

УДК 546.72:669

## ОКИСЛЕНИЕ И ИЗУЧЕНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА ТОНКОПЛЕНОЧНЫХ ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ Ni-Fe

© 2003 г. Е.Н. Ветрова, Э.А. Долгополова

*Воронежский государственный университет*

В работе описана методика получения тонких пленок твердых растворов Ni-Fe при малом содержании железа с последующим окислением их в атмосфере кислорода. Показан фазовый состав окисленных пленок.

### ВВЕДЕНИЕ

Тонкие пленки широко используются в микроэлектронике, электронносчетной и криогенной технике, оптике и оптоэлектронике, в космической и атомной промышленности и других технических отраслях. Многие практические приложения пленок основаны на специфике их свойств, существенно отличающиеся от характеристик тех же материалов в массивном состоянии. Это создает возможности существенно улучшить физико-технические параметры материалов и приборов. Однако особенности фазовых и структурных состояний вещества в тонких пленках создают большие технологические и эксплуатационные трудности, связанные, в частности, с недостаточной их воспроизводимостью, с возможной нестабильностью свойств во времени и т. д. [1]. Таким образом, возникает необходимость изучения фазового и структурного состояния вещества в тонкопленочном состоянии.

В данной работе будет предпринята попытка хотя бы частично решить этот вопрос на примере тонкой пленки Ni-Fe вблизи чистого компонента (никеля).

### МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

Необходимые для исследования железо-никелевые пленки получали методом магнетронного напыления в атмосфере аргона на модернизированной установке УВН-2М [2]. Использование этого способа напыления пленок позволило получить образцы, характеризующиеся высокой степенью однородности, что было доказано измерением оптических параметров  $\Psi$  и  $\Delta$  по всей поверхности пластины, за исключением 1 см от края, который не используется в дальнейшем эксперименте. В результате, отклонение от центра к периферии по  $\Psi$  не превышало  $1^\circ$ , а по  $\Delta$  –  $5^\circ$ . Эллипсометрические измерения проводили на лазерном эллипсомере ЛЭФ-3М-1 [3]. В качестве подложки использовали пластины монокристаллического кремния марки ЭКЭФ-20(100)

(диаметр 76 мм, 14 класс обработки) со слоем “естественного” оксида, толщиной 2-5 нм. На эти пластины первоначально напыляли подслои титана толщиной порядка 100 нм, а затем из составной мишени напыляли слой заданного состава Ni-Fe, толщиной 800-1000 нм. Подслои титана существенно улучшил адгезию металлов к подложке. Напыление осуществляли при следующих технологических режимах: давление аргона в рабочей камере  $P=0,2$  Па, ток анода  $I=0,5$  А, напряжение  $U=470$  В, время напыления  $t=20$  мин. Количественный состав каждого металла в пленке определяли с помощью сканирующего рентгеновского анализатора JXA-840.

Поскольку изначально предполагалось проводить исследование при малом содержании одного из компонентов, то содержание железа не должно превышать 8 ат.%, чтобы не выйти из области существования твердого раствора никеля [4,5].

В дальнейшем образцы каждого состава подвергли термическому окислению (температурный интервал 523-773 К, через  $50^\circ$ ) в печи резистивного нагрева в атмосфере кислорода, который постоянно подавался в рабочую камеру со скоростью 40 л/час. Время окисления составило 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60, 90 мин, при этом использовали технику доокисления, что позволяет существенно сэкономить рабочие образцы и время, затрачиваемое на окисление (так, скажем, экспериментальный образец после окисления в течение 5 мин подвергается эллипсометрическому измерению и он же дальше опять окисляется до 10 мин).

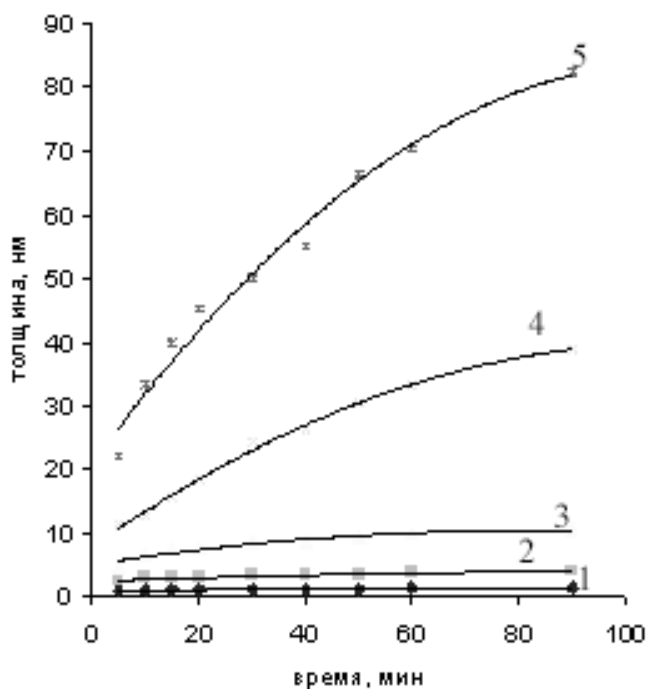
После окисления измеряли оптические параметры пленок и далее находили их толщину с помощью компьютерной математической программы, работающей в среде MATLAB 5 [6].

