



УКРАЇНА

(19) UA (11) 9785 (13) C1

(51)5 G 01 R 33/038, 33/12

ДЕРЖАВНЕ
ПАТЕНТНЕ
ВІДОМСТВООПИС ДО ПАТЕНТУ
НА ВІНАХІД

(54) СПОСІБ АНАЛІЗУ ВЛАСТИВОСТЕЙ ФЕРОМАГНЕТИКІВ

1

(20) 94311361, 16.03.93

(21) 4876130/SU

(22) 19.10.90

(46) 30.09.96 Бюл. № 3

(56) 1. Электронная и ионная спектроскопия твердых тел. Под ред. Л. Фирманса, Дж. Вэнника, В. Декетсера, М., "Мир", 1981, с. 61-97.

2 Червинский И.М., Глаголев С.Ф., Горбунов И.П. Магнитооптические методы и средства определения магнитных характеристик материалов. Л., "Энергия", 1980, с. 69 (прототип).

(71) Сімферопольський державний університет ім. М.В.Фрунзе

(72) Шапошников Олександр Миколайович

2

(73) Конструкторське бюро "Домен" при Сімферопольському державному університеті ім. М.В.Фрунзе (UA)

(57) Способ анализа свойств ферромагнетиков, включающий одновременное воздействие на образец магнитного поля с амплитудой, меняющейся по пилообразному закону в плоскости образца, и монохроматического излучения, и измерение угла поворота плоскости поляризации отраженного от поверхности образца излучения, отличающийся тем, что воздействуют на образец ультрафиолетовым излучением с длиной волны 0,18 мкм, формируют и анализируют энергетический спектр фотоэлектронов, эмитирующих с поверхности образца.

Изобретение относится к измерительной технике и предназначено для анализа свойств тонкопленочных и ленточных образцов ферромагнетиков.

Известен способ анализа химического состава различных веществ с помощью ультрафиолетовой электронной спектроскопии (УФЭС) [1]. Однако, данный способ не позволяет измерять магнитные свойства веществ и устанавливать их взаимосвязь с химическим составом.

Известен выбранный в качестве прототипа способ измерения магнитооптических характеристик ферромагнетиков с помощью гистереографа [2] в соответствии с которым на образец одновременно воздействуют магнитным полем с амплитудой, меняющейся по пилообразному закону в плоскости образца, и монохроматическим

излучением, а затем измеряют угол поворота плоскости поляризации отраженного от поверхности образца излучения.

Однако данный способ не позволяет проводить измерения химического состава, кроме того в нем используется излучение с длиной волны 0,63 мкм, что позволяет измерять только интегральные по глубине (десятки нанометров) магнитные характеристики

В основу изобретения поставлена задача усовершенствования способа анализа свойств ферромагнетиков, в котором осуществлением одновременного измерения как химического состава, так и магнитных свойств образца обеспечивается повышение разрешающей способности при анализе отдельных слоев образца и точности анализа.

(19) UA (11) 9785 (13) C1

Поставленная задача решается тем, что в способе анализа свойств ферромагнетиков, включающем одновременное воздействие на образец магнитного поля с амплитудой, меняющейся по пилообразному закону в плоскости образца, и монохроматического излучения, и измерение угла поворота плоскости поляризации отраженного от поверхности образца излучения, согласно изобретению, воздействуют на образец ультрафиолетовым излучением с длиной волны 0,18 мкм, формируют и анализируют энергетический спектр фотоэлектронов, эмитирующих с поверхности образца.

Преимущество предложенного способа анализа свойств ферромагнетиков перед другими известными состоит в следующем:

Повышается разрешающая способность способа при анализе отдельных слоев образца, т.к. осуществляется одновременно измерение как химического состава, так и магнитных свойств образца и устанавливается их взаимозависимость.

Возрастает точность анализа, так как отсутствует операция переноса образца, т.е. перепозиционирование образца. Кроме того, использование способа наиболее эффективно при измерении характеристик тонкопленочных ферромагнетиков, обладающих переменным по толщине химическим составом, а значит и магнитными свойствами.

