

PACS: 81.15.Gh, 52.40.Hf, 81.07.-b, 51.60.+a

А.М. Прудников, А.И. Линник, Р.В. Шалаев, Ю.Г. Пашкевич,  
В.Н. Варюхин, М.И. Мохненко, С.А. Костыря, Т.А. Линник

## НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЕ МАГНЕТРОННОЕ ОСАЖДЕНИЕ НАНОСТРУКТУРНЫХ ПЛЕНОК Ni–C: СИНТЕЗ, СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины

Статья поступила в редакцию 18 августа 2015 года

*С помощью магнетронного распыления композитной Ni–C-мишени были выращены три группы пленок с отношением C/Ni (vol.%) = 30/70; 40/60; 60/40. Методом атомной силовой микроскопии (AFM) установлен кластерный характер осаждения пленок на поверхность подложки. Рентгеноструктурный анализ трех групп пленок позволил исследовать влияние температуры подложки на структуру и размер нанокристаллитов никеля с углеродной оболочкой, которые формируют пленку. Индуктивно-частотным методом измерена намагниченность насыщения  $4\pi M_s$  никелевых наночастиц и изучена ее зависимость от температуры подложки. Показано, что пленки с минимальной концентрацией углерода проявляют ферромагнетизм уже при осаждении на холодную подложку. Пленки с увеличенным содержанием углерода проявляют магнетизм при осаждении только на горячие подложки.*

**Ключевые слова:** нанокластеры, магнетронное осаждение, процессы зародышеобразования, намагниченность насыщения

*За допомогою магнетронного розпилення композитної Ni–C-мішені були вирощені три групи плівок з відношенням C/Ni (vol.%) = 30/70; 40/60; 60/40. Методом атомної силової мікроскопії (AFM) встановлено кластерний характер осадження плівок на поверхню підкладки. Рентгеноструктурний аналіз трьох груп плівок дозволив дослідити вплив температури підкладки на структуру і розмір нанокристалітів нікелю з вуглецевою оболонкою, які формують плівку. Індуктивно-частотним методом виміряно намагніченість насичення  $4\pi M_s$  нікелевих наночастинок і вивчено її залежність від температури підкладки. Показано, що плівки з мінімальною концентрацією вуглецю виявляють ферромагнетизм вже при осадженні на холодну підложку. Плівки зі збільшеним вмістом вуглецю виявляють магнетизм при осадженні тільки на гарячі підкладки.*

**Ключові слова:** нанокластери, магнетронне осадження, процеси зародкоутворення, намагніченість насичення

## 1. Введение

После открытия углеродных (углерод-азотных) наноматериалов (нанотрубок/наволокна) многочисленные исследования посвящались изучению их ростовых механизмов [1,2]. С технологической точки зрения особый интерес представляют трубки, заполненные различными видами материалов, среди которых наиболее важными являются магнитные металлы. В этом случае нанотрубка играет роль оболочки для металлической нанопроволоки, находящейся в однодоменном магнитно-упорядоченном состоянии.

Обычные методы [3–5] получения углеродных нанотрубок с наполнением атомами переходных металлов требуют использования металлических катализаторов, высоких (900–1100 К) температур роста и технологически сложной постростовой обработки.

В то же время необходимая активация углерода и азота при выращивании таких материалов возможна и в низкотемпературной плазме. Последнее является важным фактором для нанесения этих материалов на полимеры и другие объекты с низкой рабочей температурой, что значительно расширяет возможности использования подобных материалов.

Альтернативным путем получения наноструктур, подобных нанотрубкам/наволокнам, может быть бескаталитический метод формирования наноколоннарных пленочных структур. В частности, магнетронное распыление (метод, совместимый с полупроводниковыми технологиями) при определенных условиях роста позволяет получать наноколоннарные массивы из различных материалов (углерод, металлы). Особенно интересными объектами являются гибридные наноколоннарные структуры, состоящие из нанокластеров «ядро–оболочка», такие как магнитный металл (Ni, Fe, Co), покрытый углеродом. Структура и свойства этих материалов интенсивно изучаются в связи с многообещающим потенциальным применением. Углеродное покрытие способно обеспечить биосовместимость и предотвратить деградацию и окисление металлических наночастиц во время их хранения или практического использования.

