

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования

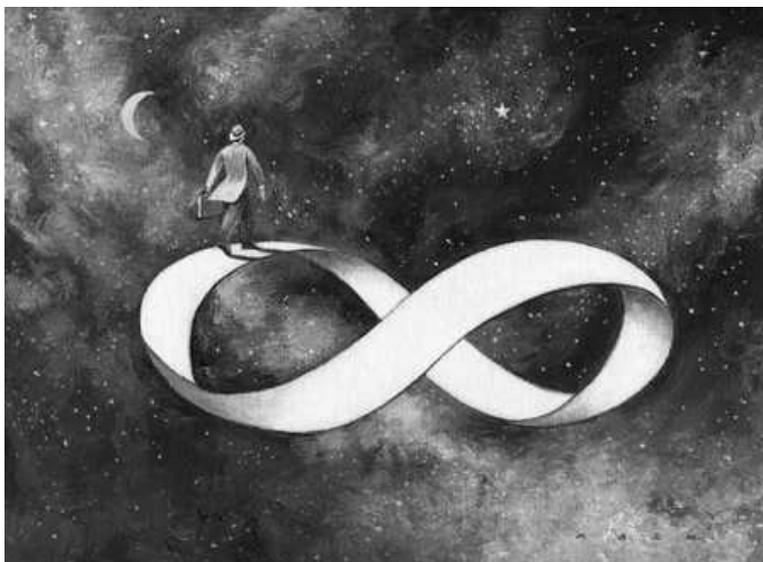
«Воронежский государственный технический университет»

кафедра физики твердого тела

«ФИЗИКА ТОНКИХ ПЛЕНОК»

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

к лабораторным работам
для студентов направления 16.03.01 "Техническая физика»,
профиля «Физическая электроника»
очной формы обучения



Воронеж 2022

УДК 621.38

Составитель:

О.В. Стогней

Физика тонких пленок: методические указания к лабораторным работам для студентов направления 16.03.01 "Техническая физика» профиля «Физическая электроника» очной формы обучения / ФГБОУ ВПО «Воронежский государственный технический университет»; сост.: О.В. Стогней. - Воронеж, 2022. - 31 с.

В методических указаниях приводятся краткие теоретические сведения о физических свойствах тонких пленок. Приводится описание методик измерений этих свойств, практические задания и контрольные вопросы.

Издание предназначено для студентов очной формы обучения.

Методические указания подготовлены в электронном виде и содержатся в файле «ФизТонПлен_ЛР.pdf».

Табл. 1. Ил. 5. Библиогр.: 6 назв.

УДК 621.38

Рецензент - Е.К.Белоногов, д-р физ.-мат. наук, проф.,
профессор кафедры физики ВГТУ

*Рекомендовано методическим семинаром кафедры ФТТ и
методической комиссией ФРТЭ Воронежского
государственного технического университета в качестве
методических материалов*

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1

Электрические свойства тонких металлических пленок: классический размерный эффект.

Цель: *исследовать зависимость электрического сопротивления металлических пленок от их толщины.*

Электропроводность металлов обусловлена дрейфом электронов проводимости под действием внешнего электрического поля. Теоретически, в идеальной решетке электрон может двигаться свободно, не испытывая сопротивления, однако в действительности такая ситуация невозможна. Причиной электрического сопротивления металлов и сплавов является рассеяние электронов проводимости дефектами, реально существующими в атомной решетке. Взаимодействие электронов с этими дефектами приводит к уменьшению длины свободного пробега и чем интенсивнее взаимодействие, тем меньше длина свободного пробега и тем, соответственно, выше электрическое сопротивление материала.

Дефекты можно разделить на два класса. Первый класс - тепловое движение атомов (точнее, колебание атомов возле положений равновесия). Описание динамики таких тепловых колебаний в физике твердого тела осуществляется на основе представлений о динамике квазичастиц – фононов. Взаимодействие (рассеяние) электронов с тепловыми колебаниями атомов (фононами) является одной из причин появления электрического сопротивления в проводящих материалах. Сопротивление обусловленное фононами зависит от температуры и при абсолютном нуле оно пренебрежимо мало.

Помимо фононов существуют дефекты, присутствующие в материалах всегда, причем их концентрация даже при «нулевой температуре» может достигать большой величины. Это второй класс дефектов (так называемые геометрические или статические дефекты), включающий в себя вакансии, примесные атомы в узлах решетки, атомы в междоузлиях, де-

фекты упаковки, дислокации и границы зерен и, наконец, поверхность материала.

Предполагая, что тепловые и геометрические дефекты рассеивают электроны независимо, можно, в соответствии с правилом Маттиссена, представить электрическое сопротивление в виде простого выражения:

$$\rho = \rho_L + \rho_{ph}(T) \quad (1)$$

где ρ_L - сопротивление, вызванное рассеянием электронов статическими (геометрическими) дефектами, а ρ_{ph} - сопротивление, обусловленное тепловыми колебаниями. Иногда ρ_L называют остаточным сопротивлением, поскольку эта величина сохраняется у проводящего материала, даже если он охлажден до предельно низкой температуры. Обратите внимание, что здесь речь не идёт о сверхпроводимости, это совершенно другое физическое явление.

Одним из наиболее ярких проявлений "тонкопленочного состояния" материала является размерный эффект. В общем случае размерный эффект это значительное изменение величины какой-либо характеристики материала, когда один из размеров этого материала (например, толщина) оказывается соизмеримым или меньшим, чем характеристическая длина, определяющая данную характеристику материала. В случае электропереноса характеристическая длина - это длина свободного пробега электрона. Влияние размера (толщины пленки) на электрические свойства проводника может проявляться в разных вариантах.

Прямое проявление, заключающееся в ограничении эффективной длины свободного пробега носителей заряда. Это происходит вследствие геометрических ограничений, вносимых, поверхностями пленки (внешняя поверхность пленки и граница раздела подложка-пленка), и внутренними границами (границы зерен, межфазные границы). Очевидно, что проявление размерного эффекта в данном случае будет

наблюдаться при толщинах, соизмеримых с длиной свободного пробега. Проще говоря, эффект проявляется в том случае, когда толщина пленки оказывается соизмерима или меньше чем средняя длина свободного пробега электрона. Суть эффекта сводится к резкому увеличению электрического сопротивления пленки при уменьшении толщины. Часто прямое проявление размерного эффекта носит название классического размерного эффекта.