Предлагаемый способ анализа свойств ферромагнетиков осуществляется следующим образом. Измеряемый образец помещают в сверхвысоковакуумную камеру и создают в ней вакуум 10^{-5} – 10^{-7} Па. Затем образец подвергают одновременному воздействию монохроматического ультрафиолетового излучения и магнитного поля, причем магнитное поле прикладывают в плоскости образца, а амплитуду изменяют по пилообразному закону. Под воздействием излучения из образца эмитируют фотоэлектроны, одновременно под воздействием магнитного поля отраженное от поверхности образца излучение изменяет плоскость поляризации. Вышедшие из образца фотоэлектроны анализируются по энергиям с помощью энергоанализатора, в результате чего формируется т.н. энергетический спектр вышедших фотоэлектронов, т.е. их распределение по энергиям. Энергетический спектр отражает структуру валентных уровней элементов, входящих в состав исследуемого образца; интенсивность той или иной электронной линии отражает количественное содержание элемента, а значение энергии фотоэлектронов соответствует

определенному электронному уровню, т.е. характеризует качественный химический состав. Таким образом, измерение интенсивности вышедших фотоэлектронов и их энергии дает информацию о химическом составе исследуемой поверхности. Глубина выхода фотоэлектронов определяет глубину исследуемого слоя и составляет величину 0,5–2 нм.

Измерение изменения величины угла поворота плоскости поляризации отраженной от поверхности образца части УФ излучения в зависимости от изменения величины и полярности приложенного магнитного поля дает возможность построить т.н. магнитооптическую петлю гистерезиса. По петле гистерезиса определяют такие магнитные свойства ферромагнетика, как коэрцитивную силу, поле насыщения, угол поворота плоскости поляризации и т.д. Глубина проникновения УФ излучения в металлы составляет единицы нанометров, что сравнимо с глубиной выхода фотоэлектронов и позволяет измерять магнитные свойства того же слоя, химический состав которого определяется методом УФЭС.

Проводя совместный анализ результатов определения химического состава и магнитных свойств приповерхностных слоев ферромагнетиков, определяют зависимость химического состава – магнитные свойства.

Затем проводят послойное утонение образца путем воздействия на него, например, расфокусированным или сканирующим пучком ионов инертного газа, в результате чего происходит травление поверхности образца на заданную глубину. Расфокусированный или сканирующий пучок необходим для удаления возможно большей анализируемой площади поверхности образца. После окончания травления вновь измеряют спектры фотоэлектронов и магнитооптическую петлю гистерезиса и производят определение химического состава и магнитных свойств. На этом цикл травление – измерение завершается.

Изобретение поясняется чертежами, где изображены: на фиг.1 – блок-схема устройства для реализации способа анализа свойств ферромагнетиков, на фиг.2 – график изменения коэрцитивной силы H_c и угла вращения Керра Θ_k по толщине пленок железа.

Устройство для реализации способа (фиг.1) содержит сверхвысоковакуумную камеру 1, соединенную с системой 2 создания вакуума. На одном из фланцев камеры 1 под углом 45° к поверхности образца 3 размещенного в центре камеры 1, установлен ис-

точник 4 УФ излучения, соединенный с блоком 5 питания. Внутри камеры расположены оптически связанные с источником 4 УФ излучения блок оптических элементов 6 и блок оптических элементов 7. В состав блока 6 входят оптически связанные между собой поляризатор и азимутальный модулятор. В состав блока 7 входят оптически связанные между собой компенсатор, анализатор и фотоприемник. Выход блока 7 через токоввод 8 электрически связан с устройством 9 регистрации, выход которого подключен ко входу ЭВМ 10. Оптические блоки 6, 7, а также устройство 9 регистрации аналогичны описанным в литературе [Архангельский В.Б., Глаголев С.Ф. и др. Автоматизированные образцовые средства измерений магнитных и магнитооптических параметров пленок // Измерительная техника. 1983. № 7, С. 58–59]. Элементы оптических блоков 6 и 7 должны быть изготовлены из материала, прозрачного для УФ излучения, например, кварца.

На другом фланце камеры 1 под углом 60° от поверхности образца размещена ионная пушка 11, соединенная с блоком 12 питания ионной пушки и системой 13 подачи рабочего газа в ионную пушку. Блок 12 питания подключен к ЭВМ 10.

