

УДК 548.1:533.9

## СТРУКТУРА НАНОМЕТРИЧЕСКИХ ПЛЕНОК ЖЕЛЕЗО-ИТТРИЕВОГО ГРАНАТА

**В.Г. Кириченко, О.В. Коваленко, Ю.Г. Машкаров**

*Харьковский национальный университет им. В.Н. Каразина, Институт высоких технологий  
 61108, г. Харьков, пр. Курчатова, 31  
 E-mail: kirichenko@phh.univer.kharkov.ua*

Поступила в редакцию 20 июля 2009 г.

Представлены результаты исследования процессов формирования пленок железо-иттриевого граната (ЖИГ) методами ионно-лучевого распыления на подложках галлий - гадолиниевого граната. В результате ионно-лучевого осаждения по данным мессбауэровской спектроскопии конверсионных электронов на поверхности подложек образуются аморфные парамагнитные пленки. Послойный анализ пленок по данным спектрометрии резерфордовского обратного рассеяния приводит к выводу о переменном элементном составе пленок ЖИГ. Фазовый состав неоднороден по толщине пленок. Наблюдается некоторое уменьшение содержания железа по мере сгущивания поверхностных слоев пленок. Кроме того, на поверхность пленок ЖИГ при формировании диффундирует гадолиний из подложки.

**КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА:** тонкие пленки, железо-иттриевый гранат, мессбауэровская спектроскопия конверсионных электронов, спектрометрия резерфордовского обратного рассеяния, элементный и фазовый состав.

### THE STRUCTURE OF NANOMETRIC YTTRIUM - IRON GARNET FILMS

**V.G. Kirichenko, O.V. Kovalenko, Yu.G. Mashkarov**  
*Kharkov National University, High Technology Institute  
 31 Kurchatov St., Kharkov, 61108, Ukraine*

The results of research of processes of forming of films of yttrium - iron garnet (YIG) by the methods of ion-beam dispersion on of gadolinium- gallium garnet are presented. As a result of an ion-beam besieging from Mossbauer spectroscopy of conversion electrons data the amorphous paramagnetic films were formed. The layer analysis of films by Rutherford back scattering spectrometry result in a conclusion about variable element composition of YIG films. Phase composition is inhomogeneous by the thickness of tapes. There is some diminishing of maintenance of iron as far as setting on to fight of superficial layers of tapes. In addition, on the surface of YIG films gadolinium is diffused.

**KEY WORDS:** thin films, iron-yttrium garnet, conversion electron Mossbauer spectroscopy, spectrometry of Rutherford backscattering, element and phase composition.

### СТРУКТУРА НАНОМЕТРІЧНИХ ПЛІВОК ЗАЛІЗО-ІТТРІЄВОГО ГРАНАТУ

**В.Г. Кіріченко, О.В. Коваленко, Ю.Г. Машкаров**  
*Харківський національний університет ім. В.Н. Каразіна, Інститут високих технологій,  
 61108, м. Харків, пр. Курчатова, 31*

Представлені результати дослідження процесів формування плівок залізо - іттрієвого граната (ЗІГ) методами іонно-променевого розпилення на підкладках галлій-гадолінієвого граната. В результаті іонно-променевого осадження за даними мессбауєрівської спектроскопії конверсійних електронів на поверхні підкладок утворюються аморфні парамагнітні плівки. Пошаровий аналіз плівок за даними спектрометрії резерфордовського зворотного розсіяння приводить до виводу про змінний елементний склад плівок ЗІГ. Фазовий склад неоднорідний по товщині плівок. Спостерігається деяке зменшення вмісту заліза у міру підбурювання поверхневих шарів плівок. Крім того, на поверхню плівок ЗІГ при формуванні дифундує гадоліній з підкладки.

**КЛЮЧОВІ СЛОВА:** тонкі плівки, залізо-іттрієвий гранат, мессбауєрівська спектроскопія конверсійних електронів, спектрометрія резерфордовського зворотного розсіяння, елементний і фазовий склад.

В качестве материалов в устройствах на цилиндрических магнитных доменах используются монокристаллические ферриты – гранаты (ФГ)[1-3]. Для создания устройств с высокой плотностью записи в настоящее время используют ионно-имплантированные пленки ФГ на подложках из галлий-гадолиниевого граната (ГГГ). Ферриты-гранаты  $Y_3Fe_5O_{12}$  [ $Y_3Fe_2(FeO_4)_3$ ],  $a = 12,376\text{\AA}$  и гранаты  $Gd_3Ga_5O_{12}$  [ $GdGa_2(GaO_4)_3$ ]  $a = 12,382\text{\AA}$  имеют пространственную группу  $Ia3d$ . Структура феррит-гранатов – каркасная, построена из тетраэдров  $FeO_4$  и октаэдров  $FeO_6$ , в полостях которых расположены полиэдры  $YO_8$ . Степень совершенства пленок на ГГГ определяется способом получения пленок, чистотой исходных материалов и степенью кристаллического совершенства монокристаллических пластин ГГГ [4]. Метод ионно-лучевой технологии широко применяется для получения тонких пленок железо-иттриевых гранатов (ЖИГ)[5]. Формирование пленок при участии частиц с высокими энергиями (на три-четыре порядка выше энергии частиц, участвующих в термических процессах осаждения) позволяет выращивать монокристаллические пленки ферритов с наноразмерными структурами, малыми переходными слоями, расширенными границами катионных замещений составов гранатов, расширенными границами несоответствия параметров решеток подложки и пленки. Но после синтеза пленки ЖИГ могут оказаться в аморфном состоянии. При этом неизбежны диффузионные процессы, как в аморфной пленке, так и в аморфном

слой подложки, которые могут привести к увеличению толщины переходного слоя и к существенной неоднородности химического и фазового состава пленки. Поэтому требуется поиск оптимального режима отжига, стимулирующего кристаллизацию и формирование требуемого структурно-фазового и магнитного состояния материала пленки для последующего ее использования в изделиях микроэлектроники.