Косвенное проявление размерного эффекта заключается в изменении морфологии пленки при уменьшении ее толщины настолько, что она перестает быть сплошной и становится островковой. В этом случае происходят не столько количественные изменения сопротивления, сколько качественные, поскольку меняется характер и механизм проводимости.

Помимо классического размерного эффекта существует квантовый размерный эффект, проявляющийся в том случае, когда толщина пленки оказывается сравнимой с длиной волны де Бройля и заключающийся в осцилляции величины сопротивления при изменении толщины пленки.

В данной лабораторной работе будет исследовано классическое проявление размерного эффекта.

Практическое задание

Объекты исследования: две серии образцов напыленного никеля, в виде тонких пленок, нанесенных на диэлектрические подложки. Образцы напылялись на подложки через специальный трафарет таким образом, чтобы получить пленки различной толщины. Толщина каждого образца не измерялась, однако известна толщина первого и последнего образца в каждой группе. Зная эти величины, а также зная число образцов в группе, легко рассчитать значение толщины каждого измеряемого образца.

В лабораторной работе требуется измерить сопротивление **двух** групп образцов.

1. Первая группа образцов представляет собой полоски правильной формы длиной 60 мм и шириной 3 мм. Толщина первого образца в группе составляет 0,3 мкм, толщина последнего 6 мкм.

2. Вторая группа образцов это образцы неправильной формы в количестве 14 штук, однако их толщина значительно меньше, чем толщина образцов первой группы. Измерения показали, что в первом образце толщина составляет 0,06 мкм, а в последнем (№ 14) составляет 0,9 мкм.

Для расчетов толщины каждого образца необходимо исходить из предположения, что толщина линейно меняется с изменением номера образца.

Процедура измерения: Измерение сопротивления образцов проводится по двух-зондовой схеме с помощью мультиметра (цифрового тестера). Измеренная величина представляет собой абсолютное значение электрического сопротивления образца и зависит от его геометрических размеров (площади поперечного сечения и расстояния между зондами L). Для получения корректной зависимости влияния толщины пленок на сопротивление необходимо пересчитать абсолютное сопротивление к так называемому поверхностному сопротивлению (ρ_{\square}).

В простейшем случае абсолютное сопротивление проводника рассчитывается по известной формуле:

$$R = \rho \frac{L}{hd}, \quad (2)$$

где L – длина проводника, h – толщина проводника, d – ширина проводника. Это выражение не учитывает, конечно, целый ряд эффектов, которые возникают вследствие неэквипотенциальности поля, пренебрежения малыми размерами объекта и т.д., но в данном случае это не существенно. Поверхностным сопротивлением пленки называют величину, зависящую от удельного сопротивления и толщины. Иными словами ρ_{\square} это сопротивления квадратного

участка пленки (квадратного в плоскости плёнки), которое можно рассчитать в соответствии с выражением:

$$\rho_{\square} = \rho/h=R \cdot (d/L) \quad (3)$$

Таким образом, при выполнении лабораторной работы необходимо для каждого образца провести три измерения сопротивления (R) с измерением расстояния между зондами (L). Три измерения необходимо для вычисления среднего значения, и повышения, тем самым, точности измерения. Измеренные значения следует занести в таблицу. Помимо значения сопротивления образца и его ширины в таблицу следует занести значение толщины измеряемых образцов. Толщина определяется исходя из числа образцов и известной толщины первого и последнего в серии (см. предыдущую страницу). Все полученные результаты заносятся в таблицу.

Таблица

№ обр.	R, Ом	R _{ср} , Ом	L, мм	L _{ср} , мм	d, мм	h, мкм	ρ_{\square} , Ом/□
	<i>изм. 1</i>		<i>изм. 1</i>				
	<i>изм. 2</i>		<i>изм. 2</i>				
	<i>изм. 3</i>		<i>изм. 3</i>				

После заполнения таблицы необходимо построить график зависимости поверхностного сопротивления образцов от их толщины. Собственно построенный график и будет являться результатом выполнения работы.

Контрольные вопросы

1. Чем определяется электрическое сопротивление чистых металлов и металлических сплавов?

2. Будет ли изменяться сопротивление металлов при нагреве? Если да, то какой знак температурного коэффициента сопротивления будет при этом наблюдаться?

3. Почему при охлаждении нормального металла (не проявляющего сверхпроводящих свойств) его сопротивление не становится равным нулю?

4. Что такое «классический размерный эффект»?

5. Как проявляется «классический размерный эффект» при изучении сопротивления тонких пленок?

6. При каких условиях будет наблюдаться «классический размерный эффект» в тонкой пленке? При каких толщинах это будет происходить, если речь идет об электрических свойствах?

7. В каком материале удельное электросопротивление будет выше, в монокристаллическом или в поликристаллическом?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2
**Исследование температурной зависимости
электросопротивления островковых металлических пленок.
Механизмы электропереноса.**

Цель: *Провести сравнительное исследование температурной зависимости электросопротивления двух металлических пленок: сплошной и островковой.*

Теоретические сведения

Электропроводность металлов обусловлена дрейфом электронов проводимости под действием внешнего электрического поля. Поскольку в идеальной решетке электрон может двигаться, не испытывая рассеяния, причиной электрического сопротивления металла является рассеяние электронов дефектами решетки. Эти дефекты можно разбить на два класса: тепловое колебание атомов (фононы) и геометрические дефекты — вакансии, атомы в междоузлиях, примесные атомы, дефекты упаковки и, наконец, поверхность пленки.

Температурная зависимость сопротивления металлов связана с компонентой ρ_L , см. формулу (1) в лабораторной работе №1. Для большинства металлов $\rho_L \sim T$ при температуре, превышающей $0,5\theta_D$, где θ_D — дебаевская температура. При температуре ниже $0,25\theta_D$ сопротивление убывает с температурой быстрее, и для многих металлов, в частности одновалентных, $\rho_L \sim T^5$. Для поливалентных и переходных металлов сопротивление убывает медленнее. При высоких температурах компонента сопротивления ρ_L становится преобладающей и длина свободного пробега электрона снижается до сотни, и даже десятка, ангстрем. При гелиевых температурах и в очень чистых материалах длина свободного пробега электрона может достигать нескольких десятков миллиметров. По этой причине для изучения

размерных эффектов при комнатной температуре требуются очень тонкие образцы, тогда как при гелиевых температурах размерные эффекты можно наблюдать в образцах с достаточно большими размерами.

