

легкоплавкой эвтектики.

Установлено, что процесс взаимодействия металлического уран-циркониевого топлива со сплавами железа протекает путем диффузии железа из стали в урановый сплав.

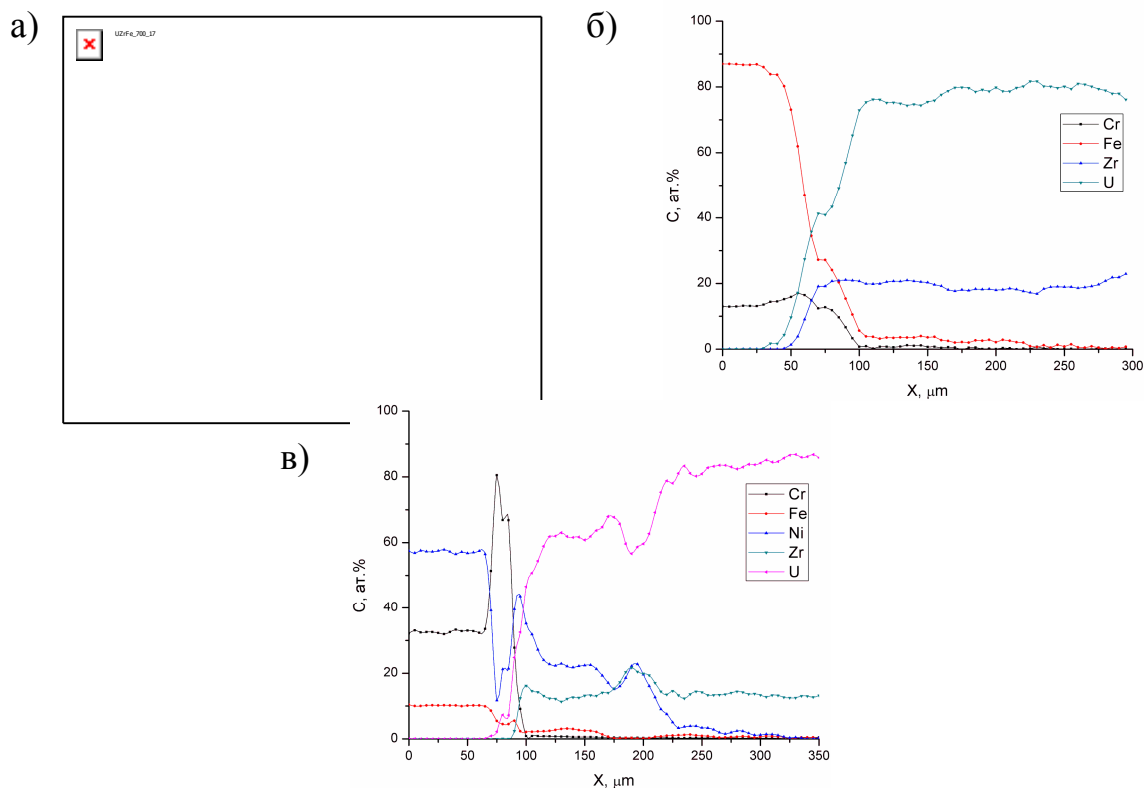


Рис. 2. Распределение элементов в слое взаимодействия между UZr и Fe (а), FeCr (б), FeCrNi (в) после отжига при 700°C в течении 17 часов.

РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПЛЕНОК Co, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ CVD

^{1,2}Хайруллин Р.Р., ³Доровских С. И.

¹Томский политехнический университет, 634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30

²ФГБУН Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, 634021,
Россия, Томск

³ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, 630090,
Россия, Новосибирск
E-mail: hairullin@list.ru

Введение

Тонкие пленки кобальта, сплавов на кобальтовой основе, а также многослойные Co / X композиции, где X - другой металл или диэлектрик, являются предметом интенсивных научных исследований и вызывают большой интерес в связи с возможностью их применения в устройствах хранения данных и различных датчиках [1].

В настоящее время существует множество методов получения металлических пленок, среди которых выделяется метод химического осаждения из газовой фазы

(CVD). Данный метод является перспективным для производства, так как позволяет получать пленки высокой чистоты, с высокой однородностью толщины и состава, минимальными повреждениями подложки, высокими скоростями осаждения и возможностью ограничения области роста [2].

Для получения пленок с требуемыми эксплуатационными характеристиками необходимо знать зависимость их структуры и фазового состава от условий осаждения. Одним из современных методов определения химического и фазового состава кристаллических тел является метод рентгеноструктурного анализа (РСА). В данной работе представлены результаты РСА-исследований влияния температуры подложки и температуры испарителя на структурные параметры тонких пленок Co, полученных методом химического осаждения из газовой фазы.