Одним из эффективных методов обработки эпитаксиальных феррит – гранатовых пленок является ионная имплантация (ИИ) [6], который является универсальным средством для преобразования структуры доменных границ цилиндрических магнитных доменов (ЦМД) и подавления жестких ЦМД. Эффективность ионной имплантации определяется величиной изменения энергии магнитной анизотропии  $\Delta K_i$  в слое феррит-гранатовой пленки [7] за счет возникновения значительной концентрации радиационных повреждений, вызывающих действие сжимающих напряжений. Ответственным за изменение энергии анизотропии при ИИ является механизм магнитострикции, инициируемый действием сжимающих напряжений. Сложная взаимосвязь между изменением магнитной анизотропии и структурой ИИ слоя раскрыта еще далеко не полностью. В работе [8] экспериментально установлена корреляция между изменением структуры и магнитных свойств поверхностного слоя феррит – гранатовой пленки  $(EuSmLuCa)_3(FeGe)_5O_{12}$ , подвергнутой воздействию ИИ. Методами рентгеновской двухкристалльной дифрактометрии и мессбаузеровской спектроскопии конверсионных электронов (МСКЭ) показано, что при энергии ионов  $Ne$  с энергией  $E = 350$  кэВ, оптимальной является доза  $D = 6 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$ . Однако созданный при этом ионно-импланттированный слой обладает недостаточной стабильностью введенных при имплантации повреждений и приобретенных магнитных свойств. При отжиге возможно разрушение анизотропии типа «легкая плоскость» в этом слое, сопровождающееся потерей эффективности действия слоя.

В целом для получения пленок ЖИГ с необходимыми эксплуатационными свойствами необходим поиск эффективного сочетания технологических приемов осаждения пленок и получение сведений об элементном составе, структурно-фазовом и магнитном состояниях на различных стадиях формирования магнитной структуры. Целью данной работы являлось исследование с применением ядерно-физических методов анализа и контроля структурно – фазового состояния, элементного и фазового состава тонкопленочных структур, в частности, нанометрических пленок железо – иттриевых гранатов после их синтеза методом ионно-лучевого осаждения, последующего термического отжига и ионной имплантации .

### МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ

Пленки ЖИГ наносили методом ионно-лучевого распыления (ИЛР) мишени, обогащенной до 25% изотопом  $^{57}\text{Fe}$ , на подложки ГГГ ориентации (111). Метод ИЛР осуществляли путем формирования пучка ионов аргона с плотностью тока до  $10 \text{ mA/cm}^2$  и энергией 1-3 кэВ в вакуумной камере и направления пучка на мишень распыляемого материала. Перед нанесением пленки ЖИГ на пластины ГГГ проводили ионно-термическая обработка (ИТО) подложек, заключающаяся в облучении подложки ионами кислорода. Использовали несколько режимов нанесения пленки (табл.1). Первый заключался в нанесении пленки на подложку сразу после ИТО. При втором режиме после ИТО распыление проводилось в течение 30 мин на затвор и лишь после этого на подложку ГГГ. Третий режим отличался использованием для распыления мишени ионного источника с холодным катодом. В четвертом режиме напыления использовался ионный источник с холодным катодом, и распыление мишени проводилось в более высоком вакууме. Для сравнения проводили исследование тонких пленок ЖИГ, полученных методом жидкофазной эпитаксии.

Таблица 1. Режимы получения пленок ЖИГ

Режим нанесения пленок, № п/п	Ионный источник	Предварительная выдержка в камере	Ионно-термическая обработка подложки
1	Стандартный	-	$O^{2+}$ ; $E=0,3\text{ кэВ}$ ; $T=570\text{ К}$ ; 30 мин
2	Стандартный	30 мин	$O^{2+}$ ; $E=0,3 \text{ кэВ}$ ; $T=570\text{ К}$ ; 30 мин
3	Холодный катод	-	$O^{2+}$ ; $E=0,3 \text{ кэВ}$ ; $T=570\text{ К}$ ; 30 мин
4	Холодный катод; безмасляный вакуум	-	$O^{2+}$ ; $E=0,3 \text{ кэВ}$ ; $T=570\text{ К}$ ; 30 мин

Химический состав объема пластин ГГГ определялся с помощью нейтронно-активационного анализа с использованием нейтронного генератора НГ-150М. Структурное совершенство поверхностного слоя подложек ГГГ исследовали как с помощью двухкристалльного спектрометра по методу Берга-Баррета, так и рентгенографического анализа. В первом случае использовался спектрометр ДТС-1, во втором дифрактометр ДРОН-3М. Элементный анализ приповерхностных слоев пленок ЖИГ производили с использованием спектрометрии резерфордовского обратного рассеяния (СРОР). Использовали пучки протонов ( $E=1 \text{ МэВ}$ ) или  $\alpha$  - частиц ( $E=2,2 \text{ МэВ}$ ), ускоренных с помощью электростатического генератора Ван-дер-Граафа. Энергетическое разрешение спектрометра не хуже 20 КэВ. Глубина анализируемого слоя составляла до 3 мкм. Имплантация ионов  $H^+$  проводили с энергией  $E=1,5 \text{ МэВ}$  и флюенсом  $10^{17} \text{ см}^{-2}$ .

