УДК 621.318:599,23

С.І. Ющук, С.О. Юр'єв, В.Й. Ніколайчук, Л.І. Осипишин
Національний університет"Львівська політехніка",
кафедра фізики, кафедра електронних приладів

ВПЛИВ ОРІЄНТАЦІЇ ТА ЯКОСТІ ОБРОБКИ ПІДКЛАДОК НА РЕЗОНАНСНІ ВЛАСТИВОСТІ ЕПІТАКСІЙНИХ ПЛІВОК ЗАЛІЗО-ІТРІЄВОГО ГРАНАТУ

© Ющук С.І., Юр'єв С.О., Ніколайчук В.Й., Осипишин Л.І., 2001

S.I. Yushchuk, S.O. Yuryev, V.J. Nikolaychuk, L.I. Osypyshyn

THE INFLUENCE OF ORIENTATION AND QUALITY SUBSTRATES PROCESSING ON RESONANCE PROPERTIES OF EPITAXIAL IRON-YTTRIUM GARNET FILMS

© Yushchuk S.I., Yuryev S.O., Nikolaychuk V.J., Osypyshyn L.I., 2001

Досліджено вплив орієнтації та дефектності підкладок з галій-гадолінієвого гранату (ГГГ) на ширину лінії феромагнітного резонансу (ФМР) епітаксійних плівок залізо-ітрієвого гранату (ЗІГ). Показано, що найбільш якісними з найменшою шириною лінії ФМР є плівки ЗІГ, вирощені на підкладках з ГГГ орієнтації (111). Найбільш негативний вплив на якість плівок ЗІГ справляють підкладки, що мають скупчення дислокацій і включення зерен іридію. Запропоновано спосіб обробки підкладок, який дозволяє отримувати плівки товщиною 4,7…5,0 мкм з шириною лінії ФМР 0,3…0,5 Е. Використання в ролі підкладок епітаксійних структур з ферогранатовою плівкою іншого складу дозволяє вирощувати шари ЗІГ товщиною до 70 мкм.

The influence of orientation and the defect substrates from gallium-gadolinium garnet (GGG) on ferromagnetic resonance line width (FMR) of epitaxial iron-yttrium garnet films (YIG) was investigated. It is shown that the best quality with minimum FMR line width are YIG films growing on GGG substrates with (111) orientation. The most negative influence on the quality of YIG films make the substrates with accumulation of dislocations and including the iridium parcels. The method of substrates processing which allow to get the films with 4,7…5,0 μm thickness and 0,3…0,5 Oe FMR line width is proposed. The use of the epitaxial structure with the ferrogarnet film in different compositions as substrates allows to grow YIG layers with 70 μm thickness.

Вступ. При добре відпрацьованих процесах епітаксійного вирощування основна частина дефектів плівок ЗІГ зумовлена недосконалістю монокристалів галій-гадолінієвого гранату та підкладок, які з них виготовляють. Якщо вплив структурних дефектів на магнітні властивості ферогранатових плівок з циліндричними магнітними доменами (ЦМД) добре вивчено [1, 2], то вплив якості підкладок з ГГГ на ширину лінії ФМР плівок ЗІГ, що використовуються в техніці надвисоких частот, досліджено мало [3]. Крім того, в літературі відсутні дані про вплив кристалічної орієнтації підкладок з ГГГ на якість і резонансні властивості вирощених на них епітаксійних плівок ЗІГ.

Lviv Polytechnic National University Institutional Repository http://ena.lp.edu.ua

Підготовка підкладок і вирощування плівок. Підкладки вирізували з монокристалів ГГГ, вирощених за методом Чохральського з використанням іридієвих тиглів, з подальшим шліфуванням і поліруванням поверхні до 14 класу чистоти. Для виготовлення підкладок використовували поряд з якісними монокристалами і такі, що мали дефекти у вигляді дислокацій і включень іридію.

