснастка и материалы	13
1.1 Методы теоретического и модельного анализа	13
1.2 Методы синтеза тонких плёнок.	13
1.3 Методика ионного травления плёнок ферритов-гранатов	16
1.4 Измерение скорости травления. Контроль толщины синтезированных плёнок и функционального слоя тонкоплёночных микроструктур.	17
1.5 Исследование оптических и магнитооптических свойств тонких плёнок	19
1.6 Исследование магнитных и резонансных свойств в эпитаксиальных плёнках ферритов-гранатов	20
1.7 Исследование структурных свойств эпитаксиальных плёнок ферритов-гранатов	23
1.8 Краткие выводы по разделу	24
2. Разработка методик и отработка режимов ионной обработки поверхности	25
2.1 Маскирование плоской маской	26
2.2 Маскирование сферической маской	30
2.2 Режимы ионной обработки поверхности	33
2.3 Краткие выводы по разделу	34
3. Модельный и теоретический анализ возможности формирования тонкоплёночных микроструктур сложной формы	36
3.1 Теоретическая модель ионного травления через сферическую маску	36

3.2 Пространственное моделирование микроструктур с заданным 3D-профилем	40
3.3 Краткие выводы по разделу	44
4. Исследование свойств в результате формирования микроструктур с заданным 3D-профилем.	45
4.1 Структурные особенности морфологии	45
4.2. Доменная структура	49
4.3 Особенности ФМР	51
4.4 Петли магнитного гистерезиса	55
4.5 Влияние планарной формы плёнок на ФМР	60
4.6 Оптические и магнитооптические спектры	62
4.7 Краткие выводы по разделу	65
ВЫВОДЫ	67
ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ НИР	70
СПИСОК ЦИТИРОВАНИЙ	72

ПЕРЕЧЕНЬ УСЛОВНЫХ СОКРАЩЕНИЙ

- НИР – научно-исследовательская работа
- ЭПФГ – эпитаксиальная пленка феррит-граната
- ФМР – ферромагнитный резонанс
- ВЧ – высокочастотный
- СВЧ – сверхвысокие частоты
- ЖФЭ – жидкофазная эпитаксия
- ГГГ – гадолиний-галлиевый гранат
- МИИ-4 – микро-интерферометр Линника, 4 модель
- КФК-3 – компактный фотометрический комплекс, 3 модель
- ФГАОУ ВО – Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования
- ДС – доменная структура
- АСМ – атомно-силовая микроскопия
- МО – магнитооптический

ВВЕДЕНИЕ

В научно-исследовательской работе (НИР) представлены теоретические и экспериментальные результаты по моделированию, поверхностной ионной обработке и исследованию свойств тонкоплёночных микроструктур сложной формы с заданным 3D-профилем на основе эпитаксиальных плёнок ферритов-гранатов.

Актуальность проблемы.

Большое количество работ, посвящённых изучению тонких магнитных плёнок, вызвано их широким практическим применением в различных областях науки и техники. В частности, эпитаксиальные плёнки феррит-гранатов (ЭПФГ) с добавлением редкоземельных элементов могут быть использованы для производства высокочувствительных датчиков магнитного поля [1 – 3]. Также ЭПФГ применяют в устройствах термомагнитной записи информации [1], топографирования и визуализации неоднородных магнитных полей [2, 4]. На основе эпитаксиальных плёнок феррит-гранатов, полученных методом жидкофазной эпитаксии из переохлажденного раствора-расплава, создаются высокоэффективные лазеры.

Датчики на основе магнитооптических ЭПФГ уже широко используют в криминалистике и медицине. Их применяют для распознавания перебитых номеров угнанных автомобилей, в валютных детекторах с целью определения фальшивых купюр, магнитокардиографии и магнитоэнцефалографии [2]. Тонкие плёнки на основе железо-иттриевого граната имеют достаточно большую магнитную восприимчивость и обладают низким значением затухания, что даёт возможность применять их в магнитомодуляционных датчиках, СВЧ-фильтрах, генераторах, для генерации Бозе-Эйнштейновской конденсации магнонов и т.д. [6 – 8]

Для эффективного применения ЭПФГ их поверхность часто подвергается ионно-плазменной обработке. Это необходимо как в качестве

постростовой обработки (удаление поверхностного слоя), так и для придания определённого профиля (снятие краевых напряжений, форм-фактор и т.д.). Отдельно может применяться методика послойного травливания для исследования внутренней структуры плёнки и размерных зависимостей магнитных и магнитооптических эффектов, соответственно актуальным вопросом является изучение влияния ионной обработки на свойства таких плёнок.

Таким образом, ионное травление даёт возможность выявить поверхностную структуру, сформировать заданный рельеф с высоким пространственным разрешением, провести очистку поверхности от всевозможных примесей и приповерхностных слоёв с изменённым катионным составом. В результате появляется возможность устранить воздействие от краевых магнитных доменов, являющимися основным ограничивающим аспектом и причиной шума при динамическом перемагничивании сверхчувствительных элементов датчика [3, 9].

Подобные индукционные и магнитооптические датчики имеют чувствительность вплоть до 10^2 фТл, что даёт возможность использовать их при детектировании и визуализации сверхмалых магнитных полей, в том числе для низкополевой ЯМР-томографии и т.д. [2,5].

Известно, что воздействие высокоэнергетических ионов на поверхность твёрдого тела приводит к модификации его физических свойств. При этом воздействие ионов на поверхность приводит к изменению свойств не только самой поверхности (шероховатость, аморфизация, реконструкция и т.д.), но и к изменению свойств глубинных слоёв и межслойных интерфейсов (радиационные дефекты, ионно-стимулированная диффузия и т.д.). Всё это необходимо учитывать при проектировании конечных устройств, содержащих элементы и структуры с ионной обработкой.

Связь работы с научными программами, планами, темами.

НИР соответствует основным направлениям научной деятельности научно-исследовательского центра функциональных материалов и нанотехнологий, кафедры экспериментальной физики физико-технического института ФГАОУ ВО «Крымский федеральный университет им. В.И. Вернадского».

Работа выполнена в рамках гранта Государственного Совета Республики Крым молодым учёным Республики Крым (Постановление № п653-2/23 от 30.01.2023).

Цель НИР заключалась в разработке методик и режимов неоднородного ионного травления эпитаксиальных плёнок ферритов гранатов для формирования заданного 3D-профиля применительно к сверхчувствительным датчикам магнитного поля, а также исследование влияния ионного травления на структурные и магнитные свойства эпитаксиальных плёнок ферритов-гранатов.

Для достижения поставленной цели, решались следующие **научно-технические задачи**:

1. Разработка методик и отработка режимов ионной обработки поверхности диэлектрических плёнок феррит-гранатов для изотропного послойного травления;
2. Теоретический и модельный (в том числе с использованием специализированных программных пакетов) анализ задачи о возможности формирования тонкоплёночных микроструктур сложной формы методом травления через маску;
3. Теоретическое и экспериментальное исследование оптических, магнитных, магнитооптических, структурных, а также резонансных свойств в результате формирования микроструктур с заданным 3D-профилем.

Объект исследования – эпитаксиальные плёнки ферритов-гранатов и тонкоплёночные микроструктуры сложной формы на их основе.

Предмет исследования – оптические, магнитные, магнитооптические, структурные, а также резонансные свойства диэлектрических плёнок феррит-гранатов в результате формирования микроструктур с заданным 3D-профилем.

Методы исследования – комплекс теоретических и экспериментальных методов и методик, который включает: теоретическую разработку математических моделей неоднородного ионного травления, построение компьютерных 3D-моделей исследуемых структур (Comsol Multiphysics), синтез магнитооптических структур с заданным 3D-профилем методом ионно-плазменного травления, экспериментальное исследование оптических, магнитных, магнитооптических и резонансных свойств полученных микроструктур с применением современных методик исследований (оптическая микроскопия, спектрофотометрия, оптическая поляриметрия, спектроскопия ферромагнитного резонанса), исследование структурных свойств с помощью оптической микроинтерферометрии, компьютерную обработку данных с применением профессиональных математических программных пакетов (MathCad, Excel), обработку графических результатов в графических программных пакетах (ImageJ, Photoshop, графический модуль Office), построение графиков, диаграмм, 3D-изоповерхностей в математических пакетах (Origin, Excel).

Достоверность научных положений и выводов, представленных в НИР, подтверждается воспроизводимостью полученных результатов, использованием современного оборудования и методик для исследований, согласованием с теоретическими и экспериментальными результатами других авторов.

Научная новизна полученных результатов.

1. Разработаны методы и методики формирования магнитных и магнитооптических микроструктур с заданным 3D-профилем для создания

сверхвысокочувствительных датчиков магнитного поля с низким уровнем шума.

2. Построены математическая модель неоднородного ионно-плазменного травления и пространственная 3D-модель исследуемых магнитооптических структур, позволяющие проектировать и прогнозировать их свойства.

3. Экспериментально исследовано влияние планарной и 3D-структуры тонкоплёночных магнитооптических структур на их магнитные и магнитооптические характеристики.

4. Методом послойного травления магнитооптических плёнок исследовано изменение их магнитных свойств вдоль нормали к поверхности и обнаружено наличие градиента изменения точки компенсации магнитных подрешёток.

Практическое значение полученных результатов заключается в том, что микроструктуры с заданной планарной конфигурацией и пространственным 3D-профилем позволят получить принципиально новые, научно обоснованные решения в части синтеза функциональных материалов для магнитосенсорики при производстве сверхвысокочувствительных датчиков магнитного поля, в квантовых технологиях для получения сверхвысокодобротных материалов для Бозе-Эйнштейновской конденсации магнонов, при производстве СВЧ-резонаторов, магнитооптических материалов с перестраиваемыми свойствами, магнитных квантовых точек и т.д. Полученные экспериментальные результаты дополняют фундаментальные и прикладные знания в данной области науки и техники и лягут в основу создания магнитных датчиков для нового направления «высокотемпературной» магнитоэнцефалографии.

Результаты выполнения проекта предполагается активно внедрять в учебный процесс и научную деятельность кафедры экспериментальной физики и научно-исследовательского центра функциональных материалов

и нанотехнологий Физико-технического института КФУ им. В.И. Вернадского. В частности, подготовлено методическое пособие «Ионное травление тонких плёнок» для цикла лабораторных работ по курсу «Современные направления материаловедения» для студентов 4 курса бакалавриата, направления «Техническая физика».

Предполагается использование полученных результатов научного исследования при подготовке магистерской и бакалаврской квалификационных работ, курсовых работ по направлению подготовки «Техническая физика» в Физико-техническом институте. Кроме того, результаты исследования войдут в кандидатскую диссертацию автора проекта.

Результаты данного научного исследования могут быть использованы образовательными, научными и промышленными приборостроительными наукоёмкими предприятиями Российской Федерации в части магнитной сенсорики и биосенсорики. В частности, в Крымском федеральном университете им. В.И. Вернадского, Севастопольском государственном университете, на предприятии АО «Завод «Фиолент» и т.д.

Таким образом в данном проекте решена задача системного уровня, как в части проведения исследований (разработка, синтез и экспериментальное всестороннее исследование), так и в части широкого спектра возможного применения полученных результатов и образцов магнитных микроструктур, что обуславливает высокую значимость полученных результатов в пределах данной области научных знаний и для развития крымского региона и всей страны.

Апробация научных результатов НИР.

Основные научные результаты, полученные при выполнении НИР, были представлены и обсуждались на научных конференциях:

- XXVI Международная конференция «Взаимодействие ионов с поверхностью» (Ярославль, 2023);

- Международная конференция «Функциональные материалы» ICFM-2023 (Форос, 2023);

- VI Всероссийская научная конференция с международным участием «Практическая философия: состояние и перспективы» (Симферополь, 2023).

Публикации.

Всего по результатам НИР были поданы 2 статьи (1 принята к печати, 1 на стадии рецензирования) в международных рецензируемых изданиях (индексируются в базе Scopus), подготовлены 4 тезисов конференций, получен патент на изобретение.

Список публикаций приведен в конце отчёта.

Структура и объем отчёта по НИР.

Отчёт по НИР состоит из вступления, 4 оригинальных разделов, которые посвящены основным результатам работы и выводов. Отчёт изложен на 74 страницах текста и содержит 32 рисунка.

К отчёту прилагаются:

- Препринты поданных и принятых к печати статей;
- Оттиски тезисов и материалов конференций;
- Оттиск патентного документа на изобретение.

1. Методы и методики исследований, технологическое оборудование, оснастка и материалы.

1.1 Методы теоретического и модельного анализа.

Для теоретического рассмотрения задачи о возможности формирования тонкоплёночных микроструктур рассмотрена модель на основе уравнения Аррениуса для описания неоднородного ионно-плазменного травления с использованием маски сферической формы. Модель предполагает оценку эффективности поверхностного распыления ускоренными ионами в переменном электромагнитном поле, когда они перемещаются в зазоре между плоской поверхностью эпитаксиальной плёнки феррит-граната и сферической поверхностью сплошной маски [13].

Для моделирования оптимальных магнитных параметров и геометрических размеров тонкоплёночных микроструктур сложной формы использован специализированный пакет программного обеспечения COMSOL Multiphysics. Программный комплекс позволяет моделировать магнитные свойства микроструктур различной формы посредством вариации магнитных и геометрических констант материалов слоёв. Данная среда моделирования даёт возможность пройти все возможные стадии от задания и построения геометрической модели тонкоплёночной микроструктуры, учёта свойств материалов и дальнейшего описания процессов задачи до выполнения расчёта и анализа конечной модели.

1.2 Методы синтеза тонких плёнок.

Для получения тонких плёнок используются две методики: жидкофазная эпитаксия и вакуумное напыление.

Синтез монокристаллических плёнок осуществлялся на экспериментальной установке для жидкофазной эпитаксии (рис. 1.1) из пересыщенного раствор-расплава. Для формирования раствор-расплава шихта из гранатообразующих элементов, растворителя, легирующих и

согласующих добавок расплавляется в платиновом тигле при температуре около 1420 К в течение 3–4 часов и гомогенизируется при этой температуре в течение 8–10 часа, из которых 2–4 часа с перемешиванием платиновой мешалкой, после чего температура раствор-расплава медленно понижается ниже точки насыщения около 1220–1250 К в течение 2–2.5 часов. В качестве подложек используются пластины монокристаллических немагнитных гранатов. Подложка погружается в раствор-расплав и выполняет роль затравки для роста кристаллической плёнки. При правильном подборе согласующих добавок возможно добиться минимального рассогласования параметров решётки подложки и плёнки Δa , что приводит к формированию эпитаксиальных монокристаллических слоёв с высоким структурным совершенством и заданным направлением кристаллографической, а, следовательно, и магнитной анизотропии.

При определенных условиях пленки могут быть синтезированы с заранее заданными неоднородностями, например, при необходимости создания высококоэрцитивного состояния, или для создания специальных внутренних или внешних интерфейсных слоев.



Рис. 1.1 – Общий вид установки для жидкофазной эпитаксии плёнок LPE (Daiichi Electromechanical, Токио)

Синтез поликристаллических плёнок катион-замещённых феррит-гранатов осуществляется методом конденсации на подложку в вакууме при магнетронном и ионно-реактивном распылении. Магнетронное напыление выполнялось на вакуумной установке (рис. 1.2) «МВУ ТМ Магна 09» (НИИ ТМ, Зеленоград). Распыление материала мишени исходного материала (диаметр 76 мм, чистота 99.95%) с помощью ВЧ-магнетрона (13.6 МГц, 150 Вт) в плазме Ar (25 %) + O₂ (75 %) ($P = 6.6 \cdot 10^{-1}$ Па) с последующим осаждением на монокристаллическую подложку гадолиний галлиевого граната Gd₃Ga₅O₁₂ (ГГГ) с кристаллографической ориентацией (111) при температуре 475–525°C, скорость осаждения 2.5 нм/мин.

В отличие от жидкофазной эпитаксии при вакуумном напылении конденсированные слои представляют собой аморфный материал с заданной стехиометрией по составу. Для формирования кристаллической структуры граната напылённые плёнки подвергаются термическому отжигу на воздухе при температуре 680–700°C.

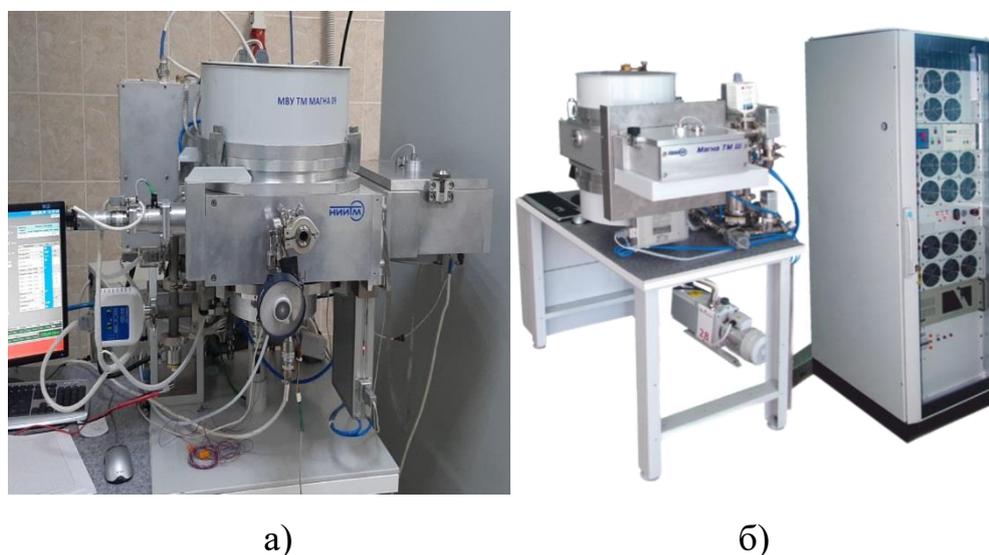


Рис. 1.2 – Камера реактора (а) и общий вид (б) вакуумной установки для высокочастотного магнетронного напыления материалов МВУ ТМ Магна 09:

1.3 Методика ионного травления эпитаксиальных плёнок ферритов-гранатов.

После синтеза образцов ЭПФГ применяется постростовая обработка для удаления дефектных поверхностных слоёв плёнок и создания определённого форм-фактора как в планарной проекции (для удаления шумов ФМР связанных с образованием магнитоэлектрических волн и наличием краевых дефектов), так и в 3D-профиле (для снижения влияния краевых доменов на процессы динамического перемагничивания). Одним из методов такой постростовой обработки является метод ионно-плазменного травления.

Ионно-плазменное травление образцов осуществлялось ионами Ar^+ с применением вакуумной установки глубокого анизотропного травления «МВУ ТМ Плазма 06» (рис. 1.3) (НИИ ТМ, Зеленоград). Для формирования градиентных структур применялся метод пространственно-неоднородного травления с использованием твердотельных масок [14].