Фазовый состав поверхностных слоев тонких пленок ЖИГ определяли с помощью мессбауэровской спектроскопии на ядрах  $^{57}\text{Fe}$  в геометрии обратного рассеяния при регистрации электронов внутренней конверсии. Образец и источник  $\gamma$ - квантов  $^{57}\text{Co}$  в Сг находились при комнатной температуре. Для послойного анализа фазового состава пленок ЖИГ с помощью МСКЭ использовали детектор конверсионных электронов позволяющий регистрировать селективные по углу падения  $\gamma$ - квантов спектры МСКЭ в диапазоне углов падения 5-90°. Глубина анализируемого с помощью МСКЭ слоя составляла до 0,3 мкм.

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ОБСУЖДЕНИЕ

Как и в [4] подложки ГГГ обладали различным структурным совершенством и отличались значениями размеров блоков в случае низкого совершенства 5-10 мкм с разориентацией 2-3'. В случае более высокого структурного совершенства подложек ГГГ блоки не проявлялись. По данным нейтронно-активационного анализа отношения содержания галлия к кислороду и галлия к гадолинию в подложках различающегося структурного совершенства совпадают с точностью до ошибки эксперимента.

Распределение гадолиния в подложке ГГГ в исходном состоянии и после ионно-термической обработки приведено в табл.2. Ионно-термическая обработка и отжиг приводят к существенному понижению концентрации гадолиния по сравнению, как с исходным, так и стехиометрическим значением.

Таблица 2. Элементный состав подложек ГГГ.

Элемент	Стехиометрический состав, %	Ионно-термическая обработка, T=570K, t=0,5 ч
Gd	15	9±5
Ga	25	24±5
O	60	67±10

В таблице 3 приведены средние значения концентраций компонент ЖИГ по толщине пленки.

Табл. 3. Элементный состав приповерхностного слоя пленок ЖИГ, нанесенных на подложки ГГГ с использованием различных режимов.

№ п/п	Режимы получения и обработки	Состав, ат. %			
		Y	Fe	O	Gd
	Стехиометрический состав	15	25	60	
1.	Исходное состояние после напыления по режиму 1	16	23	61	
3.	Режим 1 +отжиг 1160K, 0,5ч	4	15	62	9
3.	Исходное состояние после напыления по технологии 2	8,3	8,3	83,4	
4.	Режим 2 + отжиг 1160K, 0,5 ч	27	27	46	
5.	3 +отжига 1160K, 0,5ч	40	20	36	4
6.	Режим 3 получения ЖИГ, облучение протонами Е=1,5 МэВ и флюенсом $10^{17}\text{cm}^{-2}$ , отжиг при 1160K, 0,5 ч	46	42	12	

Элементный состав пленок ЖИГ по данным СРОР неоднороден по толщине пленок (рис. 1- 6). Концентрация кислорода понижена в верхнем поверхностном слое, глубиной до 0,5 мкм (рис.1-3). Практически во всех случаях в верхних поверхностных слоях (до 0,2-0,4 мкм) понижена концентрация железа и иттрия. Концентрация компонент стабилизируется в диапазоне толщин пленок 0,5-2,0 мкм. На границе с подложкой концентрация кислорода, железа, иттрия уменьшается. Отметим, что при использовании затвора неоднородность по толщине пленки существенно уменьшается по сравнению с режимом 1. Кроме того, на поверхность пленок ЖИГ при их формировании диффундирует гадолиний (рис.3, 5, 6). Это характерно как в случае отжига пленок, так и при использовании режимов 3 и 4.

Из таблицы 3 следует, что в ряде случаев уже в процессе напыления и отжига на поверхность пленки ЖИГ выходит гадолиний. Гадолиний диффундирует на поверхность ЖИГ после отжига пленок, изготовленных по технологиям 1 и 3. Следует отметить, что присутствие гадолиния в приповерхностном слое не помешало переходу аморфной в исходном состоянии пленки в магнитоупорядоченное состояние в процессе отжига (рис.7-9). Обращает на себя внимание различие в содержании Fe и других компонентов ЖИГ уже в исходном состоянии после приготовления пленок ферритов-гранатов. Возможно, это связано с проникновением элементов подложки ГГГ в слой ЖИГ и замещением компонент пленки.

