

05:11

Особенности формирования пленки Fe_3O_4 на поверхности $\text{Si}(111)$, покрытой тонким слоем SiO_2

© В.В. Балашев,^{1,2} В.В. Коробцов,^{1,2} Т.А. Писаренко,^{1,2} Л.А. Чеботкевич²¹ Институт автоматизации и процессов управления Дальневосточного отделения РАН, 690041 Владивосток, Россия² Институт физики и информационных технологий Дальневосточного государственного университета, 690950 Владивосток, Россия
e-mail: balashev@mail.dvo.ru

(Поступило в Редакцию 11 января 2011 г.)

Используя различные способы окисления Fe на поверхности $\text{Si}(111)$, покрытой тонким (1.5 nm) слоем SiO_2 , были выращены поликристаллические пленки магнетита. Установлено влияние дефектов пленки SiO_2 на процесс силицидообразования при нагреве пленки Fe. Обнаружено, что окисление пленки Fe при высокой температуре приводит как к образованию Fe_3O_4 , так и моносилцида железа. С другой стороны, осаждение Fe в атмосфере O_2 при высокой температуре приводит к росту на поверхности SiO_2 однородной по составу пленки Fe_3O_4 . Обнаружено, что данный метод синтеза приводит к формированию в пленке магнетита [311]-текстуры, ось которой нормальна поверхности. Проведено исследование влияния метода формирования на магнитные свойства выращенных пленок Fe_3O_4 . Высокое значение коэрцитивной силы пленок Fe_3O_4 , сформированных путем окисления пленки Fe, обусловлено морфологическими особенностями и неоднородностью состава пленки магнетита.

Введение

Благодаря полной спин-поляризации электронов [1] и высокой температуре Кюри ($\sim 580^\circ\text{C}$) магнетит является перспективным материалом для такого нового направления современной полупроводниковой электроники, как спинтроника. Изучение формирования Fe_3O_4 на поверхности кремния представляет интерес с точки зрения эффективной инжекции спин-поляризованных электронов из пленки Fe_3O_4 в подложку Si. Так, ряд работ, проведенных недавно, был посвящен росту пленок магнетита как на чистой поверхности кремния [2,3], так и на поверхности Si, покрытой буферным слоем [4]. Установлено, что независимо от способа формирования пленки Fe_3O_4 имеют поликристаллическую структуру. С другой стороны, в работах [5,6] было показано, что на начальной стадии роста Fe_3O_4 на подложке Si образуется слой, включающий как силицид железа, так и аморфный оксид железа (Fe_xO_y). Данный слой толщиной ~ 7 nm является препятствием для эффективной инжекции спин-поляризованных электронов из пленки Fe_3O_4 в полупроводник. Использование тонкого слоя SiO_2 в качестве буферного слоя на границе раздела $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Si}(111)$ вызвано необходимостью предотвращения образования силицида железа. Более того, недавно была показана возможность спин-поляризованного туннелирования электронов из магнетита в инверсный слой на границе раздела между тонким слоем естественно-го SiO_2 и подложкой Si [7]. Исследование планарной проводимости пленок магнетита показало, что при температуре выше 250 K возникает дополнительный канал проводимости через инверсный слой вдоль границы раздела SiO_2/Si . С точки зрения дальнейшего исследования эффектов как спин-поляризованного туннелирова-

ния, так и переключения токовых каналов представляет интерес исследование условий формирования структуры $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{Si}$. Важную роль при получении такой структуры будут играть толщина и качество слоя SiO_2 , с одной стороны, а также резкость границы раздела между пленкой Fe_3O_4 и поверхностью SiO_2/Si — с другой.

Из данных других работ известно, что тонкие пленки Fe_3O_4 на поверхности полупроводников могут формироваться как путем окисления осажденного тонкого слоя Fe в атмосфере O_2 [8], так и путем распыления Fe непосредственно в атмосфере O_2 [5,9]. В настоящей работе приведены результаты сравнительного исследования пленок, выращенных на поверхности $\text{SiO}_2/\text{Si}(111)$ разными методами. Тонкий слой SiO_2 был получен с использованием влажной химической обработки поверхности $\text{Si}(111)$. Также было проведено исследование магнитных свойств синтезированных разными способами $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{Si}$ -структур.

1. Экспериментальная часть

Эксперименты проводились на сверхвысоковакуумной установке „Катунь“, оснащенной системами дифракции быстрых электронов (ДБЭ) на отражение и спектральной эллипсометрии. Базовое давление не превышало 10^{-10} Torr. В качестве подложек использовались монокристаллические пластины кремния ($0.5 \times 10 \times 20$ mm) p -типа ($4.5 \Omega \cdot \text{cm}$) с ориентацией (111). До загрузки в вакуумную камеру поверхность образцов была очищена с использованием влажной химической обработки [10]. На заключительной стадии очистки на поверхности подложек Si были сформированы тонкие слои SiO_2 кипячением в концентрированной

азотной кислоте (HNO₃) в течение 5 min. Толщина слоя SiO₂ определялась с помощью спектральной эллипсометрии и составляла ~ 1.5 nm. После загрузки в вакуумную камеру образец предварительно прогревался при температуре 500°C в течение 1 h. Осаждение Fe на поверхность SiO₂/Si(111) проводилось путем термического испарения из ячейки Кнудсена с тиглем из оксида алюминия (Al₂O₃). Скорость осаждения Fe определялась по методу, предложенному в работе [11], и составляла 0.8 nm/min.