Сопротивление сплошной тонкой пленки отличается от сопротивления массивного образца такого же состава. В основном, эти отличия связаны с изменением средней длины свободного пробега электрона, обусловленным изменением (уменьшением) размеров объекта. Чем меньше толщина пленки, тем больший вклад в общее рассеяние носителей заряда будет давать рассеяние (отражение) от поверхности образца. Таким образом, уменьшение толщины пленки приводит к росту ее сопротивления. Очевидно, что это изменение носит количественный характер и не является качественным (в том смысле, что механизм электропереноса не меняется).

Исследование температурной зависимости электросопротивления сплошных металлических пленок позволяет легко определить важный параметр, характеризующий свойства материала – температурный коэффициент электросопротивления (ТКС), обозначаемый α . Значение α при произвольной температуре T экспериментально определяется из соотношения

$$\alpha_T = \frac{1}{R_T} \cdot \frac{(R_2 - R_1)}{(T_2 - T_1)} \quad (1)$$

где $T_1 < T < T_2$, а R_1 и R_2 выражают значение величины сопротивления образца при соответствующих температурах (то есть нет никакой необходимости в учете геометрии образца и в конфигурации расположения зондов). Когда ТКС приводится без определяющей его температуры, то обычно предполагается, что он вычислен при «комнатной»

температуре и T в выражении (1) принимается равным 20°C (293 K).

Чтобы получить достоверное значение величины α , необходимо провести как минимум три замера сопротивления, при этом третье показание требуется для того, чтобы определить, будет ли повышение или понижение температуры вызывать какое-либо изменение величины сопротивления.

Сопротивление островковых пленок

Анализ экспериментальных данных однозначно свидетельствует о том, что в подавляющем числе случаев тонкие пленки на ранних стадиях формирования оказываются какими угодно, только не сплошными, исключением являются эпитаксиальные процессы (автоэпитаксия, гомоэпитаксия). На ранних стадиях роста пленки происходит формирование отдельных островков, которые физически не контактируют друг с другом. Такая пленка называется островковой. Удивительно то, что проводимость островковой пленки сравнительно высока, по крайней мере, она значительно выше, чем проводимость диэлектрической подложки, на которой находится пленка. В общем случае сопротивление островковой пленки экспоненциально уменьшается при увеличении температуры, что свидетельствует о термоактивационном механизме электропереноса.

Существует несколько моделей, объясняющих механизм электропереноса в островковых пленках.

1) Перенос посредством *термоэлектронной эмиссии*. В рамках этой модели электроперенос осуществляется электронами, эмитированными из островка за счет термической активацией (это легко объясняет экспериментальный факт, в соответствии с которым сопротивление островковой пленки стремится к бесконечности при приближении к гелиевым температурам).

Поскольку значения энергии активации, наблюдаемые при исследовании проводимости островковых пленок, намного меньше работы выхода из соответствующих металлов, находящихся в массивном состоянии, были сделаны следующие предположения. Во-первых, более низкий барьер активации обусловлен наложением друг на друга поляризационных силовых потенциалов двух соседних островков. Во-вторых, небольшая частичка обладает более низкой работой выхода по сравнению с массивным образцом просто в силу своих малых размеров. В-третьих, форма небольшой частицы приводит к тому, что даже при небольших электрических напряжениях, прикладываемых к пленке, напряженность поля вблизи поверхности островка значительно возрастает, что воспринимается как уменьшение работы выхода.

2) *Перенос посредством термоактивированного туннелирования.* Предполагается, что если расстояние между островками составляет несколько нанометров (1-3 нм), то возможно непосредственное туннелирование электронов между ними. Несмотря на то, что рассматривается туннелирование, электрона между островками для реализации этого процесса необходима энергия активации, поскольку при туннелировании электрона происходит перенос заряда от одного первоначально нейтрального островка к другому и, следовательно, исходная электрическая нейтральность островков нарушается (они приобретают нескомпенсированный электрический заряд). Энергия активации будет пропорциональна e^2/r где e - заряд электрона и r - средний линейный размер частиц. Только электроны, возбужденные по меньшей мере до состояния с энергией, превышающей уровень Ферми, будут туннелировать между соседними островками. Таким образом, данный процесс является активированным процессом, ведущим к созданию равновесного количества заряженных островков. Следует заметить, что процесс туннелирования от островка к островку отличается от туннелирования между двумя электродами с постоянными потенциалами, создаваемыми каким-нибудь внеш-

ним источником питания, поскольку уровни Ферми в островках не остаются постоянными. В том случае, когда электрон туннелирует между двумя макроскопическими электродами, никакой электростатической работы не производится, так как оставшийся (после туннелирования электрона) положительный заряд сразу же нейтрализуется и энергия в данной системе не возрастает. Однако, когда электрон «срывается» с одного наноразмерного островка и перескакивает на другой островок, образующиеся заряды островков не компенсируются и, следовательно, энергия такой системы увеличивается. Поэтому туннелировать может только тот электрон, который предварительно получил дополнительную порцию энергии.

3) Модель, учитывающая влияние подложки (*модель прыжковой проводимости*). В этой модели допускается, что диэлектрическая подложка имеет большое количество ловушек (локализованных состояний) в запрещенной зоне и электроны с большей вероятностью туннелируют в эти ловушки, нежели туннелируют с островка на островок. Дело в том, что вероятность туннелирования, которая экспоненциально уменьшается при увеличении расстояния, на которое должен протуннелировать электрон, гораздо выше в случае перемещения по локализованным состояниям, нежели в случае туннелирования непосредственно между островками.

Как правило, свободной ловушки (локализованного состояния) на уровне Ферми металлического островка нет и поэтому первое туннелирование будет происходить с островка в ловушку, энергия которой расположена ниже или выше уровня Ферми. Этот процесс сопровождается изменением энергии электрона в результате электрон-фононного взаимодействия (электрон либо увеличивает свою энергию, либо уменьшает). Поскольку непосредственное туннелирование с первой ловушки во второй островок также маловероятно вследствие отсутствия в нем вакантных состояний с соответствующей энергией или сравнительно большого расстояния, электрон может туннелировать в следующую ловушку. Окончательный пере-

ход электрона во второй островок возможен при условии, что энергия локализованного состояния и энергия вакантного уровня в зоне проводимости островка одинаковы, или если разница этих уровней компенсируется в результате электрон-фононного взаимодействия.

Во всех представленных моделях (несмотря на физически различные механизмы) проводимость экспоненциально зависит от температуры. Экспериментальные данные качественно удовлетворяют всем моделям. Если аккумулировать известные результаты, то в общем случае проводимость (сопротивление) островковых пленок действительно экспоненциально зависит от температуры:

$$\sigma = \sigma_0 \exp[-(C/kT)^\alpha] \text{ или } \rho = \rho_0 \exp[(C/kT)^\alpha], \quad (3)$$

причем показатель степени α - может принимать значения от 0,25 до 1, в зависимости от морфологии и размеров островков, материала подложки, режимов протекания тока и т.д.

