

05,06

Исследование магнитных свойств пленок Co, выращенных на модифицированной поверхности Si(111)

© К.С. Ермаков, А.В. Огнев, Л.А. Чеботкевич

Дальневосточный федеральный университет,
Владивосток, Россия

E-mail: ognevav@gmail.com

(Поступила в Редакцию 22 апреля 2014 г.)

Исследованы магнитные свойства и доменная структура эпитаксиальных пленок Co, полученных на модифицированной поверхности Si(111). Вначале были изучены процессы роста наноструктур силицида меди на поверхности Si(111). На поверхности Si(111)–5.55 × 5.55–Cu формировались кластеры силицида меди при температуре подложки ~ 550°С. Сформированные наноструктуры имеют идеальную огранку, боковые ребра и длинная сторона проволок ориентированы вдоль кристаллографических направлений $\langle 110 \rangle$ Si. Затем на сформированные структуры осаждали пленки Co. Исследование коэрцитивной силы и приведенной остаточной намагниченности показало, что пленки Co(111) имеют кристаллографическую анизотропию шестого порядка. Коэрцитивная сила пленок Co, осажденных на слой буфера Cu, в ~ 6 раз меньше, чем пленок Co, осажденных на поверхности Si(111)–5.55 × 5.55–Cu и Si(111)–5.55 × 5.55–Cu/кластеры (Cu–Si).

Работа поддержана Министерством образования и науки и Научным фондом Дальневосточного государственного университета.

1. Введение

Развитие технологий создания объектов нанометрового размера, а также их изучение в последнее время стало одним из приоритетных направлений фундаментальных и прикладных исследований [1,2]. Изучение условий формирования, упорядочения и стабильности наноструктур в системе полупроводниковая подложка–наноостровки силицидов металлов является актуальным для микроэлектроники [3–6]. Силициды переходных металлов используются в качестве омических контактов, материалов затворов [7,8]. Системы, состоящие из тонких слоев ферромагнетика, полупроводников и немагнитной прослойки, интенсивно изучаются в последнее время в связи с возможностью создания на их основе устройств спинтроники [9]. Недавно показано, что, несмотря на формирование барьера Шотки, через интерфейс Cu/Si(111) возможен транспорт электронов с высокими энергиями (так называемые „горячие“ электроны) [10]. Поэтому, сформировав на слое силицида ферромагнитную пленку, можно инжектировать спинполяризованные электроны в кремний.

Одним из ключевых параметров, определяющих область практического использования пленок, является магнитная анизотропия. Тип магнитной анизотропии зависит от технологических параметров получения пленок, например от типа подложки, на которую осаждают пленки. Так, в эпитаксиальных пленках Co, осажденных на атомарно-гладкие подложки Si(111), магнитокристаллическая анизотропия трехосная, а если использовать вицинальный Si(111), то ступени кремния индуцируют в пленке одноосную анизотропию [11]. Изменить анизотропию в пленках можно также с помощью квазисинусоидальных шероховатостей на подложке, созданных

ионным облучением [12]. Материалы с многоосной анизотропией затем могут быть использованы для создания магнитных сенсоров.

В настоящей работе исследованы магнитные свойства пленок Co, выращенных на модифицированных поверхностях Si(111). Сначала с помощью самоорганизации на поверхностной фазе Si(111)–5.55 × 5.55–Cu были получены наноструктуры силицида меди. Затем осаждали пленки кобальта с медным буфером или без него. Установлено влияние наноструктур силицида меди и медного буфера на магнитную анизотропию, коэрцитивную силу и доменную структуру эпитаксиальных пленок Co.

2. Экспериментальная часть

Пленки Co и Cu осаждали методом молекулярно-лучевой эпитаксии в вакууме $P = 2 \cdot 10^{-10}$ Торр на атомарно-гладкие монокристаллические подложки Si(111).

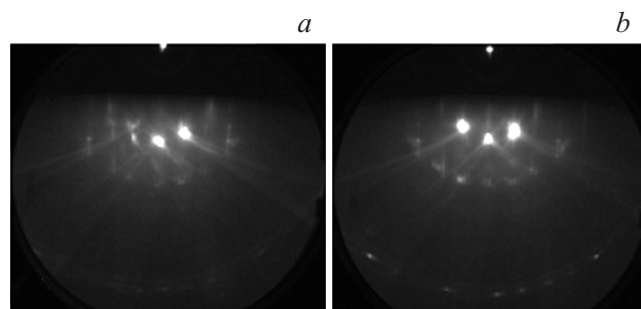


Рис. 1. Картины ДБЭ: *a* — модифицированная поверхность Si(111)–5.55 × 5.55–Cu, *b* — Si(111)–5.55 × 5.55–Cu/кластеры (Cu–Si).

