

05;11

## Спектроскопия характеристических потерь энергии отраженных электронов в тонких пленках системы $\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x}$

© А.С. Паршин, Г.А. Александрова, А.Е. Долбак, О.П. Пчеляков,  
Б.З. Ольшанецкий, С.Г. Овчинников, С.А. Куценков

Сибирский государственный аэрокосмический университет  
им. акад. М.Ф. Решетнева, Красноярск  
Институт физики полупроводников СО РАН, Новосибирск  
Институт физики им. Л.В. Киренского СО РАН, Красноярск  
E-mail: aparshin@sibsau.ru

Поступило в Редакцию 25 июля 2007 г.

Из экспериментальных спектров характеристических потерь энергии отраженных электронов в тонких пленках системы  $\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x}$  ( $0 \leq x \leq 1$ ) вычислены произведения средней длины неупругого пробега на дифференциальное поперечное сечение неупругого рассеяния электронов. Предложен новый подход для количественного анализа содержания компонентов композитной среды.

PACS: 82.80.Dx

Система  $\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x}$ , сочетающая полупроводниковые и магнитные свойства, является весьма перспективной для практического применения в устройствах спинтроники, работа которых основана на использовании спиновых свойств носителей заряда. В последнее время интенсивно исследуются гетероструктуры, состоящие из чередующихся слоев железа и кремния толщиной несколько нанометров. Исследование межслоевого обменного взаимодействия между ферромагнитными слоями через неферромагнитную прослойку представляет не только практический, но и фундаментальный интерес [1–3].

Получение и исследование гетероструктур системы Fe/Si представляют значительные трудности, связанные с заметной взаимной диффузией железа и кремния и возможностью образования различных силицидов железа на границах раздела слоев, что приводит к существенным изменениям физических характеристик гетероструктур. Методы электронной спектроскопии, такие как электронная оже-спектроскопия

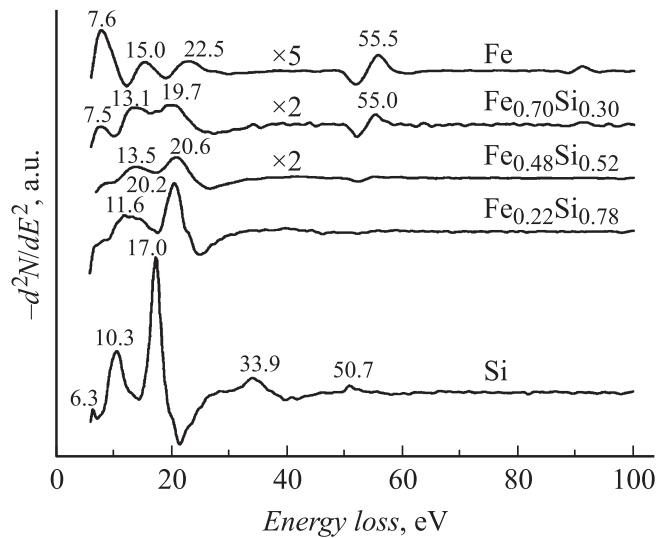
(ЭОС), рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (РФЭС) и спектроскопия характеристических потерь энергии электронов (СХПЭЭ), наиболее хорошо подходят в силу своей поверхностной чувствительности для анализа элементного состава и образования химических соединений в тонких слоях и многослойных структурах. В литературе имеются работы, посвященные исследованию пленок железа и кремния и их соединений методами электронной спектроскопии [4–6]. В основном в этих работах используется традиционный подход анализа электронных спектров по изменению положения и интенсивности пиков от соотношения концентраций железа и кремния и условий эксперимента. Часто эффективность данного подхода низка вследствие незначительного изменения электронных спектров от химического состояния элементов. Так, например, изменение энергетического положения объемных плазмонных потерь в различных силицидах железа отличается приблизительно на 1 eV при ширине пиков в несколько электронвольт, что делает затруднительным изучение формирования различных химических соединений методом СХПЭЭ на границах раздела системы Fe/Si. В то же время анализ экспериментальных результатов [7–9] показывает, что максимальные значения дифференциального сечения рассеяния кремния и железа отличаются более чем в 2 раза. Кроме того, форма зависимости сечения от энергии потерь и положение его максимума существенно отличаются для этих материалов. Это может служить основанием для использования в количественном анализе элементного состава и химического состояния элементов данной системы дифференциального сечения неупругого рассеяния электронов.