В 2010 г. нами была разработана низкотемпературная технология получения колоннарных наноструктур системы C–N, которые растут перпендикулярно поверхности подложки и не требуют применения металлических катализаторов. Данная технология базируется на магнетронном распылении углерода в низкотемпературной плазме при температурах подложки 150–200°C [6–8]. Было установлено, что колоннарные наноструктуры образуются при низких (120–200°C) температурах подложки, концентрациях азота 4–10 at.% и кислорода 2–3 at.%. Дальнейшие исследования показали возможность получения в низкотемпературной плазме металлсодержащих наноколоннарных структур системы Ni–C–N [9,10]. Однако следует подчеркнуть, что структурное и фазовое состояния нанообъектов со структурой металлическое ядро–углеродная оболочка изучены недостаточно. Это связано в основном с многообразием способов синтеза, каждый из которых вносит свои особенности в структуру таких композитов.

Цель данной работы состояла в исследовании структуры и магнитных свойств гибридных пленок Ni–C, синтезированных при низкотемпературном магнетронном осаждении никель-углеродных кластеров.

## 2. Эксперимент

Наноклонарные пленочные структуры системы Ni–C–N получали методом магнетронного распыления композитной никель-углеродной мишени в атмосфере аргона и азота на подложках из кварцевого стекла размерами  $5 \times 10$  mm. Использовали планарный магнетрон постоянного тока с плоским катодом и кольцевым анодом. Расстояние от мишени до подложки составляло 2.0 cm, держатель подложки заземлялся. Мощность разряда магнетрона при получении образцов не превышала 20 W. Давление газа внутри ростовой камеры равнялось 26 Pa. Температуру подложек для различных образцов варьировали в пределах  $30\text{--}320^\circ\text{C}$ , время роста пленок – в пределах от 10 s (при исследованиях процесса зародышеобразования на поверхности подложки) до 10 min.

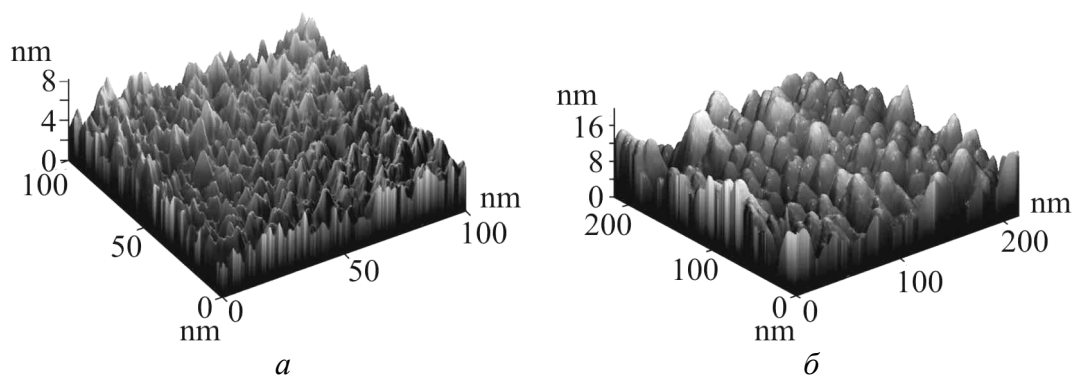
В качестве мишени применяли двухдисковую структуру, в которой на сплошной диск из графита (чистотой 99.9%) накладывали никелевый диск с отверстиями. Были выращены три серии пленок толщиной до 100 nm, различающиеся отношением атомов C/Ni (vol.%) (*A* – 30/70, *B* – 40/60 и *C* – 60/40).

Морфологию поверхности пленок исследовали методом атомной силовой микроскопии при помощи зондовой нанолаборатории Ntegra Auga. Рентгеновский анализ полученных образцов проводили на установке ДРОН-3 в Co  $K_\alpha$ -излучении. Намагниченность насыщения материала пленок измеряли с помощью индуктивно-частотной установки по изменению резонансной частоты  $\Delta F \propto \Delta M = f(H)$  колебательного контура, в катушку которого помещали образец [11].