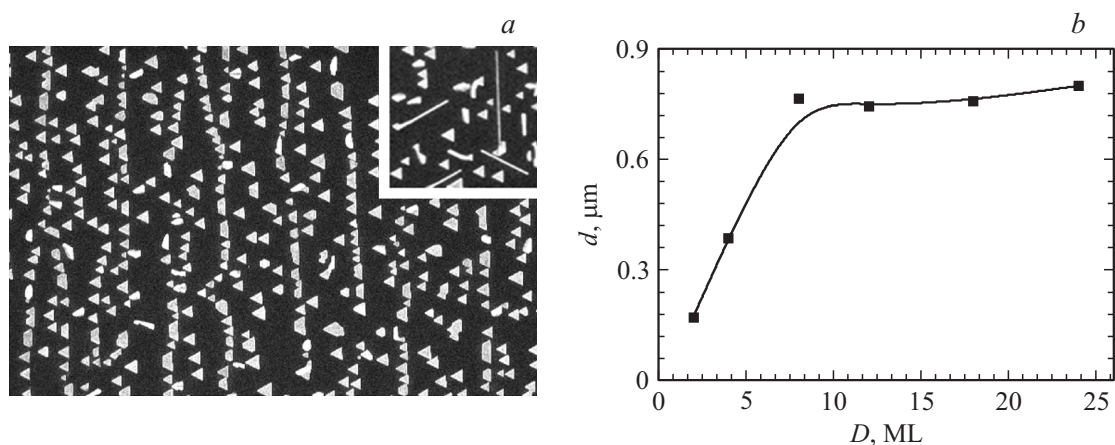


Рис. 2. СЭМ-изображение распределения кластеров силицида меди (размер $26 \times 36 \mu\text{m}$) (a) и зависимость размера кластеров от толщины покрытия Cu (b). На вставке — СЭМ-изображение проволоки силицида меди (размер $12 \times 12 \mu\text{m}$).