Пленки магнетита были получены тремя методами: 1) отжигом при 300°C в атмосфере O₂ пленок Fe, осажденных при комнатной температуре (КТ), 2) нагревом пленок Fe, осажденных при КТ, до 300°C в атмосфере O₂ и дальнейшей экспозицией при этой температуре, 3) осаждением Fe в атмосфере O₂ при 300°C. Во всех случаях давление O₂ в вакуумной камере поддерживалось на уровне ~ 1.3 · 10⁻⁶ Torr, а толщина слоя железа составляла 8 nm. Окисление данного количества железа должно приводить к формированию пленки Fe₃O₄ толщиной ~ 16 nm.

Информация о структурно-фазовом составе пленок оксида железа на разных стадиях роста была получена из анализа картин ДБЭ. При регистрации картин ДБЭ угол падения электронного пучка к плоскости поверхности составлял ~ 1 deg. После извлечения образцов из вакуумной камеры для анализа морфологии и состава пленок были использованы атомно-силовая микроскопия (АСМ) и рамановская спектроскопия соответственно. Рамановские спектры с разрешением 1.5 см⁻¹ были получены с помощью зондовой нанолаборатории NTEGRA Spectra. В качестве источника возбуждения рамановского излучения использовался лазер с длиной волны 488 nm. Лазерный пучок фокусировался на образце в пятно диаметром ~ 0.5 μm. Мощность лазерного излучения, достигающего поверхности образца, составляла 8 mW. Магнитные характеристики полученных пленок исследовались индукционным методом на автоматизированном вибромагнитометре.

2. Результаты и их обсуждение

После осаждения пленки Fe на поверхность SiO₂/Si(111) при КТ на картине ДБЭ наблюдались диффузные кольца с неоднородным распределением интенсивности, характерные для дифракции на просвет от текстурированной поликристаллической пленки. Данные кольца свидетельствуют о наличии [110]-текстуры, которая характерна для пленок Fe, полученных на поверхности SiO₂ при низкой температуре [12]. Для последующего окисления пленки Fe в атмосфере кислорода образец был нагрет до 300°C (со скоростью 15°C/min). На рис. 1, *a* показана картина ДБЭ от поверхности, полученной в результате нагрева. В процессе нагрева подложки резкость колец от Fe (положение которых отмечено вертикальными штрихами на рис. 1, *a*) увеличивается, что свидетельствует об укрупнении кристаллитов.

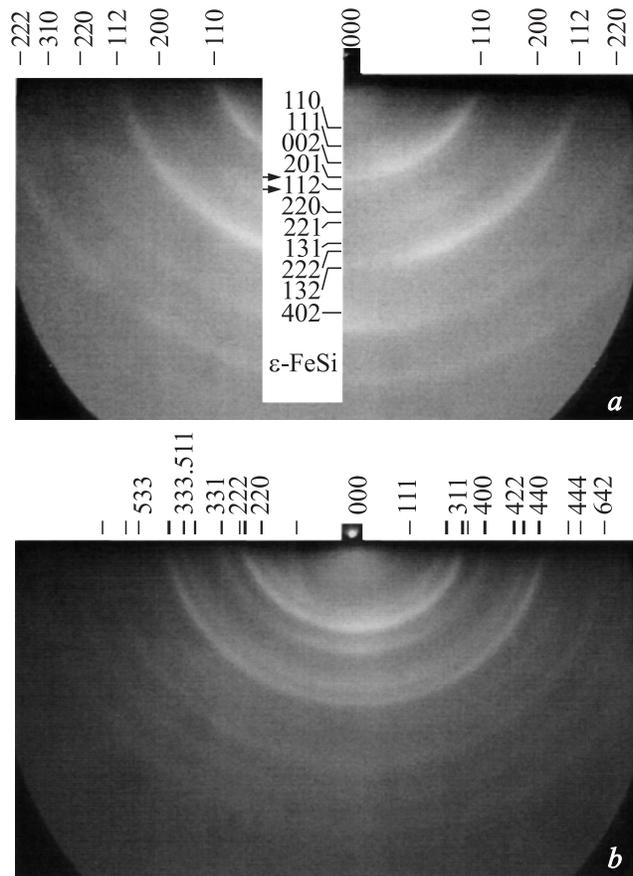


Рис. 1. Картина ДБЭ от поверхности SiO₂/Si: *a* — после осаждения пленки Fe при КТ и отжига при $T = 300^\circ\text{C}$; *b* — после экспозиции пленки в атмосфере O₂ при температуре подложки $T = 300^\circ\text{C}$. Вертикальными штрихами на рис. *a* и *b* отмечено теоретическое положение колец Дебая для случая дифракции на поликристаллах Fe и магнетита. Горизонтальные штрихи на рис. *a*, отмеченные двумя стрелками, соответствуют наиболее интенсивным кольцам в случае рассеяния на поликристаллитах ϵ -FeSi.