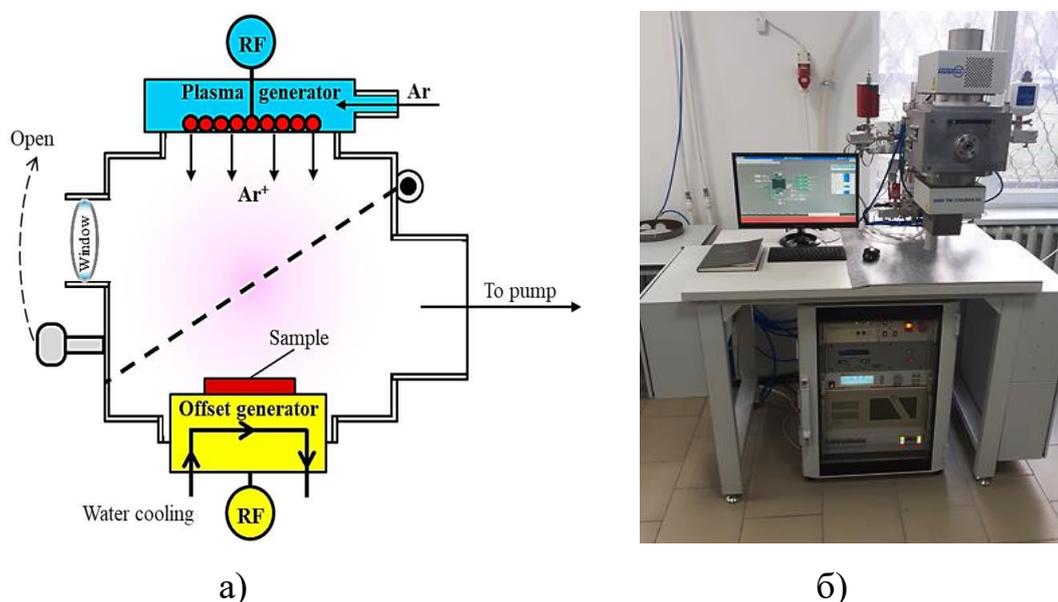


Рис. 1.3 – Принципиальная схема реактора (а) и внешний вид (б) вакуумной установки МВУ ТМ Плазма 06.

Схема реактора и общий вид вакуумной установки представлены на рисунке 1.3. В основе процесса ионного травления лежит ионная бомбардировка поверхности образца. Обработка материала осуществляется в результате физического взаимодействия между ускоряющимися в плазме ионами аргона и атомами плёнки поверхностного слоя.

В условиях низкого давления формируется плазма благодаря тлеющему разряду ИСР источником с использованием ВЧ генератора (13.56 МГц, 1 кВт). Созданные в плазме ионы разгоняются благодаря разности потенциалов между плазмой и образцом. Изменение значений давления, мощности источника напряжения и состава подаваемых рабочих газов позволяет получать различные режимы травления. Высоковакуумная система откачки позволяет создать остаточный вакуум до 10^3 Па.

Обрабатываемый образец размещают на специальный водоохлаждаемый и изолированный от рабочей камеры стол. На него подается ВЧ напряжение по отношению к стенкам камеры. Рабочий газ поступает через газораспределитель, обеспечивающий равномерное распространение газа по всей камере. Во время подачи газа и ВЧ напряжения между столиком и стенками камеры формируется ёмкостной ВЧ разряд. Так как стенки камеры по площади больше, чем рабочая поверхность стола, то на нём (и в том числе на поверхности образца, со стороны плазмы) формируется отрицательный потенциал автоматического смещения, в результате чего создается поток положительно заряженных ионов из плазмы.

1.4 Измерение скорости травления. Контроль толщины синтезированных плёнок и функционального слоя тонкоплёночных микроструктур.

Для определения скорости травления поверхности при ионной бомбардировке на разных режимах проводится предварительное

измерение глубины вытравленного слоя при маскировании части образца и плазменной обработке в течение фиксированного промежутка времени. Данная процедура позволяет также провести оценку толщины стравленного слоя в точке исследования у синтезируемых плёнок. Для измерения толщины использован оптико-цифровой комплекс интерферометрического метода контроля на базе микроинтерферометра Линника МИИ-4 (рис. 1.4) в сочетании с цифровой обработкой данных.



Рис. 1.4 – Микроинтерферометр Линника МИИ-4.

Микроинтерферометр состоит из интерферометра и измерительного микроскопа, что дает возможность проводить наблюдения за изображением интерференционной картины в необходимом масштабе в поле зрения микроскопа. Изображение интерференционной картины накладывается на изображение объекта, что позволяет вести измерения образовавшейся неровности координатным способом. Высота неровности может быть определена в результате отношения размеров искривлений профиля с размером интерференционной полосы. Ширина одной полосы равна высоте шероховатости профиля поверхности, соответствующей половине длины волны падающего света.

Процесс получения данных профиля осуществляется при помощи камеры, затем полученные снимки передаются в компьютер, где производится дополнительная цифровая обработка для непосредственного определения ширины интерференционных полос.

Так, зная рабочую длину волны светофильтра и величину смещения интерференционного максимума, можно определить высоту профиля используя формулу:

$$H = \frac{a \lambda}{b^2}, \quad (1.1)$$

где a – высота неровности в интерференционном поле, b – ширина интерференционной полосы, λ – длина волны падающего света.

Во время исследований использовался монохроматический светофильтр с полосой пропускания $\lambda = 532$ нм.

1.5 Исследование оптических и магнитооптических свойств тонких плёнок.

В данной научно-исследовательской работе для исследования спектральных зависимостей коэффициентов пропускания исследуемых объектов, был применён автоматизированный серийный спектрофотометр КФК-3 (рис. 1.5) на основе оптической схемы Черни–Тернера (диапазон 400 – 950 нм, разрешение 2 нм) с использованием дифракционной решётки в качестве диспергирующего элемента.

Принцип действия спектрофотометра основывается на сравнении двух световых потоков: проходящего через среду, по отношению к которой производится измерение, и светового потока, прошедшего через исследуемую среду.

Для анализа магнитооптических свойств применялись лазерный ($\lambda = 650$ нм) и спектральный магнитополяриметры, для исследования

петель гистерезиса и спектральных особенностей эффекта Фарадея, соответственно.



Рис. 1.5 – Общий вид спектрофотометра КФК-3.

1.6 Исследование магнитных и резонансных свойств эпитаксиальных плёнок ферритов-гранатов.

В данной работе для исследования влияния ионного травления на магнитные свойства ЭПФГ проводился анализ доменной структуры исследуемых образцов с использованием поляризационного микроскопа Nikon ECLIPSE LV150 (рис. 1.6).



Рис. 1.6 – Поляризационный микроскоп Nikon ECLIPSE LV150.

Благодаря данному микроскопу можно проводить исследования следующими методами: светлопольным, темнопольным, поляризационным и другими.

Исследуемая эпитаксиальная пленка феррит-граната помещается на предметный столик поляризационного микроскопа, имеющий три степени свободы для позиционирования образца в поле объектива и фокусировки изображения. Исследования проводятся по принципу «на отражение». При этом свет проходит сквозь плёнку отражается от оптически контрастной границы плёнки и подложки и возвращается в оптическую систему микроскопа. При помощи цифровой фотокамеры и компьютера, подключенных к микроскопу, проводятся наблюдения оптического излучения и делаются снимки образца. Визуализация доменной структуры осуществляется за счёт анализа поворота плоскости поляризации света, прошедшего через магнитную плёнку феррит-граната (магнитооптический эффект Фарадея). При этом домены, намагниченные вдоль и навстречу волновому вектору света, «вращают» плоскость поляризации в противоположных направлениях и при пропускании такого излучения через анализатор происходит контрастирование доменов (или доменных стенок) в объективе. Для измерения периода доменной структуры применяется масштабная шкала (сетка), вид которой показан на рис. 1.7.

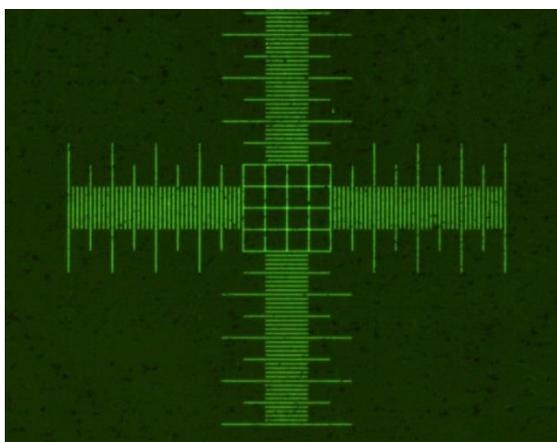


Рис. 1.7 – Вид масштабной сетки с ценой деления 0.01 мм в поле окуляра микроскопа Nikon ECLIPSE LV150.

После получения цифровых снимков проводится визуальный анализ и измеряется период доменных структур. Просматривается динамика изменения доменных границ в результате послойного ионного травления.

Для исследования резонансных свойств тонких плёнок феррит-гранатов выполняется ФМР-анализ на спектрометре SPINSCAN X (рис. 1.8).



Рис. 1.8 – ЭПР(ФМР)-спектрометр SPINSCAN X.

В основе работы спектрометра SPINSCAN X лежит эффект резонансного поглощения энергии внешнего электромагнитного поля ферромагнетиком. Такое поглощение вызывает переходы между различными энергетическими уровнями, обусловленными всевозможными пространственными ориентациями магнитных моментов частиц.

Спектрометр позволяет регистрировать дифференциальные спектры ФМР при полевой развёртке в двух конфигурациях ориентации внешнего магнитного поля относительно плоскости плёнки: перпендикулярной (0 град по отношению к нормали) и параллельной (90 град).

При анализе пленок содержащих различные слои, с отличными магнитными константами, на спектре могут наблюдаться несколько выраженных резонансных пиков, которые связаны с выполнением резонансных условий на соответствующих слоях. Таким образом, спектрометр позволяет определить неоднородности в структуре пленки.

Для исследования магнитных параметров ЭПФГ после послойного ионного травления осуществляется получение графиков зависимости интенсивности сигнала от индукции магнитного поля для производных экспериментальных данных и дальнейшая их обработка.

1.7 Исследование структурных свойств эпитаксиальных плёнок ферритов-гранатов

Исследования поверхностной морфологии (3D-рельефа) осуществлялось методом атомно-силовой микроскопии на оборудовании Ntegra фирмы NT-MDT (рис. 1.9). Принцип работы микроскопа основан на использовании характерной зависимости значения величины взаимодействия между зондом и поверхностью исследуемого образца ЭПФГ от значения величины расстояния зонд – образец. Детектируя силу взаимодействия, при постепенном прохождении зонда над всей заданной областью плёнки, можно исследовать неровности поверхности образца.



Рис. 1.9. Атомно-силовой микроскоп NT-MDT Ntegra.

В атомно-силовом микроскопе Ntegra зонд выполняется в форме кремниевой монокристалльной пирамиды (радиус закругления вершины порядка 5 нм). Интегрированные трехосевые емкостные сенсоры управления с обратной связью контролируют реальное смещение сканера и компенсируют неизбежные недостатки пьезокерамики. Регистрация отклонений зонда осуществляется лазерным лучом. Имеется возможность выполнять сканирование поверхности образца в «полуконтактном» режиме.

1.8 Краткие выводы по разделу.

Для выполнения исследования свойств плёнок феррит-гранатов и формирования тонкоплёночных микроструктур сложной формы методом ионного травления через маску была применена достаточно мощная аналитическая, экспериментальная и технологическая база. Аналитическая база представляет собой совокупность современных теоретических методов исследования и моделирования, в частности, с применением современного программного обеспечения. Технологическое и аналитическое оборудование включает высоковакуумные, интерферометрические, оптические устройства реализующие современные методы исследования морфологии поверхности.

При проведении экспериментальных работ и исследованию свойств ЭПФГ и формирования тонкоплёночных микроструктур сложной формы были предложены и успешно внедрены оригинальные авторские методики, которые позволили получить принципиально новые научные результаты.

2. Разработка методик и отработка режимов ионной обработки поверхности

Тонкие пленки на основе железо-иттриевого феррит-граната имеют достаточно большую магнитную восприимчивость и обладают низким значением затухания. Это дает возможность применять их в магнитомодуляционных датчиках. Основным ограничивающим фактором эффективного динамического перемагничивания данных сенсоров, является образование краевых доменов вблизи границы образца плёнки. Данные домены при перемагничивании в плоскости контактируют с дефектами образца, расположенными в приграничных областях, что приводит к дополнительным помехам. С целью уменьшения воздействия краевых доменов трехмерный профиль пленочного диска датчика стараются создать как можно более гладким, в идеале стремящимся к эллипсоидальному [3].

Известна технология формирования квазиэллиптического 3D-профиля методом ступенчатого жидкостного травления в кислотах через маску [9].

Основным недостатком такой методики является отсутствие возможности изменять ширину гладкого профиля края зоны травления. Реальный 3D-профиль диска получается не гладкий, а ступенчатый, причем каждая ступенька формируется в результате отдельного цикла фотолитографии с последующим травлением.

Для возможности решения настоящей проблемы и регулирования ширины гладкого профиля края зоны травления в рамках НИР разрабатывались методика и отрабатывались режимы ионного травления по использованию технологии формирования гладкого профиля путем расположения маски из немагнитного диэлектрика над поверхность пленки. Подобная технология позволяет сформировать структуру с

заданным 3D-профилем без ступеней и в течение одного технологического цикла «маскирование-травление».

2.1 Маскирование плоской маской

Для получения структур с заданной геометрией применяется маскирование поверхности обрабатываемого плазмой изделия. При этом поверхность закрытая маской травлению не подвергается.

Чтобы с высокой точностью передать изображение на рабочую поверхность в процессе ионного травления маска должна придерживаться следующим критериям:

- высокое разрешение;
- угол наклона боковых стенок маски стремится к 90° ;
- химическая стойкость к воздействию ионной бомбардировки;
- стойкость к воздействию температур;
- скорость травления должна быть минимальна по отношению к скорости травления материала.

Чтобы получить высокое разрешение микроструктуры, получаемой на поверхности материала, в процессе ионного травления, отношение высот маски и рабочего материала должно быть минимально, потому что разрешение маски возрастает с уменьшением ее высоты, а разрешение в рабочем материале повышается за счет снижения эффектов переосаждения. В процессе ионного травления возможно использование механических масок, однако минимальные размеры микроструктур, создаваемые благодаря им, составляют от 30 до 50 мкм.

В НИР рассматриваются различные методики маскирования путем накладывания маски немагнитного диэлектрика на поверхность исследуемого образца. Простейший метод формирования 3D-профиля (рис. 2.1) заключается в том, что немагнитный диэлектрик (маска) толщиной ориентировочно 500 мкм помещается на поверхность пленки. Ионы аргона при взаимодействии с поверхностью диэлектрика создают

наведенный положительный заряд, как показано на рис. 2.1 [10]. Краевые эффекты на границе маски (в том числе и полевое взаимодействие ионов Ar^+ с наведенным поверхностным зарядом) приводят к искривлению ионного потока и формированию градиента скорости травления [19,20]. Таким образом, вблизи границы маски формируется край пленки с гладким 3D-профилем.

Следует отметить, что искривление линий ионного тока за счет краевых эффектов приводит к уплотнению плазмы вблизи границы маски. В результате этого сразу за пределами гладкого края пленки возникает углубление в подложке (по отношению к остальной части стравленной поверхности).

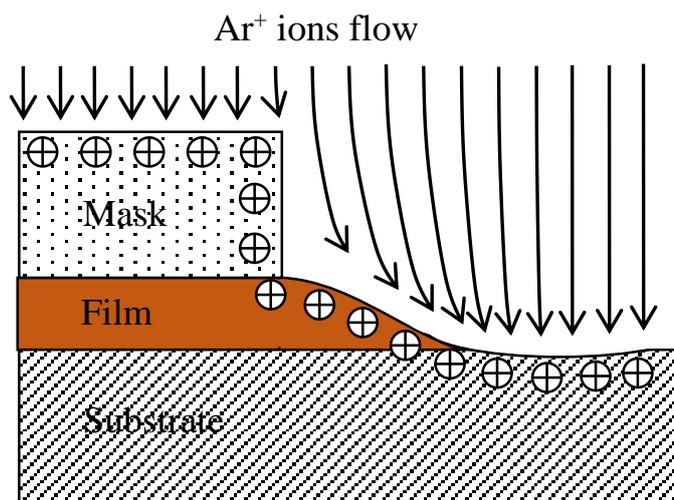


Рис. 2.1 – Схема формирования гладкого профиля края плёнки при непосредственном расположении маски на поверхности плёнки (символами «+» обозначен наведенный электростатический заряд на диэлектрической поверхности маски и пленки).

Экспериментальный анализ геометрической формы 3D-профиля края пленки осуществлялся с помощью микроинтерферометра.

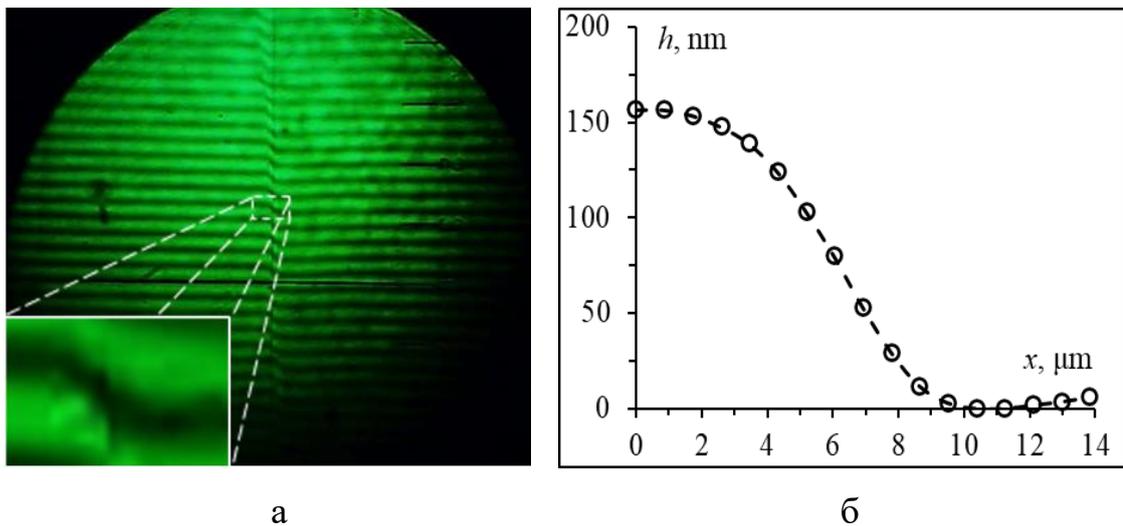


Рис. 2.2 – Снимок интерференционной картины, полученной в монохроматическом излучении ($\lambda = 532$ нм) на границе области травления пленки $(\text{BiLu})_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$, $h = 0.16$ мкм) при расположении маски непосредственно на поверхности пленки (а); форма профиля края пленки (б).

На рис. 2.2 представлены результаты исследования формы гладкого профиля края пленки номинального состава $(\text{BiLu})_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($h = 0.16$ мкм) после ионного травления через маску толщиной 500 мкм, когда маску располагали непосредственно на поверхности пленки. На рис. 2.2а показан вид интерференционной картины при использовании светофильтра ($\lambda = 532$ нм). Отчетливо видно плавное смещение интерференционной картины на краю пленки, что соответствует гладкому 3D-профилю края. Для анализа формы профиля был выбран участок снимка интерференционной картины, который показан на вставке. Результаты анализа в виде зависимости $h(x)$ показаны на рис. 2.2б. Видно, что при размещении маски толщиной 500 мкм непосредственно на поверхности пленки ширина области сглаженного профиля травления составила порядка 10 мкм при общей глубине травления 160 нм.