## 3. Результаты и обсуждение

Методом атомной силовой микроскопии исследовали процессы зародышеобразования и динамику роста наноструктурных пленок системы Ni–C–N на поверхности подложки. Для этих целей мы использовали подложки из полированного кварцевого стекла с шероховатостью порядка 1 nm. Это дало возможность контролировать сложную морфологию поверхности получаемых образцов с точностью, также сравнимой с 1 nm.

На рис. 1 представлены изображения поверхности Ni–C–N-наноструктур после 30 и 300 s роста, полученные методом атомной силовой микроскопии. Как видно, после 30 s роста вся поверхность подложки покрыта кластерными элементами размером  $\sim 10$  nm. Это позволяет заключить, что при использованном методе магнетронного распыления имеет место кластерный характер напыления пленок системы Ni–C–N: на поверхность подложки осаждаются уже сформированные в плазме кластеры распыляемого материала



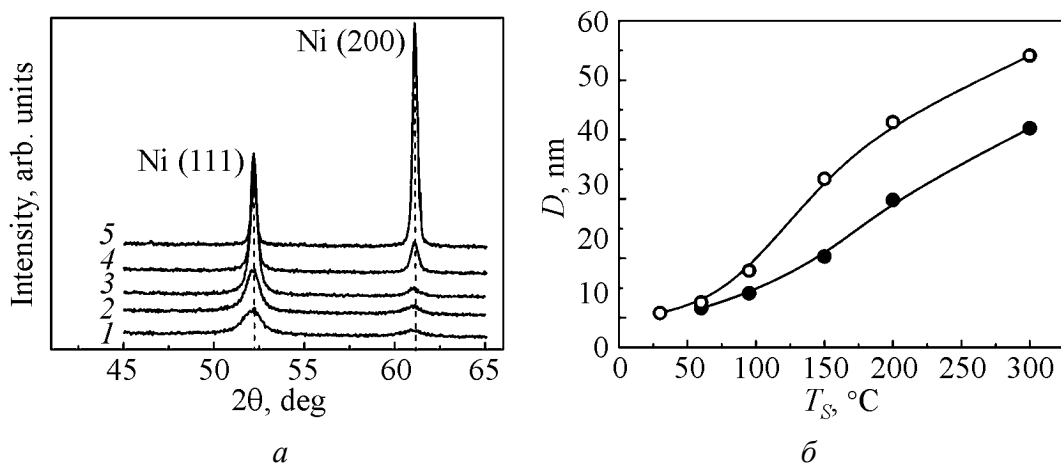
**Рис. 1.** AFM-изображения поверхности гибридных наноструктурных пленок Ni–C–N при времени роста,  $s$ :  $a$  – 30,  $b$  – 300

нанометровых размеров. Возникновение кластеров, очевидно, обусловлено достаточно большим давлением буферного газа [12] (в нашем случае  $\sim 26$  Pa). Это давление почти на порядок выше обычно используемого в экспериментах по магнетронному распылению при низкой (20 W) мощности магнетронной плазмы. В результате небольшая область плазмы характеризуется высокой концентрацией распыленных атомов. Благодаря этому при относительно невысокой температуре начинают протекать процессы самоорганизации – образование в плазме кластеров из материала мишени и буферного газа. При этом последний непрерывно прокачивается через зону разряда магнетрона. Скорость течения буферного газа мала по сравнению с тепловыми скоростями его атомов и атомов мишени и не оказывает влияния на концентрацию и распространение распыленных атомов.

Данный результат требует переосмысления процессов роста наноструктурных пленок методом магнетронного распыления и построения новых моделей, в частности моделей роста наноколонн из заряженных кластеров.

На рис. 1,  $b$  приведены 3D-изображения поверхности пленки, полученной после 300 s роста. Хорошо видна «острая» игольчатая структура, сформированная отдельными тонкими наноколоннами. Для этой поверхности характерно нормальное (гауссово) распределение высот наноколонн на выбранной области со средним значением высоты, колеблющимся  $\sim 50.9$  nm. Однако 80% резких перепадов колоннарных образований заключены в диапазоне высот от 30 до 70 nm. Средняя арифметическая шероховатость (по ISO 4287/1) для данной области составляет  $S_a = 8.6$  nm. При этом фурье-анализ структуры не выявил ближнего порядка такой морфологии.