Простейший способ проверки соответствия той или иной модели экспериментальным данным заключается в перестроении полученных результатов в «модельных» координатах. Например, перестроение экспериментальных данных в координатах $\ln \rho = f(T^{-1})$, $\ln \rho = f(T^{-1/2})$ и $\ln \rho = f(T^{-1/4})$ позволяет качественно оценить какая из моделей более адекватна. Спрямление данных, полученных при исследовании островковой пленки, в координатах $\ln \rho = f(T^{-1})$ свидетельствует о том, что более адекватной является эмиссионная модель, координаты $\ln \rho = f(T^{-1/2})$ соответствуют модели туннелирования и, наконец, зависимость $\ln \rho = f(T^{-1/4})$ характерна для прыжковой проводимости.

Методика исследования температурной зависимости электросопротивления тонких пленок

Измерение электросопротивления тонких пленок осуществляется посредством двух-зондового потенциометрического метода. Двухзондовый метод дает большую погрешность при определении абсолютного значения электросопротивления (удельного электросопротивления). Однако в случае исследования изменения сопротивления пленки в результате изменения внешних условий (температура, магнитное поле, давление и т.п.) этот метод дает вполне корректные результаты.

Исследуемый образец помещается в измерительную головку и на его поверхности создаются электрические контакты. В зависимости от вида измерительной головки контакты или припаиваются легкоплавким индием или прижимаются механически (два игольчатых зонда на упругих лапках, изготовленных из бериллиевой бронзы). Измерение сопротивления пленки осуществляется с помощью цифрового вольтметра. Показания вольтметра «считываются» компьютером.

Для исследования температурной зависимости электросопротивления тонких пленок в интервале 77 – 300 К применяется проточный криостат, схема которого представлена на рис. 1. Для охлаждения образца 1 до температуры кипения жидкого азота (77.4 К) необходимо создать условия, при которых жидкий азот будет подниматься вверх по капилляру 3, охлаждая образец. Для этого нижняя часть проточного криостата погружается в сосуд Дьюара 4 и герметически уплотняется с помощью резинового кольца 5 гайкой 6. С помощью резистивного испарителя 7, находящегося в Дьюаре, начинается процесс испарения азота вследствие чего давление газа внутри сосуда увеличивается.

Благодаря избыточному давлению газообразного азота жидкий азот поднимается вверх по капилляру 3 до уровня образца 1, охлаждая его до «азотной» температуры. При этом

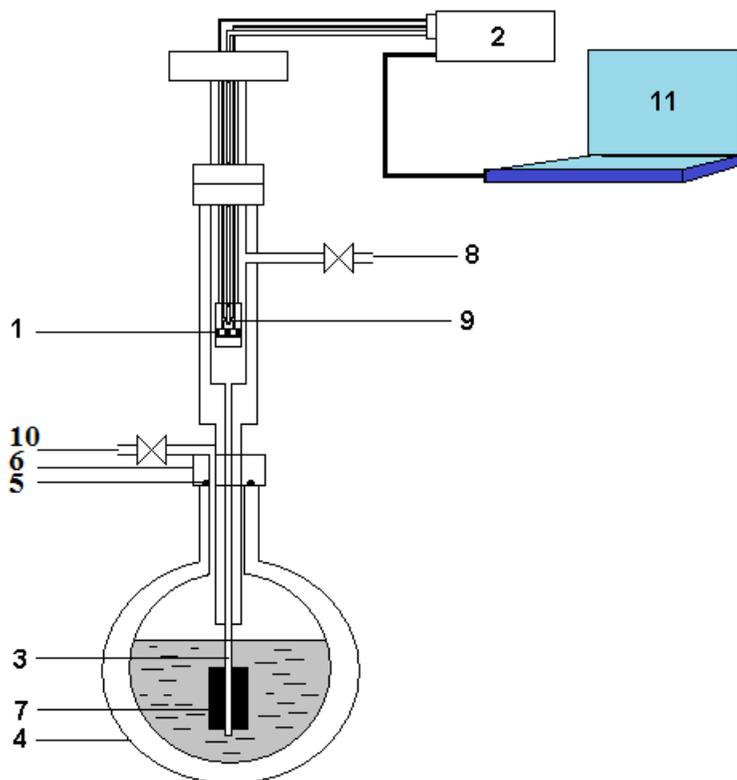


Рис. 1. Схема измерения температурной зависимости электросопротивления тонких пленок.

1 - образец; 2 - вольтметр; 3 - капилляр для подачи жидкого азота к образцу; 4 - сосуд Дьюара; 5 - резиновое уплотнение; 6 - уплотняющая гайка; 7 -испаритель азота; 8 - патрубок для паров азота; 9 - термодатчик; 10 - патрубок для «сброса» избыточного давления паров азота в сосуде Дьюара, 11 - компьютер, «собирающий» данные.

пары азота свободно выходят в атмосферу через патрубок 8. Для измерения температуры образца используется термодатчик (9), размещённый вблизи образца на поверхности измерительной головки. Показания термодатчика также «считываются»

ся» компьютером (11). Таким образом, вольтметр последовательно фиксирует значение температуры (показание термодатчика) и значение сопротивления образца в каждый момент времени. Измерительная программа аккумулирует эти данные в файле в виде двух столбцов значений: температура – сопротивление.

Поскольку процесс охлаждения не является стабильным и изменение температуры образца происходит скачками, практическое измерение температурной зависимости осуществляется при отопреве от 77 К до 300 К. Для этого перекрывается патрубок 8 и открывается патрубок 10 для «сброса» избыточного давления паров азота в сосуде Дьюара. В результате этого уровень жидкого азота в том объеме, где находится образец, начинает понижаться, а температура образца – увеличиваться.

Практические задания

Провести измерение температурной зависимости электросопротивления сплошной металлической пленки в интервале температур 77 К – 300 К.

Рассчитать значения температурного коэффициента электросопротивления для трех различных температур (90 К, 150 К и 270 К).

Провести измерение температурной зависимости электросопротивления островковой пленки в интервале температур 77 К – 300 К.

Рассчитать значения температурного коэффициента электросопротивления для трех различных температур (90 К, 150 К и 270 К).