На фланце в верхней части камеры 1 размещен энергоанализатор 14, при этом вертикальная ось энергоанализатора перпендикулярна плоскости образца 3 и пересекает ее в точке падения УФ излучения. Выход энергоанализатора 14 подключен к блоку 15 регистрации и управления энергоанализатором, выход которого, в свою очередь, подключен к ЭВМ 10. Работа энергоанализатора и блока управления и регистрации спектров фотоэлектронов описана в литературе [Методы анализа поверхностей / Под ред. А.Зандерны; Пер. с англ. под ред. В.В.Кораблева и Н.Н.Петрова. М.: Мир, 1979. С. 200–275. Всего страниц 583].

Внутри камеры установлены также кольца 16 Гельмгольца, геометрический центр которых совпадает с точкой падения УФ излучения на поверхность образца. Обмотка колец 16 Гельмгольца через токоввод 17 одним концом соединена с источником 18 тока и преобразователем 19 магнитного поля в электрический сигнал, другой конец обмотки заземлен. Выход преобразователя 19 и вход источника 18 подключены к ЭВМ. Алгоритм работы программы прилагается.

Устройство работает следующим образом. Образец 3 устанавливается в камере 1 на позицию измерения. В камере 1 с помощью системы 2 создают вакуум 10^{-5} – 10^{-7} Па. Включают источник 4 УФ излучения и

блок 5 питания, источник 18 тока колец Гельмгольца, устройство 9 управления работой энергоанализатора и регистрации спектров фотоэлектронов, устройство регистрации 15, ЭВМ 10. Запускают на ЭВМ управляющую программу, в соответствии с которой осуществляются:

– управление работой энергоанализатора и регистрация спектров вышедших из образца под действием УФ излучения фотоэлектронов (через блок 9 регистрации и управления);

– развертка магнитного поля в зазоре колец 16 Гельмгольца в диапазоне от 0 до $+H_{\max}$, а затем до минус H_{\max} и обратно до 0 путем подачи от ЭВМ управляющего пилообразного напряжения на источник тока 18 и одновременная регистрация ЭВМ сигналов на выходе преобразователя 19 и блока регистрации 9, т.е. регистрация петли гистерезиса в координатах $\theta_k = f(H)$.

После завершения первого цикла измерения, т.е. регистрации спектра фотоэлектронов и петли гистерезиса и записи результатов измерения в память ЭВМ, с ЭВМ подается команда на включение системы 13 подачи газа в ионную пушку до требуемого давления, а по его достижении – команда на включение блока 12 питания ионной пушки. После окончания необходимого времени травления, заданного предварительно программно оператором, ЭВМ отключает блок 12 питания ионной пушки и систему 13 подачи газа. После достижения вакуума, необходимого для выполнения измерения, ЭВМ подает команду на проведение нового цикла измерения энергетического спектра и петли гистерезиса.

Число n циклов измерения-травления определяется оператором, исходя из той глубины, на которую необходимо провести профильный анализ. После завершения n -ного цикла ЭВМ производит обработку результатов измерений по каждому циклу, при этом по каждой из петель гистерезиса ЭВМ определяет H_c и θ_k и строит результирующие зависимости $H_c = f_1(h)$ и $\theta_k = f_2(h)$, а по энергетическим спектрам фотоэлектронов строит зависимости $C_i = f_3(h)$, где h – глубина от поверхности образца, H_c – коэрцитивная сила, θ_k – угол вращения Керра, C_i – концентрация i -того элемента. Таким образом, исследователь получает информацию о химическом составе и магнитных свойствах образца по толщине пленки.

Совместный анализ указанных зависимостей позволяет ответить на вопрос, чем вызваны те или иные изменения магнитных

характеристик по толщине образца, т.е. какие изменения химического состава приводят к наблюдаемым изменениям магнитных свойств.

Конкретный пример реализации способа

Образец пленки железа толщиной 100 нм, имплантированный ионами азота с энергией 60 кэВ и дозой $5 \cdot 10^{16}$ ион/см², подвергнут анализу при облучении ультрафиолетовым излучением с длиной волны 58,4 нм. Исследованы фотоэлектронные спектры валентных уровней железа, кислорода, азота и углерода. Угол падения УФ излучения на поверхность исследуемого образца составлял 45°. Магнитные свойства — коэрцитивную силу H_c и угол вращения Керра θ_k — измеряли в геометрии меридионального эффекта Керра. Диапазон полей перемангничивания составлял 0–100 Э. Последующее травление (утонение) поверхности образца осуществляли ионами аргона с энергией 500 эВ с плотностью тока пучка 20 мкА/см², шаг травления — 10 нм, площадь сканирования пучка ионов по поверхности образца 10 мм².