Остальные исследования, кроме процессов зародышеобразования, были выполнены на пленках упомянутых трех серий  $A$ ,  $B$  и  $C$ , которые осаждали в течение 10 min. Анализ дифрактограмм пленок серии  $A$  показал, что присутствуют только рефлексы, соответствующие (111), (200) и (220) плоскостям ГЦК-решетки никеля (рис. 2,  $a$ ). Постоянная решетки составила  $3.529 \text{ \AA}$ , что



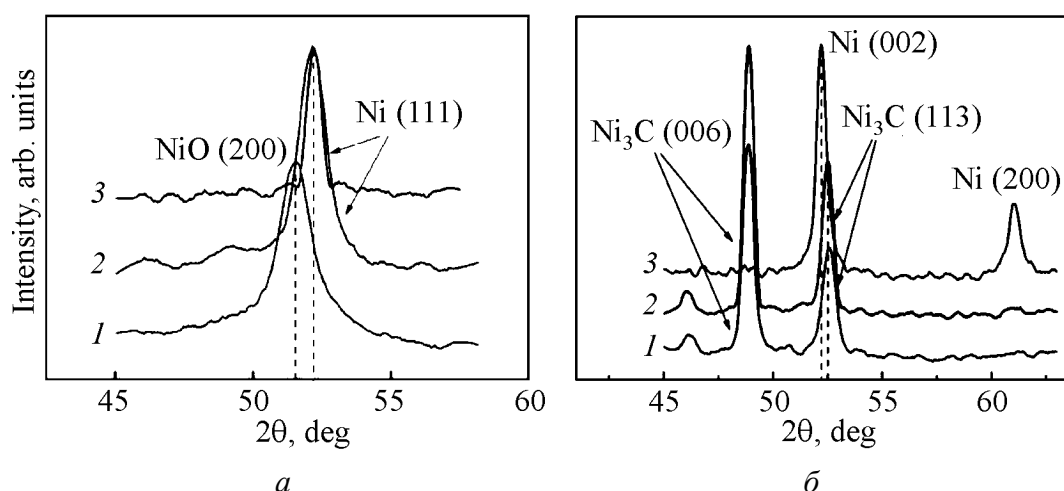
**Рис. 2.** Влияние температуры подложки  $T_S$  на рентгеновскую дифракцию (*a*:  $T_S$ , °C: 1 – 30, 2 – 95, 3 – 150, 4 – 200, 5 – 300) и размер  $D$  (*б*:  $\circ$  – Ni (111),  $\bullet$  – Ni (200)) Ni-нанокристаллитов пленок группы *A*

близко к значению для объемного никеля (3.56 Å). Отличие заключается лишь в некотором уширении рентгеновских рефлексов. Это свидетельствует о сравнительно малом размере Ni-кристаллитов, из которых построены пленки. В то же время наличие в составе пленок углерода свидетельствует, как это показано в работах [1,2], о существовании углеродной оболочки вокруг нанокристаллитов никеля.

На рис. 2,*б* приведены зависимости размера  $D$  нанокристаллитов Ni никель-углеродных пленок серии *A* (оценивали по уширению рентгеновских рефлексов по формуле Дебая–Шеррера) от температуры подложки  $T_S$ . С повышением  $T_S$  размер  $D$  плавно увеличивается и имеет различные значения для рефлексов (111) и (200). Следует отметить, что при низких температурах такого различия нет. Это указывает на то, что при низких температурах осаждаемые на подложку кластеры имеют сферическую форму.

Дифрактограммы пленок серии *B* (рис. 3,*a*) показывают, что пленки, осажденные при высоких температурах подложки и содержащие в своем составе 40 vol.% углерода и 60 vol.% никеля, фиксируют ГЦК-фазу никеля. При температурах подложки  $\leq 150^\circ\text{C}$  наблюдается появление рефлексов новой фазы, которая была идентифицирована нами как NiO.

Можно предположить, что повышение концентрации углерода в пленках вызывает изменение структуры углеродного покрытия никелевых нанокластеров. Увеличение концентрации углерода в нанокластерах Ni–C приводит к тому, что углеродные оболочки вокруг нанокристаллитов металла не являются замкнутыми, а состоят из несовершенных изогнутых фрагментов с наличием пор. Вследствие этого при взаимодействии нанокластеров с атмосферой происходит окисление никеля. Рост температуры подложки приводит к увеличению толщины углеродной оболочки и повышает степень упорядоченности искривленных углеродных фрагментов и защищает Ni-кристаллиты от окисления.