Ширину области гладкого 3D-профиля края d можно варьировать от единиц до сотен мкм созданием зазора между краем маски и пленкой, как

показано на рис. 2.3. В данном случае разная скорость травления под маской обеспечивается за счет краевого эффекта геометрической полутени, а скорость травления определяется вероятностью проникновения потока плазмы под маску (немагнитный диэлектрик). Изменение высоты зазора изменяет и вероятность проникновения потока плазмы под маску и, как следствие, существенно влияет на ширину области гладкого профиля края d .

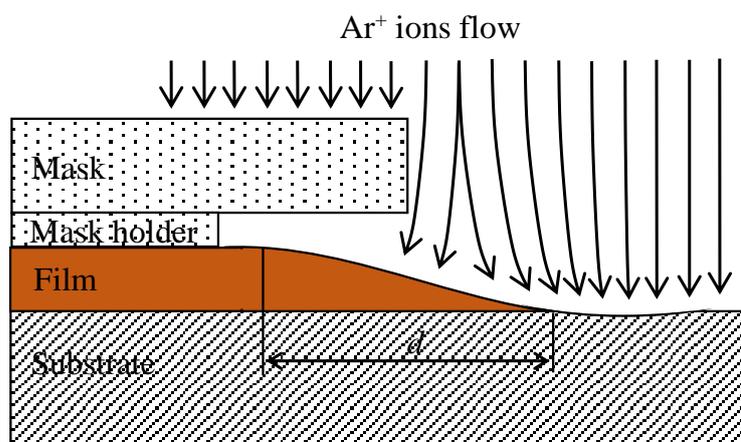


Рис. 2.3 – Схема формирования гладкого профиля края плёнки при расположении маски над поверхностью пленки.

Для увеличения ширины области сглаженного профиля травления маска была поднята над поверхностью пленки. На рис. 2.4 показаны результаты исследования профиля края пленки номинального состава $(\text{BiLu})_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($h = 0.16$ мкм) после ионного травления через маску толщиной 500 мкм, когда маску располагали над поверхностью пленки с образованием зазора (рис. 2.3). Высота зазора составляла 300 мкм. На рис. 2.4а продемонстрировано смещение интерференционной картины на краю пленки. Результаты анализа формы профиля края пленки $h(x)$ представлены на рис. 2.4б. Видно, что толщина пленки на границе зоны травления монотонно уменьшается, формируя гладкий профиль края. Таким образом, при неплотном прилегании маски к поверхности пленки

ширина гладкого профиля травления составила порядка 140 мкм при общей глубине травления 180 нм.

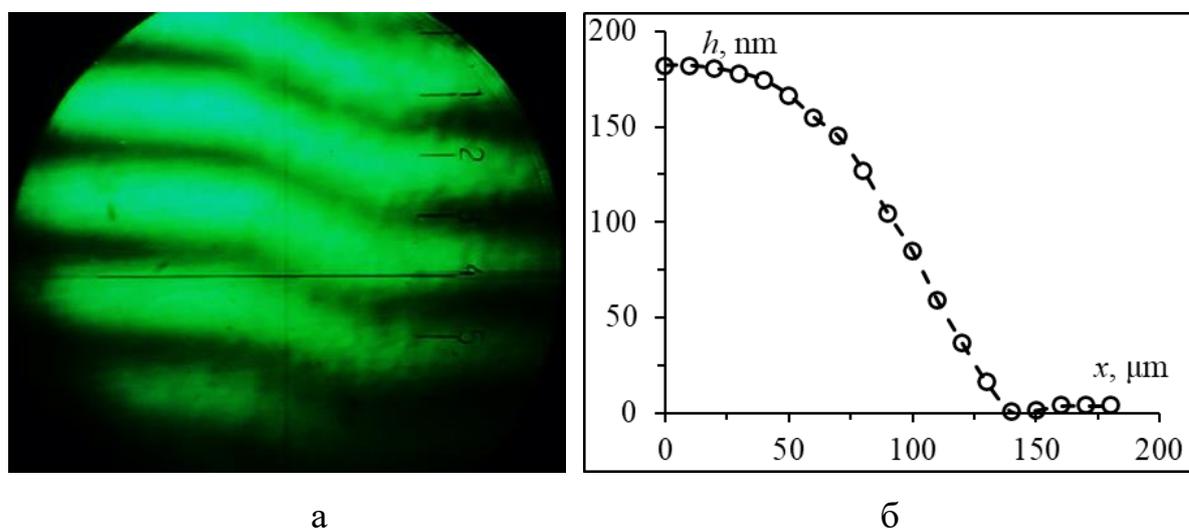


Рис. 2.4 – Снимок интерференционной картины, полученной в монохроматическом излучении ($\lambda = 532$ нм) на границе области травления пленки $((\text{BiLu})_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}, h = 0.16$ мкм) при расположении маски над поверхностью пленки на фиксированном расстоянии (а); форма профиля края пленки при величине расстояния между маской и пленкой 300 мкм (б).

2.2 Маскирование сферической маской

В рамках выполнения научного исследования применялся метод формирования 3D-профиля заключающийся в том, что непосредственно на поверхность плёнки помещается цилиндрическая или сферическая маска из кристаллического кварца (рис. 2.5а). На краях такой маски (аналогично рассмотренному ранее случаю п. 2.1) формируются неоднородные ионные потоки, что приводит к неоднородной скорости травления и, как следствие, к формированию гладкого профиля плёнки на границах области травления. Поскольку поверхности цилиндра и сфера в сечении (или плоской проекции) представляют собой окружности, то 3D-профиль травления,

благодаря краевым эффектам, в результате формирования неоднородного плазменного потока стремится к эллиптическому.

Профиль травления ЭПФГ номинального состава $(\text{BiY})_3(\text{AlGaFe})_5\text{O}_{12}$ толщиной порядка 2 мкм, полученный при помощи зондового профилометра, с использованием маски радиусом закругления 6 мм показан на рис. 2.5б.

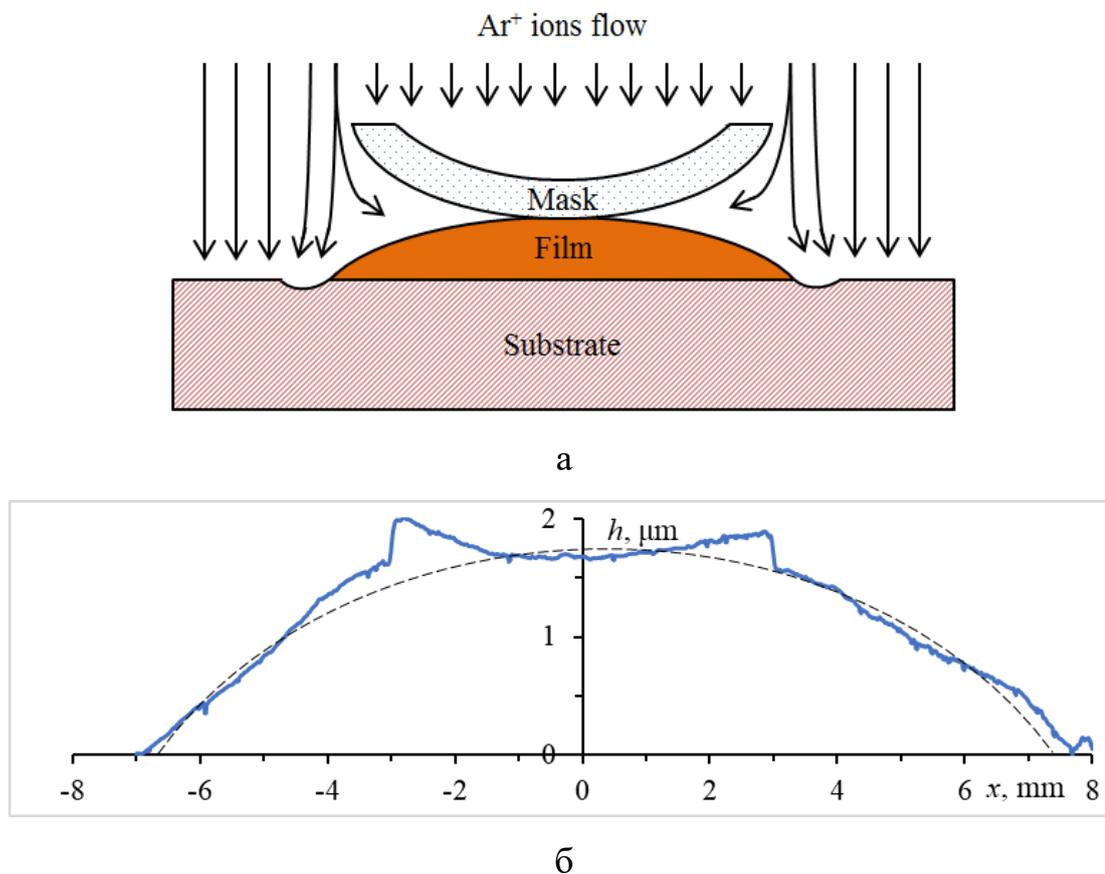


Рис. 2.5 – Пространственно-неоднородное травление через маску: схема травления с помощью цилиндрической маски (а), профиль ЭПФГ $(\text{BiY})_3(\text{AlGaFe})_5\text{O}_{12}$, $h = 2$ мкм) после травления (б).

Характерные симметричные выступы «кошачьи уши», присутствующие на расстоянии примерно 3 мм от центра маски, образовались в результате переосаждения распылённого материала плёнки и представляют собой аморфный конденсат из гранатообразующих оксидов, возникающий из-за вероятности распыления. Ширина 3D-

профиля травления составила порядка 15 мкм при общей глубине травления 1.7 мкм.

Для получения более сглаженного профиля травления и предотвращения появления характерных симметричных выступов цилиндрическая маска была приподнята над поверхностью пленки с образованием зазора высотой 0.5 мм (рис. 2.6а). Профиль травления ЭПФГ номинального состава $(\text{BiY})_3(\text{AlGaFe})_5\text{O}_{12}$ представлен на рис. 2.6б.

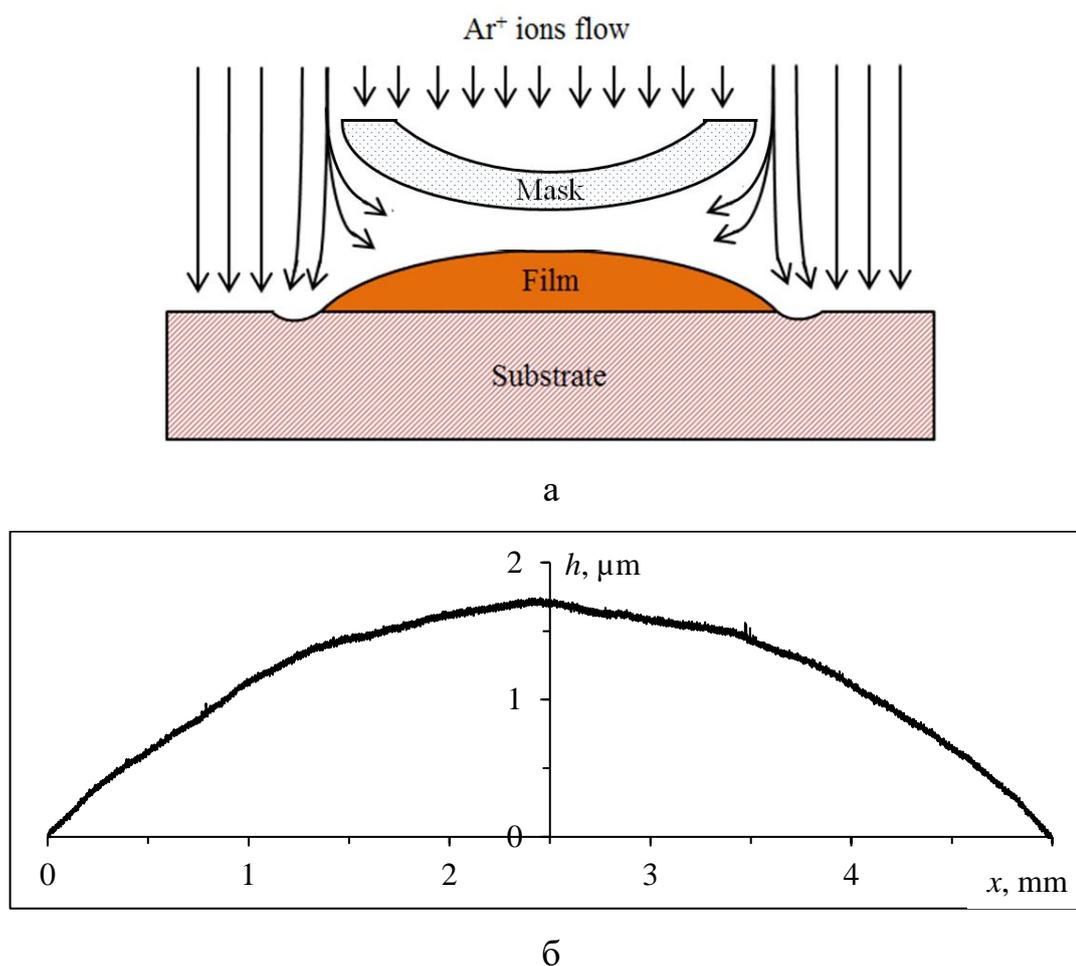


Рис. 2.6 – Пространственно-неоднородное травление при расположении маски над поверхностью пленки на фиксированном расстоянии: схема травления с помощью цилиндрической маски (а), профиль ЭПФГ $(\text{BiY})_3(\text{AlGaFe})_5\text{O}_{12}$, $h = 2$ мкм) после травления (б).

Отчётливо видно, что сформированный 3D-профиль близок к эллиптическому, ширину которого можно задавать путём изменения высоты зазора между цилиндрической маской и поверхностью пленки. Ширина составила порядка 5 мкм при общей глубине травления 1.7 мкм.

2.3 Режимы ионной обработки поверхности

Ионно-плазменное травление осуществляют в плазме тлеющего высокочастотного разряда при высокочастотном электрическом смещении на обрабатываемую поверхность. Основным критерием для создания благоприятных условий ионно-плазменной обработки поверхности потоком плазмы Ar^+ является качество согласования высокочастотного генератора плазмы Cesar (13.6 МГц) и независимого генератора смещения СХ-600 (13.6 МГц).

После загрузки образца в реактор вакуумной установки, производится откачивание остаточных газов до давления не хуже 10^{-3} Па, затем в камеру напускают газ рабочий газ до давления 1 Па. Тлеющий высокочастотный разряд от генератора Cesar формирует облако плазмы Ar^+ . Для выполнения травления на обрабатываемую поверхность подается высокочастотное электрическое смещение от независимого генератора СХ-600. Для достижения согласования генераторов и задания определённой скорости травления, оператором осуществляется вариация следующих параметров: величина расхода газа, давление рабочего газа в камере и мощность генераторов. Величина расхода и давление согласуется за счет автоматически управляемой дроссельной заслонки.

В ходе работы были выбраны три базовых режима ионного травления, которые различались скоростью обработки образцов, расходом газа и другими параметрами.

Для получения режима с наименьшей скоростью травления равной 5 нм/мин, расход рабочего газа должен составлять 0.3 л/ч, давление в

камере 1 Па, мощность генератора плазмы Cesar составляет 150 Вт, мощность генератора смещения CX-600 равна 20 Вт.

На втором режиме скорость травления составляет порядка 18 нм/мин, расход рабочего газа равен 0.5 л/ч, давление в камере 0.9 Па, мощность генератора плазмы Cesar составляет 300Вт, мощность генератора смещения 70 Вт.

Третий режим имеет скорость травления 32 нм/мин, расход рабочего газа должен составлять 0.2 л/ч, давление в камере 1 Па, мощность генератора плазмы Cesar составляет 300Вт, мощность генератора смещения 100 Вт.

2.4 Краткие выводы по разделу

Экспериментально показана возможность создания заданного гладкого 3D-профиля края редкоземельных пленок феррит-гранатов с помощью ионного травления через маску в течение одного технологического цикла «маскирование–травление». Ширина области гладкого профиля края пленки может быть изменена за счет создания регулируемого зазора между маской и пленкой, в этом случае заданный гладкий 3D-профиль формируется за счет разной скорости травления в результате эффекта геометрической полутени. Показано, что при размещении плоской маски толщиной 500 мкм непосредственно на поверхности пленки ширина гладкого профиля травления составила порядка 10 мкм при общей глубине травления 160 нм. При размещении этой же маски на высоте 300 мкм над поверхностью пленки ширина гладкого профиля травления составила порядка 140 мкм при общей глубине травления 180 нм.

Показано, что при использовании цилиндрической маски 3D-профиль травления, благодаря краевым эффектам, в результате формирования неоднородного плазменного потока стремится к эллиптическому. При непосредственном расположении маски на

поверхности обрабатываемого изделия из-за переосаждения распылённого материала плёнки образуется аморфный конденсат, для предотвращения появления которого и получения более качественного профиля травления необходимо задавать зазор между маской и плёнкой.

3. Модельный и теоретический анализ возможности формирования тонкоплёночных микроструктур сложной формы

В качестве базовой идеи проекта служит предположение о возможности снижения уровня шума и повышения чувствительности магнитных и магнитооптических ЭПФГ-датчиков за счёт создания плёночных микроструктур с заданным (гладким) 3D-профилем поверхности [15]. Для объяснения возможности формирования подобных структур и анализа получаемых экспериментальных результатов необходимо рассмотреть процессы, происходящие при ионном травлении.

3.1 Теоретическая модель ионного травления через сферическую маску

В настоящей работе рассмотрена модель неоднородного ионно-плазменного травления с использованием маски сферической формы радиуса R (рис. 3.1). Поскольку происходит высокочастотное травление, то в разных участках образца ионы аргона, ускоряясь в поле, в зазоре между рабочей поверхностью и маской проходят разные расстояния δ и, соответственно, приобретают разную кинетическую энергию Q , которая будет определяться расстоянием δ (длиной свободного пробега). Модель предполагает оценку эффективности поверхностного распыления ускоренными ионами в переменном электромагнитном поле, когда они перемещаются в зазоре между плоской поверхностью ЭПФГ и сферической поверхностью сплошной маски. Для математического описания этого процесса рассмотрим модель на рис. 3.1.

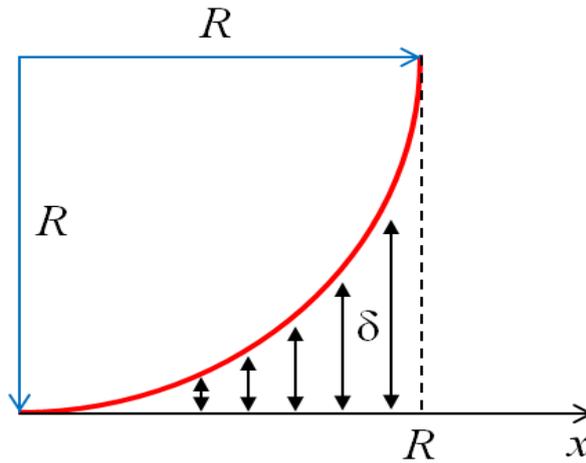


Рис. 3.1 – Рассмотренная модель ионно-плазменного травления с использованием сферической маски.