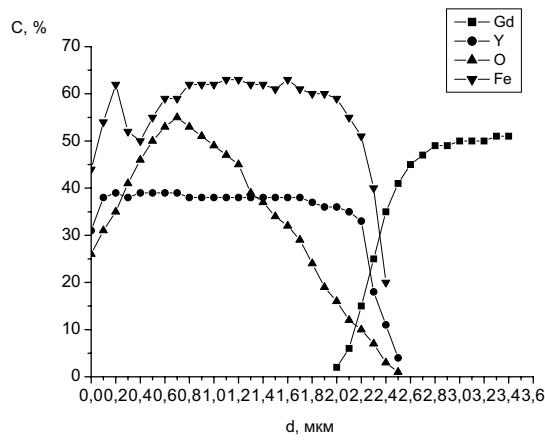


Рис.1. Распределение компонент (мас.%) подложки и пленки ЖИГ, полученной по режиму 1.

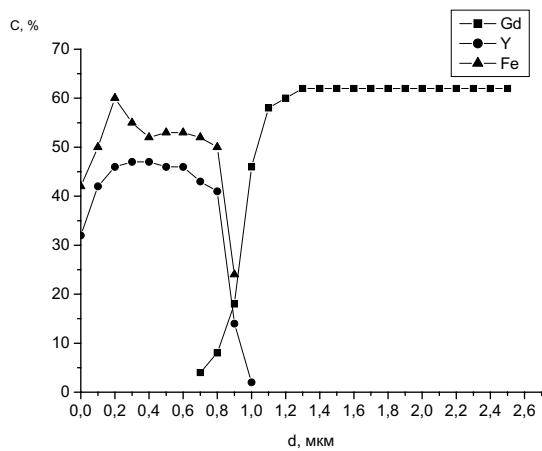


Рис.2. Распределение компонент (мас.%) подложки и пленки ЖИГ, полученной по режиму 2.

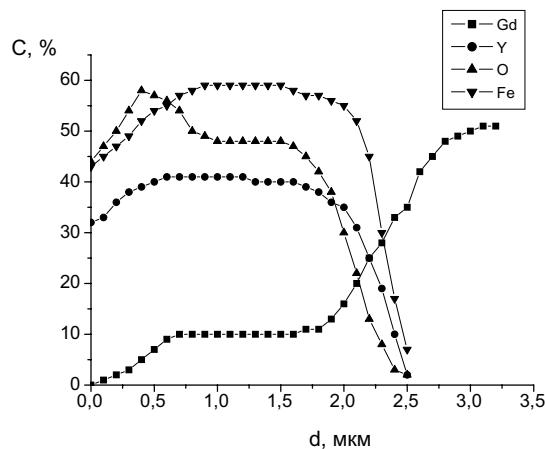


Рис.3. Распределение компонент (мас.%) подложки и пленки ЖИГ, полученной по режиму 1 после отжига при 970 К.

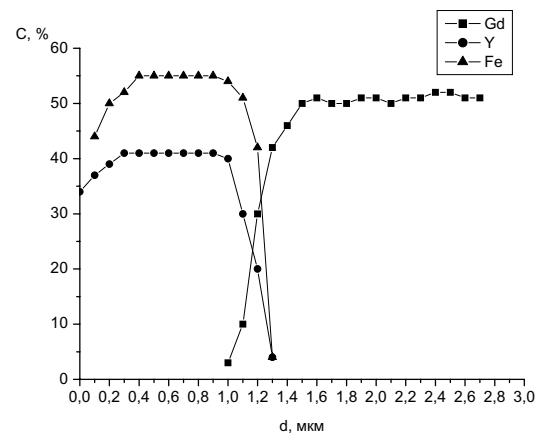


Рис.4. Распределение компонент (мас.%) подложки и пленки ЖИГ, полученной по режиму 2 на другом участке пленки.

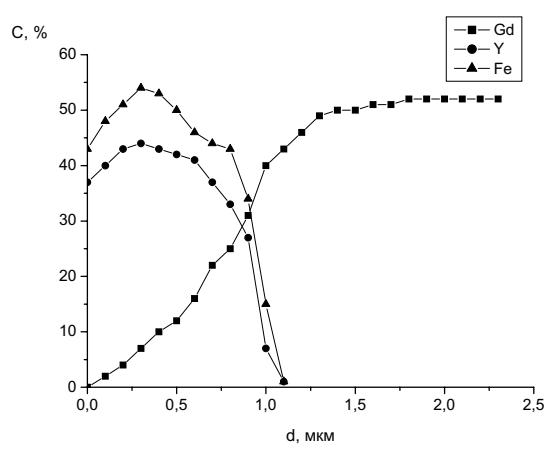


Рис.5. Распределение компонент (мас.%) подложки и пленки ЖИГ, полученной по режиму 3.

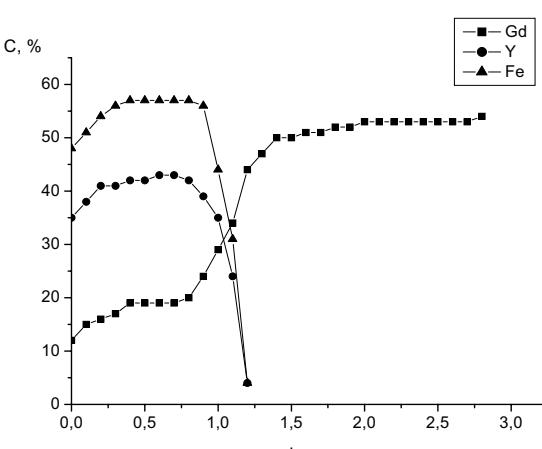


Рис.6. Распределение компонент (мас.%) подложки и пленки ЖИГ, полученной по режиму 4.