Для вивчення впливу якості обробки підкладок на ширину лінії ФМР плівок ЗІГ ми використовували пластини з ГГГ орієнтації (111), отримані з одного монокристала з густиною дефектів меншою, ніж 0,5 $см^{-2}$ і оброблені різними способами. Причому, кожну пластину перед обробкою розділяли на три частини. Одну з них використовували в якості контрольної і на ній після механічного шліфування і полірування вирощували плівку ЗІГ. Дві інші частини піддавали додатковій обробці з подальшим вирощуванням на них плівок ЗІГ при одних і тих же технологічних умовах. Додаткова обробка полягала в тому, що другу частину пластини з ГГГ піддавали хіміко-механічному поліруванню з застосуванням колоїдної суспензії аеросилу в лужному середовищі, а третю, крім того, піддавали хімічному поліруванню з застосуванням ортофосфорної кислоти при температурі Т=438 К. Плівки ЗІГ вирощували ізотермічним зануренням монокристалічних підкладок з ГГГ орієнтації (110), (100) та (111) в перенасичений розчин-розплав феритової шихти з використанням розчинника $PbO\text{-}B_2O_3$ [4]. На підкладках усіх трьох орієнтацій вирощування плівок виконували з розчину-розплаву одного складу. Температуру насичення ($T_н$) розчину-розплаву визначали як температуру початку росту плівки на зануреній в нього підкладці.

Вплив орієнтації підкладок на якість плівок ЗІГ. При використанні підкладок орієнтації (110) температура насичення розчину-розплаву була нижчою від $T_н$ при використанні підкладок (111) на 10 К. Швидкість росту плівок (110) є дуже малою, становить 0,05 мкм/хв і слабко залежить від ступеня переохолодження розчину-розплаву. На поверхні плівок (110) спостерігаються спіралі, очевидно, пов'язані з гвинтовими дислокаціями (рис. 1). При зростанні перенасичення розчину-розплаву в структурі ЗІГ плівок (110) з'являються врощені кристаліти ортоферіту ітрію, які виникають в об'ємі розплаву внаслідок спонтанної кристалізації (рис. 2). Товщина вирощених плівок (110) не перевищувала 2 мкм.

Виявлені дефекти суттєво впливають на магнітні властивості плівок, зокрема на ширину лінії феромагнітного резонансу. Ширину лінії ФМР вимірювали методом магнітної ями [5], в якому область локалізації вимірювань становить 0,4 мм. Для бездефектної плівки орієнтації (111) ширина лінії ФМР становить ≤ 1,0 Е, а у випадку плівки залізо-ітрієвого гранату орієнтації (110) вона зростала до 7,5 Е.

Очевидно, це спричинено значною кількістю скупчень конусоподібних горбків-спіралей на поверхні плівки (рис. 1) і збільшеним вмістом іонів Pb^{2+}, який зумовлений малими швидкостями росту і великими переохолодженнями розчину-розплаву [6].

Ріст плівок ЗІГ на підкладках орієнтації (100) відбувається за механізмом зародкування. Швидкість росту таких плівок порівняно з плівками орієнтації (111) при тих же переохолодженнях є більшою в 1,3 раза. Поверхня плівок (100) шорстка зі спіральними горбками, причому, при зростанні перенасичення розчину-розплаву розміри горбків зменшуються. Плівки з товщинами, більшими ніж 5 мкм є практично непрозорими у видимій області світла через велике внутрішнє поглинання і розсіяння на шорсткій структурі. Це робить неможливим визначення товщини епітаксійних шарів (100) ЗІГ оптичним методом.

Lviv Polytechnic National University Institutional Repository http://ena.lp.edu.ua

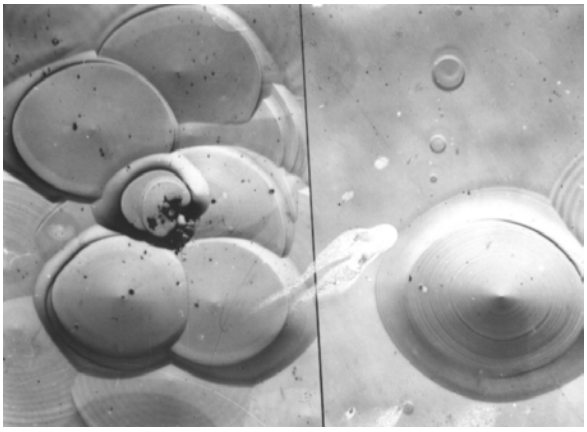

Рис. 1. Конусоподібні горбки-спіралі на поверхні плівок ЗІГ орієнтації (110). Збіль шення – × 400