С другой стороны, после нагрева наблюдалось более однородное распределение интенсивности колец Fe, что связано с исчезновением преимущественной ориентации у кристаллитов Fe. Наряду с увеличением резкости колец от Fe на картине ДБЭ появляется дополнительная группа колец, имеющих слабую интенсивность. Положение этой группы колец (горизонтальные штрихи на рис. 1, *a*) соответствует обратным значениям межплоскостных расстояний ($1/d_{hkl}$) для моносилицида железа ϵ -FeSi с кубической решеткой (структура B20). Анализ картины ДБЭ показал, что наиболее интенсивные кольца из этой группы колец принадлежат отражениям (201) и (112) (отмеченные стрелками на рис. 1, *a*). Высокое значение интенсивности для данных отражений также было установлено в работе [13] при исследовании поликристаллической пленки ϵ -FeSi, выращенной на чистой поверхности кремния. Увеличение интенсивности ди-

фракционного кольца, соответствующего межплоскостному расстоянию ~ 0.2 nm, связывается с наложением дифракционных колец (201) для ϵ -FeSi и (110) для Fe, значения межплоскостных расстояний для которых совпадают. Наблюдаемая дифракционная картина оставалась неизменной в течение 10 min прогрева/экспозиции при 300°C.

Последующий отжиг пленки Fe в атмосфере O₂ в течение 10 min приводит к исчезновению на картине ДБЭ колец от Fe и появлению новой группы дифракционных колец (рис. 1, *b*), положение которых согласуется с положением теоретических колец (вертикальные штрихи), рассчитанным для решетки магнетита со структурой инверсионной шпинели [14]. Время перехода к данной картине ДБЭ составило приблизительно 1 min после начала экспозиции при давлении O₂ в вакуумной камере на уровне $\sim 1.3 \cdot 10^{-6}$ Torr. Интенсивность колец магнетита увеличивалась со временем экспозиции. После окисления пленки Fe кольца от ϵ -FeSi на картине ДБЭ не наблюдаются. Это может быть связано с тем, что рассеяние электронов, падающих под скользящим углом к поверхности, увеличивается на кристаллитах Fe₃O₄, размер которых после окисления становится в 2 раза больше, чем у кристаллитов Fe.

АСМ-изображение поверхности этой пленки (рис. 2) показывает, что большую ее часть занимают кристаллиты с латеральным размером ~ 50 nm (*A*). С другой стороны, на поверхности также присутствуют крупные кристаллиты с размером более 100 nm (*B*). Плотность этих кристаллитов на 2 порядка меньше и составляет $\sim 3 \cdot 10^8$ cm⁻². Их образование может быть связано как с образованием ϵ -FeSi при нагреве пленки Fe, так и с образованием другой фазы оксида железа. Известно, что маггемит (γ -Fe₂O₃) имеет такую же структуру, как и магнетит, а величина постоянной решетки (0.8342 nm)

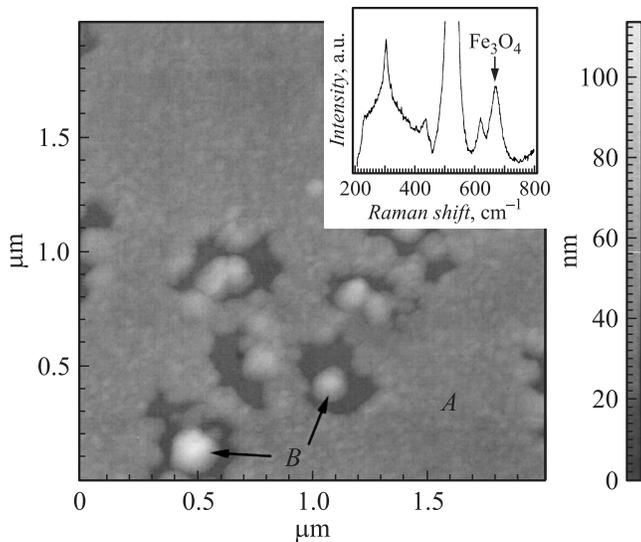


Рис. 2. АСМ-изображение поверхности пленки Fe₃O₄, полученной в результате нагрева Fe₃O₄/SiO₂/Si(111) системы до $T = 300^\circ\text{C}$ и ее экспозиции в атмосфере O₂. На вставке показан рамановский спектр от данной поверхности.

практически не отличается от соответствующего параметра решетки магнетита — 0.8396 nm. В связи с тем, что положения дифракционных колец для этих оксидов будут практически совпадать, регистрация маггемита методом ДБЭ представляется затруднительной. С целью дальнейшей идентификации структуры пленок были проведены рамановские исследования. На вставке рис. 2 представлен рамановский спектр рассеяния от выращенной пленки оксида железа. Было обнаружено, что окисление Fe приводит к появлению дополнительного пика на частоте ~ 670 cm⁻¹, помимо пиков от подложки кремния на частотах ~ 303 , 619 и 520 cm⁻¹. Согласно теоретическим расчетам [15], при комнатной температуре в кристаллическом магнетите имеется пять активных рамановских мод: A_{1g} ($\omega = 669$ cm⁻¹), E_g ($\omega = 410$ cm⁻¹) и $3T_{2g}$ [$\omega(T_{2g}^1 = 193$ cm⁻¹), $\omega(T_{2g}^2 = 540$ cm⁻¹), $\omega(T_{2g}^3 = 300$ cm⁻¹)]. Так как для рамановского спектра от магнетита характерно присутствие интенсивных пиков на частотах 669 и 540 cm⁻¹, то наличие в измеренном спектре пика на частоте ~ 670 cm⁻¹ связываем с образованием магнетита. Пик от магнетита на частоте 540 cm⁻¹ не проявляется из-за его слабой интенсивности и суперпозиции с пиком от кремния на частоте 520 cm⁻¹.

