

УДК 537.622; 539.231

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ТОНКОПЛЁНОЧНЫХ ПОСТОЯННЫХ МАГНИТОВ Nd-Fe-B, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ

С.Е. Ильяшенко, А.Б. Залётов, Д.А. Быков, С.А. Чигиринский

Тверской государственный университет,
кафедра прикладной физики

Найдены условия получения текстурированных плёнок постоянных магнитов из сплавов на основе Nd-Fe-B методом магнетронного распыления на стандартные подложки из монокристаллического кремния. Получены образцы сплошных, дискретных и профилированных плёнок с защитным слоем тантала и подобраны режимы напыления и термической обработки, обеспечивающие получение высокой (до 2 Т) коэрцитивной силы, относительной остаточной намагниченности $M_r/M_s \geq 0,9$ и одноосной кристаллической текстуры в направлении, перпендикулярном плоскости. Полученные плёнки могут использоваться в различных микро- и наноэлектромеханических устройствах и твердотельных микромагнитоэлектронных датчиках.

Введение. Проводимые в последние годы интенсивные разработки микро- и наноэлектронных технологий обусловили потребность в получении тонкоплёночных постоянных магнитов с высокими магнитными свойствами. Возможности препарирования миниатюрных образцов из массивных заготовок ограничены линейными размерами порядка сотен микрометров с отношением объём/поверхность порядка 20...35 [1], поэтому усилия исследователей направлены на получение тонких плёнок и трёхмерных микро- и наноструктур с использованием богатого арсенала современных технологий, включая электроосаждение, аэрозольное напыление, молекулярно-лучевую эпитаксию, импульсное лазерное, вакуумное и магнетронное распыление, разлив расплава на вращающийся диск и др. [2].

В настоящей работе была поставлена задача получения тонких высококачественных плёнок магнитов из сплавов на основе Nd-Fe-B на подложках из монокристаллического кремния методом магнетронного распыления. Выбор этого вида подложки и метода напыления вызван стремлением создания процесса, совместимого с другими основанными на кремнии микроэлектронными технологиями.

Методика эксперимента. Плёнки выращивались методом ионно-плазменного распыления в вакуумной камере при давлении аргона 0,7 Па. Основная мишень представляла собой отожжённый литой сплав состава Nd₁₅Fe₇₂B₁₃. В качестве дополнительной мишени для нанесения буферных и защитных слоёв использовался тантал чистотой 99,9%. Держатель подложки содержал резистивный подогреватель, температура которого контролировалась термопарой хромель–алюмель. Мишень Nd-Fe-B перед

началом процесса распылялась в течение 30 мин для очистки от окислов. Плёнки тантала наносились со скоростью осаждения около 15 нм/мин, основной материал наносился со скоростью до 40 мкм/ч. Для обеспечения роста кристаллитов и создания текстуры применялся кратковременный отжиг в вакуумной печи с инфракрасным нагревателем (галогеновые лампы с отражателем), обеспечивавшим быстрый нагрев и охлаждение образца через 1–2 мин после достижения заданной температуры.

Магнитные измерения параметров петель гистерезиса проводились на вибрационном магнитометре Oxford Instruments со сверхпроводящим соленоидом при комнатной температуре в полях до 8 Т в направлениях, перпендикулярных и параллельных плоскости образцов.

Микроструктура поверхности плёнок изучалась с помощью растрового электронного микроскопа. Магнитная структура выявлялась с помощью магнитооптических индикаторных плёнок [3].

Экспериментальные результаты. После ряда процессов, переменными характеристиками которых являлись температура подложки при напылении и температура последующего вакуумного отжига, были установлены параметры, обеспечившие получение достаточно высоких значений коэрцитивной силы, остаточной намагниченности и текстуры.

На рис. 1 представлены графики предельных петель гистерезиса, измеренные в двух взаимно перпендикулярных направлениях вдоль и поперёк нормали к плоскости образца.