Расстояние δ , пройденное ионом Ar^+ под воздействием ускоряющего напряжения при моделировании ионно-плазменного травления:

$$\delta = R \left(1 - \sqrt{1 - \frac{x^2}{R^2}} \right) \quad (3.1)$$

где R – радиус сферической маски, нанесенной на поверхность эпитаксиальной пленки.

Поле ускорения определяется выражением:

$$\delta E = E_0 \sin(\omega t) \quad (3.2.1)$$

$$E(\delta) = C \sin \delta \quad (3.2.2)$$

Ускоряющее напряжение в результате подстановки (3.2.2):

$$dU = E(\delta)d\delta = C \sin \delta d\delta \quad (3.3.1)$$

$$U = C \int \sin \delta d\delta \quad (3.3.2)$$

$$U = -C \cos \delta + const \quad (3.3.3)$$

Введём граничные условия:

$$\delta = 0, \quad U = \text{const} - C = 0 \quad (3.4)$$

Тогда ускоряющее напряжение (3.3.3) принимает следующий вид:

$$U = C(1 - \cos \delta) \quad (3.5)$$

Энергия ионов аргона:

$$Q = Uq \quad (3.6)$$

Вероятность распыления:

$$P \sim \exp\left(\frac{Q}{W}\right) \quad (3.7)$$

Скорость распыления мишени ускоренными ионами аргона может быть описана уравнением Аррениуса (вероятность активации):

$$v(x) = v_{Q \gg W} \exp\left(-\frac{W}{Q}\right) \quad (3.8)$$

где W – энергия выхода, $v_{Q \gg W}$ – значение скорости распыления при условии $Q \gg W$

На рис. 3.2 показано сравнение теоретического и экспериментального профилей травления при непосредственном размещении сферической маски на поверхности плёнки.

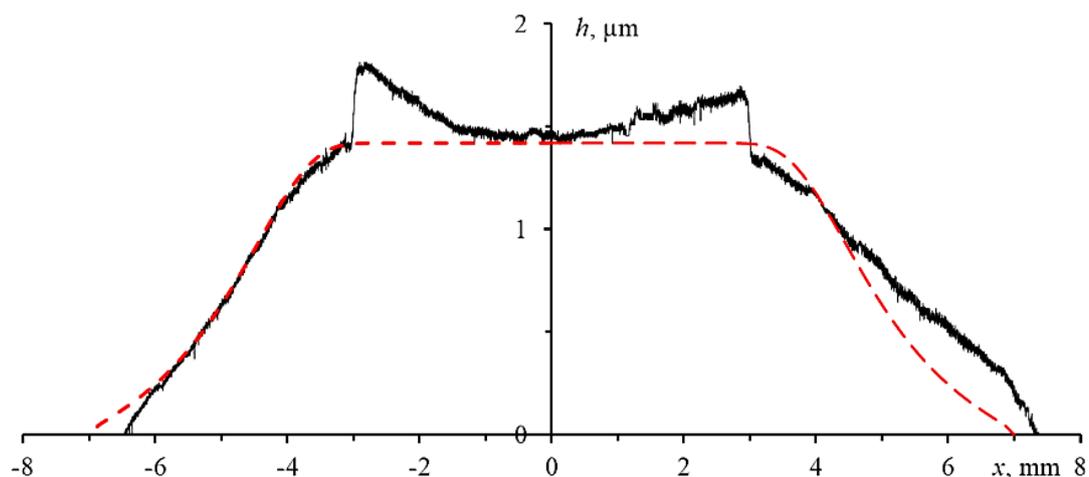


Рис. 3.2 – Профиль поверхности травления с использованием сферической маски (пунктирная линия – модель, сплошная линия – эксперимент).

Профиль травления, полученный с помощью зондового профилометра, при использовании маски с радиусом закругления 6 мм (рис. 3.2) демонстрирует хорошее соответствие между рассматриваемой моделью (пунктирная линия) и экспериментально полученным профилем.

На рис. 3.3 показано сравнение теоретического и экспериментального профилей травления при размещении сферической маски над поверхностью плёнки на расстоянии 0.5 мм.

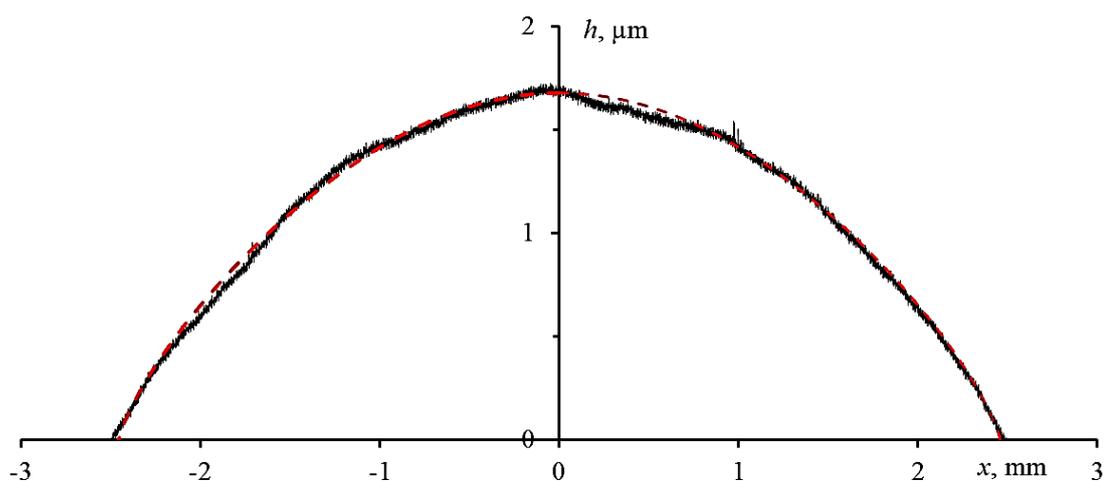


Рис. 3.3 – Профиль поверхности травления с использованием сферической маски над поверхностью пленки на фиксированном расстоянии (пунктирная линия – модель, сплошная линия – эксперимент).

Видно, что модель полностью совпадает с экспериментом, что подтверждает её корректность и позволяет при необходимости прогнозировать особенности морфологии поверхности и формы 3D-профиля травления для получения магнитных микроструктур с заданными параметрами.

3.2 Пространственное моделирование микроструктур с заданным 3D-профилем

В рамках НИР была разработана и создана пространственная модель в среде численного моделирования COMSOL Multiphysics для исследования тонкоплёночных феррит-гранатовых микроструктур с заданным 3D-профилем, которая позволяет проектировать магнитные датчики на их основе и прогнозировать их магнитные свойства, что в свою очередь даёт возможность оптимизировать структурные и магнитные параметры таких датчиков, а также расширить область их применения.

В среде моделирования была создана серия модельных пространственно-неоднородных структур с заданным 3D-профилем в виде: пластины, эллипсоида, полуэллипса, полуцилиндра и диска с гладкими краями (рис. 3.4).

В рамках данной модели внешнее магнитное поле H задается двумя разноимёнными полюсами постоянных прямоугольных неодимовых магнитов и может меняться в зависимости от заданных начальных условий (рис. 3.5). Исследуемый объект помещается между магнитами на их общей оси в зону однородности поля.

Зона однородности поля выбирается исходя из диаграммы распределения линий напряжённости векторного поля H и скалярного потенциала магнитного поля A (рис. 3.5в,г). В общем случае условию однородности соответствует соотношение размеров модели, при котором размер исследуемой 3D-структуры много меньше латеральных размеров магнитов.

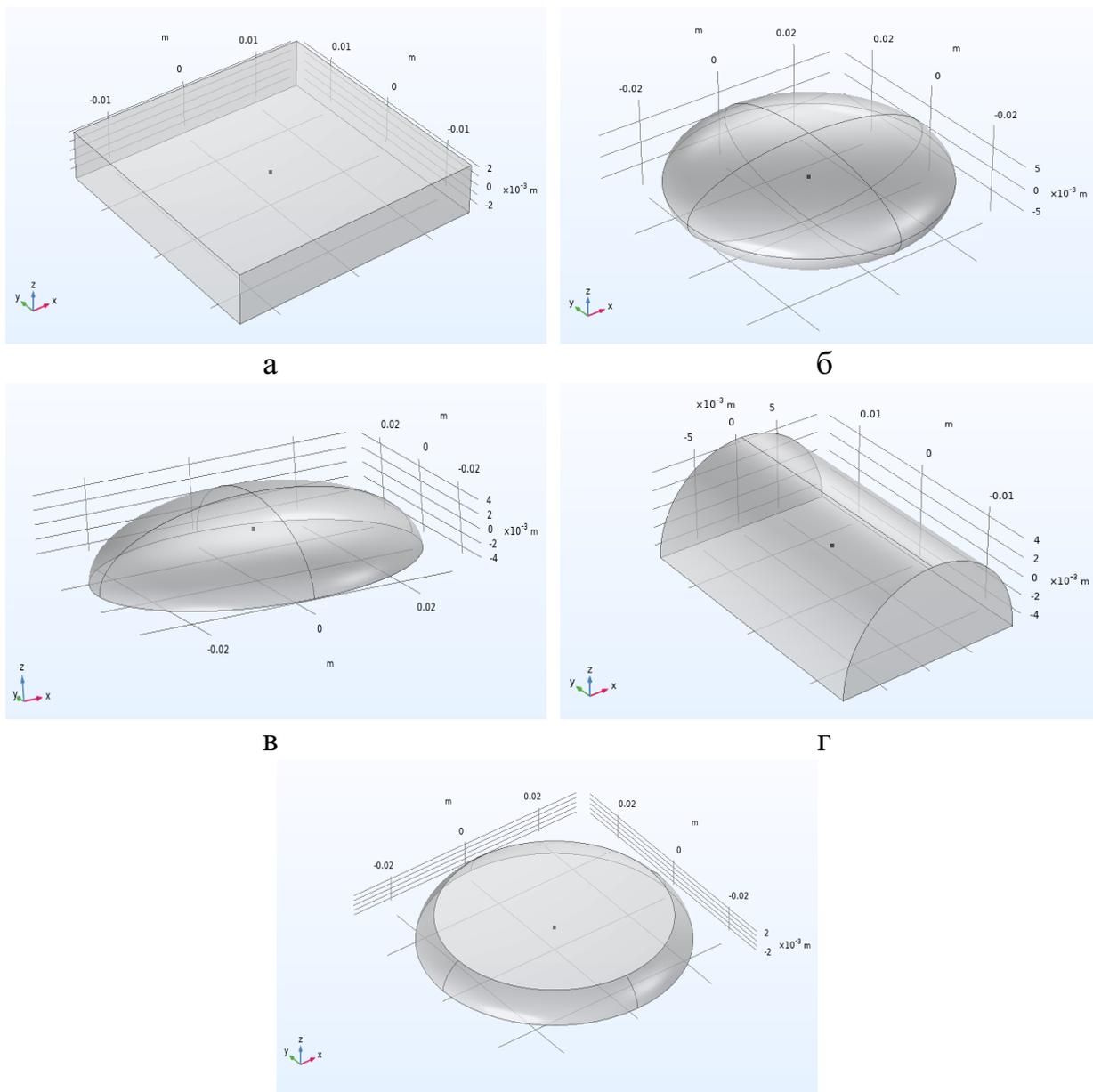


Рис. 3.4 – 3D-модели исследуемых структур: пластина (а), эллипсоид (б), полуэллипс (в), полуцилиндр (г) и диск с гладкими краями (д).

Расчёт магнитных свойств структур, при заданных условиях магнитного поля, осуществляется в небольшом выделенном объеме воздуха в соответствии с моделью намагниченности и определяется соотношением:

$$\mathbf{B} = \mu_0 \mu_r \mathbf{H}, \quad (3.9)$$

где \mathbf{B} – вектор индукции магнитного поля, μ_0 – магнитная постоянная, μ_r – магнитная проницаемость среды, \mathbf{H} – вектор напряженности магнитного поля.

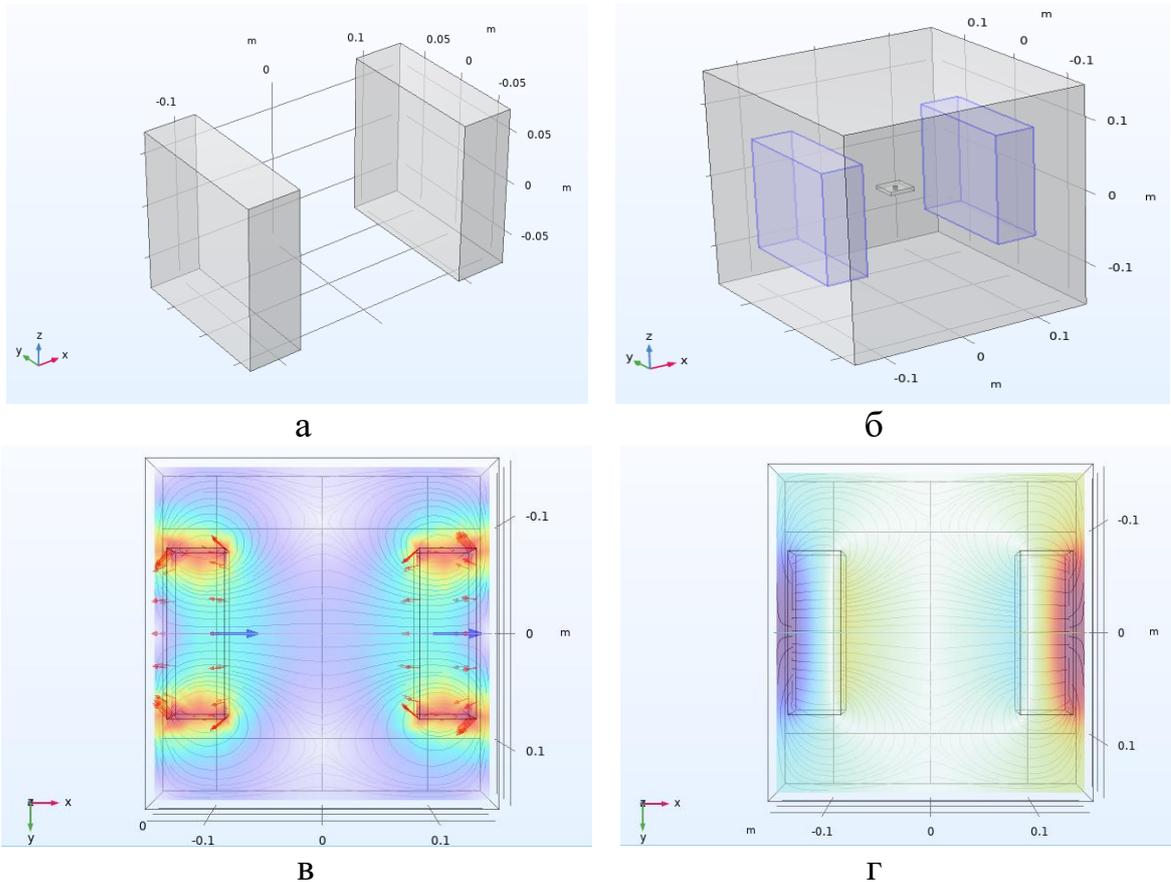


Рис. 3.5 – Моделирование магнитного поля: 3D-модель постоянных неодимовых магнитов (а); общий вид рассматриваемого исследования (б); визуализация распределения магнитного поля (красная стрелка) и намагниченности (синяя стрелка) (в); распределение магнитного скалярного потенциала (г).

Распределение магнитной проницаемости и тип магнитной анизотропии 3D-структур задаётся в виде тензора магнитной восприимчивости μ_r для соответствующей пленки феррит-граната при известном катионном составе.

Визуализация распределения магнитного поля (красная стрелка) и намагниченности (синяя стрелка) для 3D-структур представлены на рис. 3.6.

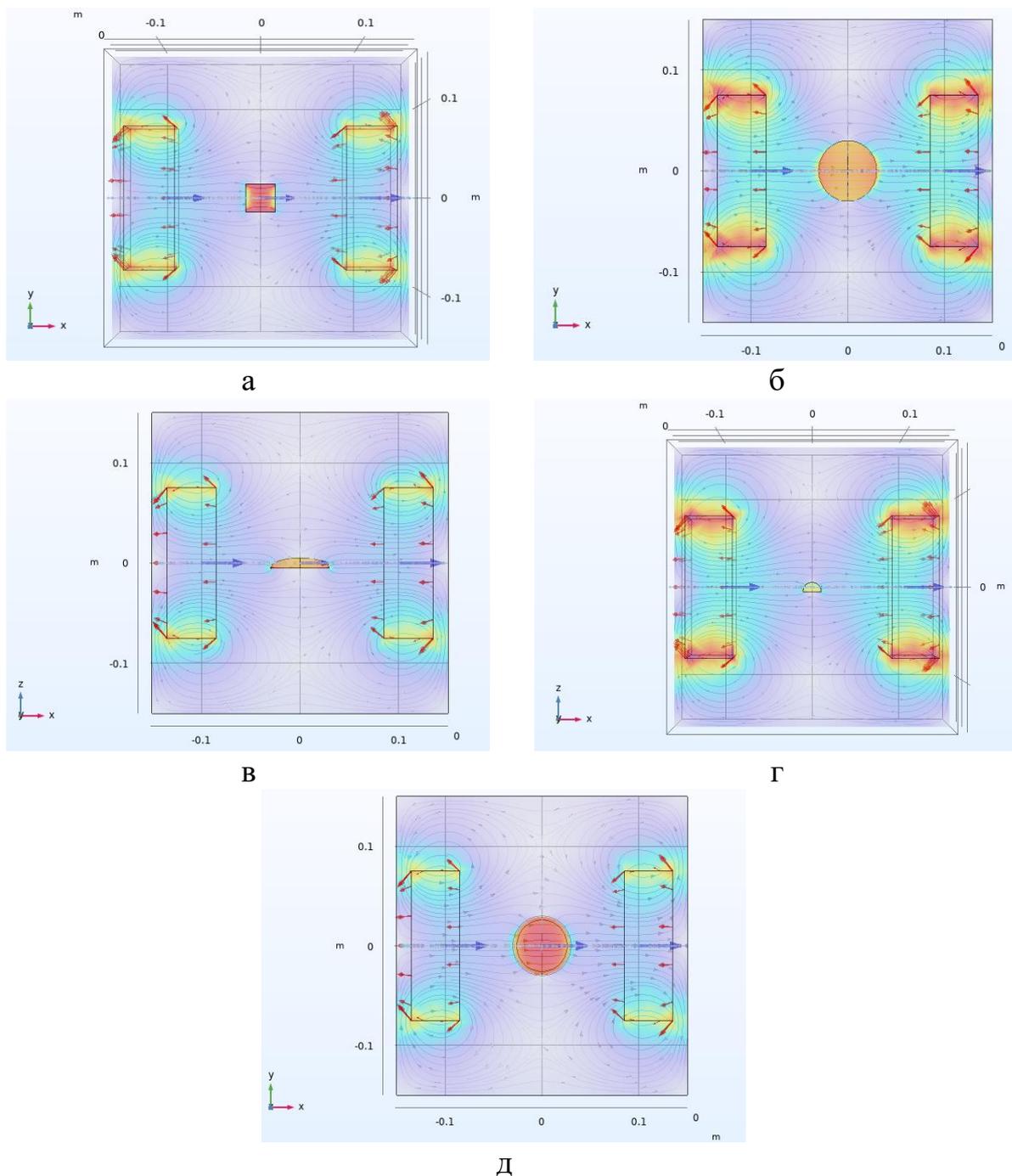


Рис. 3.6 – Распределение магнитного поля (красная стрелка) и намагниченности (синяя стрелка) для 3D-структур: пластина (а), эллипсоид (б), полуэллипс (в), полуцилиндр (г) и диск с гладкими краями (д).