В работе [16] было показано, что при нагреве пленки Fe, сформированной на окисленной поверхности Si, происходит процесс силицидообразования в дефектных местах слоя SiO₂ в результате взаимодиффузии атомов Fe и Si. В результате этого процесса наблюдалось образование островков силицида железа, плотность которых ($\sim 10^8$ cm⁻²) соизмерима с плотностью дефектов в пленке SiO₂. Принимая во внимание данные этой работы, считаем, что наблюдаемые на АСМ-снимке крупные островки связаны с образованием кристаллитов моносилицида железа в дефектных местах слоя SiO₂. Это подтверждается как появлением дифракционных колец от ϵ -FeSi при нагреве пленки Fe (рис. 1, *a*), так и соизмеримой величиной плотности островков — $3 \cdot 10^8$ cm⁻². Малая плотность островков ϵ -FeSi на поверхности приводит как к слабой интенсивности колец, возникающих в результате дифракции на кристаллитах ϵ -FeSi, так и к отсутствию на рамановском спектре интенсивного пика на частоте ~ 315 cm⁻¹ (*E*-мода), соответствующего данному силициду железа [17].

В следующем эксперименте окисление пленки Fe в атмосфере кислорода проводилось в процессе ее нагрева от КТ до 300°C. При достижении температуры $\sim 150^\circ\text{C}$ дифракционные кольца от Fe на картине ДБЭ сменились на кольца от магнетита (рис. 3, *a*). Данная картина ДБЭ продолжала наблюдаться как при нагреве образца до 300°C, так и при последующей его экспозиции в атмосфере O₂ при данной температуре в течение 10 min. Картина ДБЭ от выращенной таким образом пленки оксида железа показывает кольца, имеющие неравномерное распределение интенсивности. Данный факт свидетельствует о наличии текстуры или, другими словами, преимущественной ориентации кристаллитов относительно некоторого направления. Для анализа текстуры

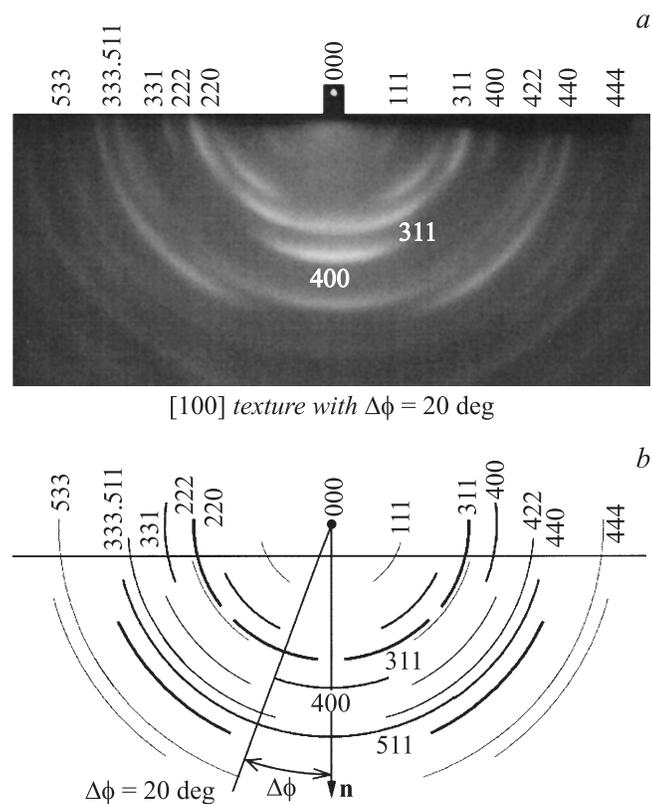


Рис. 3. Картина ДБЭ, полученная после нагрева пленки Fe до $T = 300^\circ\text{C}$ в атмосфере O₂ (a), а также расчетная картина дифракции на просвет (b) от поликристаллической пленки Fe₃O₄, имеющей [100]-текстуру.

сформированной пленки магнетита был проведен расчет теоретической картины ДБЭ, используя кинематический подход [12,18]. Установлено, что пленка магнетита имеет [100]-текстуру, ось которой нормальна к поверхности пленки. На рис. 3, b показана расчетная картина для данной текстуры. Так как для данной текстуры направление [100] решетки кристаллитов ориентировано преимущественно нормально к плоскости пленки, то и дифракционное пятно/рефлекс (100) будет преимущественно располагаться на нормали в отличие от рефлексов другого порядка. Измерение углового уширения ($\Delta\varphi$) рефлекса (100) показывает, что отклонение оси решетки [100] кристаллитов относительно нормали к поверхности варьирует в пределах ± 20 deg.