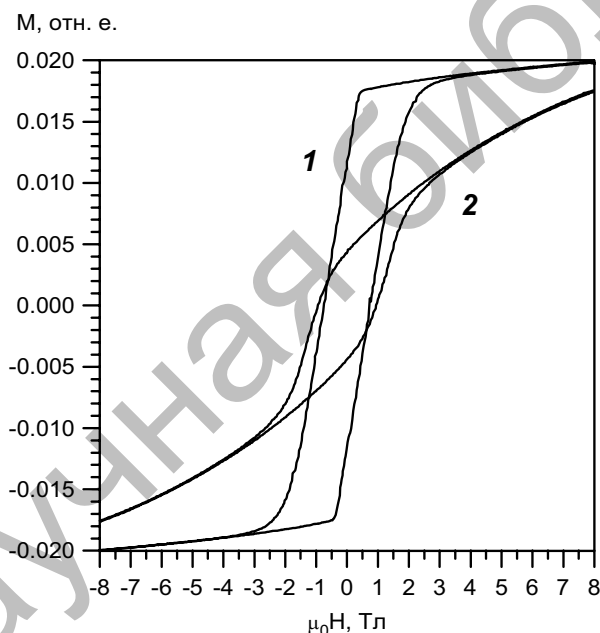


Рис. 1. Предельные петли гистерезиса плёнки Nd-Fe-B толщиной 17 мкм на кремнии с буферным подслоем Ta (24 нм) вдоль (1) и поперёк оси текстуры (2)

Как видно из представленных графиков, образец обладает высокой степенью текстуры, о чём свидетельствует отсутствие магнитного насыщения в трудном направлении в полях до 8 Т. Главными факторами, определяющими образование нанокристаллической структуры и кристаллографической текстуры, являются температура подложки T_s при напылении плёнок и режим последующего отжига при температуре T_a . Как показали исследования, в наших условиях оптимальными являются значения $T_s \approx 295^\circ\text{C}$ и $T_a \approx 580^\circ\text{C}$. Время изотермической выдержки при температуре T_a целесообразно удерживать на минимальном уровне (порядка 1...2 мин) во избежание чрезмерного разрастания нанокристаллитов, приводящего к уменьшению коэрцитивной силы.

При использовании различных масок были получены дисковидные образцы с диаметрами от 8 до 1 мм (рис. 2). Магнитные характеристики дисковидных образцов практически не отличались от характеристик сплошных плёнок. Полученные диски были применены для получения многополюсных роторов экспериментального микрогенератора (рис. 4).

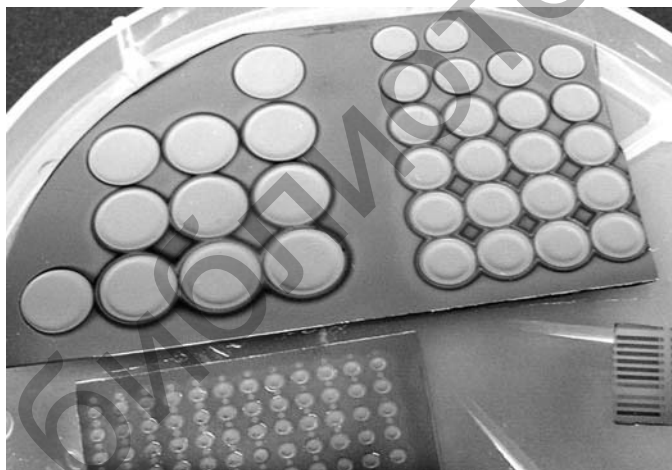


Рис. 2. Дисковидные образцы плёночных магнитов Nd-Fe-B, полученные при напылении через маски с отверстиями разных диаметров

Вместе с тем при исследовании с помощью индикаторных плёнок влияния внешних магнитных полей на магнитную структуру были обнаружены специфические конфигурации доменов магнитного взаимодействия (рис. 3, а), свидетельствующие о наличии нежелательной магнитной анизотропии в плоскости дисков. Наиболее вероятной причиной возникновения такой анизотропии являются внутренние напряжения, возникающие из-за различия коэффициентов теплового расширения материала образцов и подложки. При микроскопическом наблюдении на краях дисков могут наблюдаться трещины (рис. 3, б), что подтверждает предположение о наличии в образцах больших механических напряжений.