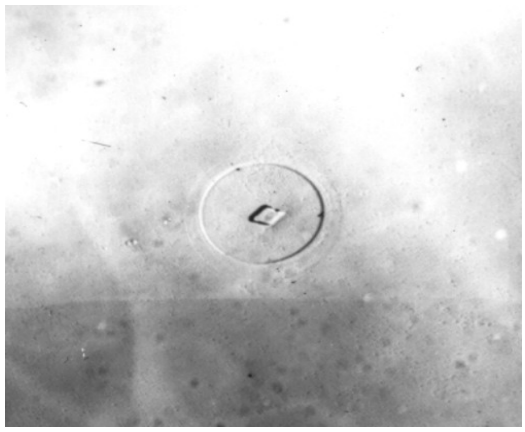

Рис. 2. Врощений кристаліт ортоферит у ітрію на поверхні плівки ЗІГ орієнтації (110). Збільшення – × 50

Для плівок ЗІГ орієнтації (100) ширина лінії ФМР є значною і становить 2,5 Е, що пояснюється недосконалістю структури плівок, які виростають за механізмом зародкування. Нерівна, шорстка поверхня перешкоджає поширенню спінових хвиль в епітаксійному ферогранатовому шарі і ці плівки стають непридатними для технічного використання.

Вплив дефектності підкладок з ГГГ орієнтації (111) на ширину лінії ФМР плівок ЗІГ. Як видно з табл. 1, плівки ЗІГ, вирощені на забруднених іридієм підкладках з ГГГ, мають пористу структуру з "проколами", що відповідають виходу на поверхню підкладки іридієвих включень. Це можна пояснити значно нижчою швидкістю росту плівки в місцях підкладки, які межують з дефектами. Якщо в монокристалах ГГГ спостерігаються накопичення дислокацій, то дислокаційні лінії, що перетинають поверхню підкладки, відтворюються у плівці під час її нарощування. Ці дислокації призводять до появи ямок травлення на поверхні плівок (рис. 3). Такі плівки ЗІГ характеризуються високими значеннями ширини лінії ФМР і розтріскуються через значні механічні напруження (табл. 1).

Отже, високоякісні плівки ЗІГ можна отримати лише за відсутності дислокацій і включень іридію як основних дефектів в монокристалах ГГГ. Ширина лінії ФМР у порівняно тонких феритових плівок є менш чутливою до механічних напружень, що виникають через незначну неузгодженість параметрів кристалічної решітки плівки ЗІГ і підкладки з ГГГ (табл. 1).

Таблиця 1

Вплив виду і кількості дефектів підкладок (111) з ГГГ на ширину лінії ФМР плівок ЗІГ

№ плівки	Тип та густина дефектів	Товщина плівки ЗІГ, мкм	Якість поверхні плівки ЗІГ	Ширина лінії ФМР, Е
1	Включення іридію 5…10, $см^{-2}$	5,1	Поодинокі пори	0,9…1,6
2	Включення іридію 20…100 $см^{-2}$	4,8	Пориста	1,8…5,0
3	Дислокації 5…10 $см^{-2}$	5,0	Вихід дислокацій на поверхню	0,8…1,4
4	Дислокації 20…60 $см^{-2}$	5,2	Тріщини	2,1…4,3
5	Відхилення від параметра решітки плівки ± 0,004 Å	4,7	Висока	0,5…0,8

Lviv Polytechnic National University Institutional Repository http://ena.lp.edu.ua