Присутствие у полученной пленки магнетита [100]-текстуры может объясняться процессом окисления пленки Fe с [110]-текстурой начиная с низких температур подложки. Так, в работе [19] было обнаружено, что при окислении эпитаксиальной пленки Fe (на подложке GaAs) образуется пленка магнетита, кристаллическая решетка которой имеет поворот на 45 deg относительно решетки Fe, что соответствует углу между направлениями [110]^{Fe} и [100]^{Fe₃O₄} кубической решетки. Рост пленки магнетита с преимущественной ориентацией наблюдался также при магнетронном распылении

железа в атмосфере кислорода как на чистую [20], так и на окисленную поверхность Si [21]. Интересно отметить тот факт, что эта ориентация возникает при малой величине давления/потоке кислорода. По всей видимости, при таких условиях вначале зарождаются кристаллиты Fe с ориентацией [110], а на последующей стадии роста в результате их окисления формируется пленка Fe₃O₄ с [100] ориентацией.

АСМ-изображение показало однородную по морфологии пленку со средним размером островков ~ 40 nm. С другой стороны, на рамановском спектре (рис. 4) помимо пика магнетита на частоте 669 cm^{-1} были обнаружены дополнительные пики, связанные с присутствием в пленке другой фазы. Так, разложение пика от магнетита на составляющие гауссовой формы позволило идентифицировать дополнительные пики на частотах 655 и 710 cm^{-1} . Установленное положение пиков, а также наплыва у кремниевого пика на частоте 375 cm^{-1} согласуется с положением пиков, характерных для магнетита [22].

При осаждении Fe в атмосфере O₂ при 300°C дифракционные кольца от поликристаллической пленки магнетита наблюдались на начальной стадии роста. Картина ДБЭ (рис. 5, a) от выращенной таким образом пленки оксида железа показывает дифракционные кольца, характерные для пленки с текстурой. В отличие от предыдущего результата (рис. 3, a) данные кольца являются диффузными, а распределение интенсивности имеет другой характер. Анализ показал, что экспериментальная картина ДБЭ наилучшим образом соответствует теоретической картине, рассчитанной для пленки с [311]-текстурой (рис. 5, b), ось которой параллельна нормали (n) к поверхности пленки. Для данной текстуры рефлекс (311) будет преимущественно располагаться на нормали в отличие от рефлексов другого порядка. Отклонение оси решетки [311] кристаллитов ($\Delta\varphi$) от

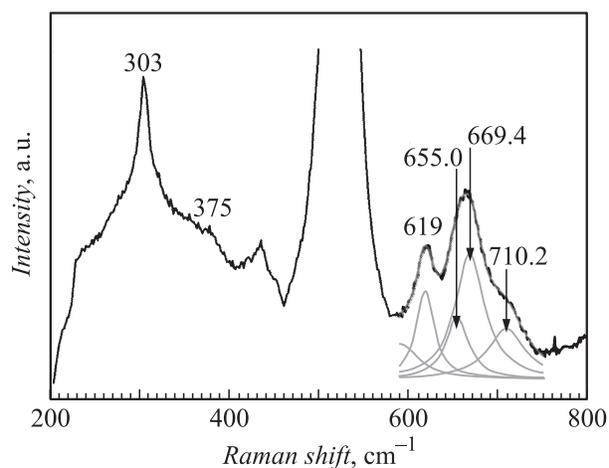


Рис. 4. Спектр рамановского рассеяния света от пленки Fe₃O₄, полученной нагревом до $T = 300^\circ\text{C}$ в атмосфере O₂ пленки Fe, осажденной при КТ. Разложение пика магнетита на частоте 669 cm^{-1} представлено в виде набора кривых гауссовой формы.

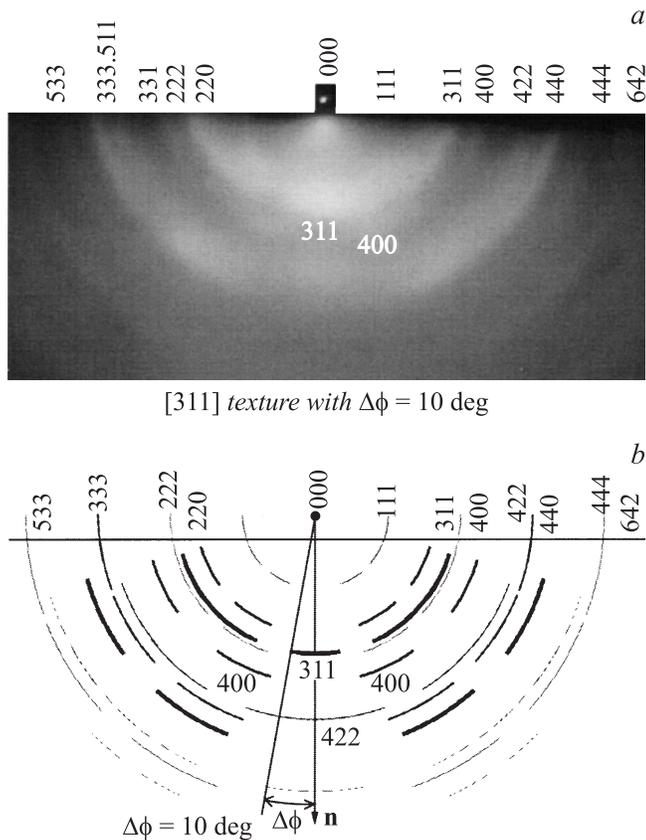


Рис. 5. Картина ДБЭ, полученная после осаждения Fe при $T = 300^\circ\text{C}$ в атмосфере O_2 (a), а также расчетная картина дифракции на просвет (b) от поликристаллической пленки Fe_3O_4 , имеющей [311]-текстуру.