Другой причиной этого может быть сегрегация железа по глубине слоя ЖИГ. В диапазоне глубин 400-600 Å слоя пленки ЖИГ действительно наблюдается сегрегация атомов железа. Данные СРОР подтверждаются и результатами селективной по глубине слоя МСКЭ (рис.7).

По мессбауэровским данным пленки ферритов-гранатов, полученные различными способами напыления, сразу после приготовления находятся в парамагнитном состоянии. Спектры МСКЭ представлены уширенными дублетами, с несколько отличающимися параметрами дублета для различных образцов (рис.8).

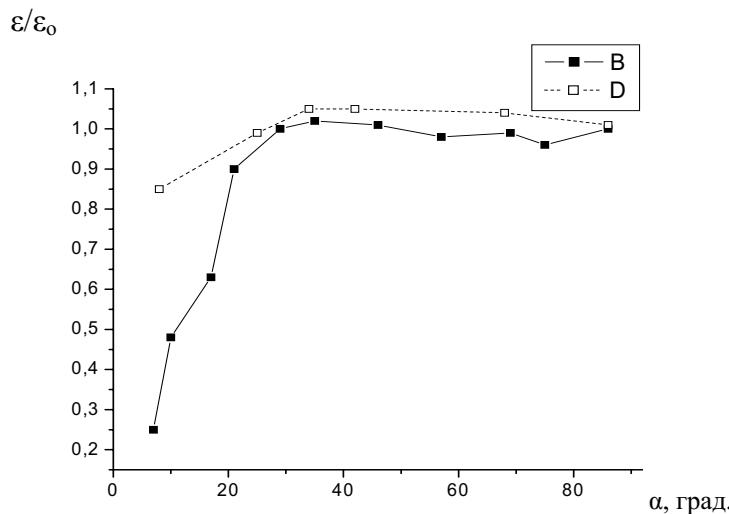


Рис.7. Зависимости относительной величины эффекта рассеяния  $\epsilon/\epsilon_0$  спектров пленки ЖИГ(□) и реперных спектров  $\alpha$ -Fe (■) от угла падения  $\gamma$ -квантов

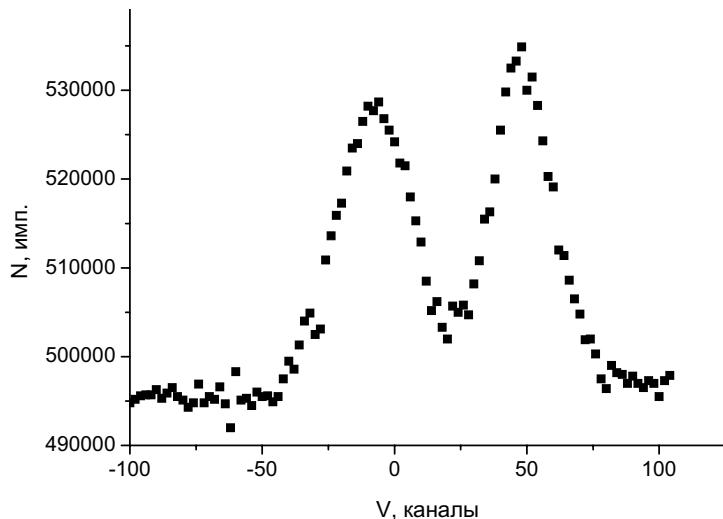


Рис.8. МСКЭ спектр рассеяния аморфной пленки ЖИГ после осаждения на подложку ГГГ в режиме 2

Магнитное сверхтонкое расщепление спектров МСКЭ тонких пленок ЖИГ сразу после приготовления отсутствует, поэтому можно сделать вывод, что спектр относится к парамагнитной аморфной фазе, в слое которой формируются после напыления слои феррит - гранатов. Дефектность пленок можно связать с величиной квадрупольного расщепления спектров, что подтверждается сравнением параметров спектров МСКЭ пленок ЖИГ и массивных образцов феррит - гранатов. Отметим, что значения параметров мессбауэровских спектров аморфных пленок ЖИГ, получаемых различными способами, например, при использовании плазменного напыления, сольгельного процесса облучения, близки друг к другу [9-11].

Спектры рассеяния парамагнитных ферритов-гранатов можно представить в виде суперпозиции двух дублетов, относящимся к положениям ионов  $Fe^{3+}$  в октаэдрических узлах и в тетраэдрических узлах. Квадрупольное расщепление  $\Delta_{\text{эксп}}$  для атомов железа в окта-узлах 1 мм/с, для тетра-узлов 0,3+0,5 мм/с. Так как величина  $\Delta_{\text{эксп}}$  близка к величине для тетраэдрических положений, то можно сделать вывод, что в случае аморфного состояния октаэдры, искажены значительно сильнее, чем тетраэдры, поскольку линии спектра октаэдрических положений имеют слабую интенсивность.