**Рис. 3.** Влияние температуры подложки  $T_S$  на рентгеновскую дифракцию пленок групп В (а:  $T_S$ , °С: 1 – 130, 2 – 170, 3 – 320) и С (б:  $T_S$ , °С: 1 – 210, 2 – 250, 3 – 265)

Дифрактограммы пленок серии С (рис. 3,б) показывают, что пленки, осажденные при температурах подложки ниже 250°С и содержащие в своем составе 60 vol.% углерода и 40 vol.% никеля, фиксируют ГПУ-фазу карбида никеля  $Ni_3C$ . При повышении температуры присутствуют только рефлексы, соответствующие (111), (200) и (220) плоскостям ГЦК-решетки никеля (см. рис. 3,б).

На рис. 4 приведены зависимости размера  $D$  нанокристаллитов карбида никеля  $Ni_3C$  от температуры подложки Ni–С-пленок серии В. С ростом температуры размер кристаллитов увеличивается, и существует критическая температура  $T_{cr}$  подложки около 80°С, ниже которой размер частиц никеля приближается к нулю. Следует отметить, что при температуре подложки 130°С мы наблюдаем кристаллиты окиси никеля. На рис. 4 приведены зависимости размера нанокристаллитов в направлении (113) от температуры подложки Ni–С-пленок серии С. При повышении температуры от 170 до 250°С размер кристаллитов резко увеличивается, и существует критическая температура  $T_{cr}$  подложки около 150°С, ниже которой размер частиц карбида никеля приближается к нулю.

Использование индуктивно-частотного метода позволяет прямо измерить намагниченность насыщения  $4\pi M_S$  ферромагнитного образца [8,11]. Возможности метода обусловлены пленочной формой образца. При этом наличие немагнитных примесей (например, углерода) не искажает результата измерений. Намагниченность насыщения всех образцов определяли при комнатной температуре.

Рис. 5 фиксирует влияние температуры подложки  $T_S$  во время роста пленок на намагниченность насыщения  $4\pi M_S$  их ферромагнитной составляющей для всех трех групп пленок Ni–С. Как видим, пленки группы А с наименьшим содержанием углерода проявляют ферромагнетизм уже при осаждении на холодную подложку. Этот результат подтверждает данные рентгеновской дифракции, представленные выше на рис. 2, где Ni-фаза фиксируется

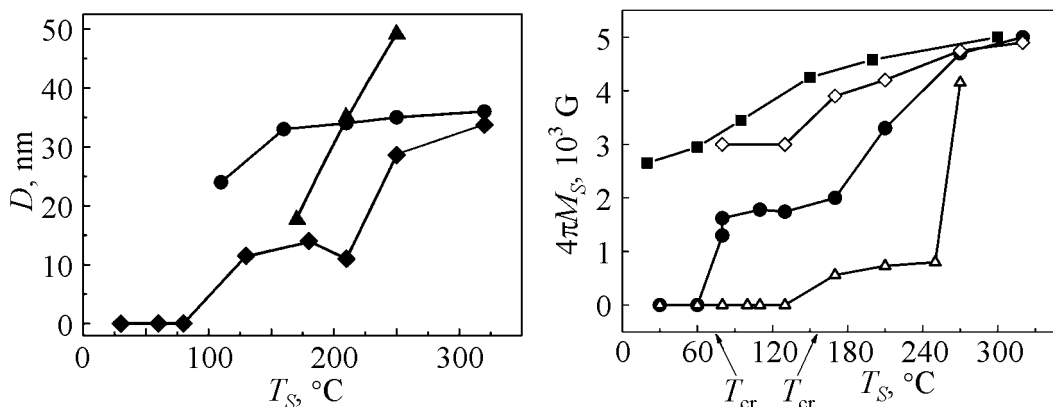


Рис. 4. Влияние температуры подложки  $T_S$  на размер  $D$  Ni-нанокристаллитов пленок групп  $B$  (◆) и  $C$  (▲);  $B_{ann}$  (●) – пленки группы  $B$  после отжига