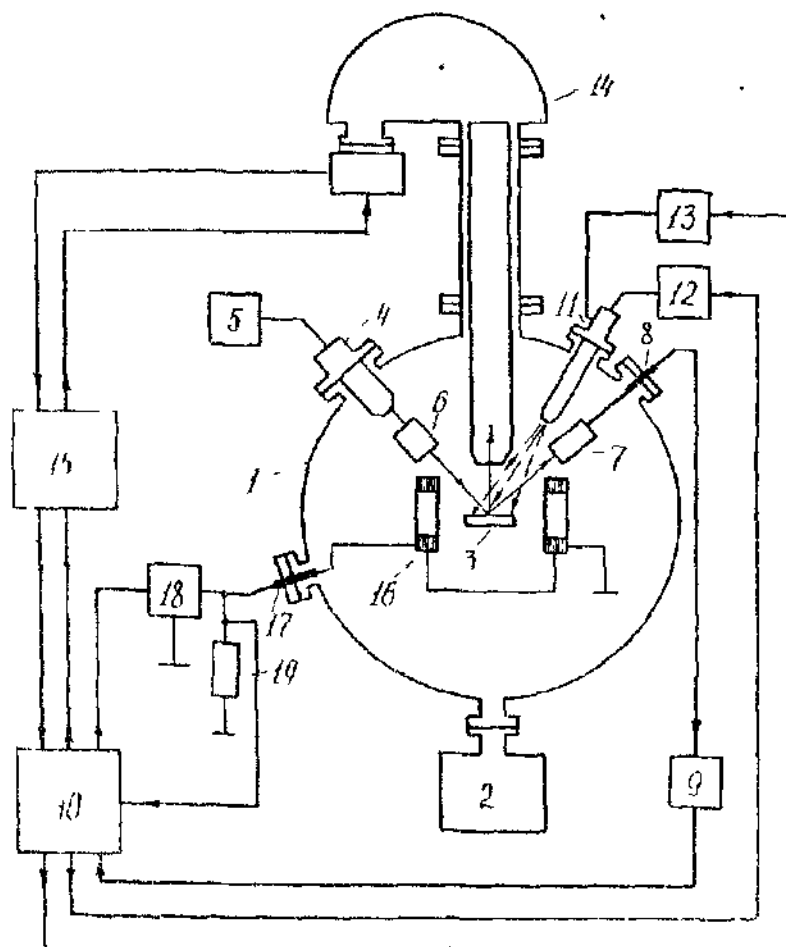
Результаты измерения представлены на фиг 2

Анализ спектров валентных электронов исследованных элементов, а также литературные данные по исследованию пленок железа, имплантированных ионами азота, позволил сделать следующие выводы о наблюдаемом изменении магнитных свойств (H_c и θ_k) по толщине пленок железа:

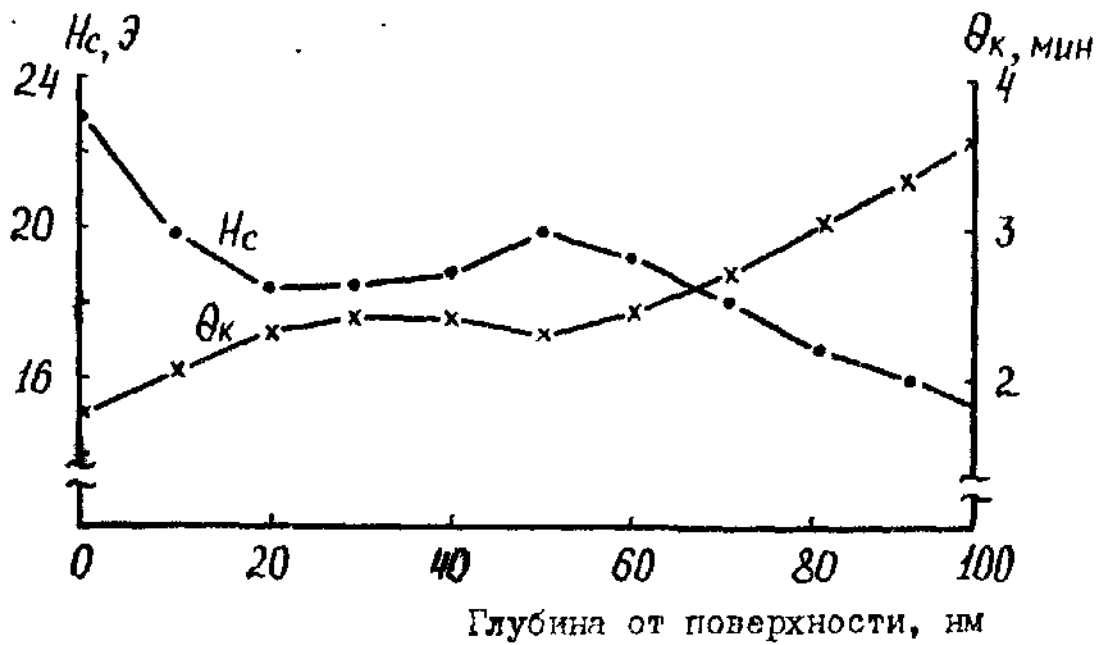
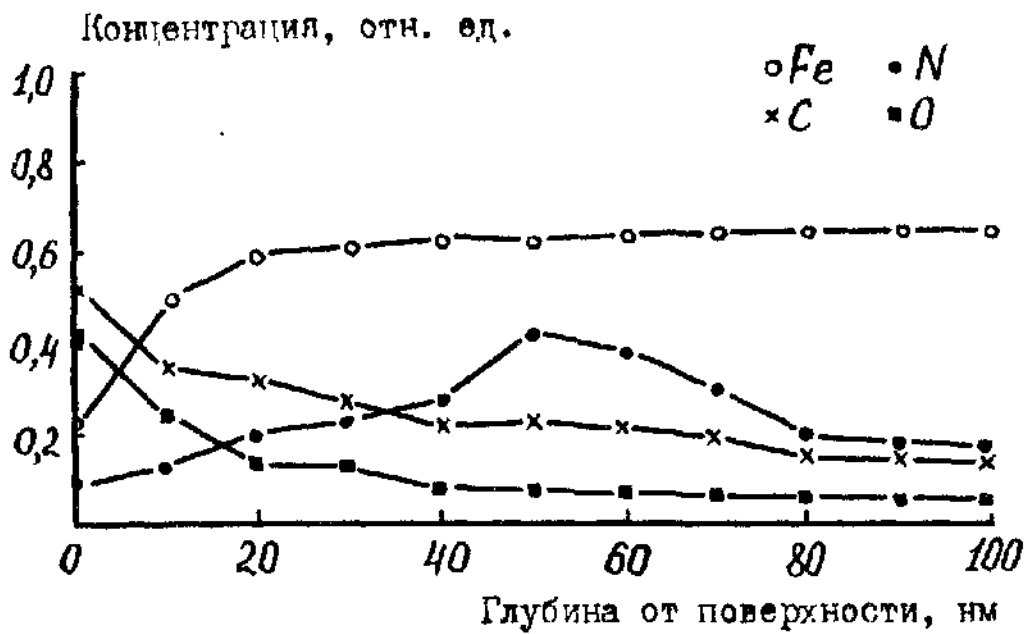
1. Высокие значения H_c и низкие значения θ_k вблизи поверхности пленки обусловлены частичным окислением железа в результате контакта пленки с атмосферой, а также образованием карбидов железа. Падение H_c и рост θ_k с началом травления обусловлены удалением этого слоя. Присутствие кислорода и углерода в объеме пленки обусловлено их вхождением в пленку из остаточной атмосферы вакуумной камеры в процессе напыления.

2. Последующий рост H_c и падение θ_k приходится на слой с максимальной концентрацией имплантированного азота. В этом слое присутствуют фазы нитридов железа. Дальнейшее уменьшение H_c и рост θ_k обусловлены удалением этого слоя.

3. Наблюдаемые изменения H_c и θ_k , кроме того, частично обусловлены радиационными повреждениями, возникающими при имплантации.



Фиг. 1



Фиг. 2

Упорядник

Техред М.Моргентал

Коректор О.Обручар

Замовлення 4551

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України,
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8

Відкрите акціонерне товариство "Патент", м. Ужгород, вул.Гагаріна, 101

