EESTI NSV TEADUSTE AKADEEMIA TOIMETISED. 22. KÕIDE FÜÜSIKA * MATEMAATIKA. 1973, NR. 2

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК ЭСТОНСКОЙ ССР. ТОМ 22 ФИЗИКА * МАТЕМАТИКА. 1973, № 2

https://doi.org/10.3176/phys.math.1973.2.10

УДК 620.187.538.22

Х. ВАЛЛАСТЕ, М. ПАПП

ИЗУЧЕНИЕ ТОПОГРАФИИ ЦИЛИНДРИЧЕСКИХ ПЕРМАЛЛОЕВЫХ ПЛЕНОК

В течение последнего десятилетия цилиндрические тонкие магнитные пленки (ЦТМП) привлекли к себе широкое внимание. По сравнению с плоскими магнитными пленками они обладают рядом преимуществ: более простая и дешевая техпология изготовления, бо́льшая устойчивость записанной информации, большие выходные сигналы и пр. Однако физические исследования электролитически осажденных на проволочную основу ЦТМП значительно отстают от исследований плоских пленок, напыленных в вакууме. В то же время для успешного управления процессом изготовления ЦТМП необходимо знать, какие факторы и каким образом определяют магнитные характеристики пленок. Одним из таких факторов, как указали Дж. Ллойд и Р. Смит [¹], является топография (шероховатость) подложки.

В настоящей работе рассматриваются некоторые возможности применения растровой и просвечивающей электронной микроскопии для исследования шероховатости проволочной подложки ЦТМП, а также результирующей топографии нанесенной на такую подложку пермаллоевой пленки Объектом исследования являлись пермаллоевые (81% Ni + 19% Fe) пленки толщиной 1 мкм, нанесенные на основу из бериллиевой бронзы диаметром 0,2 мм. До осаждения пермаллоя проволочная основа проходила электрополировку, удаляющую практически полностью следы филеровки, а затем на полученную гладкую поверхность осаждался слой меди толщиной обычно 1 мкм. Путем соответствующего выбора состава электролита, температуры и тока эсаждения меди были получены подложки разной степени шероховатости, на которые в свою очередь осаждалась пленка пермаллоя. Магнитные характеристики таких пленок колеблются в следующих пределах: коэрцитивная сила по оси легкого намагничивания $H_c = 1 \div 3$ э, поле анизотропии $H_h = 1.5 \div 2.3$ э, угловая дисперсия оси легкого намагничивания $a_{90} =$ $=1\div 3^{\circ}.$

На растровом электронном микроскопе (РЭМ) типа JSM-U3 фирмы JEOL нами исследовались боковые поверхности ЦТМП, поверхности изломов и поперечные микрошлифы. В статье приведена также микрофотография боковой поверхности ЦТМП, полученная методом оттененных угольных реплик на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) типа УЭМВ-100К.

Подготовка ЦТМП к микрофотографированию боковой поверхности с целью исследования ее шероховатости заключается в вакуумном напылении на нее тонкого (порядка 100 Å) слоя золота для того, чтобы



Рис. 2,





Рис. 5.



предотвратить скисление пленки, не допустить заряжения в РЭМ имеющихся на поверхности образцов непроводящих частиц, а также чтобы повысить коэффициент эмиссии вторичных электронов. В результате для данного типа образцов оказывается возможным значительное повышение разрешающей способности РЭМ, что позволяет изучать шероховатость ЦТМП при нормальном падении первичного пучка электронов на изучаемую поверхность.

Для изготовления поперечных шлифов ЦТМП на образцы предварительно электролитически осаждался довольно толстый (порядка 1 мм) слой меди, который предохранял от разрушения структуру образцов при их шлифовке и полировке. Дальнейшая обработка производилась пс известной из металлографии методике. Для достижения равномерного травления всех слоев образца (бериллиевая бронза, электролитическая медь, сплав никель-железо) было опробовано несколько травителей разного состава, самым простым и надежным из которых оказался следующий:

хлорное железо — 5 г; концентрированная соляная кислота — 15 мл; дистиллированная вода — 60 мл.