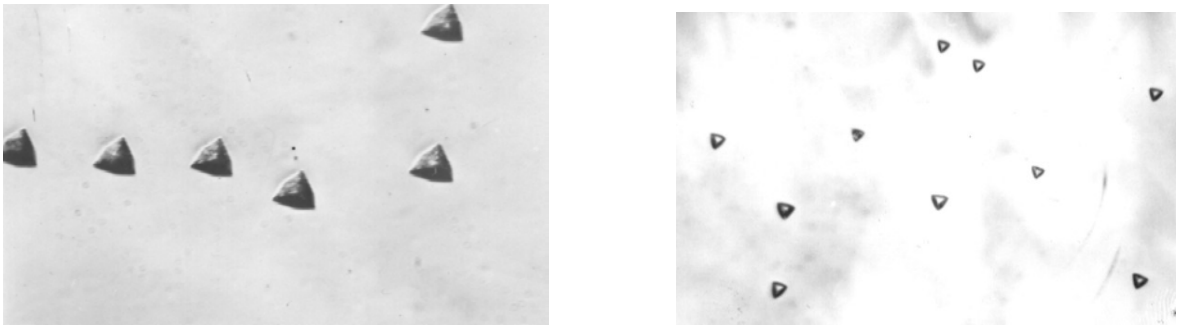

Рис. 3. Вигляд дислокацій на плівці ЗІГ (111). Збільшення: а – × 200; б – × 50

Вплив якості обробки підкладок (111) з ГГГ на ширину лінії ФМР плівок ЗІГ. Як видно з табл. 2, якість обробки поверхні підкладки суттєво впливає на ширину лінії ФМР плівок ЗІГ. Також необхідно відмітити, що оцінювання якості поверхні підкладок лише за класом чистоти є недостатнім. Очевидно, що після механічного полірування пластин ГГГ до 14 класу чистоти поверхневий шар все ще залишається сильно дефектним, про що посередньо свідчать великі значення ширини лінії ФМР плівок ЗІГ, вирощених на цих підкладках. Дефектність таких підкладок добре прослідковується візуально після їх травлення в гарячій ортофосфорній кислоті (рис. 4). Частково дефектний шар в підкладках з ГГГ вдається усунути з допомогою хіміко-механічного полірування. Однак остаточно цього можна позбутися тільки послідовним застосуванням хіміко-механічного і хімічного полірувань, що добре підтверджується значним пониженням ширини лінії ФМР плівок ЗІГ (табл. 2).

Таблиця 2

Вплив якості обробки підкладок (111) з ГГГ на ширину лінії ФМР плівок ЗІГ[1]

№ зразка	Послідовність етапів обробки пластин з ГГГ	Товщина плівок ЗІГ, мкм	Ширина лінії ФМР, Е
1	Механічне шліфування і полірування	4,7	8,2
2		4..5	8,9
3	Механічне шліфування, полірування і хіміко-механічне полірування	4,3	1,4
4		4,8	1,8
5	Механічне шліфування, полірування, хіміко-механічне і хімічне полірування	5,0	0,5
6		4,7	0,3

[1]Для усіх зразків поверхня підкладок з ГГГ відповідала 14 класу чистоти

Крім підкладок з ГГГ досліджена можливість використання підкладками епітаксійних структур, що складаються з ферогранатових плівок $(YSmLu)_3(FeGa)_5O_{12}$ завтовшки 5…6 мкм, вирощених на пластинах (111) ГГГ з густиною дефектів ≤ 1 $см^{-2}$ [7]. Ці плівки характеризуються малою намагніченістю насичення і наявністю циліндричних магнітних доменів. Параметри кристалічної решітки плівок з ЦМД є близькими до параметра решітки ЗІГ (табл. 3).

Ці епітаксійні ЦМД-структури, що практично позбавлені ростових дефектів, можуть слугувати ідеальними підкладками для вирощування товстих високоякісних плівок ЗІГ. З табл. 3 видно, що магнітні властивості плівок з ЦМД не впливають на ширину лінії ФМР плівок ЗІГ.

Оскільки намагніченість насичення плівок ЗІГ ($4\pi M_s$=1750 Гс) є майже на порядок більшою від намагніченості насичення плівок з ЦМД ($4\pi M_s$=200 Гс), їх резонансні частоти суттєво розрізняються за значенням. При використанні таких плівок ЗІГ в надвисокочастотних пристроях відбиті магнітостатичні хвилі сильніше загасають у перехідному шарі плівка ЗІГ – підкладка, ніж при використанні плівок ЗІГ, вирощених безпосередньо на підкладках з ГГГ.

Lviv Polytechnic National University Institutional Repository http://ena.lp.edu.ua

Це, мабуть, зумовлено наявністю в перехідних шарах плівок ЗІГ, вирощених на епітаксійних структурах з ЦМД, значної кількості рідкісноземельних іонів Sm^{3+} з великим орбітальними моментом.