К настоящему времени имеется достаточно большое количество работ, посвященных экспериментальному исследованию сечения неупругого рассеяния в различных материалах и его связи с регистрируемыми спектрами энергетических потерь электронов. В работе [10] впервые показана возможность вычисления дифференциального сечения неупругого рассеяния электронов из экспериментальных спектров характеристических потерь энергии отраженных электронов. Алгоритм численных вычислений был апробирован на спектрах алюминия. Определенное сечение рассеяния применено для вычитания фона неупруго рассеянных электронов от  $Mg K_{\alpha}$ -излучения и синхротронного излучения, возбуждающих фотоэлектронный спектр в алюминии. Чтобы достигнуть большего понимания в свойствах сечения рассеяния твердых тел и найти пределы применимости данного метода, были инициированы

систематические исследования сечений рассеяния широкого класса материалов. В [9] сообщается о сечениях рассеяния для Si, Cu, Ag, Au, Ti, Fe и Pd, определенных из анализа экспериментальных спектров характеристических потерь энергии отраженных электронов для энергий первичных электронов в области 300–10 000 eV. Позднее, основываясь на полученных результатах, Тоугаард (Tougaard) разработал коммерческий программный пакет QUASES™\_XS\_REELS (Quantitative Analysis of Surfaces by Electron Spectroscopy cross sections determined by REELS) [11], предназначенный для вычисления из экспериментальных спектров характеристических потерь энергии произведения средней длины неупругого пробега электронов на дифференциальное сечение неупругого рассеяния. Этот пакет позволяет производить расчеты в различных режимах в зависимости от вида экспериментального спектра.

Целью данной работы является изучение возможности нового подхода в количественном анализе системы  $Fe_xSi_{1-x}$  из вычисленных по экспериментальным спектрам характеристических потерь энергии отраженных электронов произведений средней длины неупругого пробега на дифференциальные сечения неупругого рассеяния электронов.

Образцы для исследований готовились в камере подготовки образцов сверхвысоковакуумного оже-спектрометра LAS-2000 фирмы RIBER термическим испарением кремния и железа на подложку Si(111) *p*-типа с сопротивлением  $5^{-10} \Omega \cdot \text{cm}$  и размерами  $22 \times 5 \times 0.3 \text{ mm}$ . Очистка поверхности подложки проводилась путем ее прогрева при температуре  $600^\circ\text{C}$  в течение 4 h с последующим кратковременным прогревом в течение 1–2 min при  $1200^\circ\text{C}$  при давлении в вакуумной камере  $(1-2) \cdot 10^{-7} \text{ Pa}$ . Температуру контролировали с помощью оптического пирометра. В качестве источника атомов Fe использовалась полоска Ta с приваренными к ней кусочками Fe. Источником Si служила пластинка с такими же размерами, как и образец. Нагрев источников осуществлялся электрическим током. Скорость осаждения атомов Si составляла приблизительно 0.07 ML/min (ML — монослой). Состав пленок варьировался путем изменения скорости напыления Fe. Были приготовлены 5 образцов системы  $Fe_xSi_{1-x}$  с разным атомным содержанием железа:  $x = 0, 0.22, 0.48, 0.70$  и 1. Атомные концентрации определены из экспериментальных дифференциальных оже-спектров методом коэффициентов элементарной чувствительности. Энергия первичного пучка ( $E_0$ ) была 3000 eV. Для определения концентраций Fe



**Рис. 1.** Спектры ХПЭЭ системы  $\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x}$  при энергии первичных электронов 300 eV. Для спектров, полученных при усилении больше 1, указаны коэффициенты усиления ( $\times 2$ ,  $\times 5$ ).

и Si использовались оже-пики Si (92 eV) и Fe (703 eV). Коэффициенты элементной чувствительности брались из [12]. Осаждаемые пленки имели толщину не менее 10 ML. Рост на подложке происходил при комнатной температуре и давлении остаточных газов приблизительно  $1 \cdot 10^{-7}$  Pa.