Травленые образцы также покрывались тонким слоем золота путем вакуумного напыления.

Образцы на излом не покрывались золотом, так как изготовлялись непосредственно перед их установкой в РЭМ и они не успевали окисляться.

Наиболее подходящим для изучения шероховатости ЦТМП на РЭМ оказалось 3000-кратное увеличение. При бо́льших увеличениях в поле зрения помещается слишком малое число неровностей, что затрудняет определение их статистических размеров, а при меньших увеличениях интересующие нас неровности не просматриваются.

Х. Д. Ричардс и др. [2] пользовались РЭМ при исследовании зависимости порогового поля смещения доменных границ от степени шероховатости подложки ЦТМП. В качестве количественных характеристик шероховатости ими были приняты пространственная частота «бугорков» диаметром 1 мкм и амплитуда бугорков. Однако, судя по нашим экспериментам, число обнаруживаемых на микрофотографиях «бугорков» на определенном участке поверхности образца существенно зависит от угла падения первичного пучка электронов на образец. Как видно на рис. 1, напоминающем приведенные в [2] фотографии, в середине изображения видно большее число «бугорков», чем на краях, хотя в действительности они распределены равномерно по всей поверхности образца. Кроме того, неясно, неровности каких размеров оказывают наибольшее влияние на магнитные характеристики ЦТМП, в частности на пороговое поле смещения доменных границ. На микрофотографиях (рис. 2 и 3), где направление падения первичного пучка электронов совпадает с нормалью изучаемой поверхности, видно, что топография ЦТМП состоит из двух наложенных друг на друга структур. Основная, крупнозернистая структура, имеет сравнительно неоднородный характер, причем средний диаметр бугорков колеблется от нескольких микрон до десяти микрон. Вторая, мелкая структура, наложенная на крупнозернистую структуру, имеет весьма однородный характер с диаметром «бугорков» около 1 мкм.

Эти результаты подобны результатам [²], однако для количественной оценки неровностей первого типа нами предлагается несколько иной способ, заключающийся в определении средних статистических размеров всех неоднородностей этого типа. Для этого мы определяем вероятностное распределение площадей «бугорков» на определенном участке поверхности образца, а в качестве характеристики шероховатости принимаем диаметр «бугорков», соответствующий наибольшей плотности распределения вероятностей. Такая величина, по нашему мнению, больше подходит для сравнения экспериментальных результатов с тесрией микромагнетизма [^{3, 4}] и выяснения связи между шероховатостью и магнитными свойствами ЦТМП.

Как показывают исследования топографии подложки без пермаллоевого покрытия, оба вышеупомянутых типа структуры присутствуют еще до осаждения пермаллоя. Кроме того, размеры кристаллитов пермаллоя (до 500 Å) значительно меньше размеров обнаруживаемых на рис. З элементов структуры. Согласно рис. 4 проволока из бериллиевой бронзы, на которую осаждается медный подслой, является очень гладкой по сравнению с поверхностью подслоя. Следовательно, топография годложки определяется полностью медным подслоем.

На микрофотографиях микрошлифов (рис. 4) и изломов (рис. 5) видно, что пермаллоевая пленка плотно прилегает к подслою и таким образом повторяет его рельеф.

Изучение поверхностей излома при бо́льших увеличениях (в 10 000 раз) показало, что медный подслой исследуемых нами образцов обладает такой же столбчатой структурой, как и образцы, описанные в [²].

Самым достоверным, хотя и трудоемким, способом определения высоты «бугорков» оказывается изучение микрошлифов поперечных сечений ЦТМП в РЭМ (рис. 4). Однако оценку высоты неровностей можно произвести и на других вышеприведенных микрофотографиях. Для наших образцов этот размер у первого типа неровностей колеблется в пределах от 0,2 до 1,0 мкм, а у второго типа (мелких) неровностей составляет примерно 0,1 мкм.