Используя полученные экспериментальные зависимости $R = f(T)$, определить доминирующий механизм электропереноса в каждом случае (для сплошной и островковой пленки).

Контрольные вопросы

1. Каковы причины, приводящие к появлению электросопротивления в сплошных металлических пленках?
2. Как влияет толщина пленки на ее электрическое сопротивление и каков механизм этого влияния?
3. Понятие температурного коэффициента электросопротивления (ТКС), способ определения ТКС.
4. Различия температурной зависимости электросопротивления сплошной пленки и островковой (качественные различия).
5. Будет ли механизм электропереноса в сплошной и островковой металлической плёнке отличаться? Аргументировать ответ.
6. Модели электропереноса в островковых пленках:
 - термоэлектронная эмиссия;
 - туннелирование;
 - прыжковая проводимость.
7. Описать метод исследования температурной зависимости электросопротивления, использованный в лабораторной работе.
8. Какой фактор обеспечивает отсутствие образования льда на поверхности измеряемого образца при его охлаждении до низких температур?
9. Объяснить полученные экспериментальные данные.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3
**Исследование магнитных характеристик
тонкопленочных образцов. Размагничивающий фактор.
Анизотропия формы.**

Цель: Ознакомиться с устройством, принципом работы и методом калибровки вибрационного магнетометра.

Оценить степень влияния размагничивающего фактора на достоверность определения величины коэрцитивной силы ферромагнитной тонкой пленки. Установить влияние анизотропии формы на результаты магнитных измерений.

Объекты исследования:

1. ферромагнитная пленка;
2. никелевый металлургический образец.

Теоретические сведения

К числу основных статических магнитных параметров пленки, значения которых не являются структурно чувствительными, относятся постоянная обменного взаимодействия A [Дж/м], намагниченность насыщения M_S [А/м], температура Кюри T_C , температура Нееля T_N [К]. Основными структурно-чувствительными магнитными параметрами являются начальная восприимчивость $\chi_{нач}$, коэрцитивная сила H_c [А/м]; постоянные магнитострикции λ_s и постоянные различных видов магнитной анизотропии - магнитокристаллической (кристаллографической) K_a , ромбической K_r , перпендикулярной K_p , одноосной (в плоскости образца) K_u [Дж/м³], которым соответствуют поля H_a, H_r, H_p, H_u , [А/м]; плотность энергии доменных границ γ_w [Дж/м²].

Кривые намагничивания и перемагничивания (петли магнитного гистерезиса), регистрируемые в статическом и динамическом режимах, являются важнейшими и наиболее информативными характеристиками пленок. По ним определяется значительное количество основных магнитных параметров.

Кривые намагничивания и перемангничивания могут регистрироваться в виде зависимостей магнитного потока образца ψ [Вб], намагниченности I [А/м], магнитного момента p_m [А·м²], магнитной индукции B [Тл] от напряженности магнитного поля H [А/м]. Поток, момент, индукция и многие другие величины, измеряемые непосредственно, не являются параметрами материала (они зависят от формы, массы и прочих характеристик образца), и поэтому их приходится определять расчетным путем. Таким образом, важнейшей задачей при определении магнитных характеристик пленок является установление и фиксация функциональных зависимостей $B=f(H)$, либо $I=f(H)$, которые носят нелинейный характер и зависят как от магнитных свойств материала, так и от способа задания аргумента, т. е. зависимости H от времени.

Важно помнить о физическом смысле величин используемых в магнитных измерениях. Наиболее часто применяются следующие характеристики:

1. Магнитный момент (magnetic moment) – физическая величина, характеризующая магнитные свойства системы заряженных частиц и определяющая взаимодействие системы с внешними электромагнитными полями и с другими подобными системами. Единицы измерения - [А·м²]. При исследовании магнитных материалов под магнитным моментом образца подразумевается суммарный магнитный момент, образованный его элементарными моментами. Таким образом, магнитный момент не может быть характеристикой материала, поскольку зависит от объема вещества. Обозначение: p_m , или I , или μ , или J , или m - к сожалению единообразия не существует.

2. Намагниченность (magnetization) – магнитный момент единицы объема. Данная величина может служить для описания и характеристики свойств вещества. Обозначение: часто используют I ($I = p_m/V$) или M , реже - J . Единицы измерения намагниченности - [А/м] (1 А/м это намагниченность

при которой 1 м^3 вещества обладает магнитным моментом $1 \text{ А} \cdot \text{м}^2$).

3. Удельная намагниченность – магнитный момент единицы массы. Обозначение: чаще всего используют символы σ или m . Единицы измерения – $[\text{А} \cdot \text{м}^2/\text{кг}]$.

В данной работе применяются следующие обозначения: p_m, I, σ .

Одна из основных проблем, возникающих при исследовании тонких пленок, это необходимость измерения малого количества вещества. Действительно, обычные размеры исследуемых пленок это несколько квадратных миллиметров площади при толщине 5 – 20 мкм. Малое количество вещества в пленке приводит к низкому отношению сигнал-шум. Кроме того, при определении, например, намагниченности необходимо измерить объем V образца, что непросто выполнить с высокой степенью точности если пленка находится на подложке.

Один из наиболее универсальных методов изучения магнитных свойств тонких пленок это магнитоэлектрический метод, который реализован в вибрационном магнетометре.

Магнитоэлектрический метод измерений основан на использовании *закона электромагнитной индукции*, суть которого заключается в возникновении электрического тока в замкнутом контуре при изменении плотности магнитного потока, проходящего через этот контур.

Применительно к вибрационному магнетометру этот закон выражает связь между ЭДС (e_u), возникающей на концах электропроводящего контура с площадью (S), и величиной магнитного момента образца p_m , при условии, что данный контур пересекается некоторой частью (η) магнитного потока (Ψ), создаваемого образцом, объем которого - V :

$$e_u = -d\Psi / dt = -\eta \frac{d}{dt} \int \vec{B} \cdot d\vec{S} = -\frac{\eta \mu_0}{V} \frac{d}{dt} \int \vec{p}_m \cdot d\vec{S}, \quad (1)$$

p_m – магнитный момент образца,

B – индукция, создаваемая образцом,

μ_0 – магнитная постоянная.

В случае вибрационного магнетометра электропроводящим контуром являются измерительные катушки. Обычно применяют четыре измерительные катушки, соединенные последовательно. Такая конфигурация из четырех катушек снижает паразитные шумы и повышает чувствительность метода. Магнитным потоком Ψ является магнитное поле, которое создает вокруг себя образец, обладающий магнитным моментом.