Электронные спектры характеристических потерь энергии отраженных электронов получены в дифференциальном виде при энергии первичных электронов  $E_0 = 300$  и 1600 eV. Амплитуда модуляции составляла 0.3 V. Для количественного анализа спектров характеристических потерь экспериментальные спектры численно дифференцировались и положения пиков определялись по максимуму  $-d^2N/dE^2$  ( $N$  — число электронов с энергией  $E$ ). На рис. 1 представлены экспериментальные спектры исследованных образцов при энергии первичных электронов, равной 300 eV. Основной пик потерь чистого кремния с энергией 17.0 eV соответствует возбуждению объемного плазмона. Пики с энергиями 33.9 и 50.7 eV обусловлены соответственно потерями на возбуждение

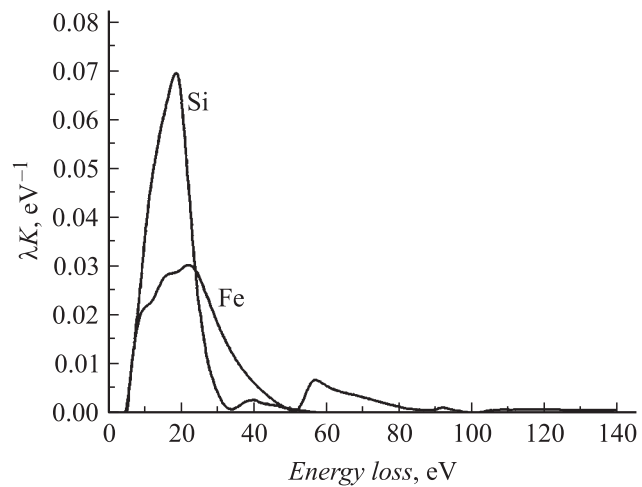
двух- и трехкратных объемных плазмонов. Остальные пики, в соответствии с литературными данными [5], обусловлены возбуждением поверхностных плазмонов (10.3 eV) и межзонным переходом  $E_2$  (6.3 eV) в кремнии. В спектре чистого железа также наблюдаются характерные для этого материала пики [6]. Пик с энергией 22.5 eV связан с возбуждением объемного плазмона; поверхностному плазмону соответствуют потери 15.0 eV. Пик с энергией 7.6 eV обычно связывают с переходами с края  $3d$ -зоны Fe в незаполненные состояния на 1.5 eV выше энергии Ферми. Пик с энергией 55.5 eV соответствует межзонному переходу  $M_{23}$  в железе. Количественная интерпретация спектров промежуточных составов существенно затруднена ввиду сложности спектров исходных материалов и большой ширины пиков потерь. Можно отметить только монотонное уменьшение пика межзонного перехода в железе с уменьшением концентрации этого элемента в композитной структуре.

После вычитания аппаратной функции и численного интегрирования экспериментальные спектры  $j(E)$  обрабатывались в программном пакете *QUASES<sup>TM</sup>\_XS\_REELS* для нахождения произведения средней длины неупругого пробега электронов  $\lambda$  на сечение неупругого рассеяния  $K(E_0, E_0 - E)$ , где  $E_0$  — первичная энергия электрона. Алгоритм вычисления  $\lambda K(E_0, E_0 - E)$  приведен в [10,13]:

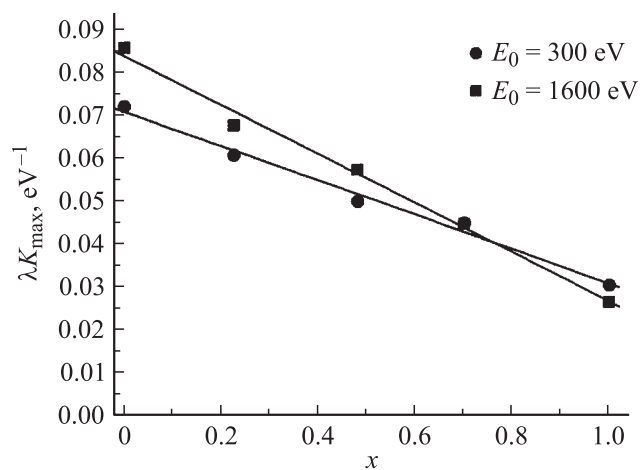
$$\lambda K(E_0, E_0 - E) = \frac{1}{c} \left[ j(E) - \int_E^{E_0} \lambda K(E_0, E' - E) j(E') dE' \right],$$

где  $c$  — площадь упругого пика.