Рис. 5. Зависимость намагниченности насыщения  $4\pi M_S$  от температуры подложки  $T_S$  для пленок групп  $A$  (■),  $B$  (●) и  $C$  (△) системы Ni–C;  $B_{ann}$  (◇) – пленки группы  $B$  после отжига

уже для самых низких температур подложки. Некоторое увеличение  $4\pi M_S$  с повышением температуры подложки  $T_S$  также можно легко объяснить размерным эффектом [8], связанным с ростом размера кристаллитов  $D$  (рис. 2,б). Данные результаты хорошо согласуются с представлениями о том, что при малой концентрации углерода кластеры, осаждающиеся на подложку, имеют структуру типа «Ni–ядро/C–оболочка». Причем формируются они еще в магнетронной плазме путем кристаллизации атомов никеля внутри аморфного никель-углеродного кластера. С повышением температуры подложки увеличивается размер никелевого ядра кластера благодаря диффузионным процессам на поверхности подложки и растет намагниченность насыщения  $4\pi M_S$  кристаллитов. Ясно, что когда размер Ni-кристаллитов при температуре  $T_S \approx 300^\circ\text{C}$  достигает макроскопических значений,  $4\pi M_S$  приближается к намагниченности объемного никеля.

В то же время пленки групп  $B$  и  $C$  с большим содержанием углерода при осаждении на холодную подложку оказывались немагнитными. Они начинали проявлять ферромагнетизм при осаждении на нагретые подложки. Причем с увеличением отношения C/Ni растет критическая температура возникновения ферромагнетизма  $T_{cr}$ : при C/Ni = 40/60 vol.%  $T_{cr} \approx 80^\circ\text{C}$ , при C/Ni = 60/40 vol.%  $T_{cr} \approx 150^\circ\text{C}$ . Обращает на себя внимание и тот факт, что после возникновения ферромагнетизма намагниченность выходит на насыщение и остается неизменной в некотором диапазоне температур. В дальнейшем при более высоких температурах подложки намагниченность осаждаемых кластеров быстро растет, пока при температурах  $\sim 300^\circ\text{C}$  не приблизится к величине намагниченности объемного никеля. Такое поведение ферромагнетизма пленок групп  $B$  и  $C$  можно объяснить растворением атомов углерода в никелевых кристаллитах осаждаемых кластеров при наличии магнетронной

плазмы с образованием слабромагнитного твердого раствора углерода в никеле, а при большой концентрации углерода – образованием немагнитной карбидной фазы. Это подтверждается результатами рентгеновской дифракции.

Рис. 3,*а* показывает уширение и сдвиг в сторону меньших углов рефлексов никелевой фазы для образцов из группы *B*, полученных при низких температурах подложки. Это свидетельствует, с одной стороны, о малом размере кристаллитов никеля, а с другой – об увеличении параметра кристаллической решетки никеля и, значит, об ослаблении обменных взаимодействий и уменьшении намагниченности. Рис 3,*б* фиксирует гексагональную фазу карбида  $\text{Ni}_3\text{C}$  для образцов из группы *C*, также полученных при низких температурах подложки.

Отметим, что аналогичное поведение ферромагнитного момента наблюдалось нами в никель-азотных пленках [13]. Кроме того, намагниченность зависит от размера кристаллита никелевой фазы в центре осаждаемого кластера. Спонтанный ферромагнитный момент возникает только, когда размер кристаллита превысит некоторую критическую величину [8]. Мы видим, что с ростом концентрации углерода повышается температура подложки, при которой достигается упомянутый критический размер. Помимо этого, с увеличением концентрации углерода намагниченность уменьшается в полном соответствии с моделью, предполагающей образование все более насыщенного твердого раствора углерода в никеле. В дальнейшем с повышением температуры подложки вначале происходит кристаллизация никелевой фазы в отдельных кластерах и чем больше углерода в составе осаждаемого кластера, тем ниже намагниченность никелевого кристаллита и меньше его размер [13]. Этот процесс имеет место в диапазоне температур подложки  $T_S = 80\text{--}180^\circ\text{C}$  для пленок группы *B* и  $150\text{--}250^\circ\text{C}$  – для пленок группы *C*. При более высоких  $T_S$ , благодаря диффузионным процессам на подложке и выделению углерода из никелевой фазы, происходит увеличение намагниченности и слияние отдельных кластеров с увеличенным никелевым ядром и общей углеродной оболочкой. Для подтверждения такой модели мы выполнили эксперимент по отжигу образцов группы *B*. Эксперимент проводили на воздухе при температуре  $370^\circ\text{C}$  в течение 10 min. Результаты эксперимента представлены на рис. 5 (кривая  $B_{\text{ann}}$ ). Как видим, эта кривая фиксирует увеличение намагниченности после отжига для образцов, полученных при низких температурах подложки, что подтверждает диффузионный механизм роста кристаллитов никеля при высоких температурах подложки. Об увеличении размера Ni-кристаллитов свидетельствуют и рентгеновские данные для образцов группы *B*, подвергнутых упомянутому отжигу (см. рис. 4, кривая  $B_{\text{ann}}$ ).