носительно нормали к поверхности варьирует в пределах $\pm 10^\circ$. Диффузность колец в отличие от случая окисления пленки Fe (рис. 1, b и 3, b) свидетельствует о малом размере кристаллитов. Действительно, из анализа АСМ-изображения данной поверхности было обнаружено, что средний размер кристаллитов составляет 17 nm, что почти в 3 раза меньше, чем в случае окисления пленки Fe. Кроме того, АСМ показывает, что пленка имеет узкомодальное распределение кристаллитов по размеру с плотностью $\sim 1.1 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$.

Рост пленок магнетита с [311]-текстурой также наблюдался на подложке аморфного SiO_2 [23] и на поверхности кремния, покрытой как толстым (20 nm) [4], так и ультратонким (1.5 nm) [7] слоем SiO_2 . Анализ экспериментальных условий этих работ показывает, что данная текстура может возникать при магнетронном распылении Fe в атмосфере кислорода [23], электронно-лучевом испарении из источника Fe_3O_4 [4], а также при лазерном испарении из источника $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ [7]. Полагаем, что данная текстура возникает при конкурентной моде роста („competitive growth“) [24] вследствие низкой температуры роста и подвижности атомов. Уменьшение подвижности атомов Fe или моле-

кул оксида железа на поверхности роста может быть связано как с низкой температурой роста, так и с достаточно высокой скоростью осаждения материала. Действительно, в работах [23,4] температура роста пленок Fe_3O_4 составляла всего 20 и 50°C . Кроме того, рост пленки магнетита с [311]-текстурой также наблюдался на чистой подложке $\text{Si}(100)$ при комнатной температуре [20]. С другой стороны, осаждение при высокой температуре (400 и 450°C) на различные типы подложек (стекло, кремний) приводит к росту пленок магнетита с [111]-текстурой [3,5]. Методом ПЭМ было показано [5], что при магнетронном осаждении Fe в атмосфере O_2 независимо от типа подложки $\text{Si}(111)$ или $\text{Si}(001)$ наблюдается переход от роста аморфного слоя оксида железа к росту поликристаллической пленки Fe_3O_4 с [111]-текстурой. Данная ориентация пленок Fe_3O_4 , по всей видимости, возникает во время роста за счет коалесценции (restructuring/coalescence growth) [24]. В случае такого роста грани кристаллов с наименьшей свободной энергией параллельны поверхности подложки, а ось текстуры параллельна соответствующим кристаллографическим направлениям. Так как грани кристаллов Fe_3O_4 с ориентацией (111) имеют наименьшую поверхностную свободную энергию [25], то ось текстуры будет нормальна к поверхности и совпадать с направлением [111]. В этом случае хаотически ориентированные кристаллиты Fe_3O_4 произрастают из аморфного слоя оксида железа, а [111]-текстура роста будет возникать благодаря преимущественному боковому разрастанию той части кристаллитов Fe_3O_4 , которые были ориентированы плоскостью (111) параллельно поверхности подложки. С другой стороны, высокое давление паров Fe и O_2 (+Ar) — 1 Pa, помимо низкой температуры роста — 20°C , приводит к росту пленки Fe_3O_4 без текстуры с аморфной фазой между кристаллитами [26].

Хотя при осаждении Fe в атмосфере O_2 на поверхности пленки SiO_2 может одновременно идти формирование как кристаллитов оксида железа, так и силицида железа, данные рамановской спектроскопии показывают формирование однофазной пленки магнетита. Процесс силицидообразования в пленке SiO_2 лимитируется процессом поверхностной диффузии/поставкой атомов Fe к дефектным местам и соответственно взаимодиффузией атомов Fe и Si через них. Считаем, что данный процесс реализуется слабо, в то время как процесс зародышеобразования кристаллитов оксида железа в результате взаимодействия атомов Fe с прибывающими на поверхность молекулами O_2 является подавляющим. Так, однородность пленки, состоящей из островков одного размера ($\sim 17 \text{ nm}$), а также отсутствие сигнала от силицида железа на картине ДБЭ и рамановском спектре могут служить подтверждением полного окисления Fe и образования магнетита.