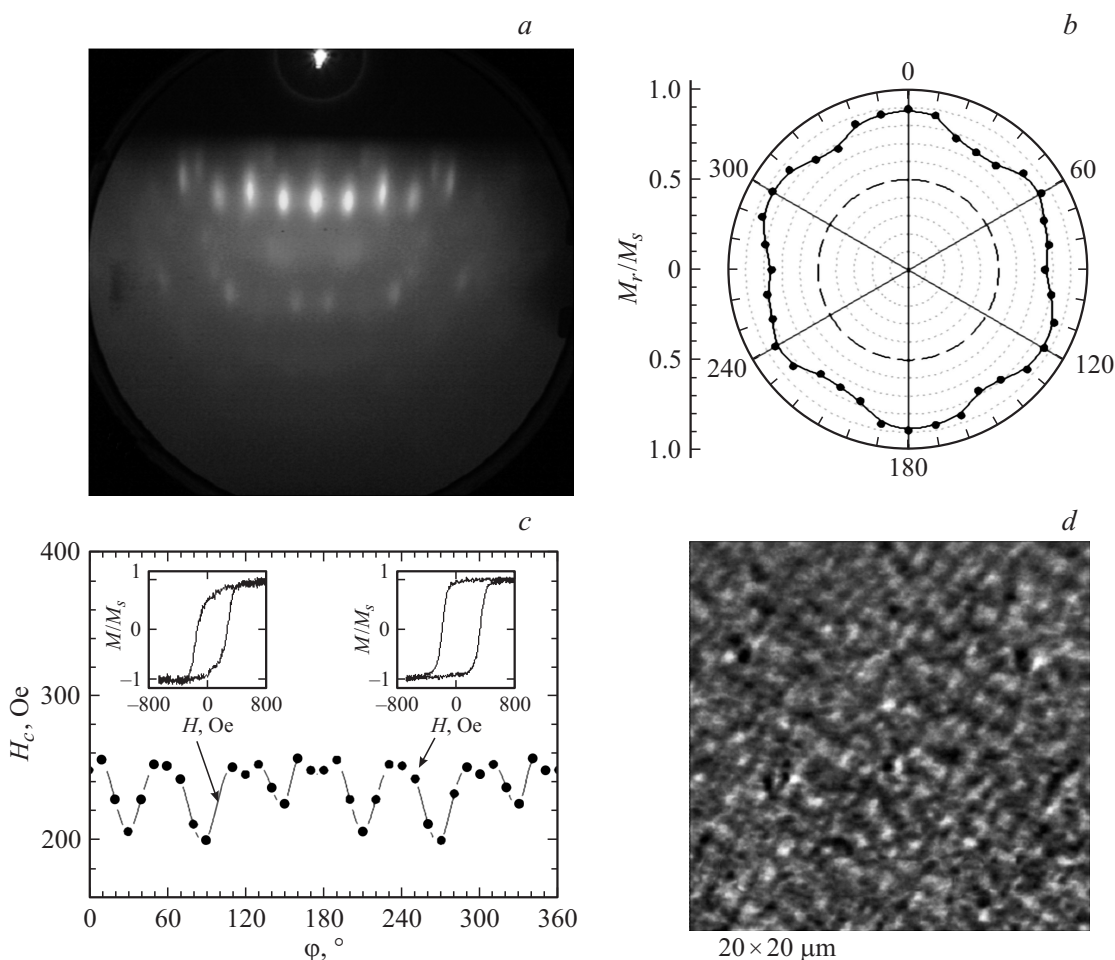


Рис. 3. ДБЭ пленки Si(111)–5.55 \times 5.55–Cu/Co(4 nm) (a), полярная диаграмма $M_r/M_s = f(\varphi)$ (b), зависимость H_c от азимутального угла (c) и изображение МСМ магнитной структуры (d).

Предварительная дегазация подложек Si(111) осуществлялась косвенным прогревом в течение 8 h при температуре 500–550°C. Для удаления оставшегося естественного окисла кремний быстро разогревали до $\sim 1200^\circ\text{C}$,

пропуская постоянный ток, и выдерживали при этой температуре в течение 1 min. На поверхность Si(111) 7×7 при температуре подложки $\sim 550^\circ\text{C}$ осаждали Cu. Кобальт осаждали при комнатной температуре подложек.