Значення концентрації желеzu в тонкому поверхністному слої ЖІГ, отримані з порівняння величин ефекта розсіяння максимальні для режима 1 і мінімальні в разі використання режима 3 (табл.2). Так як величини ефекта розсіяння пропорційні вмісту желеzu в приповерхністному слої товщини 0,1 мкм, то відсюда слідує, що плінки ЖІГ відрізняються за вмістом желеzu. Використання віддержки в режимі 2 знижує величину ефекта на 11%, а при напиленні в режимі 3 - на 70%. Це зниження може бути пов'язано з формуванням на поверхні плінки ЖІГ шару, не містить атомів Fe. За даними СРОР, дійсно в разі режима напилення 3 на поверхні плінки ЖІГ виявлено тонкий шар гадолінію, який може дифундувати з поверхні сквозь аморфну плінку ЖІГ за час процесу напилення (до 6 годин), що більше, ніж в разі 1 і 2 (2 год.). Постійний аналіз плінок ЖІГ показав, що параметри спектрів МСКЭ змінюються в області 1-2 мкм і менше. В початковому стані плінки, отримані в різних режимах напилення, знаходяться в аморфному стані.

Но, все ж можна помітити деякі особливості поведінки параметрів спектрів МСКЭ в залежності від товщини плінок. Так, квадрупольне розщеплення зменшується з товщиною плінки, що говорить про зміну дефектності пletki по її товщині. Ізомерний сдвиг не змінюється з товщиною плінки. Подібно зміні квадрупольного розсіяння змінюється і відношення інтенсивностей ліній спектра і ширини ліній дублета спектра розсіяння. Т.е. за даними послідовного аналізу МСКЭ виявляється деяка немонотонність властивостей плінок. Аналіз отриманих распиленням плінок більшої товщини починаючи з 1000 Å не виявляє аномалій поведінки властивостей плінок по товщині, що, в загальному, обяснює достатньо малої товщини переходного шару.

В нашому разі селективність аналізу по глибині шару досягається застосуванням МСКЭ. Вихід електронів конверсії виражається площею під спектром МСКЭ для даного кута падіння, що відповідає відносительному вмісту атомів Fe в аналізованому шарі. На рис.8 представлена така залежність для першого образца, в приповерхністному шарі якого сегрегація атомів Fe заранее виключена. Видно крутий спуск реперної кривої в центральному діапазоні товщин 0,1-0,05 мкм. Подібна залежність для плінки ЖІГ має абсолютно інший характер, не обозначаючи крутих спусків характерного для однорідного по товщині шару розподілення желеzu. З цього відмінності ходу залежностей по глибині шару в діапазоні товщин 1000-500 Å слідує підтвердження даних СРОР про немонотонність концентрації атомів желеzu на поверхні плінки ЖІГ (товщиною до 3 мкм) після підготовки.

Ізохронний отжиг в інтервалі 470-900 К приводить до зміни параметрів аморфної фази, але лінії магнітоупорядоченої фази ЖІГ не проявляються. Величини резонансного ефекта розсіяння змінюються немонотонно. Важко зробити збільшення інтенсивності ефекта розсіяння, а потім в інтервалі 570-670 К відбувається її зменшення, далі слідує незначительне збільшення. Квадрупольне розщеплення лінійно зменшується зростанням T отжига. Збільшення температури отжига приводить до небольшого зменшення квадрупольного розщеплення і ширин ліній  $\Gamma_1$  і  $\Gamma_2$ . Ці параметри чутливі до зміни близького атомного порядку в локальному середовищі іонів Fe<sup>3+</sup>. Слабке змінення  $\Gamma_1$  і  $\Gamma_2$  під час отжига, а також відсутність ліній магнітної фази говорять про те, що кристалізація при температурах отжига до 870 К не відбувається і може тільки відбуватися деякими дефектами, за рахунок зміни конфігурацій локальних середовищ ядер <sup>57</sup>Fe в плінці становиться менш широким. Начальне небольше збільшення інтенсивності ефекта може бути пов'язано з уплотненням плінки ЖІГ. Сильне зменшення, починаюче з T = 520 К, і наступне зростання можуть бути обумовлені процесами з протилежною напрямленістю. Відсутність певних змін  $\Gamma_1$  і  $\Gamma_2$  в цьому температурному діапазоні вказує, що процеси, приводящі до зменшенню і зростанню величини ефекта розсіяння, не пов'язані з змінами біляжущого середовища ядер Fe.

Одним з можливих процесів, відповідних за це може бути газовиділення, приводяще до утворення пор. Зменшення відносительної частинки атомів желеzu на зовнішній і внутрішній поверхністі повинно привести до зменшення інтенсивності спектрів. К такому зменшенню інтенсивності спектрів може привести і менше значення фактора Дебая-Валлера для поверхні. Збільшення розміру пор при підвищенні температури отжига за рахунок зникнення малих пор приводить до зменшення площини поверхні і викликає збільшення інтенсивності спектрів.

Другою причиною зменшення інтенсивності спектрів МСКЭ зростанням температури отжига вище 470 К може бути з'явлення на поверхні плінки ЖІГ шару, який не містить атомів Fe, т.е. шару, зменшуючого вихід електронів конверсії з плінки. Цей шар може формуватися, зокрема, за рахунок дифузії елементів підлоги ГГГ на поверхні плінки ЖІГ. При цьому може також зменшуватися концентрація атомів Fe на поверхні ЖІГ. Даними СРОР підтверджують це предположення.