Величина e_{II} , возникающая в измерительной катушке, зависит от величины магнитного момента образца. Если намагниченный образец колеблется (вибрирует) с частотой f вдоль оси y относительно катушки с числом витков w по закону

$$y = Y \cos \omega t, \quad (2)$$

то магнитный поток через контур (катушку) также будет изменяться по синусоидальному закону:

$$\Psi_w = \mu_0 \eta w S V^{-1} p_m Y \omega \sin \omega t, \quad (3)$$

где Y – амплитуда колебаний.

Отсюда следует, что возникающая в контуре ЭДС также будет меняться синусоидальному закону:

$$e_{II} = \mu_0 \eta w S V^{-1} p_m Y \omega \sin \omega t, \quad (4)$$

а постоянная составляющая возникающего сигнала будет равна

$$e_{II} = \mu_0 \eta w S V^{-1} p_m Y f. \quad (5)$$

Аппаратно вибрационный магнетометр устроен следующим образом (см. рис. 1). Образец 1, расположенный между измерительными катушками 2, обладая собственным магнитным моментом p_m , создает вокруг себя магнитное поле (собственное поле образца), которое пересекает витки измерительных катушек 2.

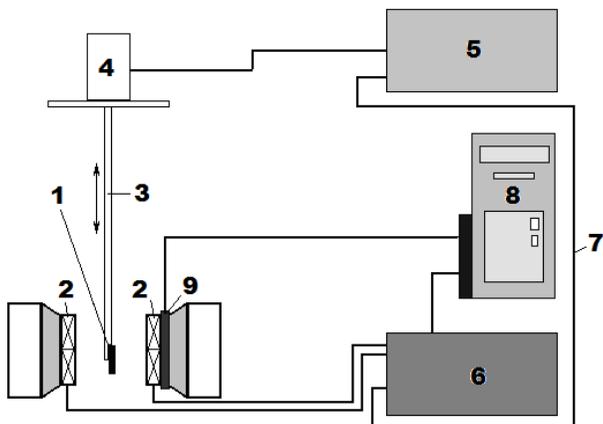


Рис. 1. Схема вибрационного магнетометра
 1 – образец, 2 – измерительные катушки, 3 – шток, 4 – источник механических колебаний, 5 – генератор синусоидальных сигналов Г6-26 , 6 - селективный усилитель УПИ-2, 7 – канал подачи опорного сигнала на усилитель, 8 – регистрирующий компьютер с платой аналого-цифрового преобразования, 9 – датчик Холла

Если образец совершает колебания (вибрирует в вертикальном направлении), то вместе с ним в вертикальном направлении перемещается и магнитный поток (его собственное магнитное поле), связанный с образцом. Таким образом, получается, что поле, в котором находятся витки измерительных катушек 2, постоянно меняется. Еще раз следует подчеркнуть, что поле, пронизывающее катушки 2, меняется потому что сам образец перемещается относительно катушек. Изменяющееся магнитное поле индуцирует в витках измерительных катушек ЭДС e_H , пропорциональную магнитному моменту образца в соответствии с выражением (5). Если образец неподвижен, то тогда изменение потока в измерительных катушках отсутствует и ЭДС, соответственно, не возникает.

Образец закреплен на длинном штоке (3), передающем ему колебания от специального устройства (4), в котором ме-

ханические колебания возбуждаются благодаря электрическому синусоидальному сигналу, поступающему с генератора (5). Полезный сигнал, возникающий в измерительных катушках, представляет собой синусоиду с частотой, равной частоте колебания образца. Сигнал, возникающий в измерительных катушках, как правило, очень слабый, поэтому он подается на селективный усилитель УПИ-2 (6). С помощью этого усилителя сигнал, идущий от измерительных катушек, преобразуется в постоянный и усиливается до значений, которые могут быть зарегистрированы с помощью обычных приборов (в данном случае это плата аналого-цифрового преобразования компьютера). Особенностью усилителя УПИ-2 является то, что он усиливает лишь те колебания, частота которых совпадает с частотой опорного сигнала. Поскольку в качестве опорного сигнала используется тот же сигнал, что и сигнал, поступающий на устройство возбуждения механических колебаний (4), именно ЭДС, наводимая образцом в измерительных катушках (2), будет усиливаться УПИ-2, в то время как колебания других частот (шумы) усиливаться не будут. Усиленный полезный сигнал поступает на плату АЦП регистрирующего компьютера (8). Этот сигнал, пропорциональный по величине магнитному моменту образца, будет откладываться по оси ординат на измеряемой зависимости.

При исследовании кривых намагничивания (или кривых перемагничивания) необходимо плавно менять магнитное поле, воздействующее на образец. С этой целью вибрационный магнетометр смонтирован в зазоре между сердечниками электромагнита. Цепь питания электромагнита показана на рис. 2. Она включает в себя переменный трехфазный автотрансформатор (1) с помощью которого можно изменять питающее напряжение катушек электромагнита (5) от нуля до 150 В. Переменный ток с автотрансформатора подается на диодный выпрямитель (2) и RC фильтр (3), после чего ток (уже постоянный и с минимальными биениями) через переключатель полярности магнита (4) подается на катушки (5).

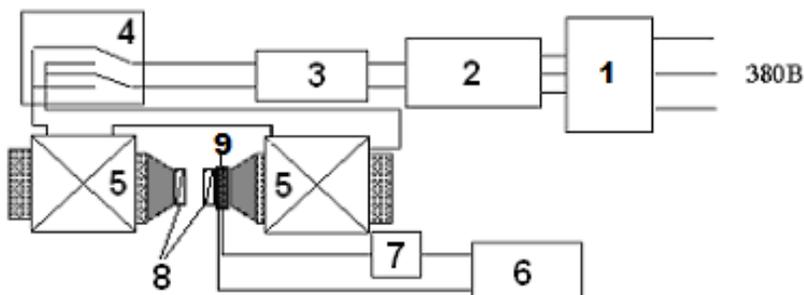


Рис. 2. Система создания внешнего магнитного поля для перемагничивания образца:

1 – трехфазный переменный автотрансформатор, 2 – выпрямитель, 3- RC-фильтр, 4 – переключатель полярности электромагнита, 5 -катушки электромагнита, 6 – источник постоянного тока, 7 – амперметр, 8 – измерительные катушки магнетометра (на рис. 1 они обозначены цифрой 2), 9 - датчик Холла

Таким образом, цепь питания позволяет плавно и равномерно менять магнитное поле в зазоре между кернами электромагнита в пределах 0 – 11 кЭ. Напряженность магнитного поля в зазоре электромагнита определяется с помощью датчика Холла 9, запитываемого источником постоянного тока (6), стабильность которого контролируется амперметром (7). Холловское напряжение, пропорциональное напряженности магнитного поля в зазоре электромагнита, подается на регистрирующий компьютер (см. рис. 1, поз. 8).