Материалы и методика эксперимента

Тонкие пленки Co наносили методом CVD на подложки Si (100). Прекурсором служил дииминат кобальта $Co(N'acN'ac)_2$. Длительность осаждения всех исследованных образцов составляла 4 часа, в качестве газа-носителя использовали Ar (скорость подачи 1 л/ч), а в качестве газа-реактанта – H_2 (скорость подачи 4 л/ч), давление в камере осаждения составляло 1 атмосферу. Были исследованы 3 партии образцов. В первой партии была зафиксирована температура испарителя, равная $T_{исп} = 120$ °С, при этом температура подложки варьировалась в пределах $T_{подл} = 310 \div 420$ °С. Во второй партии также зафиксирована температура испарителя (130 °С), а температура подложки изменялась от 300 до 340 °С. В третьей партии температура подложки была постоянной (330 °С), а температура испарителя варьировалась в интервале от 120 до 155 °С.

Рентгеноструктурный анализ проводили на дифрактометре DRON-SEIFERT-RM4 (Cu, $\lambda = 1.54051$ Å). Химический состав металлических пленок определяли методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии. Все измерения выполняли в атмосферных условиях при комнатной температуре.

Результаты эксперимента и их обсуждение

Согласно данным РСА образцы пленок Co, осажденные при температуре испарителя $T_{исп} = 120$ °С и при различных температурах подложки, характеризуются лишь одним дифракционным пиком, расположенным между $2\Theta = 44,2 - 44,7^\circ$ (Рис. 1, а). Асимметричное уширение данного пика можно рассматривать как суперпозицию отдельных отражений, соответствующих α -Co и β -Co. Детальный анализ дифракционной картины показывает, что данный дифракционный пик включает в себя отражение от β -Co (111), имеющего ГЦК – решётку, на угле $2\Theta = 44,3^\circ$, а также отражение от α -Co (002), характеризующегося ГПУ-решёткой, на угле $2\Theta = 44,6^\circ$. Исходя из этого, трудно однозначно определить фазовый состав изучаемых пленок Co.

Как видно из рис. 1,а, интенсивность дифракционного пика на угле $2\Theta = 44.2 - 44.7^\circ$ зависит от температуры подложки. Пленки Co, осажденные при $T_{подл} = 310$ °С, характеризуются отсутствием отражения от фазы Co. Данный пик появляется лишь при повышении температуры подложки до $T_{подл} = 330$ °С. При последующем увеличении температуры осаждения он становится более интенсивным и достигает максимума при $T_{подл} = 350$ °С. Однако дальнейший рост температуры способствует уменьшению интенсивности отражения вплоть до его потери при $T_{подл} = 420$ °С.

Повышение температуры испарителя до $T_{исп} = 1300$ С приводит к некоторым

изменениям кристаллической текстуры пленок Co (Рис. 1, б). Дифракционная картина для образцов Co, осажденных при температурах $T_{\text{подл}} = 300 - 340$ °С, содержит дополнительные пики α -Co (100) ($2\Theta = 41.7^\circ$), α -Co (101) ($2\Theta = 47.6^\circ$) и β -Co (200) ($2\Theta = 51.7^\circ$). Интенсивность данных дифракционных пиков также определяется температурой подложки. С увеличением $T_{\text{подл}}$ от 300 до 320 °С интенсивность пиков повышается. Однако дальнейший рост температуры подложки до $T_{\text{подл}} = 330$ и 340 °С приводит к постепенному их ослаблению. Стоит отметить, что пленки Co, полученные при температуре подложки $T_{\text{подл}} = 320$ °С, характеризуются наиболее ярко выраженной текстурой (максимальная высота дифракционных пиков), что говорит о высокой степени структурной упорядоченности данных пленок.