Данная модель позволяет исследовать пространственное распределение намагниченности внутри исследуемой структуры и её интегральное и удельное значение, определять поля насыщения, и фактор деполяризации, как один из основных параметров, характеризующих динамическое перемагничивание образцов во внешнем поле.

3.3 Краткие выводы по разделу

Построены теоретическая модель неоднородного ионно-плазменного травления с использованием маски сферической (цилиндрической) формы и пространственная модель для исследования тонкоплёночных феррит-гранатовых микроструктур с заданным 3D-профилем.

Данные модели позволяют прогнозировать особенности морфологии поверхности и формы 3D-профиля травления, исследовать пространственное распределение намагниченности внутри исследуемой структуры, её интегральное и удельное значение, а также определять поля насыщения и фактор деполяризации.

Сравнительный анализ показал, что результаты моделирования хорошо согласуются с экспериментальными данными, что подтверждает корректность моделей.

4. Исследование свойств в результате формирования микроструктур с заданным 3D-профилем.

4.1 Структурные особенности морфологии

4.1.1. Ионное травление подложки

Очевидно, что качество поверхности и структурное совершенство плёнок феррит-гранатов во многом зависит от морфологии поверхности подложки, на которой эти плёнки формируются. Поэтому было исследовано влияние ионного травления на структуру поверхности монокристаллических подложек гадолиний галлиевого граната $Gd_3Ga_5O_{12}$ (ГГГ) с кристаллографической ориентацией (111).

На рис. 4.1 показаны результаты исследования изменений морфологии подложки ГГГ толщиной 500 мкм в результате ионной обработки (атомно-силовой микроскоп Ntegra, NT-MDT). Анализ динамики изменения морфологии проводился по значениям нескольких параметров, а именно: максимальный разброс по высоте A_{max} , среднеквадратичное значение отклонения от среднего значения RMS и средняя шероховатость R_a .

До ионной обработки (рис. 4.1а) у подложки ГГГ с механической полировкой величина максимального разброса высот A_{max} составляет 39.3 нм, среднеквадратичное значение $RMS = 4$ нм и средняя шероховатость равна $R_a = 2.7$ нм. При ионном стравливании поверхностного слоя толщиной 200 нм (рис. 4.1б) значения указанных параметров существенно снизились и составили $A_{max} = 10.4$ нм, среднеквадратичное значение $RMS = 0.9$ нм, а средняя шероховатость $R_a = 0.6$ нм. После следующего этапа обработки при суммарном стравливании слоя толщиной 600 нм (рис. 4.1в) значения параметров также уменьшились: $A_{max} = 3.3$ нм, $RMS = 0.5$ нм и $R_a = 0.4$ нм, соответственно.

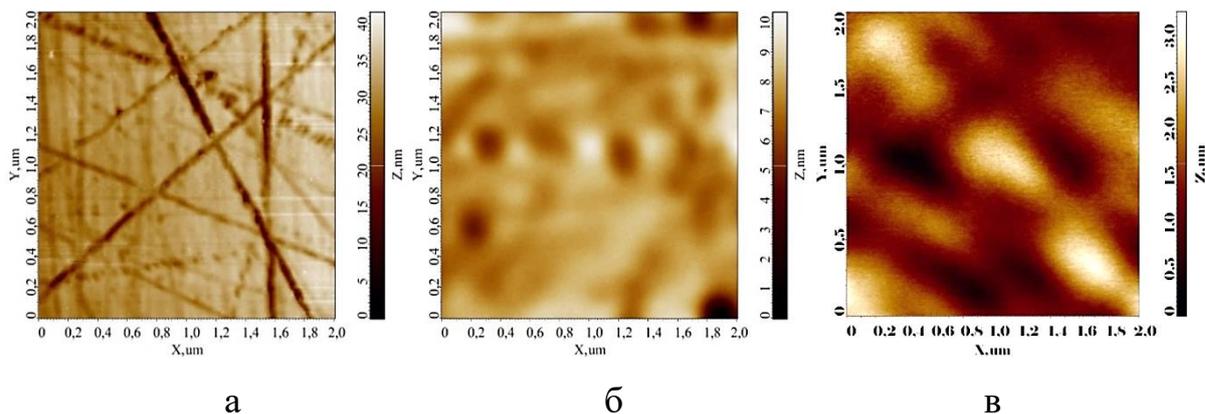


Рис. 4.1 – Морфология поверхности подложки ГГГ толщиной 500 мкм до ионной обработки (а), после ионного стравливания слоя толщиной 200 нм (б) и 600 нм (в).

Таким образом, при ионной обработке поверхности подложки ГГГ в результате стравливания 600 нм шероховатость уменьшается более чем в 6 раз и составляет меньше параметра решётки феррит-граната, что позволяет создавать плёнки с большей структурной однородностью.

4.1.2. Ионное травление ЭПФГ

Для формирования гладкого профиля поверхности ЭПФГ номинального состава $(\text{BiY})_3(\text{AlGaFe})_5\text{O}_{12}$ с толщиной порядка 2 мкм при помощи ионного травления применялась цилиндрическая маска из кристаллического кварца. Полученный профиль травления показан в разделе 2 на рис. 2.5б.

На рисунке 4.2 показаны результаты АСМ-исследования морфологии поверхности ЭПФГ на разных участках сформированного профиля от центра к краю с шагом 2.5 мм. Средняя шероховатость поверхности при этом меняется не значительно и составляет 0.1–0.15 нм.

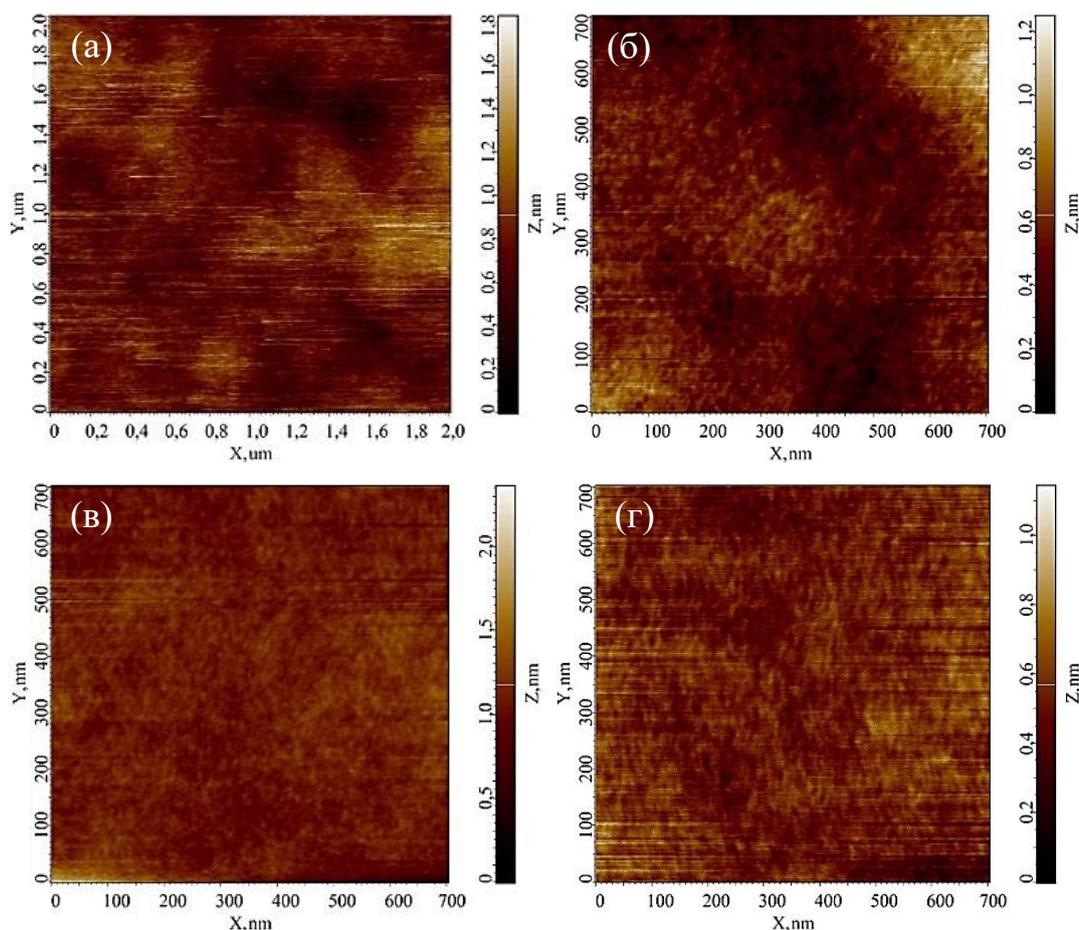


Рис. 4.2 – Морфология поверхности ЭПФГ (пленка $(\text{BiY})_3(\text{AlGaFe})_5\text{O}_{12}$, $h = 2$ мкм) после ионного травления на различных участках профиля с шагом в 2.5 мм (а–г – от центра к краю).

Таким образом, показано, что при пространственно-неоднородном ионном травлении поверхности ЭПФГ морфология поверхности сохраняется на всех участках профиля травления и практически не зависит от глубины и скорости травления.

4.1.3. Ионное травление напылённой плёнки

На данном этапе работы исследовалась поликристаллическая напылённая плёнка номинального состава $\text{Bi}_{2.8}\text{Y}_{0.2}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ с толщиной порядка 72 нм при помощи послойного ионного травления. Экспериментальный анализ морфологии проводился после каждого цикла стравливания слоя толщиной 20 нм (рис. 4.3).

У образца напылённой пленки до ионной обработки (рис. 4.3а) максимальный разброс по высоте A_{max} составляет 43.5 нм, среднеквадратичное значение отклонения $RMS = 6.6$ нм, а средняя шероховатость $R_a = 5.3$ нм. После стравливания первого слоя толщиной 20 нм (рис. 4.3б) можно наблюдать уменьшение в несколько раз значений параметров, так величина A_{max} составляет 23.4 нм, среднеквадратичное отклонение $RMS = 3.2$ нм, а средняя шероховатость $R_a = 2.4$ нм.

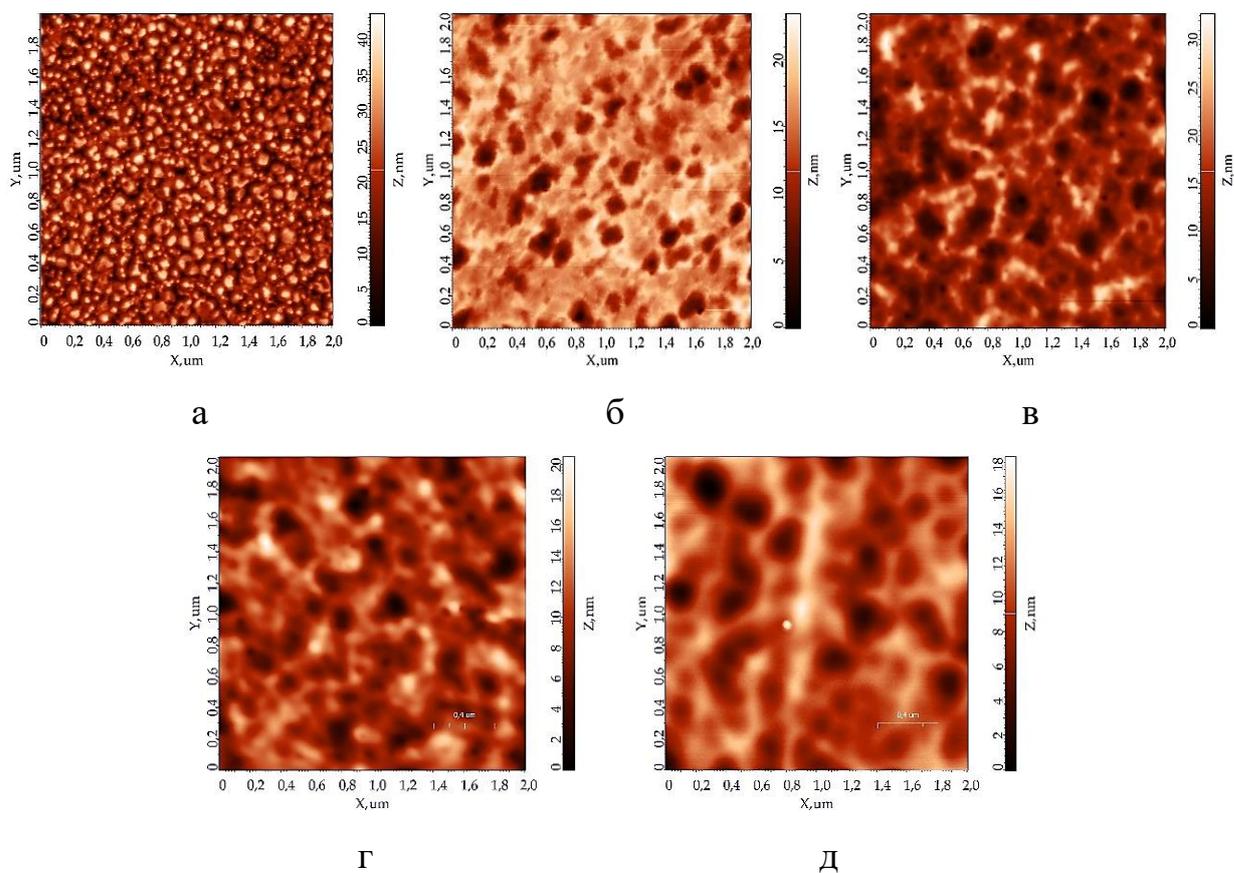


Рис. 4.3 – Морфология поверхности напылённой плёнки ($Bi_{2.8}Y_{0.2}Fe_5O_{12}$, $h = 72$ нм) до ионной обработки (а), после стравливания слоя толщиной 20 нм (б), 40 нм (в), 60 нм (г), 80 нм (д).

При суммарном стравливании слоя 40 нм (рис. 4.3в) значения параметров немного увеличиваются и составляют: $A_{max} = 32.7$ нм, $RMS = 4.5$ нм и $R_a = 3.5$ нм, соответственно. Это, очевидно, связано с более

эффективным растравливанием межзёренных границ в поликристаллической плёнке.

После третьего этапа травления при суммарном стравливании слоя толщиной 60 нм (рис. 4.3г) снова наблюдается уменьшение значений параметров. Так величина A_{max} составляет 20.5 нм, среднеквадратичное значение $RMS = 2.8$ нм и средняя шероховатость $R_a = 2.2$ нм.

После удаления всей напылённой плёнки (глубина травления 80 нм) значения параметров также уменьшаются: величина A_{max} составляет 18.1 нм, $RMS = 2.5$ нм и $R_a = 2$ нм. Однако данные показатели остаются больше, чем для чистой ГГГ подложки. Таким образом видно, что изменение структурных параметров напылённой пленки при послойном ионном стравливании имеет сложную зависимость, что связано с её поликристаллической структурой. Однако в среднем шероховатость поверхности уменьшается, повышая однородность поверхностной морфологии, при этом общий рельеф плёнки после полного её удаления способствует наследованию рельефа на подложке.

4.2. Доменная структура

С использованием поляризационного микроскопа проведен анализ изменения периода d доменной структуры (ДС) плёнки $(BiY)_3(AlGaFe)_5O_{12}$ (исходная толщина $h = 7.6$ мкм), при стравливании различной части толщины плёнки. Контраст доменной структуры формируется в результате поворота плоскости поляризации света за счёт эффекта Фарадея при прохождении через домены с противоположной намагниченностью. На рис. 4.4 показан вид доменной структуры при разной остаточной толщине плёнки ЭПФГ. Видно, что с уменьшением толщины плёнки период лабиринтной доменной структуры монотонно уменьшается. Так, при толщине плёнки $h = 7.6$ мкм (рис. 4.4а) период ДС $d = 35$ мкм. При уменьшении толщины ЭПФГ в 2 раза ($h = 3.8$ мкм) период d составляет уже 24 мкм, а при толщине ЭПФГ $h = 1.3$ мкм – $d = 10$ мкм.

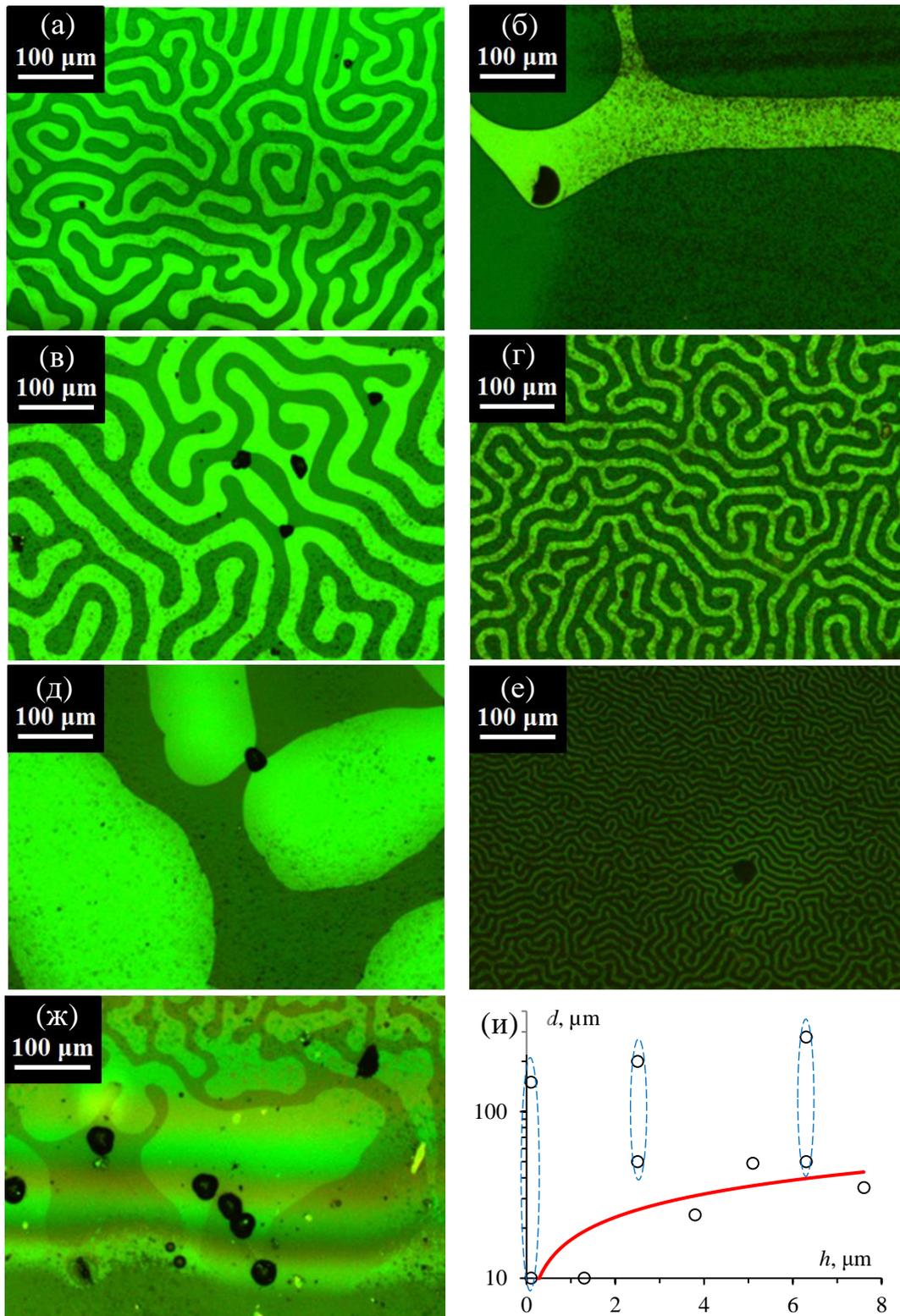


Рис. 4.4 – Вид доменной структуры ЭПФГ $(\text{BiY})_3(\text{AlGaFe})_5\text{O}_{12}$ при различном значении остаточной толщины: а) $h = 7.6$ мкм (без травления); б) $h = 6.3$ мкм; в) $h = 5.1$ мкм; г) $h = 3.8$ мкм; д) $h = 2.5$ мкм; е) $h = 1.3$ мкм; ж) $h \rightarrow 0$ мкм; и) зависимость периода доменной структуры d от толщины плёнки (точки – экспериментальные данные, линия – аппроксимация уравнением (4.1)).