Термічний отжиг отриманих плінок ЖІГ в діапазоні 970-1070 К приводить до кристалізації аморфних шарів і переходу ЖІГ в магнітоупорядочене стані, при цьому плінки виявляються полікристаллическими (рис.9).

Процес кристалізації супроводжується газовиділенням, приводящим до утворення пор. Другою причиною ослаблення інтенсивності ЖІГ є з'явлення на поверхні ЖІГ гадолінію (за даними СРОР). Согласно літературним даним кристалізація аморфних плінок ЖІГ відбувається вже при T = 970 К [10]. Так, мелкодисперсні аморфні частинки ЖІГ розміром 200 Å, отримані хімічним соль-гель методом,

дом при нагреве переходили в кристаллическое состояние в интервале температур 920 – 970 К. В пленках ЖИГ, полученных плазменным распылением, аморфная фаза исчезала после отжига при 1470 К в течение 24 ч. Уширенный дублетный спектр состоит из дублетов, соответствующих  $\text{Fe}^{2+}$  и  $\text{Fe}^{3+}$  (в тетра - и октаэдрических положениях). Узлы с ионами  $\text{Fe}^{2+}$  появляются из-за дефицита кислорода, а также наличия четырехвалентных катионов примеси. Можно предположить, что имеется вклад в процессы распыления в виде кластеров. Эти кластеры размером несколько нанометров могут образовываться при рекомбинации испущенных поверхностью ионов. Кластеры объединяют  $\approx 20\%$  атомов общего потока [12].

Замедление процесса кристаллизации может быть связано с дефектностью пленки. Для устранения дефектов необходим или более длительный отжиг, либо повышение температуры отжига. Но при этом сильнее проявится диффузия элементов подложки в пленку, что может ухудшить ее свойства. Необходимо выяснение причин устойчивости аморфного состояния пленки ЖИГ при отжиге, в первую очередь влияния на устойчивость границы подложка-пленка и внешней поверхности пленки.

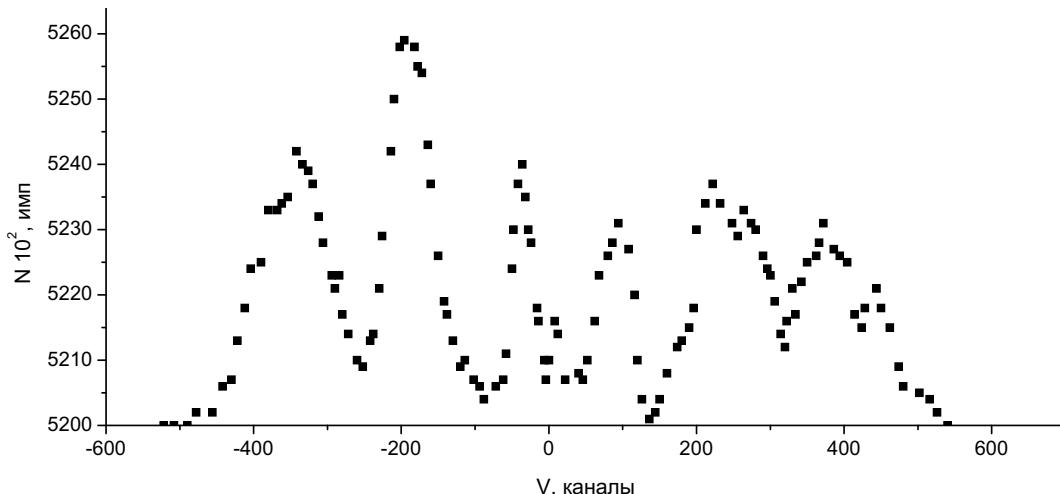


Рис. 9. МСКЭ спектр рассеяния магнитоупорядоченной пленки ЖИГ после отжига при 970 К

Из соотношения интенсивностей спектральных линий магнитоупорядоченной фазы были оценены средние значения угла  $\Theta$  между нормалью к поверхности пленки и направлением магнитного момента атомов железа, совпадающим с направлением оси, легкого намагничивания (ОЛН). Угол  $\Theta$  определяется с помощью формулы  $\theta = \arccos \sqrt{(4 - 3\beta) / (4 + 3\beta)}$ , где  $\beta = J_2 + J_5 / J_1 + J_6$ ;  $J_1, J_2, J_5, J_6$  – соответственно интенсивности первой, второй, пятой и шестой спектральных линий мессбауэровского шести линейчатого спектра рассеяния пленки ЖИГ, отсчитываемых слева направо на спектре (рис.9). Предварительный отжиг подложки не оказывается в пределах ошибки эксперимента на величине  $\Theta$ . Значение угла между нормалью к поверхности пленки и направлением оси легкого намагничивания для пленки  $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$  (после облучения протонами и отжига при 790С, 0,5 ч) составляет около  $60^\circ$ .