На рис. 6 приведены петли гистерезиса пленок магнетита, полученных разными методами. Измерения показали, что вращение образца вокруг оси, нормальной

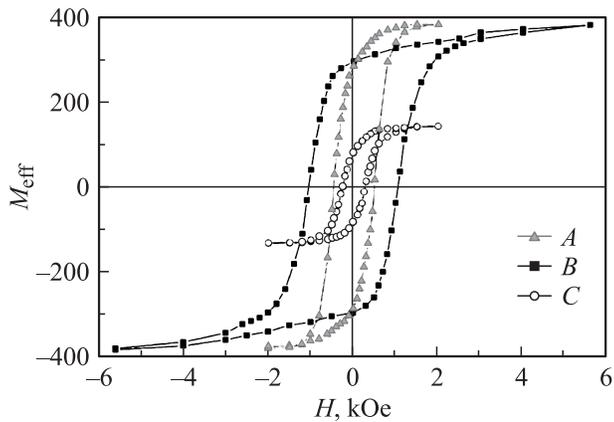


Рис. 6. Петли гистерезиса пленок Fe_3O_4 (16 nm) на поверхности $\text{SiO}_2/\text{Si}(111)$, полученных разными методами: *A* — отжигом при $T = 300^\circ\text{C}$ в атмосфере O_2 пленки Fe, осажденной при КТ; *B* — нагревом до $T = 300^\circ\text{C}$ в атмосфере O_2 пленки Fe, осажденной при КТ; *C* — осаждением Fe в атмосфере O_2 при $T = 300^\circ\text{C}$.

к плоскости подложки, не влияет на форму петель гистерезиса, что свидетельствует об отсутствии магнитной анизотропии. Как видно из рис. 6, эффективная намагниченность пленок Fe_3O_4 , полученных окислением пленки Fe (петли *A* и *B*), выше, чем пленки Fe_3O_4 , полученной осаждением железа в атмосфере O_2 (петля *C*). Это различие объясняется тем, что размер зерна в этих пленках более чем в 2 раза превышает средний размер зерна пленки, полученной осаждением Fe в атмосфере O_2 . По этой же причине пленки магнетита, соответствующие петлям *A* и *B*, имеют более высокие значения коэффициента прямоугольности петель гистерезиса: $M_r/M_s = 0.77$ в отличие от пленки, соответствующей петле *C*, где $M_r/M_s \sim 0.6$.

Согласно проведенным ранее исследованиям магнитных свойств как эпитаксиальных [9,27], так и поликристаллических [5,28] пленок магнетита, коэрцитивная сила (H_c) пленок толщиной ~ 100 nm составляет ~ 300 Oe. В наших экспериментах близкое значение — 270 Oe (петля *C*) имеет пленка, полученная осаждением железа в атмосфере кислорода. Высокие значения коэрцитивной силы пленок, полученных окислением пленки железа ($H_c = 505$ и 1000 Oe, петли *A* и *B* соответственно), обусловлены наличием пор, большими размерами зерна [29] и амплитуды шероховатости поверхности [30], а также наличием межфазных границ из-за присутствия фаз силицида железа (петля *A*) и $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (петля *B*). В работе [27] для эпитаксиальных пленок было отмечено, что в ненапряженных пленках $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MgO}$ коэрцитивная сила ~ 280 Oe, тогда как в пленках $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{STO}$, напряженных за счет большего числа дислокаций, коэрцитивная сила увеличивается до ~ 600 Oe. Можно предположить, что неоднородность пленок как по структуре, так и по составу приводит к увеличению коэрцитивной силы.

Заключение

Исследованы структурные и магнитные свойства пленок магнетита, выращенных на поверхности $\text{Si}(111)$, покрытой тонким слоем SiO_2 . Рассмотрен метод формирования пленки магнетита путем окисления предварительно осажденного слоя Fe и осаждением Fe на поверхность $\text{SiO}_2/\text{Si}(111)$ в атмосфере O_2 . Установлено, что пленки Fe_3O_4 , полученные окислением слоя Fe в атмосфере O_2 , являются неоднородными по структуре и фазовому составу. Так, в пленке магнетита, полученной окислением Fe при высокой температуре, обнаружено присутствие моносилицида железа. С другой стороны, окисление пленки железа, которое начинается при низких температурах, приводит к образованию фазы $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Анализ данных, полученных с помощью метода ДБЭ, показал, что текстура пленки магнетита зависит от способа ее формирования. Пленка Fe_3O_4 , полученная окислением Fe, имеет [100]-текстуру, в то время как пленка, полученная осаждением Fe в атмосфере O_2 , имеет [311]-текстуру. Установлено, что величина коэрцитивной силы пленок магнетита, полученных окислением пленки Fe, примерно в 2–3 раза выше, чем пленок, полученных осаждением Fe в атмосфере O_2 . В первом случае большая величина коэрцитивной силы может быть связана с большим размером зерен, шероховатостью и наличием межфазных границ из-за присутствия в пленках $\epsilon\text{-FeSi}$ и $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$. С другой стороны, величина коэрцитивной силы пленки магнетита, приготовленной путем осаждения Fe в атмосфере O_2 , сравнима с величиной коэрцитивной силы пленок Fe_3O_4 , полученных другими методами осаждения [5,28].

Работа была выполнена при поддержке грантов Дальневосточного отделения РАН 09-III-A-02-023 и 09-I-ОФН-057, а также НШ-46342010.2.

Авторы выражают благодарность В.А. Викулову и Е.А. Чусовитину (Институт автоматики и процессов управления ДВО РАН) за проведение анализа полученных образцов методами рамановской спектроскопии и АСМ.