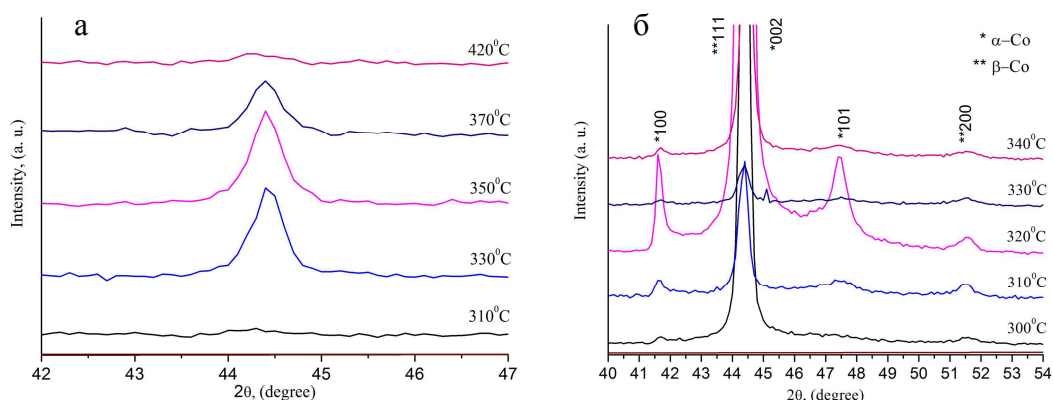


Рис. 1. Дифрактограммы образцов пленок Co, осажденных при различных температурах подложки и при $T_{\text{исп}} = 120$ (а) и 130 °С (б).

Анализ рис. 1 показывает, что повышение температуры испарителя от 120 до 130 °С приводит к существенному изменению дифракционной картины пленок Co. Результаты детального исследования влияния температуры испарителя на структуру металлических пленок, осажденных при температуре подложки $T_{\text{подл}} = 330$ °С, представлены на рис. 2. Установлено, что пленки Co, полученные в интервале температур испарителя от $T_{\text{исп}} = 120$ до 140 °С, характеризуются только одним пиком, соответствующим α -Co (002) и β -Co (111). Причём интенсивность данного пика повышается с ростом температуры испарителя. Увеличение температуры до $T_{\text{исп}} = 145$ °С способствует возникновению дополнительных отражений α -Co (100), α -Co (101) и β -Co (200), интенсивность которых достигает максимума при температуре испарителя $T_{\text{исп}} = 150$ °С. Однако дальнейший рост температуры испарителя до $T_{\text{исп}} = 155$ °С приводит к исчезновению дополнительных пиков, а также резкому уменьшению интенсивности отражения от основного пика, соответствующего α -Co (002) и β -Co (111).

Размеры областей когерентного рассеяния (ОКР) и микронапряжения в исследованных пленках Co представлены в таблице 1. Из таблицы видно, что размер ОКР пленок, осажденных при $T_{\text{исп}} = 120$ °С, слабо зависит от температуры подложки в диапазоне температур от 300 до 350 °С. Однако с увеличением температуры свыше $T_{\text{подл}} = 350$ °С размер ОКР начинает уменьшаться. Аналогичный

характер зависимости размеров ОКР от температуры подложки наблюдается для пленок, осажденных при $T_{\text{исп}} = 130$ °С. При этом сопоставление образцов из первой и второй партий позволяет сделать вывод, что при увеличении температуры испарителя от 120 до 130 °С уменьшается температурный диапазон, при котором пленки характеризуются постоянным размером зерна (если принять допущение, что ОКР тождественен зерну).

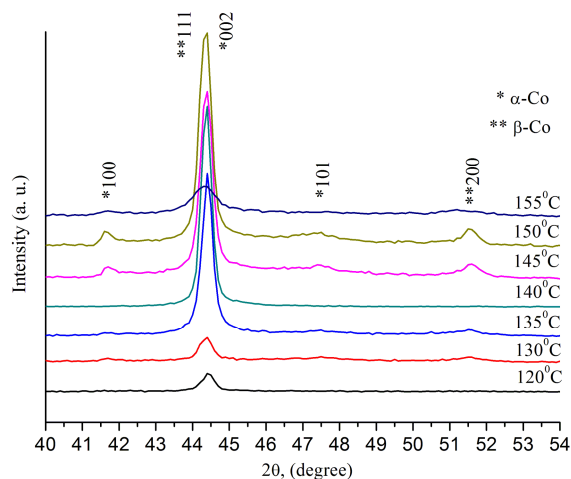


Рис. 2. Дифрактограмма образцов пленок Co, осажденных при различных температурах испарителя и при $T_{\text{подл}} = 330$ °С.

Зависимость размеров ОКР пленок Co от температуры испарителя носит экстремальный характер (таблица 1). С ростом $T_{\text{исп}}$ от 120 до 135 °С размер ОКР увеличивается более чем в два раза. Дальнейшее повышение температуры испарителя до $T_{\text{исп}} = 140$ °С приводит к резкому снижению размера ОКР, который сохраняется неизменным вплоть до $T_{\text{исп}} = 155$ °С.