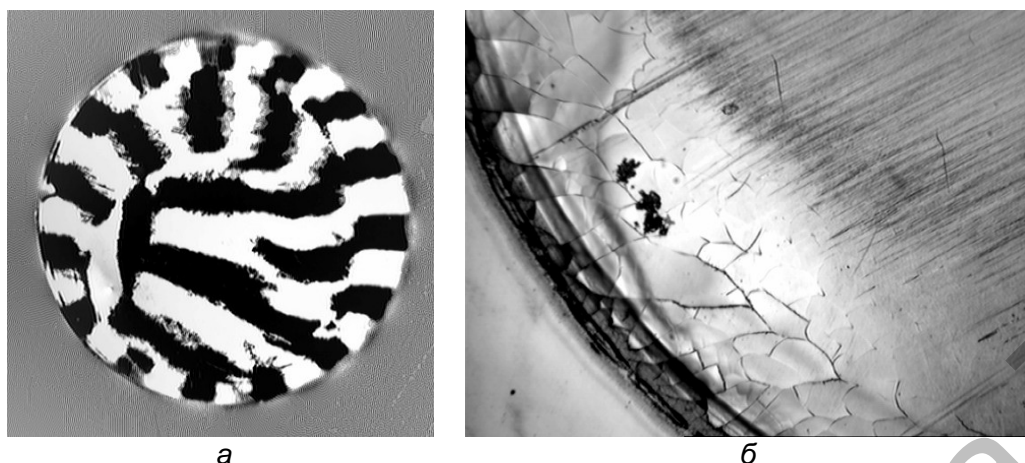


Рис. 3. Домены магнитного взаимодействия в тонком диске Nd-Fe-B $\varnothing 8$ мм после намагничивания постоянным полем (а), трещины на краях диска (б)

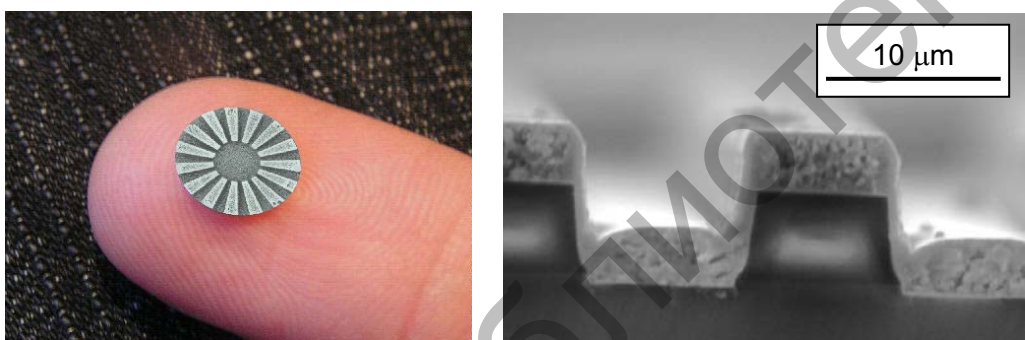


Рис. 4. 30-полюсный тонкоплёночный ротор из сплава Nd-Fe-B для микрогенератора

Рис. 5. Поперечное сечение профилированной Si подложки с напылённой плёнкой Nd-Fe-B

На рис. 5 показано поперечное сечение композитной структуры плёнки Nd-Fe-B с буферным и защитным слоями тантала, нанесёнными на подложку из кремния, в которой методами микролитографии были созданы параллельные углубления прямоугольного профиля (снимок получен с помощью растрового электронного микроскопа). Период и амплитуда профиля менялись в пределах от 50 до 5 мкм. Эксперимент предпринят с целью изучения возможностей создания трёхмерных структур, необходимых для некоторых новых устройств адаптивной оптики, микропереключателей и линейных электроприводов.

Магнитные измерения показали, что основные параметры петель гистерезиса таких структур практически не отличаются от параметров сплошных плёнок. Картины периодического распределения нормальной компоненты поля вблизи поверхности намагниченной профилированной плёнки Nd-Fe-B представлены на рис. 6.