Рассмотрим теперь применимость просвечивающей электронной микроскопии для исследования топографии ЦТМП. Г. А. Аланакян и др. [⁵] описали методику исследования ЦТМП, согласно которой пленку утончают путем химического травления до толщины 100—200 Å, т. е. до толщины, прозрачной для электронного луча. Полученные таким образом образцы исследовались в ПЭМ. Однако, так как исходная толщина исследуемых пленок лежит в области около 1 *мкм*, то недостатком такой методики, кроме сложности и трудоемкости, является опасность получения искаженных результатов.

Для исследования интересующих нас структур больше подходит метод угольных реплик [6]. Авторами настоящей статьи была сделана также попытка исследовать топографию ЦТМП методом оттененных угольных реплик (рис. 6) на ПЭМ типа УЭМВ-100 К. По сравнению с РЭМ преимуществом ПЭМ является большая разрешающая способность, что приводит к выявлению новых тонких элементов структуры. На рис. 6 хорошо видна тонкая структура, имеющая периодичность примерно 500 Å. Эта структура образуется уже при электролитическом осаждении самой пермаллоевой пленки и на нее не воздействует топография медного подслоя. Недостатком этого метода является сложность получения реплик с поверхности цилиндрических образцов малого диаметра (в нашем случае 0,2 мм). Поэтому реплики обычно получаются малых размеров и с недостаточным числом элементов структуры для определения их статистических размеров. Кроме того, нет возможности предварительного выбора наиболее характерного участка образца для изучения в ПЭМ, что может привести к ошибочным результатам.

Таким образом, для изучения элементов топографии, создаваємых медным подслоем, больше подходит РЭМ, а для исследования струк-

туры самой пермаллоевой пленки преимуществами обладает ПЭМ. Пользуясь параллельно этими двумя видами электронной микроскопии оказывается возможным всестороннее изучение топографии ЦТМП для выяснения ее связи с магнитными характеристиками пленок.

Авторы выражают благодарность проф. Г. В. Спиваку и Р. С. Гвоздовер с кафедры электроники физического факультета МГУ за помощь и поддержку.

ЛИТЕРАТУРА

- 1. Lloyd J., Smith R., J. Appl. Phys., 30, 274 (1959). 2. Richards H. D., Humpage J., Hendy J. C., IEEE Trans. Magnetics, MAG-4,

- Ктепатов П. Э., Папраде С., Пенар С. о., Папраде С., 1968).
 Harte K. J., J. Appl. Phys., 39, 1503 (1968).
 Lesnik A. G., Sandler L. M., Phys. Stat. Sol., 17, 753 (1966).
 Аланакян Г. А., Арутюнян Р. Г., Егиян К. А., Едигарян А. А., VIII Всес. конфер. по электронной микроскопии, М., 1971, (тезисы докладов). c. 65.
- 6. Едигарян А. А., Егиян К. А., Какоян А. Б., Арутюнян Р. Г., Ала-накян Г. А., Изв. АН АрмССР, Физика, 6, 34 (1971).

Инститит кибернетики Академии наук Эстонской ССР Поступила в редакцию 25/X 1972

CEMOCTA, OT. THERE BANDY TRATCHE MINING

H. VALLASTE, M. PAPP

SILINDRILISTE PERMALLOIKILEDE TOPOGRAAFIA UURIMINE

Artiklis vaadeldakse skaneeriva ja transmissioon-elektronmikroskoopia rakendusi silindriliste magnetkilede topograafia uurimiseks. On ära toodud mikrofotod, mis on saadud skaneerival elektronmikroskoobil JSM-U3 ja transmissioon-elektronmikroskoobil J'MB-100K. On välja töötatud metoodika mikrofotode kvaliteedi parandamiseks ja magnetkilede topograafia statistiliseks iseloomustamiseks.

H. VALLASTE, M. PAPP

INVESTIGATION OF MAGNETIC WIRE TOPOGRAPHY

Application of scanning and transmission electron microscopy to magnetic wire topography investigation is discussed. Micrographs obtained by a scanning microscope JSM-U3 and a transmission microscope V9MB-100K are supplied. Methods for improving micrograph resolution and deriving mean size of magnetic film particles are proposed.

I. На общее сопретивление михревоз уставовит линиот данных