Фазовый состав пленок определили с помощью рентгеновской дифрактометрии на приборе ДРОН-4-07 с медным анодом ( $\lambda=0,154178$ ).

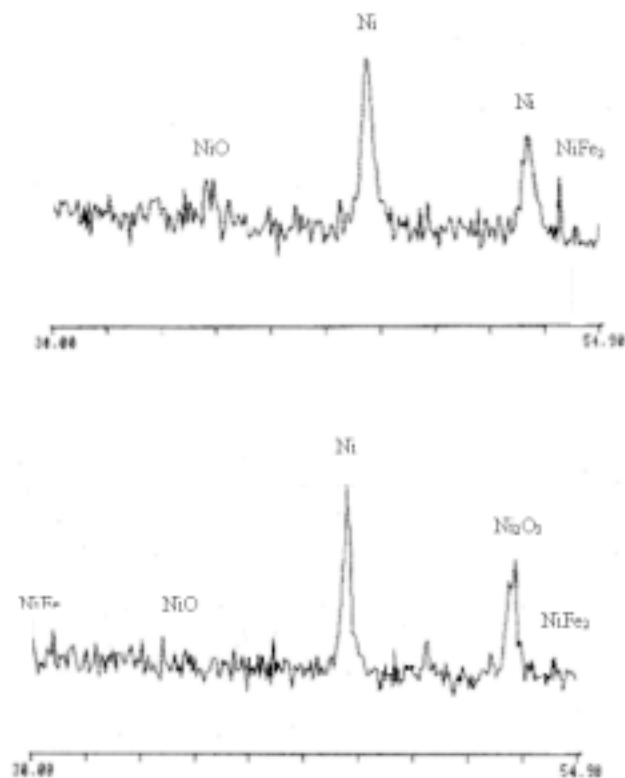
## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

По результатам эллипсометрических исследований были определены толщины оксидных слоев в зависимости от времени и температуры проведения процесса окисления. По этим данным были построены соответствующие кинетические кривые. В качестве примера на рис.1 представлена кинетическая кривая оксидирования тонкой пленки Ni-Fe следующего состава: Ni-98.713 ат.%, Fe-1.287 ат.%. Из этих зависимостей видно, что толщина оксидной пленки сильно зависит от температуры, она особенно резко возрастает при переходе от 623 к 673К.

Результаты рентгенофазового анализа представлены на рис.2. При температуре 523К окисленная пленка содержит только оксиды никеля состава NiO и Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, которые также будут присутствовать практически во всех образцах и при других температурах. Ранее в работах по окислению тонкопленочного никеля не сообщалось об окислении его до Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [7]. Для массивных образцов его получали только при высоком давлении [4,6]. При других температурах (для образцов с содержанием железа 0,455 ат.% и выше) присутствует оксид железа Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, что хорошо согласуется с литературными данными [8]. Начиная с 573К рентгенофазовый анализ показал наличие в образцах совместных соединений железа и никеля: NiFe и NiFe<sub>2</sub>.



**Рис.1.** Кинетические кривые оксидирования пленки Ni-98.713 ат.% Fe-1.287 ат.% при следующих температурах: 1-523К, 2-573К, 3-623К, 4-673К, 5-723К



**Рис.2.** Дифрактограммы образцов, полученных окислением тонкой пленки Ni-Fe состава: Ni-98,426 ат.% Fe-1,574 ат.% при следующих температурах: а) 573К; б) 623К

## ВЫВОДЫ

1. Разработана методика получения тонких пленок Ni-Fe магнетронным способом напыления на поверхности монокристаллического кремния.

2. Изучена кинетика окисления полученных пленок в атмосфере кислорода и исследована структура окисленных пленок. Показано, что пленки после окисления могут содержать оксиды никеля состава NiO и Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, оксид железа Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, а также совместные соединения железа с никелем состава NiFe<sub>2</sub> и NiFe.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Палатник Л.С., Фукс М.Я., Косевич В.М. Механизм образования и субструктура конденсированных пленок. М.: Наука. 1972. 320с.
2. Данилин Б.С., Сырчин В.К. Магнетронные распылительные системы. М.: Радио и связь. 1982. 72с.
3. Пценицын В.И., Абаев М.И., Лызлов Н.Ю. Эллипсометрия в физико-химических исследованиях. М.: Химия. 1986. 152с.
4. Барабаш О.М., Коваль Ю.Н. Структура и свойства металлов и сплавов. Справочник. Киев: Наукова Думка. 1986. 450с.
5. Кубашевский О. Диаграммы состояния двойных систем на основе железа. Справочник. М.: Металлургия. 1985. 184с.

6. Назаренко И.Н., Дорофеев Д.Л. Решение обратной задачи эллипсометрии для слоя с изменяющимся по толщине комплексным показателем преломления // Вестник ВГУ. Сер. Химия-Биология. 2001. С. 164-169.

7. Ховив В.Н., Гончаров Е.Г., Монакова Н.К. Особенности оксидирования тонкопленочного никеля в структуре Ni/SiO<sub>2</sub>/Si // Конденсированные среды и межфазные границы, т.1. №4. 1999.с.321-323.

8. Кубаишевский О., Гопкинс Б. Окисление металлов и сплавов. Изд-во "Металлургия". Москва 1965. 428с.