Поэтому структурно-фазовое состояние пленки ЖИГ по толщине в целом может зависеть от состояния поверхности подложки, формирующей переходной слой подложка-пленка, и толщины приповерхностного аморфного слоя, которые в силу своей дефектности могут приводить к диффузионным перемещениям, создающим структурно-фазовую неоднородность пленки по толщине. Таким образом, при ионно-лучевом способе получения тонких пленок ЖИГ на подложках ГГГ образуется аморфный слой, который при последующем отжиге выше 900 К кристаллизуется с образованием магнитоупорядоченной фазы, характеризующейся значительным отклонением ОЛН от нормали к поверхности, что свидетельствует о его дефектности. При отжиге по данным СРОП наблюдается образование на поверхности ЖИГ слоя, содержащего гадолиний, который продиффундировал из поверхностного слоя подложки в пленку. Распределение железа по глубине слоя ЖИГ является неоднородным.

## ВЫВОДЫ

Обнаружена существенная структурно-композиционная неоднородность аморфных парамагнитных пленок железо-иттриевого граната ЖИГ на монокристаллических подложках гадолиний - галлиевого граната, обусловленная достаточно высокой степенью несовершенства структуры и образованием аморфного слоя на поверхности подложек ГГГ при ионно-лучевом осаждении. Аморфные пленки феррит - гранатов, трансформируются в кристаллические магнитоупорядоченные слои при последующем отжиге выше 900 К. Послойный анализ пленок по данным МСКЭ приводит к выводу о сегрегации железа в поверхностном слое и переменном фазовом составе аморфных пленок ЖИГ. Формирование аморфных пленок феррит-гранатов при осаждении, возможно, связано с композиционной и структурной неоднородностью переходного слоя на границе пленка – подложка.

Элементный состав пленок ЖИГ по данным СРОР неоднороден по толщине пленок. Кроме того, на поверхность пленок ЖИГ при формировании диффундирует гадолиний. При анализе отожженных пленок ЖИГ обнаружена сегрегация железа и иттрия в приповерхностном слое на глубину около 500 Å. Максимум содержания железа и иттрия на этой глубине по данным СРОР удовлетворительно коррелирует с результатами селективной по глубине пленок методике МСКЭ. Такая неоднородность фазового состава пленок может оказаться на их магнитооптических параметрах.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. В.В. Рандошкин, А.Д. Червоненкис Прикладная магнитооптика.-М.: Энергоатомиздат, 1990.-С. 320.
2. С.В. Левый, А.М. Мачнев, Ю.С. Агалиди, В.Н. Магера, Д.А. Турбин Применение магнитооптического преобразователя для восстановления сигнала по неформатным записям //Радиоэлектроника.-2000. - №5.-С.62-66.
3. В.Д. Дорошев, М.М. Савоста, Т.Н. Тарабенко О механизмах формирования сверхтонкого поля на ядрах железа в редкоzemельных ферритах-гранатах //Физика твердого тела.-1996.-Т.38, №11.-С. 3411-3414.
4. В.Г. Кириченко, А.И. Снурникова Композиционная и структурная неоднородность приповерхностных слоев гадолиний-галлиевого граната после механической обработки, ионно-лучевого травления //Вісник Харківського національного університету. - Сер. «Ядра, частинки, поля».-2001. - № 529. - Вип. 3(15).-С. 61-63.
5. Получение тонких ферритовых пленок методом ионно-лучевого распыления /Г.Ф. Ивановский, Н.А. Козырева, В.П. Савельев и др. //Электронная промышленность.-1986.-Вып.4(152).-С. 12-17.
6. Свойства аморфной и кристаллической фаз железоиттриевого граната, полученного методом плазменного напыления /Т.В. Дмитриева, И.С. Желудов, И.С. Любутин и др. //Поверхность, физ., химия, мех.- 1986.-№6-С. 146-149.
7. E. Sawatsky, E. Kay /Properties of epitaxial garnet film //J. Appl. Phys. - 1969. - Vol. 40, №3. - P. 1460-1462.
8. С.Е. Юрченко, Ю.В. Балдохин, Г.М. Федичкин Исследование структуры и сверхтонких магнитных взаимодействий в имплантированных феррит – гранатовых пленках //Acta Physica Polonica. - 1985. - Vol. A69, №2. - P. 317 – 321.
9. M. Yaraaga, Y. Miyazaki. RF-sputtering crystall growth and spectroscopy of Nd doped Y<sub>3</sub>Ga<sub>5</sub>O<sub>12</sub> thin film waveguide on Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> substrate for optical amplifier //Jap. Journ. Appl. Phys.-1984. - Vol. 23, № 3. - P. 312-316.
10. J.P. Krumme, V. Doorman, R. Eckart. Bismuth substituted iron garnet films prepared by RF-diode sputtering //IEEE Trans. - 1984. - Vol. MAG-30, № 5, Pt 1. - P. 983-985.
11. K. Yshii, Y. Hoshi, M. Naoe, S. Yamanaka Preparation of stoichiometric YIG films by sputtering ferrites //Proc. Internal. Conf. Kyoto, 1980. - P. 831-834.
12. N. Schultes, H. Schieder, J. Litterst, G.M. Kalvius Structural properties of sputter deposited iron-garnet from Mossbauer spectroscopy //Nucl. hstr.Meth. – 1982. - Vol. 199, №1 - 2. - P. 343 – 346.