Зависимость периода доменной структуры d от толщины плёнки h показана на рис. 4.4 и хорошо аппроксимируется в соответствии с уравнением:

$$d = \sqrt{\frac{\gamma h}{1.7 M_S^2}} \quad (4.1)$$

где d – период доменной структуры, h – толщина плёнки, γ – гиромагнитное отношение, M_S – намагниченность насыщения.

Однако, при определённых значениях толщины лабиринтная доменная структура пропадает и наблюдаются гигантские области однородной намагниченности (магнитные домены) неправильной «амёбоподобной» формы. Данное изменение типа доменной структуры обусловлено резким возрастанием величины магнитной анизотропии типа «лёгкая ось» за счёт уменьшения намагниченности насыщения M_S , что и приводит к резкому увеличению размеров доменов в соответствии с уравнением (4.1). Подобное изменение типа ДС наблюдается при толщине плёнки 6.3 мкм, 2.5 мкм и при $h \rightarrow 0$ мкм. На рис. 4.4 и данные аномалии выделены пунктирным контуром. Природа данных аномалий будет объяснена далее при анализе магнитооптических петель гистерезиса.

4.3 Особенности ФМР

Исследования влияния ионного травления на особенности ферромагнитного резонанса (ФМР) исследовались при послойном травлении ЭПФГ состава $(\text{BiY})_3(\text{FeAlGa})_5\text{O}_{12}$, толщиной 7.6 мкм. На рис. 4.5 представлены спектры ФМР для двух конфигураций относительно внешнего поля подмагничивания, перпендикулярный (0 град относительно нормали к плоскости плёнки) и параллельный резонанс (90 град, соответственно). Спектры регистрировались после травливания слоя ЭПФГ определённой толщины (в легенде к рисункам указана остаточная толщина ЭПФГ).

Для исходной плёнки феррит-граната толщиной $h = 7.6$ мкм (до ионного травления, рис. 4.5а) мы наблюдаем 3 резонансных пика в перпендикулярной конфигурации (0 град) и 1 пик в параллельной конфигурации (90 град). При перпендикулярном резонансе значения индукции резонансного поля $B_{res\perp}$ для трех пиков ФМР соответственно равны 15.7 мТл, 113.9 мТл и 392.4 мТл, а для параллельного резонанса значение $B_{res\parallel} = 512.7$ мТл.

После ионного травления (остаточная толщина плёнки $h = 6.3$ мкм, рис. 4.5б) в перпендикулярной конфигурации центральный сигнал резонанса ($B_{res\perp} = 113.9$ мТл) разделился на два сигнала: $B_{res\perp} = 123.7$ мТл и $B_{res\perp} = 139.9$ мТл. Аналогичное разделение резонансного сигнала на два пика наблюдается и для параллельного резонанса ($B_{res\parallel} = 460.7$ мТл и $B_{res\parallel} = 527.1$ мТл). Дополнительные осцилляции связаны со спин-волновыми возбуждениями.

После ионного стравливания 2.5 мкм (остаточная толщина плёнки $h = 5.1$ мкм, рис. 4.5в) в параллельной конфигурации наблюдается только один пик ФМР при значении резонансного поля $B_{res\parallel} = 417.6$ мТл. В перпендикулярной конфигурации наблюдаются два пика ФМР: сильный сигнал при $B_{res\perp} = 194.6$ мТл и слабый сигнал при $B_{res\perp} = 387.8$ мТл. Для плёнки толщиной $h = 3.8$ мкм (рис. 4.5г) резонансные поля и ширина линий ФМР практически не меняются.

После ионного стравливания 5.1 мкм (остаточная толщина плёнки $h = 2.5$ мкм (рис. 4.5д) в перпендикулярной конфигурации остаётся 1 резонансный сигнал при $B_{res\perp} = 211.5$ мТл, в параллельной конфигурации резонансное поле ФМР немного уменьшается $B_{res\parallel} = 404$ мТл. При уменьшении толщины плёнки до $h = 1.3$ мкм (рис. 4.5е) резонансные поля ФМР в перпендикулярной и параллельной конфигурации практически не меняются $B_{res\perp} = 211.1$ мТл, а $B_{res\parallel} = 406.3$ мТл. При этом интенсивность обоих сигналов резко уменьшается. Аналогичные изменения наблюдаются и на рис. 4.5ж при $h \rightarrow 0$ мкм

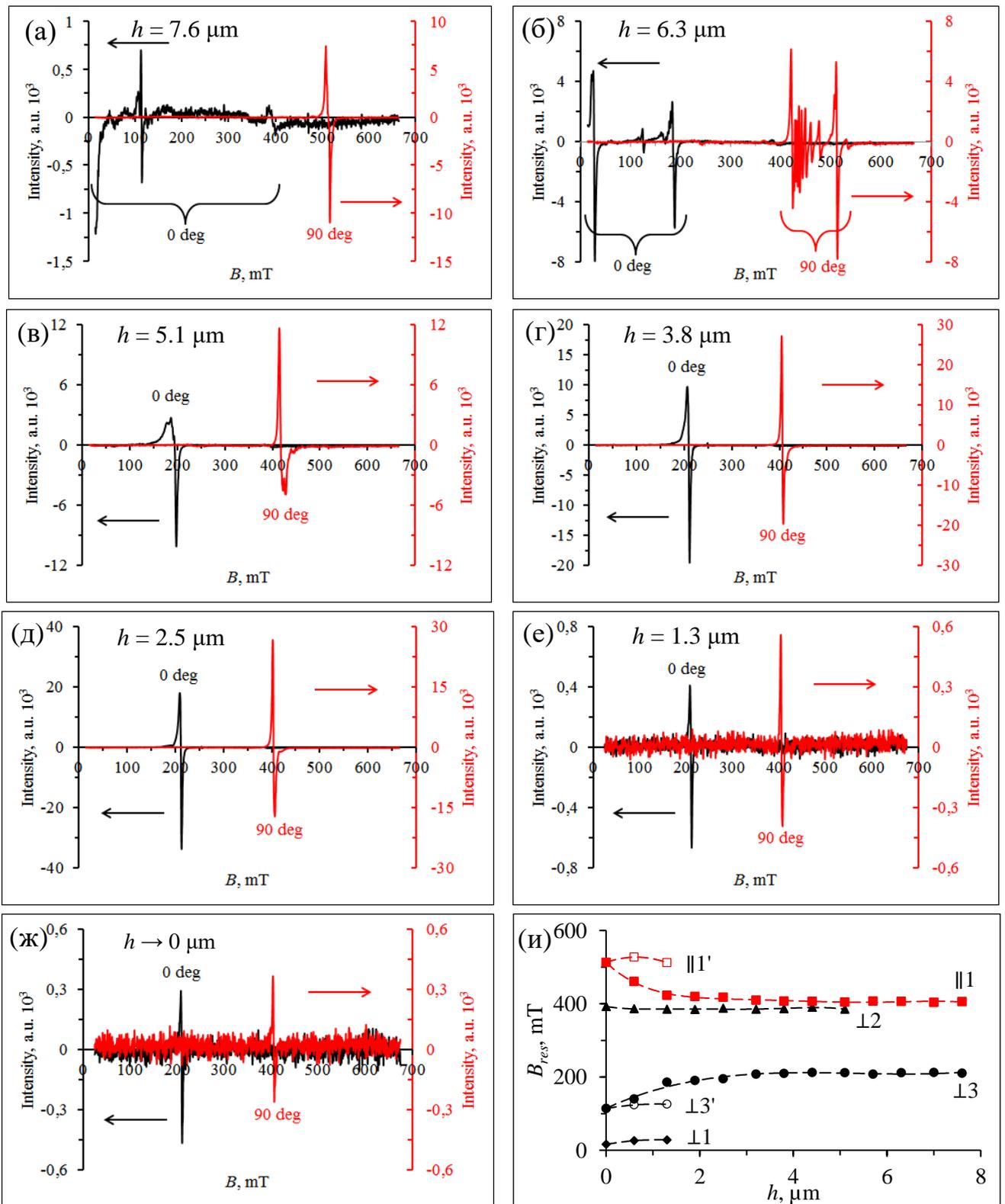


Рис. 4.5 – Резонансные кривые ФМР (плёнка $(\text{BiY})_3(\text{FeAlGa})_5\text{O}_{12}$, $h = 7.6$ мкм) для перпендикулярного (0 град) и параллельного резонанса (90 град) при послойном ионном травлении (а-ж); зависимость B_{res} от толщины стравленного слоя (и).

На рис. 5и показана зависимость B_{res} для различных пиков ФМР от толщины стравленного слоя ЭПФГ.

Как видно из графика рис. 4.5и для параллельной конфигурации можно выделить три основных пика, которые соответствуют резонансным сигналам от различных слоёв плёнки. Первый «низкополевой» резонанс $\perp 1$ ($B_{res\perp} < 20$ мТл) соответствуют приповерхностному слою (первый слой) и перестаёт наблюдаться после ионного стравливания плёнки на глубину 1.3 мкм ($h = 6.3$ мкм). Второй «высокополевой» сигнал $\perp 2$ при $B_{res\perp} = 392.4\text{--}384.6$ мТл имеет крайне низкую интенсивность резонансной линии и полностью исчезает после стравливания 5.1 мкм толщины плёнки ($h = 2.5$ мкм, второй слой). Третий «средний» сигнал при $B_{res\perp} = 113.9$ мТл наблюдается на всех толщинах плёнки вплоть до $h \rightarrow 0$ мкм (третий слой). На начальных этапах травления «средний» сигнал разделяется на 2 резонансных пика $\perp 3$ ($B_{res\perp} = 113.9\text{--}212.3$ мТл) и $\perp 3'$ ($B_{res\perp} = 110\text{--}125.6$ мТл), обусловленных взаимодействием третьего слоя со вторым и первым слоями, соответственно. Следует отметить, что исчезновение сигнала $\perp 1$ и связанного с ним сигнала $\perp 3'$ при толщине плёнки $h = 6.3$ мкм, а также сигнала $\perp 2$ при $h = 2.5$ мкм, совпадает с наблюдаемыми аномалиями в доменной структуре плёнки (см. рис. 4.5). Для параллельного резонанса в исходной плёнке наблюдается один пик, который в процессе травления разделяется на два пика $\parallel 1$ ($B_{res\parallel} = 403.7\text{--}512.7$ мТл) и $\parallel 1'$ ($B_{res\parallel} = 512.7\text{--}527.1$ мТл). Второй пик $\parallel 1'$ также перестаёт наблюдаться после стравливания поверхностного «первого» слоя на глубину 1.3 мкм (толщина плёнки $h = 6.3$ мкм). Это свидетельствует о том, что природа резонанса $\parallel 1'$ обусловлена взаимодействием между поверхностным слоем и внутренними слоями.

Таким образом, анализ доменной структуры и спектров ФМР показал наличие в структуре плёнки не менее 3 разных по свойствам слоёв. Первый слой находится в приповерхностной области плёнки на глубине до 1.3 мкм,

второй слой расположен на глубине от 1.3 до 5.1 мкм, и третий слой простирается от глубины 5.1 мкм вплоть до интерфейса плёнки с подложкой (до 7.6 мкм). Для анализа природы данных слоёв рассмотрим особенности магнитооптических петель гистерезиса в данной плёнке при различном значении h (после ионного травления).

4.4 Петли магнитного гистерезиса

Анализ особенностей магнитооптических (МО) петель гистерезиса в плёнке $(\text{BiY})_3(\text{AlGaFe})_5\text{O}_{12}$ (толщиной $h = 7.6$ мкм) выполнялся при травлении различной части толщины плёнки с помощью лазерного магнито-поляриметра ($\lambda = 650$ нм). Результаты анализа магнитооптических петель гистерезиса представлены на рисунке 4.6. Видно, что даже исходная плёнка (рис. 4.6а) имеет сложную форму, представленную как суперпозиция нескольких петель. При этом плёнка имеет очень малую коэрцитивность, что обуславливает формирование равновесной лабиринтной доменной структуры плёнки при нулевом внешнем поле.

При ионном травлении 1.3 мкм плёнки (рис. 4.6б, остаточная $h = 6.3$ мкм), наблюдается сильное искажение МО петли, форма которой чётко представляет собой результат наложения «прямой» (положительной) прямоугольной петли и «обратной» (отрицательной) петли с большим полем насыщения. Т.е. вторая петля аддитивно вычитается из первой. Присутствие как минимум двух противоположных петель с разным знаком эффекта Фарадея свидетельствует о наличии в плёнке нескольких слоёв с разным состоянием относительно точки компенсации магнитных подрешёток. Отметим, что подобное сильное искажение МО петли характерно для толщины плёнки, при которой ранее наблюдалась аномалия формы и размера доменной структуры (рис. 4.4б, 4.4и) и исчезало разветвление сигналов ФМР (рис. 4.6б, 4.6и).

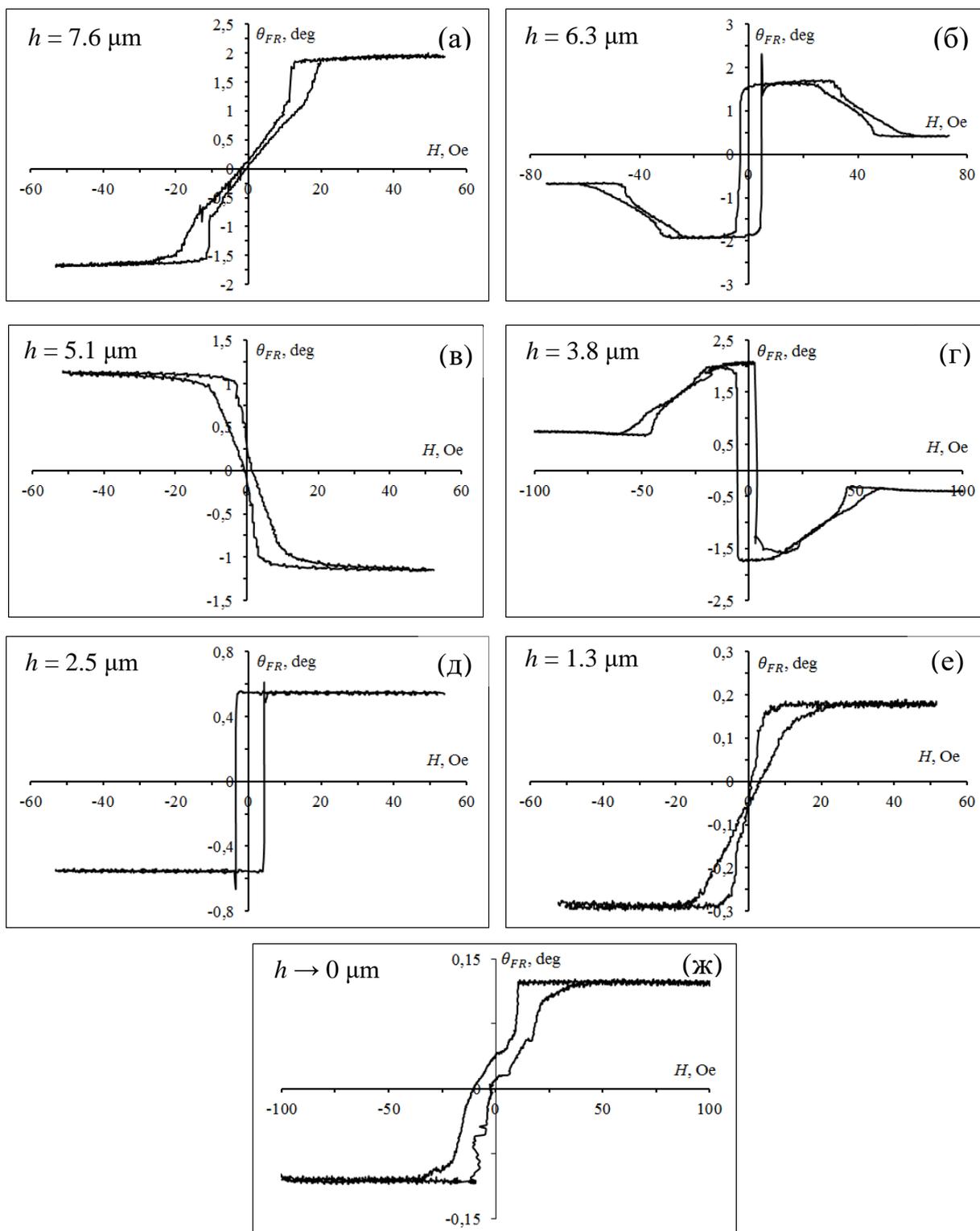


Рис. 4.6. Петли гистерезиса ЭПФ (плёнка $(\text{BiY})_3(\text{FeAlGa})_5\text{O}_{12}$, $h = 7.6 \mu\text{м}$) при различном значении остаточной толщины при послойном ионном травлении: а) $h = 7.6 \mu\text{м}$ (без травления), б) $h = 6.3 \mu\text{м}$, в) $h = 5.1 \mu\text{м}$, г) $h = 3.8 \mu\text{м}$, д) $h = 2.5 \mu\text{м}$, е) $h = 1.3 \mu\text{м}$, ж) $h \rightarrow 0 \mu\text{м}$.

Исходя из этого можно сделать вывод, что граница между слоями обусловлена температурным переходом через точку компенсации в определённой области поперечного профиля плёнки. Данное предположение подтверждается видом МО петли после травли толщиной 2.5 мкм (рис. 4.6в, $h = 5.1$ мкм). Видно, что петля «перевернулась», т.е. изменила знак фарадеевского вращения, что прямо свидетельствует о переходе через точку компенсации. При этом низкая коэрцитивность приводит также к формированию равновесной лабиринтной ДС (рис. 4.4в).