Калибровка магнетометра

Как следует из (5) величина ЭДС зависит от магнитного момента образца p_m . При этом необходимо помнить, что магнитный момент любого ферромагнитного объекта являясь величиной аддитивной и поэтому зависит от количества вещества.

Иными словами, величина ЭДС, возникающей в измерительных катушках, определяется не только свойствами исследуемого материала, но и массой этого самого материала. Следовательно, любые измерения, проводимые на вибрационном магнетометре, должны быть калиброваны. Это значит, что проведенные измерения исследуемого образца должны быть сопоставлены с результатами измерения калибровочного образца, для которого известны как магнитные характеристики (намагниченность насыщения), так и масса. В качестве такого стандартного, калибровочного образца используют никелевый образец. Дело в том, что никель достигает технического насыщения в относительно невысоких магнитных полях, и поэтому получить сигнал от полностью намагниченного никеля (удельное значение намагниченности насыщения которого известно) достаточно просто. Значение удельной намагниченности насыщения никеля при 289 К составляет: $\sigma_S(Ni) = 54.39 \text{ [A}\cdot\text{м}^2/\text{кг}]$.

В соответствии с (5), ЭДС e пропорциональна частоте, амплитуде колебаний, площади контура, объёму и магнитному моменту образца. Очевидно, что в двух последовательно проведенных измерениях частота, амплитуда и площадь измерительных катушек остаются одинаковыми. Кроме того, объём образца пренебрежимо мал по отношению к объёму всего пространства между измерительными катушками. Это дает возможность записать упрощенный вид зависимости для e в виде:

$$e = C \cdot p_m, \quad (6)$$

где C – константа, включающая в себя:

$$C = 4\mu_0 \eta w' S V^{-1} Y f \quad (7)$$

С другой стороны, в состоянии магнитного насыщения, магнитный момент образца p_m зависит от его массы и удельной намагниченности и может быть записан в виде:

$$p_m = \sigma_S \cdot m, \quad (8)$$

где m – это масса образца, σ_s – удельная намагниченность насыщения образца. Таким образом, если провести два последовательных измерения сначала никелевого образца, а затем исследуемого образца, можно получить две зависимости $e=f(H)$, причем для состояния насыщения можно записать, что

$$e_{(Ni)} = C \cdot \sigma_{S(Ni)} \cdot m_{(Ni)}, \quad (9)$$

$$e_{(Обр)} = C \cdot \sigma_{S(Обр)} \cdot m_{(Обр)}. \quad (10)$$

Разделив одно на другое получим:

$$\frac{e_{(Ni)}}{e_{(Обр)}} = \frac{\sigma_{S(Ni)} \cdot m_{(Ni)}}{\sigma_{S(Обр)} \cdot m_{(Обр)}} \quad (11)$$

отсюда

$$\sigma_{S(Обр)} = \frac{e_{(Обр)}}{m_{(Обр)}} \cdot \frac{\sigma_{S(Ni)} \cdot m_{(Ni)}}{e_{(Ni)}} \quad (12)$$

Второй сомножитель в (12) фактически представляет собой постоянную магнетометра или коэффициент калибровки. Действительно, зная численное значение этого коэффициента и массу образца можно легко пересчитать измеренные значения ЭДС ($e_{(Обр)}$, выраженные, в милли- или микровольтах) к значениям удельной намагниченности в стандартных единицах ($A \cdot m^2/kg$).

Размагничивающий фактор

Серьезной проблемой при исследовании магнитных свойств материалов с использованием вибрационного магнетометра является размагничивающий фактор. Как известно, при намагничивании образца или детали из ферромагнитного материала реальная напряженность магнитного поля в объеме этого образца меньше, чем напряженность внешнего поля. Это является следствием того, что магнитное поле не может быть

разомкнутым и линии магнитной индукции всегда представляют собой замкнутые линии. Когда ферромагнитный материал помещается во внешнее магнитное поле, его элементарные магнитные моменты выстраиваются параллельно этому полю, формируя магнитный момент p_m (Рис. 3). Однако намагниченный образец создает вокруг себя собственное поле напряженностью H_0 , которое направлено противоположно внешнему полю $H_{внешн}$. Поле H_0 называют «размагничивающим полем».

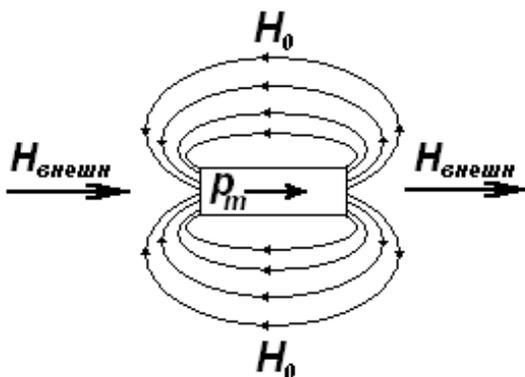


Рис. 3 Силовые линии намагниченного материала во внешнем магнитном поле $H_{внешн}$

Размагничивающее поле образца пропорционально его намагниченности I ($I = p_m/V$) и равно: $H_0 = N I$. Коэффициент N , связывающий напряжённость собственного поля образца и его намагниченность, называется размагничивающим фактором или коэффициентом размагничивания. Если образец находится во внешнем магнитном поле напряжённостью $H_{внешн}$, то истинная напряжённость поля в образце равна $H_{ист} = H_{внешн} - N I$.

Размагничивающий фактор может быть точно рассчитан только для некоторых форм, которые имеют однородную намагниченность (в частности, для шара $N = 1/3$, для очень тонкой пластинки, перпендикулярной полю, $N = 1$, для бесконечно длинного цилиндра в поперечном поле $N = 1/2$). Для образцов простой формы размагничивающий фактор рассчиты-

вается по эмпирическим формулам, в большинстве же случаев он определяется экспериментально. В случае тонких пленок (толщина которых по крайней мере на 2 – 3 порядка меньше двух других размеров - длины и ширины) расположенных параллельно линиям напряженности внешнего магнитного поля, считается, что $N = 0$, и $H_{ист} = H_{внеш}$ (истинная напряженность поля в образце равна напряженности внешнего поля).