Список литературы

- [1] Zhang Z., Satpathy // Phys. Rev. B. 1991. Vol. 44. N 24. P. 13 319–13 331.
- [2] Parames M.L., Mariano J., Viskadourakis Z., Popovici N., Rogalski M.S., Giapintzakis J., Conde O. // Appl. Surf. Sci. 2006. Vol. 252. P. 4610–4614.
- [3] Tiwari S., Prakash R., Choudhary R.J., Phase D.M. // J. Phys. D: Appl. Phys. 2007. Vol. 40. P. 4943–4952.
- [4] Jain S., Adeyeye A.O., Boothroyd C.B. // J. Appl. Phys. 2005. Vol. 97. P. 093 713–093 719.
- [5] Boothman C., Sanchez A.M., van Dijken S. // J. Appl. Phys. 2007. Vol. 101. P. 123 903–123 910.
- [6] Jain S., Adeyeye A.O., Dai D.Y. // J. Appl. Phys. 2004. Vol. 95. N 11. P. 7237–7239.

- [7] Wang X., Sui Y., Tang J., Wang C., Zhang X., Lu Z., Liu Z., Su W., Wei X., Yu R. // *Appl. Phys. Lett.* 2008. Vol. 92. P. 012 122–012 124.
- [8] Taniyama T., Mori T., Watanabe K., Wada E., Itoh M., Yanagihara H. // *J. Appl. Phys.* 2008. Vol. 103. P. 07D705–07D708.
- [9] Kennedy R.J., Stamp P.A. // *J. Phys. D: Appl. Phys.* 1999. Vol. 32. P. 16–21.
- [10] Ishizaka A., Shiraki Y. // *J. Electrochem. Soc.* 1986. Vol. 133. N 4. P. 666–671.
- [11] Minami N., Makino D., Matsumura T., Egawa C., Sato T., Ota K., Ino S. // *Surf. Sci.* 2002. Vol. 514. P. 211–215.
- [12] Andrieu S., Frechard P. // *Surf. Sci.* 1996. Vol. 360. P. 289–296.
- [13] Derrien J., Chevrier J., Le Thanh Vinh, Berbezier J., Giannini C., Lagomarsino S., Grimaldi M.G. // *Apl. Surf. Sci.* 1993. Vol. 73. P. 90–101.
- [14] Verwey E.J.W., Heilmann E.L. // *J. Chem. Phys.* 1947. Vol. 15. P. 174–180.
- [15] Verbe J.L. // *Phys. Rev. B.* 1974. Vol. 9. N 12. P. 5236–5248.
- [16] Balashev V.V., Korobtsov V.V., Pisarenko T.A., Chusovitin E.A. // *Phys. Sol. State.* 2009. Vol. 51. N 3. P. 601–607.
- [17] Nyhus P., Cooper S.L., Fisk Z. // *Phys. Rev. B.* 1995. Vol. 51. N 21. P. 15 626–15 629.
- [18] Litvinov D., O'Donnell T., Roy R. // *J. Appl. Phys.* 1999. Vol. 85. P. 2151–2156.
- [19] Lu Y.X., Claydon J.S., Xu Y.B., Thompson S.M., Wilson K., van der Laan G. // *Phys. Rev. B.* 2004. Vol. 70. P. 233 304–233 307.
- [20] Chih-Huang Lai, Po-Hsiang Huang, Ye-Jen Wang // *J. Appl. Phys.* 2004. Vol. 95. P. 7222–7224.
- [21] Zhang G., Fan C., Pan L., Wang F., Wu P., Qiu H., Gu Y., Zhang Y. // *J. Magn. Magn. Mater.* 2005. Vol. 293. P. 737–745.
- [22] Chamrinski I., Burns G. // *J. Phys. Chem. B.* 2005. Vol. 109. P. 4965–4968.
- [23] Kim Y., Oliveria M. // *J. Appl. Phys.* 1994. Vol. 75. N 1. P. 431–437.
- [24] Barna P.B., Adamik M. *Science and Technology of Thin Films* / D. by F. C. Matarotta, G. Ottaviani. Singapore: World Scientific, 1995. Part 1. P. 1–29.
- [25] Clemett S.J., Thomas-Keprta K.L., Shimmin J., Morphew M., McIntosh J.R., Bazylnski D.A., Kirschvink J.L., Wentworth S.J., McKay D.S., Vali H., Gibson E.K.Jr., Romanek C.S. // *Am. Mineralogist.* 2002. Vol. 87. P. 1727–1730.
- [26] Mi W.B., Hui Liu, Li Z.Q., Wu P., Jiang E.Y., Bai H.L. // *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2006. Vol. 39. P. 5109–5115.
- [27] Chen Y.Z., Sun J.R., Han Y.N., Xie X.Y., Shen J., Rong C.B., He S.L., Shen B.G. // *J. Appl. Phys.* 2008. Vol. 103. P. 07D703–07D705.
- [28] Tang J., Wang K.-Y., Zhou W. // *J. Appl. Phys.* 2001. Vol. 89. N 11. P. 7690–7692.
- [29] Malyutin V.I., Osukhovskii V.E., Ivanov A.A., Chebotkevich L.A., Lobov I.V., Vorobiev Yu.D. // *Phys. Stat. Sol. (a).* 1986. Vol. 93. P. 585–595.
- [30] Li S.P., Samand A., Lew W.S., Xu Y.B., Bland J.A.C. // *Phys. Rev. B.* 2000. Vol. 61. N 10. P. 6871–6875.