Дальнейшее ионное травление плёнки на глубину 3.8 мкм (рис. 4.6г, $h = 3.8$ мкм) снова приводит к деформации МО петли, обратной по сравнению с рис. 4.6б, и при травли толщиной 5.1 мкм (рис. 4.6д, остаточная $h = 2.5$ мкм) петля снова «переворачивается» и приобретает почти идеально прямоугольную форму. Следует отметить, что второй переход через точку компенсации также совпадает с наблюдаемыми аномалиями в доменной структуре (рис. 4.4д, 4.4и) и исчезновением «высокополевого» сигнала ФМР в перпендикулярной конфигурации. Прямоугольная петля с высоким значением остаточной намагниченности свидетельствует о сильной одноосной магнитной анизотропии, которая в свою очередь обусловлена снижением намагниченности насыщения M_S при приближении к точке компенсации. Аналогично уменьшение M_S приводит и к увеличению размеров магнитных доменов в соответствии с формулой (4.1), которые и наблюдаются в виде аномалий ДС.

Дальнейшее травление плёнки до толщины $h = 1.3$ мкм (рис. 4.6е) снова приводит к формированию «прямой» петли с низкой коэрцитивностью и равновесной лабиринтной ДС. Травление плёнки до сверхмалых толщин (рис. 4.6ж, $h \rightarrow 0$ мкм) приводит к некоторому искажению петли гистерезиса, связанному с изменением типа магнитной анизотропии, которая снова приводит к образованию крупных магнитных доменов. Однако в данном случае изменение знака эффекта Фарадея и перехода через точку компенсации не наблюдается.

Очевидно, наличие подобных слоёв с разным состоянием относительно точки компенсации при заданной температуре обусловлено градиентом физико-химических свойств плёнки, сформированным в процессе её эпитаксиального роста. Слои в объёме плёнки на глубине 1.3–6.3 мкм и 6.3–7.6 мкм очевидно образованы градиентом примесных элементов Al и Ga, которые замещают ионы железа в тетраэдрических позициях структуры феррит-граната.

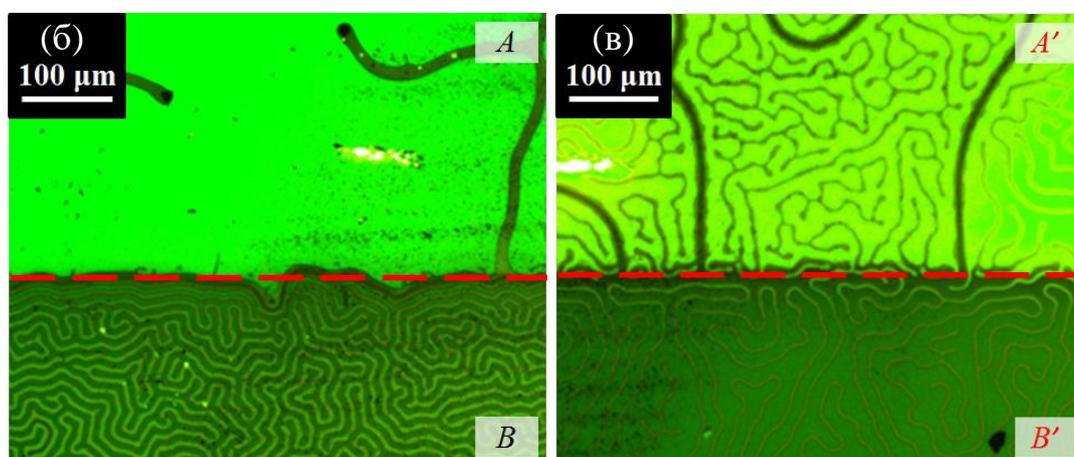
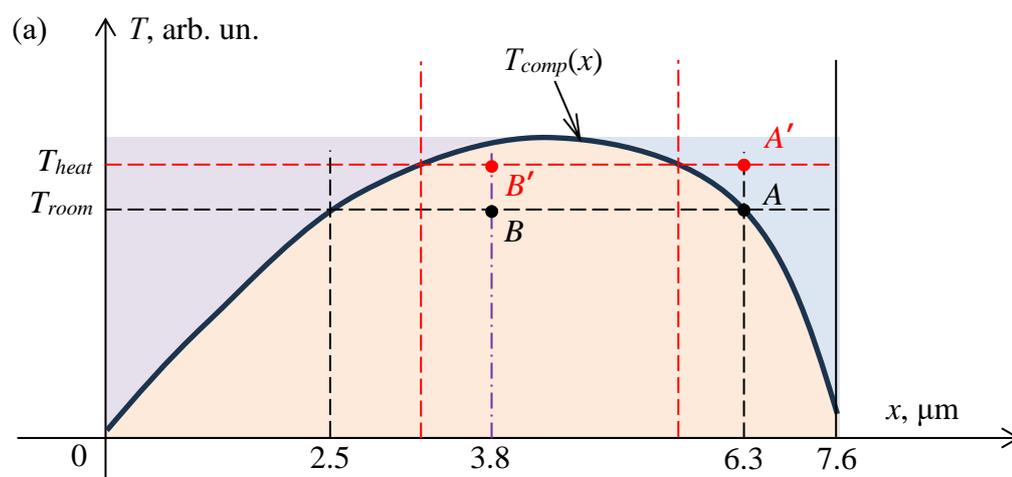


Рис. 4.7 – Схема формирования слоёв за счёт градиента точки компенсации вдоль поперечного профиля плёнки (а), граница зоны травления при комнатной температуре (б) и после нагрева на 20°C (в), перепад глубины травления 1.3 мкм сверху (области A и A') и 3.8 мкм снизу (области B и B').

Приповерхностный слой на глубине до 1.3 мкм отличается, как правило, высоким содержанием Bi, что приводит к изменению параметра решётки [16,17]. Следует отметить, что указанные границы между слоями справедливы только при указанной температуре (в нашем случае комнатная, 23–25°C), поскольку нагрев приведёт к сдвигу данных границ (рис. 4.7).

Схема на рис. 4.7а демонстрирует принцип смещения межслойных границ при изменении температуры. Функцией $T_{comp}(x)$ условно показан градиент точки компенсации вдоль поперечного профиля плёнки. При температуре T_{room} точки пересечения с функцией $T_{comp}(x)$ соответствуют границам слоёв (чёрный пунктир), но при изменении температуры на T_{heat} точки пересечения и, соответственно, границы слоёв смещаются (красный пунктир). На рис. 4.7б показан вид доменной структуры плёнки $(BiY)_3(FeAlGa)_5O_{12}$ толщиной $h = 7.6$ мкм при ионном травлении в виде ступеньки (граница травления отмечена пунктиром). Глубина травления в области *A* составляет 1.3 мкм, а в области *B* – 3.8 мкм. Область *A* соответствует переходу через точку компенсации при комнатной температуре (точка *A* на диаграмме рис. 4.7а) и демонстрирует описанную выше крупную доменную структуру. Область *B* соответствует состоянию плёнки ниже точки компенсации (точка *B* на диаграмме рис. 4.7а). После нагревания плёнки примерно на 20°C (рис. 4.7в) происходит переход указанных областей в точки *A'* и *B'*, соответственно, т.е. область *A'* переходит в состояние выше точки компенсации, а область *B'* остаётся в состоянии ниже точки компенсации, при этом области *A'* и *B'* расположены примерно на одинаковом расстоянии от межслойной границы и демонстрируют схожую доменную структуру, но с противоположно ориентированными доменами: для области *A'* характерно преобладание «светлополюсных» доменов, а для области *B'* – «темнополюсных».

Таким образом послойное ионное травление плёнки в сочетании с комплексным исследованием магнитных параметров (доменная структура, ФМР, магнитооптика) позволяет оценить внутреннюю структуру пленки, определить ее многослойность, тип анизотропии разных слоев и т.д.

Подобные градиентные плёнки с переменным значением точки компенсации вдоль поперечного профиля могут быть получены при изменяемых условиях синтеза (температура, скорость вращения подложки, обеднение раствор-расплава в ростовой зоне и т.д.). Данные плёнки могут быть использованы в качестве термоуправляемых компонентов магнитооптических, сенсорных, СВЧ и других устройств. При создании пространственно-неоднородных плёнок с градиентом толщины методом неоднородного ионного травления возможно также формирование функциональных элементов с возможностью пространственного (диапазонного) переключения свойств.

4.5 Влияние планарной формы плёнок на ФМР

Анализ влияния планарных размеров и формы ЭПФГ на особенности ФМР проводился на примере плёнки $Y_3(LaFe)_5O_{12}$ толщиной $h = 2.4$ мкм, вырезанной в форме квадрата размером 4×4 мм. При ионном травлении использовались маски в виде дисков из пластины монокристаллического граната $Gd_3Ga_5O_{12}$ диаметром 2 мм и 1.5 мм. Профиль травления исследовали с помощью зондового профилометра. На рис. 4.8а показан снимок вытравленного диска, соответствующий профиль травления показан на рис. 4.8б.

Высота вытравленного диска (профиля) составляет 4.3 мкм, а ширина 2.06 мм. На профиле сформированной поверхности можно видеть резкие пики и провалы вблизи края зоны травления (рис. 4.8б). Данные скачки являются приборными артефактами и связаны с особенностями движения зонда вблизи резкой ступени со значительным перепадом высоты.

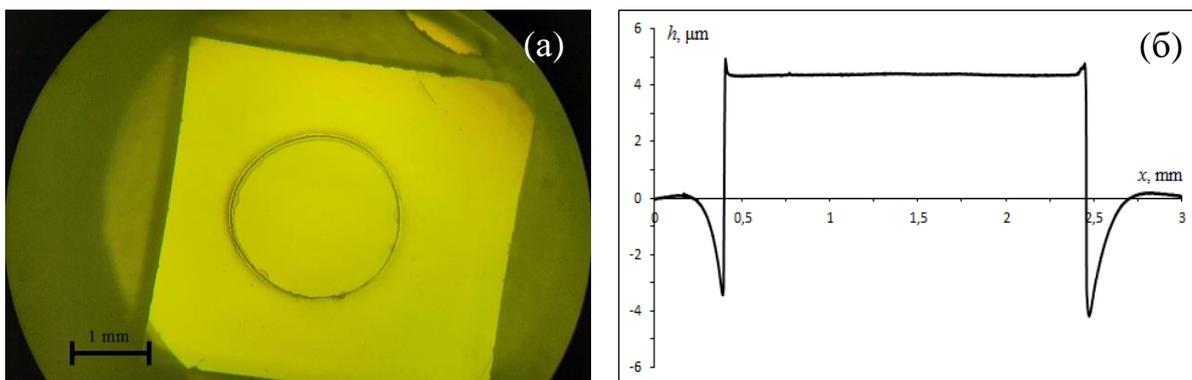


Рис. 4.8 – Образец с 3D-профилем круглой формы (пленка $Y_3(LaFe)_5O_{12}$, $h = 2.4$ мкм): а) фото структуры с круглым профилем; б) профиль сформированной поверхности.

Далее на поверхность вытравленного диска диаметром 2 мм накладывалась маска диаметром 1.5 мм и цикл ионного травления повторялся. В результате травления получался диск аналогичного диаметра. После каждого этапа травления были исследованы особенности ФМР в параллельной и перпендикулярной конфигурациях (спектрометр SPINSCAN X). Результаты исследования представлены на рис. 4.9. Видно, что после травления значительно снижаются шумы, при этом резонансные поля меняются не значительно. Так при перпендикулярном резонансе B_{res} меняется от 502.5 до 501.3 мТл, а при параллельном – от 253.4 до 253 мТл. Ширина линий ФМР ΔB , наоборот, существенно уменьшается. Так для нетравлённого образца плёнки (рис. 4.9а) ΔB в перпендикулярной конфигурации составляет 3.9 мТл, а в параллельной – 5.9 мТл, при вытравливании диска диаметром 2 мм (рис. 4.9б) ΔB в перпендикулярной конфигурации уменьшается до 1.6 мТл, а в параллельной – до 2 мТл. В случае диска диаметром 1.5 мм (рис. 4.9в) ширина линии ФМР уменьшается до 1.3 мТл и 0.7 мТл, соответственно.

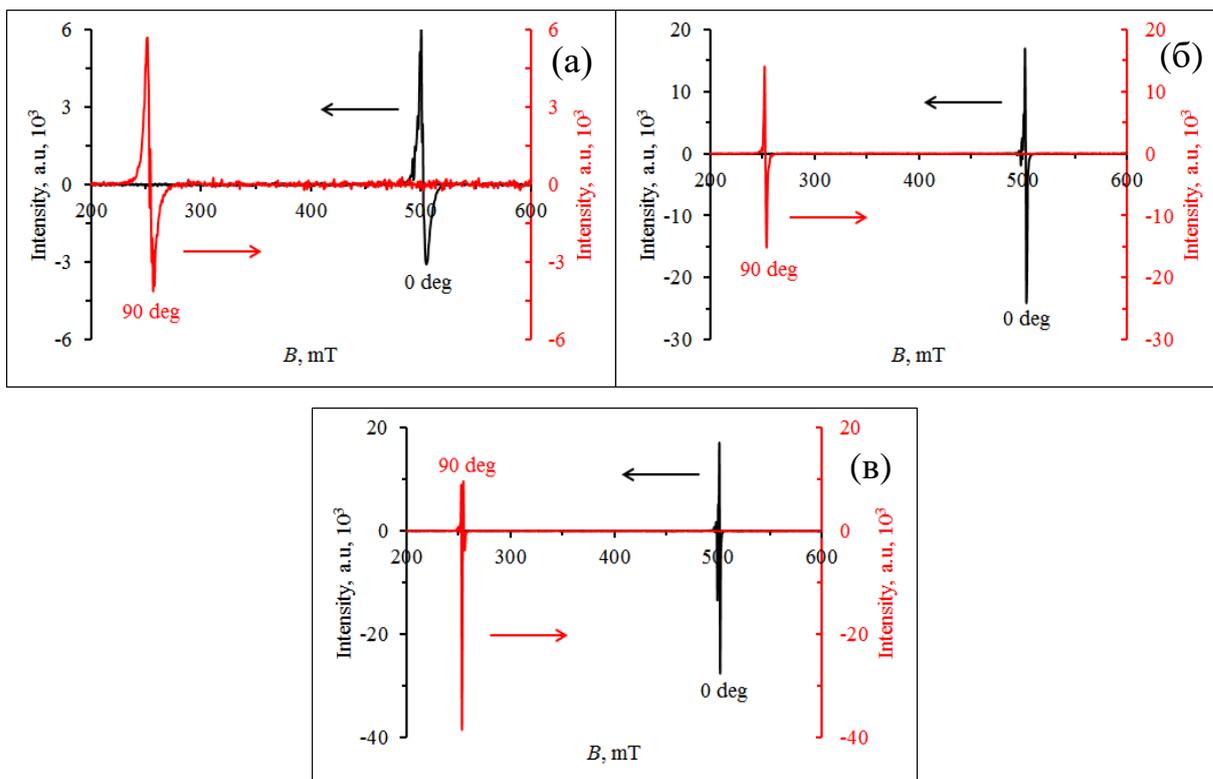


Рис. 4.9 – Резонансные кривые ФМР (плёнка $Y_3(LaFe)_5O_{12}$, $h = 2.4$ мкм) для перпендикулярного (0 град) и параллельного резонанса (90 град): до травления, квадрат 4×4 мм (а), после вытравливания круглого диска $d = 2$ мм (б) и $d = 1.5$ мм (в).

Таким образом, планарная форма и размер ЭПФГ оказывают существенное влияние на особенности возбуждения ФМР. Так изменение формы плёнки с квадрата на круг привело к уменьшению ширины резонансной линии более чем в 2.5 раза, а последующее уменьшение диаметра круга на 25 % уменьшило ΔB ещё в 1.5–2.5 раза. Таким образом в перпендикулярной конфигурации ширина линии ФМР суммарно уменьшилась в 3 раза, а в параллельной – более чем в 8 раз.

4.6 Оптические и магнитооптические спектры

Ферриты-гранаты имеют окна прозрачности в ИК-диапазоне, но в видимой части спектра из-за большого числа полос поглощения от атомных переходов эта прозрачность очень сильно уменьшается [18].

Работа современных магнитооптических устройств для обработки и хранения информации основана на пленках феррит-гранатов. В данных материалах присутствуют значительные магнитооптические эффекты, а также они обладают возможностью в широких пределах изменять характеристики светового пучка под влиянием электромагнитных полей.

Результаты исследования оптических и магнитооптических характеристик напылённой плёнки ($\text{Bi}_{2.8}\text{Y}_{0.2}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$, $h = 72$ нм) при послойном ионном травлении показаны на рис. 4.10. В частности, на рис. 4.10а показаны спектры оптического пропускания. Видно, что при постепенном стравливании материала плёнки пропускание плёнки постепенно увеличивается. Незначительное усиление пропускания на нетравлённом образце в районе 550–600 нм связано с «просветляющей» интерференцией на плёнке толщиной $\lambda/4$.

Магнитооптический эффект Фарадея на рис. 4.10б имеет спектр характерный для висмут-замещённых плёнок феррит-граната. Интегральная величина фарадеевского вращения также уменьшается пропорционально толщине плёнки.

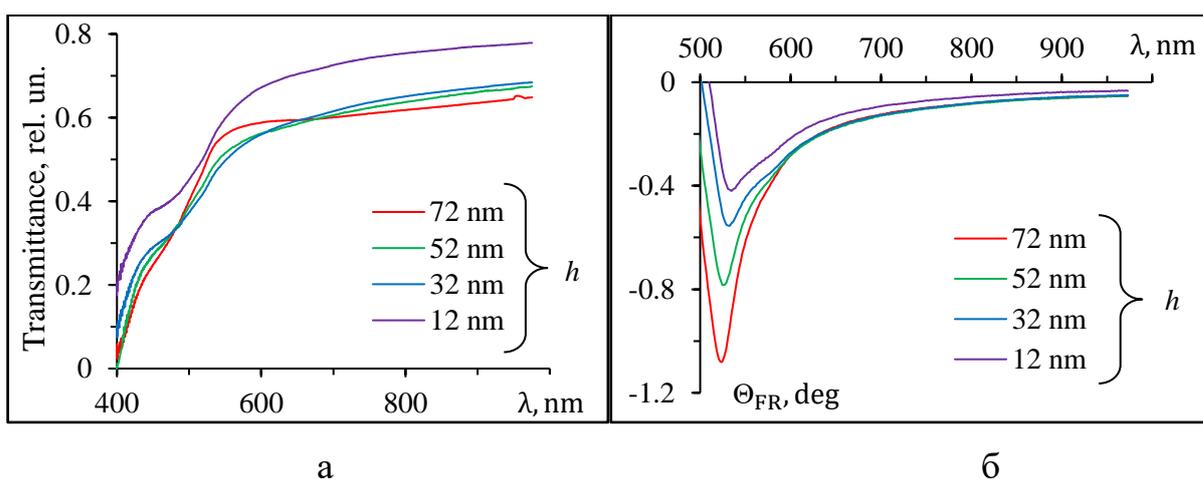


Рис. 4.10 – Оптические (а) и магнитооптические (б) характеристики напыленной пленки при послойном ионном стравливании (остаточная толщина указана в легенде).