Полученные результаты позволяют сделать следующие выводы. При больших отношениях  $\text{C}/\text{Ni}$  формирующиеся в плазме никель-углеродные кластеры представляют собой аморфные образования в виде смеси атомов Ni и C. При осаждении на холодную подложку такие кластеры формируют немагнитные пленки. При температурах подложки  $T_{\text{CF}}$  начинают формироваться никелевые



ферромагнитные кристаллиты, причем чем выше отношение  $C/Ni$ , тем выше  $T_{сг}$ . Следует отметить еще две особенности, характерные для пленок групп *B* и *C*. При малом размере кристаллитов никеля и неплотной углеродной оболочке возможно полное окисление некоторой их части и появление фазы  $NiO$  при вынесении образцов на воздух. Именно это наблюдается в пленках группы *B*, полученных при температуре подложки  $130^{\circ}C$  (рис. 3,а).

В пленках группы *C* при температурах подложки  $170$ – $250^{\circ}C$  благодаря высокому содержанию углерода в магнетронной плазме в основном формируются кластеры, содержащие гексагональную фазу карбида  $Ni_3C$  (см. рис. 3,б), а ферромагнитные кристаллиты никелевой фазы имеют малый размер и хорошо защищены углеродной оболочкой. При температурах подложки выше  $250^{\circ}C$  карбид никеля разлагается, и осаждающиеся кластеры имеют обычную структуру: кристаллическое  $Ni$ -ядро/углеродная оболочка.

#### 4. Выводы

Выращены три группы пленок системы  $Ni-C$  с отношением  $C/Ni$  (vol.%) =  $30/70$  (группа *A*);  $40/60$  (группа *B*);  $60/40$  (группа *C*). Исследования методом атомной силовой микроскопии показали, что при данных условиях магнетронное осаждение пленок носит кластерный характер: на поверхность подложки осаждаются уже сформированные в плазме  $Ni-C$ -кластеры нанометровых размеров. Дифрактограммы пленок группы *A* фиксируют фазу никеля, а с увеличением температуры подложки растет размер кристаллитов  $Ni$ . Для пленок групп *B* и *C* дифрактограммы фиксируют фазу никеля только при высоких температурах подложки, на холодных подложках формируются пленки с нанокристаллитами карбида никеля  $Ni_3C$ . Магнитные измерения показали, что образцы группы *A* проявляют ферромагнитные свойства при осаждении на холодную подложку, в то время как для групп *B* и *C* ферромагнетизм возникает при достижении подложкой некоторой критической температуры  $\sim 80$  и  $\sim 150^{\circ}C$  соответственно.

1. *V. Sunny, D. Kumar, Ya. Yoshida, M. Makarewicz, W. Tabis, and M. Anantharaman, Carbon* **48**, 1643 (2010).
2. *A. El Mel, E. Gautron, B. Angleraud, A. Granier, and P. Tessier, Carbon* **49**, 4595 (2011).
3. *V. Merkulov, A. Melechko, M. Guillorn, D. Lowndes, and M. Simpson, Appl. Phys. Lett.* **80**, 476 (2002).
4. *D. Navas, M. Hernandez-Velez, M. Vazquez, W. Lee, and K. Nielsch, Appl. Phys. Lett.* **90**, 192501 (2007).
5. *G. Rossi, A. Rapallo, C. Mottet, A. Fortunelli, F. Baletto, and R. Ferrando, Phys. Rev. Lett.* **93**, 105503 (2004).
6. *R. Shalaev, A. Ulyanov, A. Prudnikov, G. Shin, S. Yoo, and V. Varyukhin, Phys. Status Solidi* **A207**, 2300 (2010).
7. *R. Shalaev, A. Prudnikov, A. Ulyanov, G. Shin, S. Yoo, A. Linnik, and T. Linnik, Phys. Status Solidi* **A209**, 1287 (2012).