Микронапряжения в пленках Co, осажденных при $T_{\text{исп}} = 120$ °С, снижаются с ростом температуры подложки, в то время как в пленках, полученных при $T_{\text{исп}} = 130$ °С, они остаются постоянны в пределах погрешности измерений (Таблица 1). Стоит отметить, что увеличение температуры испарителя от 120 до 130 °С приводит к трехкратному уменьшению микронапряжений. При этом дальнейший рост температуры испарителя вплоть до $T_{\text{исп}} = 155$ °С не влияет на величину микронапряжений.

Методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии установлено, что температура подложки существенно влияет на элементный состав пленок Co. Как видно из таблицы 1, наряду с атомами Co в исследованных пленках присутствуют атомы углерода, кислорода и азота. В случае $T_{\text{исп}} = 120$ °С увеличение температуры подложки от 310 до 420 °С приводит к двукратному уменьшению содержания кобальта от 91,4 до 44,2% и к значительному повышению содержания углерода. Данное изменение химического состава объясняет исчезновение дифракционного пика на угле $2\theta = 44.2 - 44.7$ ° в пленках Co, нанесенных при $T_{\text{подл}} = 420$ °С. Однако в случае $T_{\text{исп}} = 130$ °С степень влияния температуры подложки на элементный состав пленок уменьшается. Так, увеличение температуры подложки от 300 до 330 °С сопровождается ростом содержания кобальта от 84.8 до 93.5%. Дальнейшее повышение температуры подложки до 340 °С приводит к обратному снижению содержания кобальта в пленках до 90,9%.

В заключении отметим, что варьирование температуры испарителя не влияет на химический состав пленок Со. Согласно таблице 1, содержание кобальта в исследуемых пленках колеблется в пределах 90-95% при изменении температуры испарителя от 120 до 155 °С.

Таблица 1. Элементный состав, размер ОКР и микронапряжения σ пленок Со, полученных при различных температурах испарителя $T_{исп}$ и подложки $T_{подл}$.

$T_{исп}$, °С	$T_{подл}$, °С	Элементный состав	ОКР, нм	σ , ГПа
Первая партия				
120	310	Со 91.4%, С 8.3 %, О 0.3%	17	1,7
120	330	Со 89.9%, С 9.5%, О 0.6%	15	1,4
120	350	Со 84.1%, С 11.6%, О 4.3%	19	1,2
120	370	Со 80.0%, С 18.9%, О 1.1%	13	1,4
120	420	Со 44.2%, С 55.7%, О 0.1%	11	0,8
Вторая партия				
130	300	Со 84.8%, С 14.2%, О 0.1%, N 0.9 %	35	0,4
130	310	Со 86.5%, С 12. 6%, О 0.2%, N 0.7 %	26	0,5
130	320	Со 92.3%,С 7. 2%, О 0.5%	33	0,2
130	330	Со 93.5%, С 6.0%, О 0.5%	26	0,4
130	340	Со 90.9%, С 8.8%, О 0.3%	20	0,3
Третья партия				
120	330	Со 89.9%, С 9.5%, О 0.6%	15	1,4
130	330	Со 93.5%, С 6.0%, О 0.5%	26	0,4
135	330	Со 92.8%,С 6.4%, О 0.8%	39	0,3
140	330	Со 95.1%, С 4.6%, О 0.3%	16	0,4
145	330	Со 94.3%, С 4.8%, О 0.9%	20	0,2
150	330	Со 92.3%,С 7.0%, О 0.7%	16	0,3
155	330	Со 90.9%,С 8.3%, О 0.8%	16	0,1

Заключение

В результате проведенных исследований установлено, что пленки Со, полученные методом химического осаждения из газовой фазы, содержат кристаллы α -Со и β -Со. Варьирование температуры подложки и температуры испарителя позволяет в широких пределах изменять микроструктуру, текстуру и химический состав пленок Со. Увеличение температуры подложки приводит к снижению содержания кобальта, уменьшению размеров областей когерентного рассеяния и величины микронапряжений. С увеличением температуры испарителя от 120 до 130 °С степень влияния температуры подложки на структурные параметры пленок Со снижается.

Список литературы:

1. Chioncel M. F, Haycock P. W. Cobalt thin films deposited by photoassisted MOCVD exhibiting inverted magnetic hysteresis // Chemical Vapor Deposition. - 2006. - № 12. - P. 670–678.
2. Chioncel M.F, Nagaraja H. S. Domain structures of MOCVD cobalt thin films // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. - 2007. - № 313. – P. 135–141.