Следует отметить, что ионное травление не разрушает гранатовую структуру плёнки вплоть до толщины десятки нанометров (эффект Фарадея сохраняется).

На рис. 4.11 показаны результаты исследования оптических и магнитооптических свойств плёнки ЭПФГ $((\text{BiY})_3(\text{AlGaFe})_5\text{O}_{12}, h = 2 \text{ мкм})$ в различных участках профиля травления (см. рис. 2.5). В частности, на рис. 4.11а показаны спектры оптического пропускания образца на участках с координатами, соответствующими рис. 2.5 (координаты в миллиметрах указаны в легенде). Видно, что на «толстых» участках (координаты 0–4 мм) в спектрах присутствуют периодические осцилляции, связанные с интерференцией в слое ЭПФГ. На «тонких» участках профиля (координаты 5–8 мм) период интерференции возрастает и постепенно исчезает с уменьшением толщины плёнки, пропускание при этом увеличивается.

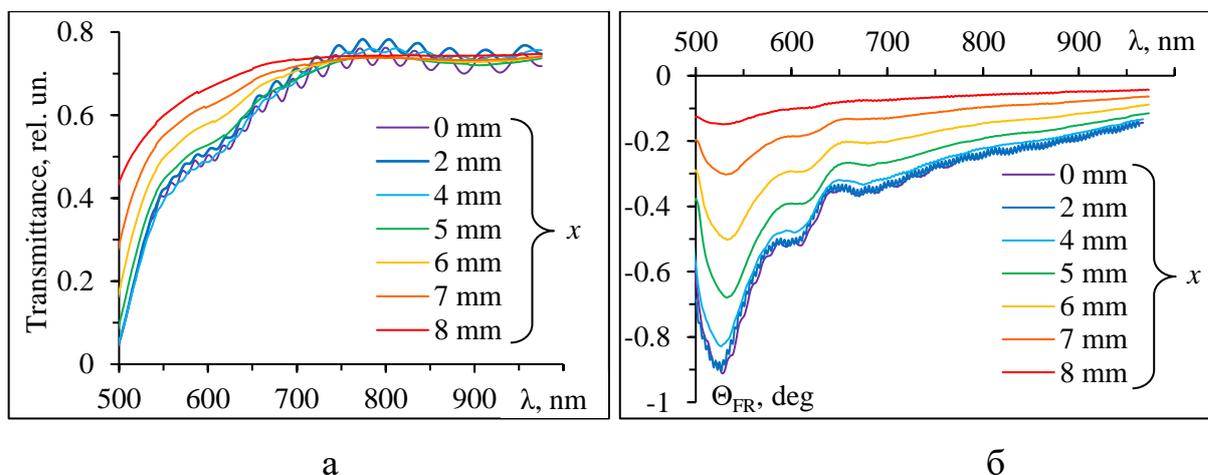


Рис. 4.11 – Оптические (а) и магнитооптические (б) характеристики ЭПФГ на разных участках профиля травления (координаты участка в миллиметрах указаны в легенде, соответствуют рис. 2.5б)

Аналогично магнитооптический эффект Фарадея (рис. 4.11б) в «толстой» части профиля имеет спектральные осцилляции, связанные с интерференцией, которые исчезают по мере уменьшения толщины плёнки,

при этом величина эффекта Фарадея также существенно снижается в 4–6 раз (для различных λ).

4.7 Краткие выводы по разделу

Таким образом исследовано влияние ионного травления поли- и монокристаллических плёнок катион-замещённых феррит-гранатов на их структурные, магнитные, оптические и магнитооптические свойства. Показано, что ионное травление поверхности монокристаллического гадолиний-галлиевого граната (подложка) приводит к уменьшению шероховатости более чем в 6 раз вплоть до 0.4 нм, что составляет меньше параметра решётки граната. При ионном травлении монокристаллической эпитаксиальной плёнки висмут-замещённого феррит-граната морфология поверхности сохраняется на всех участках профиля травления и практически не зависит от глубины и скорости травления. Изменение структурных параметров напылённой пленки висмут-замещённого феррит-граната при послойном ионном травлении имеет сложную зависимость, что связано с её поликристаллической структурой. Однако в среднем шероховатость поверхности уменьшается, повышая однородность поверхностной морфологии, при этом общий рельеф плёнки после полного её удаления способствует наследованию рельефа на подложке.

Исследование доменной структуры эпитаксиальной плёнки висмут-замещённого феррит-граната при послойном ионном травлении показало, что с уменьшением толщины плёнки период лабиринтной доменной структуры монотонно уменьшается в соответствии с теорией, однако при определённых значениях толщины лабиринтная доменная структура пропадает и наблюдаются гигантские области однородной намагниченности (магнитные домены) неправильной «амёбоподобной» формы. Данное изменение типа доменной структуры обусловлено резким возрастанием величины магнитной анизотропии типа «лёгкая ось» за счёт уменьшения намагниченности насыщения M_S вблизи точки компенсации

магнитных подрешёток. Анализ ФМР показал наличие сигналов от трёх различных слоёв, состояние которых меняется относительно точки компенсации, а границы слоёв соответствуют переходу через точку компенсации. Анализ магнитооптических петель гистерезиса при послойном травлении ЭПФГ также подтвердил наличие слоёв с разным состоянием относительно точки компенсации. Это выражается в сильном искажении МО петли, форма которой чётко представляет собой результат суперпозиции «прямой» (положительной) прямоугольной петли и «обратной» (отрицательной) петли с большим полем насыщения, при этом переход из одного слоя в другой сопровождался переворачиванием петли (эффект Фарадея менял знак). Показано, что положение границ слоёв можно изменять за счёт изменения температуры образца, что свидетельствует о градиентном распределении температуры компенсации вдоль поперечного профиля плёнки.

Анализ влияния планарных размеров и формы ЭПФГ на особенности ФМР показал, что изменение формы плёнки с квадрата на круг привело к уменьшению ширины резонансной линии более чем в 2.5 раза, а уменьшение диаметра круга на 25 % уменьшило ширину линии в 1.5–2.5 раза.

Исследование оптических и магнитооптических характеристик показало, что в монокристаллических (эпитаксиальных) и поликристаллических (напылённых) плёнках феррит-гранатов ионное травление не ухудшает оптическое пропускание и не разрушает гранатовую структуру вплоть до толщины десятки нанометров (эффект Фарадея сохраняется).

ВЫВОДЫ

В отчёте о выполнении НИР приведены результаты разработки методик и режимов неоднородного ионного травления эпитаксиальных пленок ферритов гранатов для формирования заданного 3D-профиля применительно к сверхчувствительным датчикам магнитного поля, а также результаты исследования влияния ионного травления поли- и монокристаллических плёнок катион-замещённых феррит-гранатов на их структурные, магнитные, оптические, магнитооптические и резонансные свойства.

В ходе выполнения НИР были получены следующие результаты:

1. Экспериментально реализована технология формирования гладкого 3D-профиля края редкоземельных пленок феррит-гранатов с помощью ионного травления через маску в течение одного технологического цикла «маскирование–травление». Показано, что ширина гладкого 3D-профиля может контролируемо варьироваться в широком диапазоне от единиц микрометров до десятков миллиметров за счёт создания зазора между маской и поверхностью обрабатываемого изделия, в этом случае заданный гладкий 3D-профиль формируется за счет разной скорости травления в результате эффекта геометрической полутени.

2. Показано, что при использовании сферической (цилиндрической) маски 3D-профиль травления, благодаря краевым эффектам, в результате формирования неоднородного плазменного потока стремится к эллиптическому. При непосредственном расположении маски на поверхности обрабатываемого изделия из-за переосаждения распылённого материала плёнки образуется аморфный конденсат, для предотвращения появления которого и получения более качественного профиля травления необходимо создавать зазор между маской и обрабатываемой поверхностью.

3. Построена теоретическая модель неоднородного ионно-плазменного травления с использованием маски сферической (цилиндрической) формы. Данная модель позволяет анализировать и прогнозировать особенности морфологии поверхности и формы 3D-профиля травления.

4. Построена пространственная модель для исследования и прогнозирования свойств тонкоплёночных феррит-гранатовых микроструктур с заданным 3D-профилем. Данная модель позволяет исследовать пространственное распределение намагниченности внутри исследуемой структуры, её интегральное и удельное значение, а также определять поля насыщения и фактор деполяризации.

5. Экспериментально показано, что ионное травление поверхности монокристаллического гадолиний-галлиевого граната (подложка) приводит к уменьшению шероховатости более чем в 6 раз.

6. Ионное травление монокристаллических эпитаксиальных плёнок висмут-замещённых феррит-гранатов не изменяет морфологию поверхности на всех участках профиля травления. Изменения структурных параметров напылённых пленок висмут-замещённых феррит-гранатов при послойном ионном травлении имеют сложную зависимость, что связано с их поликристаллической структурой.

7. Исследование доменной структуры эпитаксиальной плёнки висмут-замещённого феррит-граната при послойном ионном травлении показало, что с уменьшением толщины плёнки период лабиринтной доменной структуры монотонно уменьшается в соответствии с теорией.

8. Выявлено, что при определённых значениях толщины лабиринтная доменная структура плёнок ЭПФГ пропадает и наблюдаются гигантские области однородной намагниченности (магнитные домены) неправильной «амёбоподобной» формы. Данное изменение типа доменной структуры обусловлено резким возрастанием величины магнитной

анизотропии типа «лёгкая ось» за счёт уменьшения намагниченности насыщения M_S вблизи точки компенсации магнитных подрешёток.

9. Методами ФМР и магнитоляриметрии обнаружено наличие трёх слоёв с разным состоянием относительно точки компенсации, при этом границы слоёв соответствуют переходу через точку компенсации. Показано, что положение границ слоёв можно изменять за счёт изменения температуры образца, что свидетельствует о градиентном распределении температуры компенсации вдоль поперечного профиля плёнки.

10. Анализ влияния планарных размеров и формы ЭПФГ на особенности ФМР показал, что изменение формы плёнки с квадрата на круг приводит к уменьшению ширины резонансной линии более чем в 2.5 раза, а уменьшение диаметра круга на 25 % уменьшает ширину линии ФМР в 1.5–2.5 раза.

11. Исследование оптических и магнитооптических характеристик показало, что в монокристаллических (эпитаксиальных) и поликристаллических (напылённых) плёнках феррит-гранатов ионное травление не ухудшает оптическое пропускание и не разрушает гранатовую структуру вплоть до толщины десятки нанометров (магнитооптический эффект Фарадея сохраняется).

Таким образом, все заявленные в НИР цели, задачи и показатели были выполнены, ожидаемые результаты достигнуты в полном объёме. Полученные в результате выполнения НИР результаты и лабораторные образцы магнитных микроструктур на основе тонких плёнок катион-замещённых феррит-гранатов могут быть использованы при проектировании сверхчувствительных магнитных сенсоров, для создания элементов магнетонных кубитов на Бозе–Эйнштейновской конденсации, магнетонов и магнитных квантовых точек, при создании элементов и структур для нелинейной оптики, магноники, фотоники и т.д.

ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ НИР

Опубликованные материалы:

1. Syrov A.A., Tomilin S.V., Berzhansky V.N. The model of plasma etching using a spherical mask // International Conference “Functional Materials” ICFM-2023, October 2 – 6, 2023 Russia, Crimea, Foros – Book of abstracts, P. 129.
2. Syrov A.A., Kudryashov A.L., Titov A.V., Berzhansky V.N., Tomilin S.V. VO₂ Films for Photonics Applications // International Conference “Functional Materials” ICFM-2023, October 2 – 6, 2023 Russia, Crimea, Foros – Book of abstracts, P. 90.
3. Tomilin S.V., Syrov A.A., Lyashko S.D., Berzhansky V.N. The influence of ion treatment on the properties of rare earth iron-garnet films // Ion-Surface Interactions ISI–2023 [Book of abstracts], August 21 – 25, 2023 Russia, Yaroslavl, P. 108 – 110.
4. Сыров А.А. Роль философии в деятельности физика-экспериментатора // VI научная конференция “Практическая философия: состояние и перспективы”, 2023 Россия, Симферополь, С. 240–244.
5. Пат. № 2805030 Россия, МПК H01L 21/3065 (2006.01), H01L 21/308 (2006.01). Способ градиентного ионно-плазменного травления через маску. Томилин С. В., Бержанский В. Н., Томилина О. А., Кудряшов А. Л., Сыров А. А., заявитель и патентообладатель ФГАОУ ВО «КФУ им. В.И. Вернадского». – № 2023113569; заявл. 24.05.2023; опубл. 10.10.2023 Бюл. № 28.

Находятся на стадии публикации:

1. С.В. Томилин, А.А. Сыров, Т.В. Михайлова, С.Д. Ляшко, А.Н. Шапошников, А.Г. Шумилов, Е.Ю. Семук, А.А. Федоренко, В.Н. Бержанский, О.А. Томилина. Структурные, оптические и магнитные

свойства плёнок феррит-гранатов после ионного травления // «Поверхность» 2023 (в печати).

2. А.А. Сыров, С.Д. Ляшко, А.Л. Кудряшов, В.Н. Бержанский, С.В. Томилин. Влияние фазового перехода в тонких плёнках VO_2 на электрофизические и оптические свойства // Физика металлов и металловедение 2023 (в печати).

СПИСОК ЦИТИРОВАНИЙ

- [1] Отображение неоднородных магнитных полей пленками феррит-гранатов. В.Г. Вишнеvский, Р.М. Михерский, С.В. Дубинко. Журнал технической физики, 2002, Т. 72, вып. 2.
- [2] N. Lugovskoy, V. Berzhansky, D. Glechik, A. Prokopov. Epitaxial films of garnet ferrite with anisotropy «easy plane» for magneto-optical eddy current flaw detection. Journal of Physics: Conf. Series 1124 (2018) 051063.
- [3] П.М. Ветошко, Н.А. Гусев, Д.А. Чепурнова, Е.В. Самойлова, И.И. Сыворотка, И.М. Сыворотка, А.К. Звездин, А.А. Коротаева, В.И. Белотелов. Магнитомодуляционный сенсор магнитного поля на базе пленок феррита-граната для магнитокардиографических исследований. Письма в ЖТФ, 2016, Т. 42, Вып. 16. С. 64–71.
- [4] Малоземов А., Слонзуски Дж. Доменные стенки в материалах с цилиндрическими магнитными доменами. Пер.с английского. М. Мир. 1982 г. – 384 с.
- [5] П.М. Ветошко, Н.А. Гусев, Д.А. Чепурнова, Е.В. Самойлова, А.К. Звездин, А.А. Коротаева, В.И. Белотелов. Регистрация магнитокардиограмм крыс с помощью сенсора магнитного поля на основе феррит-гранатовых плёнок. Медицинская техника. № 4 (298), 2016. С. 15–18.
- [6] Ю.М. Буньков, А.В. Клочков, Т.Р. Сафин, К.Р. Сафиуллин, М.С. Тагиров, «Нерезонансное возбуждение Бозе-Эйнштейновского конденсата магнонов в $MnCO_3$ », Письма в ЖЭТФ, 2019, Т.109. Вып. 1. С. 43–47.
- [7] А.Н. Кузмичев, П.М. Ветошко, Г.А. Князев, В.И. Белотелов, Ю.М. Буньков, «Особенности взаимодействия магнонного Бозе конденсата с акустическими модами в пленках железо-иттриевого граната». Письма в ЖЭТФ, Т. 112. Вып. 11, 2020, С. 749–753.

[8] Ю.М. Буньков, «Спиновая сверхтекучесть и бозе-эйнштейновская конденсация магнонов», Успехи физических наук, Т. 180. Вып. 8, 2010, С. 884–889.

[9] П.М. Ветошко, А.К. Звездин, В.А. Скиданов, И.И. Сыворотка, И.М. Сыворотка, В.И. Белотелов. Влияние профиля дискового магнитного элемента на поле насыщения и шум магнитомодуляционного сенсора магнитного поля. Письма в ЖТФ, 2015, Т. 41, Вып. 9. С. 103–110.

[10] Старшинов И.Н., Мельничук И.А., Богомолов А.Г. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2013. № 6. С. 80.

[11] Syrov A.A., Tomilin S.V., Semuk E.Yu., Berzhansky V.N. Modification of iron-garnet films properties by the method of ionic etching // International Conference “Functional Materials” ICFM-2021, October 4 – 8, 2021 Russia, Crimea, Alushta – Book of abstracts, P. 209.

[12] О.А. Томилина, В.Н. Бержанский, С.В. Томилин, А.А. Сыров. Формирование гладкого профиля края эпитаксиальных плёнок феррит-гранатов методом ионного травления // XXV Международная конференция Взаимодействие ионов с поверхностью «ВИП-2021», 23 – 27 августа 2021 г., Москва, Россия. – Труды XXV Международной конференции, Т. 1, С. 148–150.

[13] Syrov A.A., Tomilin S.V., Berzhansky V.N. The model of plasma etching using a spherical mask // International Conference “Functional Materials” ICFM-2023, October 2 – 6, 2023 Russia, Crimea, Foros – Book of abstracts, P. 129.

[14] О.А. Томилина, А.А. Сыров, С.В. Томилин, В.Н. Бержанский. Формирование микроструктур с заданным 3D-профилем на основе эпитаксиальных пленок редкоземельных феррит-гранатов методом ионного травления. «Поверхность». 2022, №10. С. 29–33.

[15] Ветошко П.М. Перемагничивание однородным вращением феррит-гранатовых пленок в чувствительных элементах магнитных

сенсоров // Диссертация на соиск. уч. степ. канд. физ.-мат. наук, специальность 01.04.11 – Физика магнитных явлений, М. – 2017. – 134 с.

[16] С.В. Томилин, А.А. Федоренко, В.Н. Бержанский, О.А. Томилина. Влияние ионно-стимулированной диффузии на профиль распределения элементов на интерфейсе “пленка–подложка”. Известия РАН. Серия физическая, 2022, том 86, № 5, С. 655–661.

[17] А.А. Федоренко, В.Н. Бержанский, А.В. Каравайников, А.Н. Шапошников, А.Р. Прокопов. Профильный анализ пленок ферритов-гранатов методом оптической эмиссионной спектроскопии тлеющего разряда. Журнал технической физики, 2021, том 91, Вып. 2, С. 352–357.

[18] Е.А. Мамонов, В.Б. Новиков, А.И. Майдыковский, М.П. Темиряева, А.Г. Темиряев, А.А. Федорова, М.В. Логунов, С.А. Никитов, Т.В. Мурзина. Магнитно-силовая и нелинейно-оптическая микроскопия приповерхностной доменной структуры эпитаксиальной пленки феррита-граната. ЖЭТФ, 2023, Т. 163, Вып. 1, С. 41–49.

[19] Томилин С.В., Бержанский В.Н., Яновский А.С., Томилина О.А. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2016. № 8. С. 96.

[20] Khramova A.E., Ignatyeva D.O., Kozhaev M.A., Dagesyan S.A., Berzhansky V.N., Shaposhnikov A.N., Tomilin S.V., Belotelov V.I. // Opt. Express. 2019. V. 27. № 23. P. 33170.