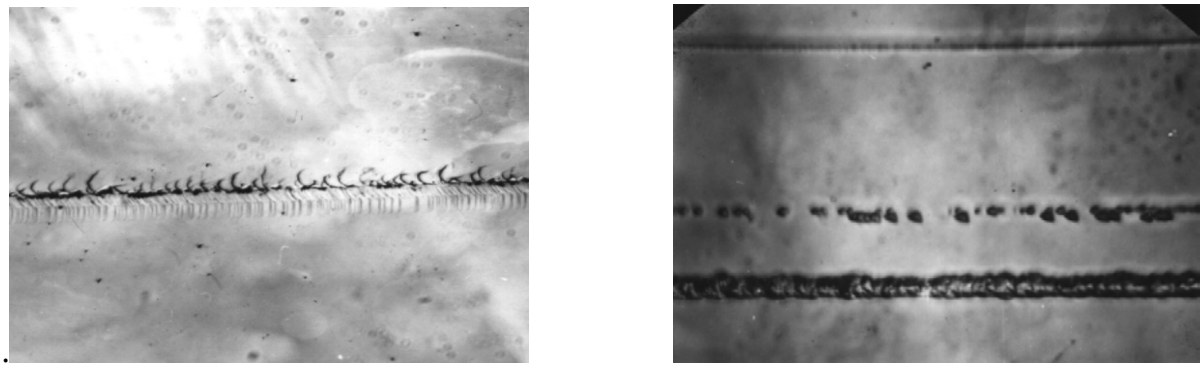

Рис. 4. Подряпини різної форми на підкладці з ГГГ (111). Збільшення: а, б – ×50

Таблиця 3

Параметри плівок ЗІГ, вирощених на епітаксійних структурах з ЦМД

№ зразка	Параметри решітки плівки з ЦМД,Å	Параметри решітки плівки ЗІГ,	Товщина плівки ЗІГ, мкм	Ширина лінії ФМР, Е
1	12,3774	12,3768	3	0,34
2	12,3774	12,3768	5	0,41
3	12,3772	12,3765	15	0,65
4	12,3771	12,3770	37	0,80
5	12,3771	12,3770	68	1,22

Висновки. Найбільш структурно досконалими з найкращими магнітними властивостями є епітаксійні плівки ЗІГ, вирощувані на підкладках з ГГГ орієнтації (111). Ширина лінії ФМР плівок ЗІГ, вирощених на підкладках з орієнтаціями (110) і (100) становить 7,5 та 2,5 Е, відповідно, через велику їх дефектність, зумовлену дислокаціями і включеннями кристалітів з іншою структурою. Це робить такі плівки непридатними для технічного використання. Для отримання плівок ЗІГ з шириною лінії ФМР 0,3…0,5 Е потрібно вирощувати їх на підкладках (111) 14 класу чистоти поверхні з кількістю дефектів не більшою, ніж 0,5 $см^{-2}$, які послідовно пройшли механічне шліфування і полірування, хіміко-механічне та хімічне полірування.

Автори вдячні Костюку П.С. і Кузьмику А.Г. за допомогу в отриманні ілюстративного матеріалу.

1. Носенко А.С., Волженская Л.Г., Падляк Б.В., Зоренко Ю.В. // Укр. фіз. журн. 1983. 28. № 12. С. 1850 – 1853. 2. Karpasyuk V.K., Bulatov M.F. // IEEE Transact. on Magnet. 1994. 30. № 6. Part 1. P. 4344 – 4346. 3. Костюк П.С., Кузьмик А.Г., Матковский А.О., Ворошило Г.И., Шевчук П.И., Сыворотка И.М. // Физическая электроника. 1987. 35. С. 100 – 105. 4. Ющук С.И., Юрьев С.А., Костюк П.С. // Неорганические материалы. 1997. 33. № 7. С. 881 – 883. 5. Калиникос Б.А., Ковшиков Н.Г., Кожусь Н.В. // Тез. докл. VIII Всесоюзн. школы-семинара "Новые магнитные материалы микроэлектроники". Донецк. 1982. С. 319. 6. Ющук С.І. // Укр. фіз. журн. 1999. 44. № 9. С. 1099 – 1101. 7. Варшава С.С., Юрьев С.А., Ющук С.И. // Тез.докл.IX Национал. конф. по росту кристаллов НКРК-2000. Москва. ИКРАН. 2000. С. 327.

Lviv Polytechnic National University Institutional Repository http://ena.lp.edu.ua