8. A. Linnik, A. Prudnikov, R. Shalaev, V. Varyukhin, S. Kostyrya, and V. Burkhovetski, *Technical Physics Letters* **30**, 499 (2012).
9. S. Sacanna, L. Rossi, and D.J. Pine, *J. Am. Chem. Soc.* **134**, 6112 (2012).
10. Gy. Kovács, A. Koós, G. Bertoni, G. Sáfrán, O. Geszti, V. Serin, C. Colliex, and G. Radnóczy, *J. Appl. Phys.* **98**, 034313 (2005).
11. V. Dovgii, A. Linnik, V. Pashchenko, V. Derkachenko, V. Prokopenko, V. Turchenko, and N. Davydeiko, *Technical Physics Letters* **29**, 610 (2003).
12. P. Kashtanov, B. Smirno, and R. Hippler, *Phys. Usp.* **50**, 455 (2007).
13. A. Linnik, A. Prudnikov, R. Shalaev, T. Linnik, V. Varyukhin, S. Kostyrya, V. Burkhovetskii, *Technical Physics Letters* **39**, 143 (2013).

A.P. Prudnikov, A.I. Linnik, R.V. Shalaev, Yu. Pashkevitch, V.N. Varyukhin,  
M.I. Mokhnenko, S.A. Kostyrya, T.A. Linnik

### LOW TEMPERATURE MAGNETRON DEPOSITION OF THE Ni–C NANOSTRUCTURAL FILMS: SYNTHESIS, STRUCTURE AND MAGNETIC PROPERTIES

Three groups of films with the ratio of C/Ni (vol.%) = 30/70; 40/60; 60/40 have been grown up by means of magnetron sputtering of the composite Ni–C target. The cluster nature of film deposition onto a substrate surface has been established by method of atomic force microscopy (AFM). X-ray analysis of three groups of films has allowed investigating influence of substrate temperature on the structure and the size of the nickel nanocrystallites with a carbon shell that form a film. Saturation magnetization  $4\pi M_S$  of nickel nanoparticles was measured by inductive-frequency method and its dependence on the substrate temperature was studied. It is shown, that the films with the minimum concentration of carbon have ferromagnetism at deposition onto a cold substrate already. The films with the increased concentration of carbon demonstrate the magnetism at deposition only onto hot substrates.

**Keywords:** nanoclusters, magnetron deposition, nucleation processes, saturation magnetization

**Fig. 1.** AFM-images of hybrid Ni–C–N nanostructural films surfaces at growth time, s: *a* – 30, *b* – 300

**Fig. 2.** Influence of substrate temperature  $T_S$  on X-ray diffraction дифракцию (*a*:  $T_S$ , °C: 1 – 30, 2 – 95, 3 – 150, 4 – 200, 5 – 300) and size  $D$  (*b*: ○ – Ni (111), ● – Ni (200)) of Ni-nanocrystallites of *A* group films

**Fig. 3.** Influence of substrate temperature  $T_S$  on X-ray diffraction of *B* (*a*:  $T_S$ , °C: 1 – 130, 2 – 170, 3 – 320) and *C* (*b*:  $T_S$ , °C: 1 – 210, 2 – 250, 3 – 265) groups films

**Fig. 4.** Influence of substrate temperature  $T_S$  on size  $D$  of Ni-nanocrystallites of *B* (◆) and *C* (▲) groups films;  $B_{ann}$  (●) – *B* group films after annealing

**Fig. 5.** Dependences of saturation magnetization  $4\pi M_S$  from substrate temperature  $T_S$  for *A* (■), *B* (●) and *C*(Δ) groups films of Ni–C system;  $B_{ann}$  (◇) – *B* group films after annealing