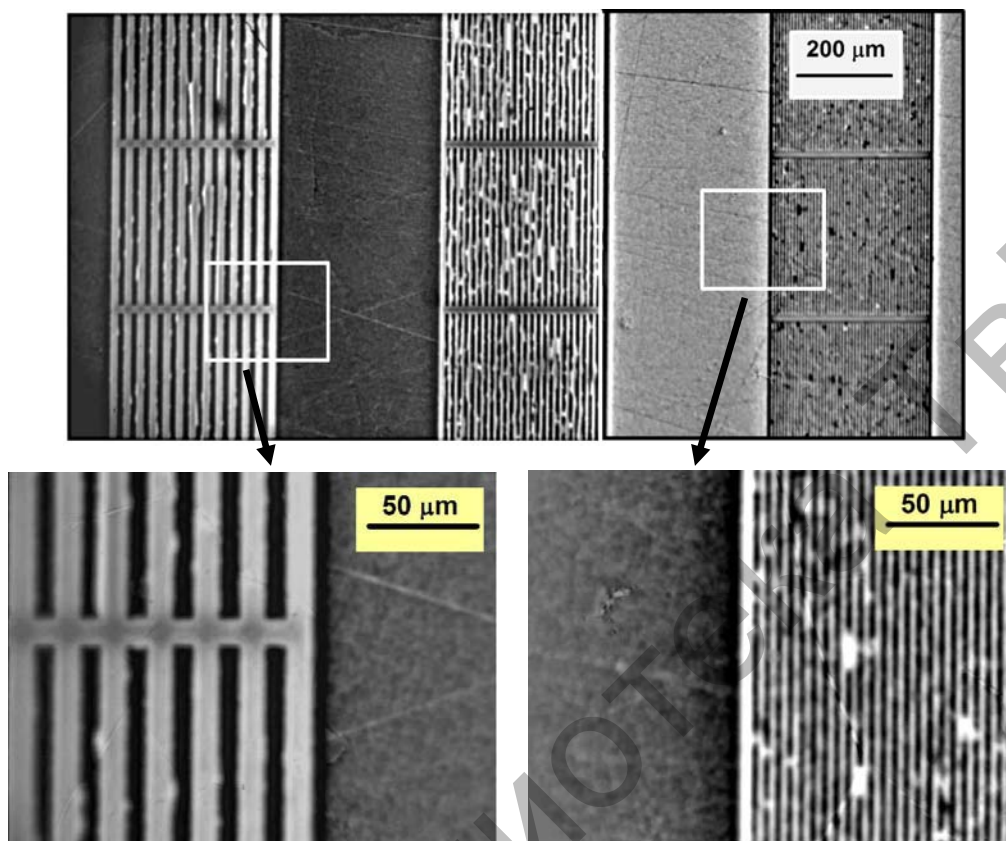


Рис. 6. Магнитооптическая визуализация распределения нормальной компоненты поля вблизи поверхности профилированной плёнки Nd-Fe-B, однородно намагниченной в направлении нормали к плоскости

Выводы. Методом магнетронного распыления с использованием стандартных подложек из монокристаллического кремния получены высококоэрцитивные текстурированные плёнки на основе сплава Nd-Fe-B. Полученные плёнки могут быть использованы в качестве постоянных магнитов в микроэлектромеханических устройствах и микромагнитоэлектронных твердотельных датчиках различного назначения.

Работа выполнена по тематике проекта "Фундаментальное и теоретическое исследование нелинейных свойств полупроводниковых, магнито- и сегнетоэлектрических материалов для микро- и нанoeлектроники", поддержанного Федеральным агентством по образованию.

Список литературы

1. Nakamura H., Hirota K., Shimaо M., Minowa T., Honshima M. Magnetic properties of extremely small Nd-Fe-B sintered magnets //IEEE Trans. Magn. 2005. V. 41. P. 3844–3846.
2. Chen S.L., Liu W., Chen C.L., Zhang Z.D. Effects of buffer layer and substrate temperature on the surface morphology, the domain structure and magnetic properties of *c*-axis oriented Nd₂Fe₁₄B films //J. Appl. Phys. 2005. V. 98. 033907(1–6).
3. Grechishkin R.M., Goosev M.Yu., Ilyashenko S.E., Neustroev N.S. High-resolution sensitive magneto-optic ferrite-garnet films with planar anisotropy //J. Magn. Magn. Mater. 1996. V. 157–158. P. 305–306.