На рис. 2 представлены результаты обработки экспериментальных спектров слоев чистого кремния и железа при энергии первичных электронов 300 eV. Полученные результаты качественно и количественно хорошо согласуются с известными литературными данными [7–9]. Аналогичные результаты получены для энергии первичных электронов 1600 eV и для других исследованных образцов с разным содержанием кремния и железа. Зависимости максимальных значений произведения средней длины неупругого пробега электронов на дифференциальное сечение неупругого рассеяния от содержания железа представлены на рис. 3. Как видно из приведенных результатов, для обеих энергий первичных электронов наблюдается линейная зависимость. Проведенное нами моделирование зависимости  $\lambda K$  для Si и Fe с использованием разработанной нами компьютерной программы [14] в соответствии



**Рис. 2.**  $\lambda_K$  для Si и Fe, вычисленные из экспериментальных спектров потерь энергии отраженных электронов.  $E_0 = 300 \text{ eV}$ .



**Рис. 3.** Зависимости  $\lambda_{K_{\text{max}}}$  от содержания Fe при разных значениях энергии первичных электронов.

с моделью, изложенной в [7], показало увеличение максимального значения  $\lambda K$  для кремния от  $0.080 \text{ eV}^{-1}$  при  $E_0 = 300 \text{ eV}$  до  $0.092 \text{ eV}^{-1}$ , с увеличением  $E_0$  до  $1600 \text{ eV}$ . Для Fe получена обратная зависимость:  $\lambda K_{\text{max}}$  уменьшается от  $0.027$  до  $0.022 \text{ eV}^{-1}$  при возрастании энергии первичных электронов с  $300$  до  $1600 \text{ eV}$ . Эти результаты согласуются с экспериментально наблюдаемыми изменениями угла наклона прямой на рис. 3 в зависимости от энергии первичных электронов.

Таким образом, для системы  $\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x}$  определяемая из экспериментальных спектров потерь энергии отраженных электронов величина произведения средней длины неупругого пробега на дифференциальное сечение неупругого рассеяния электронов может служить количественной мерой определения элементного состава композитной среды из градуировочной зависимости  $\lambda K_{\text{max}}$  для эталонных образцов.

Работа выполнена в рамках комплексного интеграционного проекта СО РАН 3.5, программы ОФН РАН „Спинтроника“, при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 07-03-00320), ФЦП по лоту 2007-3-1.3-24-01-286.

## Список литературы

- [1] *Van de Kruijs R.W.E., Rekveldt M. Th., Fredrikze Y et al. // Phys. Rev. B. 2002. V. 65. P. 064440–064447.*
- [2] *Burgler D.E., Buchmeier M., Gramm S. et al. // J. Phys.: Condens. Matter. 2003. V. 15. P. S443–S450.*
- [3] *Gareev R.R., Burgler D.E., Buchmeier M. // Phys. Rev. Lett. 2001. V. 87. P. 157202.*
- [4] *Голоюнова М.В., Малыгин Д.Е., Пронин И.И. // ФТТ. 2006. Т. 48. В. 10. С. 1898–1902.*
- [5] *Лифшиц В.Г., Луняков Ю.В. Спектры ХПЭЭ поверхностных фаз на кремнии. Владивосток: Дальнаука, 2004. 315 с.*
- [6] *Egert B., Panzner G. // Phys. Rev. B. 1984. V. 29. N 4. P. 2091–2101.*
- [7] *Yubero F., Tougaard S. // Phys. Rev. B. 1992. V. 46. P. 2486–2497.*
- [8] *Tung C.J., Chen Y.F., Kwei C.M., Chou T.L. // Phys. Rev. B. 1994. V. 49. P. 16684–16693.*
- [9] *Tougaard S., Kraaer J. // Phys. Rev. B. 1991. V. 43. P. 1651–1661.*
- [10] *Tougaard S., Chorkendorff I. // Phys. Rev. B. 1987. V. 35. P. 6570–6577.*

- [11] <http://www.quases.com>.
- [12] *Palmberg P.W., Riach G.E., Weber R.E., Mac-Donnald N.C.* Handbook of Auger Electron Spectroscopy [Phys. Elec. Ind. Inc.]. Minnesota, 1972.
- [13] *Tougaard S.* // Surf. Interface Anal. 1988. V. 11. P. 453.
- [14] *Куценков С.А., Александрова Г.А., Паршин А.С.* // Сб. тр. X региональной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых по физике полупроводниковых, диэлектрических и магнитных материалов. Владивосток: ИАПУ ДВО РАН, 2006. С. 65–68.