Анизотропия формы

Характерной особенностью тонких пленок является анизотропия формы. Анизотропия формы проявляется в том, что ось лёгкого намагничивания всегда «лежит» в плоскости пленки. Это обусловлено тем, что размагничивающее поле, возникающее при отклонении вектора намагниченности пленки от её плоскости (то есть появляется составляющая, направленная к нормали пленки) возрастает на несколько порядков, что делает такое отклонение маловероятным. Модельные кривые перемагничивания тонкой пленки вдоль оси легкого намагничивания и вдоль оси трудного намагничивания представлены на рис. 4. I_s – значение намагниченности насыщения тонкой пленки, H_k – поле анизотропии.

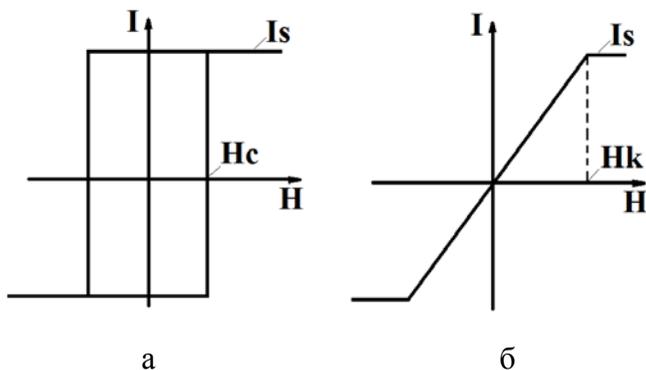


Рис. 4 Модельные кривые перемагничивания тонкой пленки вдоль оси легкого намагничивания (а) и вдоль оси трудного намагничивания (б).

Практическое задание.

Получив образцы никеля и тонкой, свободной от подложки, ферромагнитной пленки сплава CoFeBSiP , взвесить оба образца на лабораторных весах.

Исследовать процессы перемагничивания этих образцов («снять» петли гистерезиса).

Зная массу образцов и значение удельной намагниченности насыщения никеля определить истинное значение намагниченности исследуемой пленки во внешнем магнитном поле, напряженностью 8 кЭ.

Построить зависимость удельной намагниченности ферромагнитного сплава CoFeBSiP от напряженности внешнего магнитного поля в реальных единицах.

Измерить образец сплава CoFeBSiP еще раз таким образом, чтобы его плоскость была перпендикулярна линиям напряженности внешнего магнитного поля.

Сравнить кривые перемагничивания, полученные при различной ориентации пленочного образца. Проявляется ли анизотропия формы?

Определить объем пленки.

Оценить значение размагничивающего фактора для случая перпендикулярного расположения образца относительно направления внешнего магнитного поля.

Оценка величины N может быть проведена на основе следующих соображений.

- дважды (плоскость образца параллельна полю и перпендикулярна полю) исследовав кривую намагничивания пленки определяют два значения коэрцитивной силы: $H_{Cнар}$ и $H_{Cпер}$;

- значение $H_{Cнар}$ является истинным значением коэрцитивной силы, поскольку в этой геометрии $H_{ист} = H_{внеш}$;

- значение $H_{Cпер}$ получено в условиях когда $H_{ист} = H_{внеш} - NI$;

- значение $H_{\text{вншн}}$ это та величина, которая измеряется датчиком Холла (при любой геометрии измерения);

- следовательно, $H_{\text{Снар}} \equiv H_{\text{исм}}$ - поле, необходимое для размагничивания образца, эта величина определяется только свойствами материала;

- в «перпендикулярной» геометрии необходимо прикладывать БОльшее значение внешнего поля, для преодоления «размагничивающего» поля, хотя реальная коэрцитивная сила не изменяется;

- поэтому $H_{\text{Снер}} = H_{\text{Снар}} + NI$;

- в первой части работы была рассчитана величина удельной намагниченности сплава CoFeBSiP, зная массу исследованной пленки и ее объем легко получить значение намагниченности.

Для отчета в тетради необходимо иметь:

Схему магнетометра. Краткий принцип работы магнетометра

Экспериментально измеренные кривые (три зависимости)

Результат пересчета полученных данных с учетом калибровки магнетометра (т.е. кривые намагничивания измеренные в первой части должны быть в абсолютных единицах) – Ni и CoFeBSiP.

Оценка значения размагничивающего фактора, и методика его расчета.

Контрольные вопросы

Принцип работы вибрационного магнетометра.

Какая величина измеряется с помощью вибрационного магнетометра?

Возможны ли измерения на изученной установке неподвижного образца, измерения при отсутствии внешнего магнитного поля?

Физический смысл понятий «магнитный момент», «намагниченность», «удельная намагниченность».

Физический смысл понятия «размагничивающий фактор».

Как размагничивающий фактор влияет на значение коэрцитивной силы, полученное в результате эксперимента?

Какой формы должны быть исследуемые на вибрационном магнетометре объекты для получения корректных результатов.

Как проявляется анизотропия формы при исследовании тонкопленочных образцов с помощью вибрационного магнетометра?

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Технология тонких пленок, тт.1-2, Справочник, М.: Советское радио. 1977.
2. Сб."Физика тонких пленок", т.8, М.: Мир. 1978. - 359 с.
3. М.М.Червинский, С.Ф.Глаголев, В.Б.Архангельский Методы и средства измерений магнитных характеристик пленок – Ленинград: Энергоатомиздат, 1990. – 208 с.
4. Мотт Н., Дэвис Э. Электронные процессы в некристаллических веществах.– М.: Мир, 1982. Т.1.-368 с.
5. Калинин Ю.Е., Золотухин И.В., Стогней О.В. Новые направления физического материаловедения.–Воронеж: Из-во ВГУ, 2000.-360 с.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Электрические свойства тонких пленок: Классический размерный эффект	3
2	Исследование температурной зависимости электросопротивления островковых металлических пленок	9
3	Исследование магнитных характеристик тонкопленочных образцов. Размагничивающий фактор. Анизотропия формы.	19
4	Библиографический список	33

ФГБОУ ВО
«Воронежский государственный технический университет»
(Кафедра физики твердого тела)

СПРАВОЧНИК МАГНИТНОГО ДИСКА

ФИЗИКА ТОНКИХ ПЛЕНОК

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
к лабораторным работам
для студентов направления 16.03.01 "Техническая физика",
профиля «Физическая электроника»
очной формы обучения

Составители:
О.В. Стогней

ФизТонПлен_ЛР.pdf 0,44 Мб 27.12.2021 1,6 уч.-изд.л.