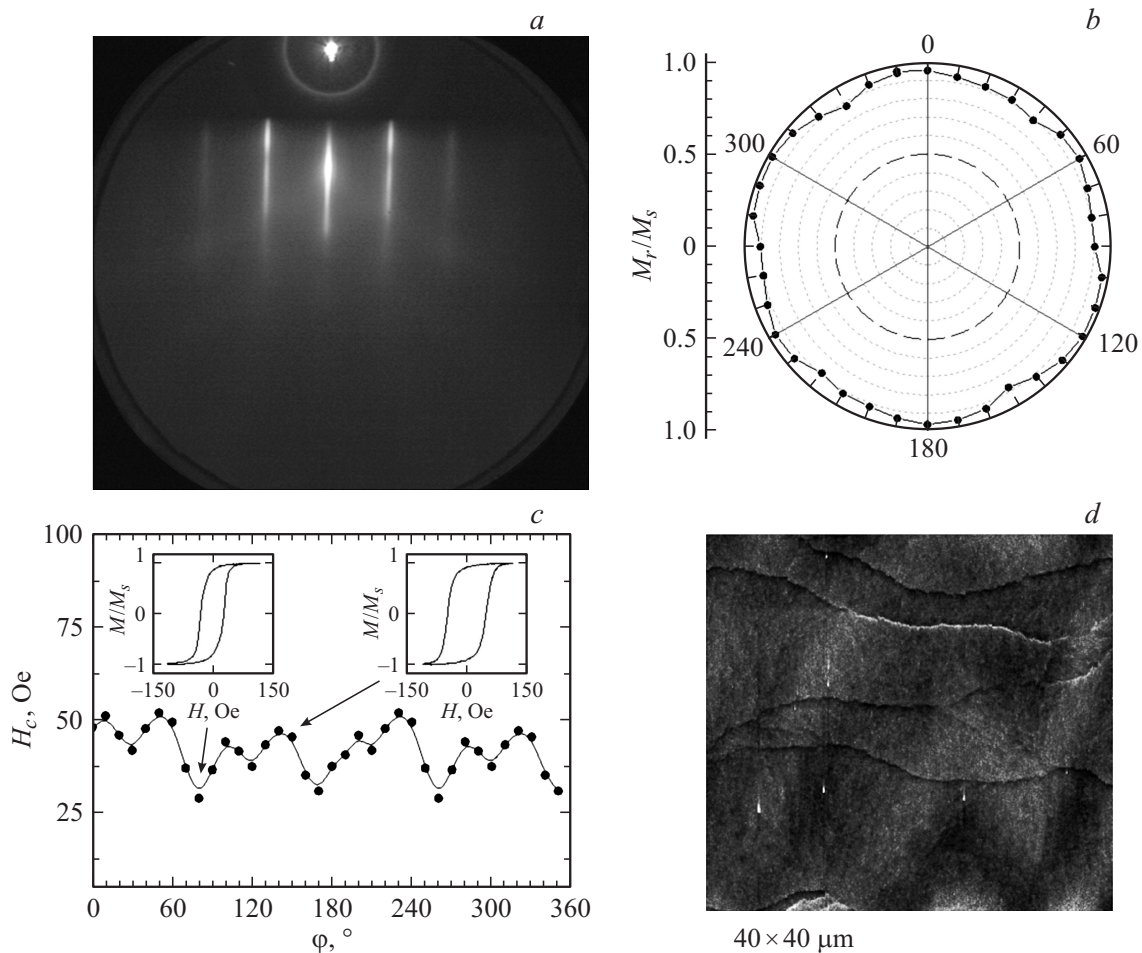


Рис. 4. ДБЭ пленки Si (111)–5.55 × 5.55–Cu/Cu (3 nm)/Co (4 nm) (a), полярная диаграмма $M_r/M_s = f(\varphi)$ (b), зависимость H_c от азимутального угла (c) и изображение МСМ магнитной структуры, полученное Ивановым [14] (d).

Скорость осаждения Cu и Co определялась в процессе осаждения по осцилляциям интенсивности зеркально отраженного пучка электронов (дифракция быстрых электронов — ДБЭ) от эпитаксиальных слоев и составила 1 и 0.3 nm/min соответственно.

Структуру образцов исследовали *in situ* методом ДБЭ с энергией электронного пучка 15 keV и методом сканирующей туннельной микроскопии (напряжение ± 2.0 V, туннельный ток 1 nA). Морфология поверхности исследовалась *ex situ* методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и атомно-силовой микроскопии (АСМ). Магнитные свойства пленок исследовались с помощью магнитной силовой микроскопии (МСМ), петли гистерезиса получали, используя продольный магнитооптический эффект Керра.

3. Результаты и обсуждение

3.1. Рост силицида меди. Покрытие подложки Si(111) 0.5–1 монослоями (ML) Cu при температуре подложки $\sim 550^\circ\text{C}$ приводит к формированию

поверхностной фазы Si (111)–5.55 × 5.55–Cu, которая является силицидом Cu [13]. После завершения формирования слоя стабильной квазипериодической фазы Si (111)–5.55 × 5.55–Cu идет рост трехмерных островков. Исследования показали, что картины ДБЭ поверхностной фазы Si (111)–5.55 × 5.55–Cu и трехмерных островков аналогичны (рис. 1). Это доказывает, что островки являются силицидом меди. Покрытие в 1 ML Cu соответствует толщине атомного слоя Cu, равной 2.09 Å.

Осаждение Cu в диапазоне покрытий от 2 до 4 ML приводит к образованию эпитаксиальных наноструктур силицида меди (кластеров), которые имеют треугольную и многоугольную форму. Боковые ребра сформированных эпитаксиальных наноструктур силицида меди ориентированы вдоль кристаллографических направлений подложки $\langle 110 \rangle$ Si.

При толщине покрытия Cu в диапазоне 4–24 ML наряду с наноструктурами формируются идеально ровные нанопроволоки силицида меди (вставка на рис. 2, a). Длинная сторона нанопроволок ориентирована вдоль кристаллографических направлений $\langle 110 \rangle$ Si. Из картин СЭМ видно (рис. 2, a), что кластеры расположены вдоль

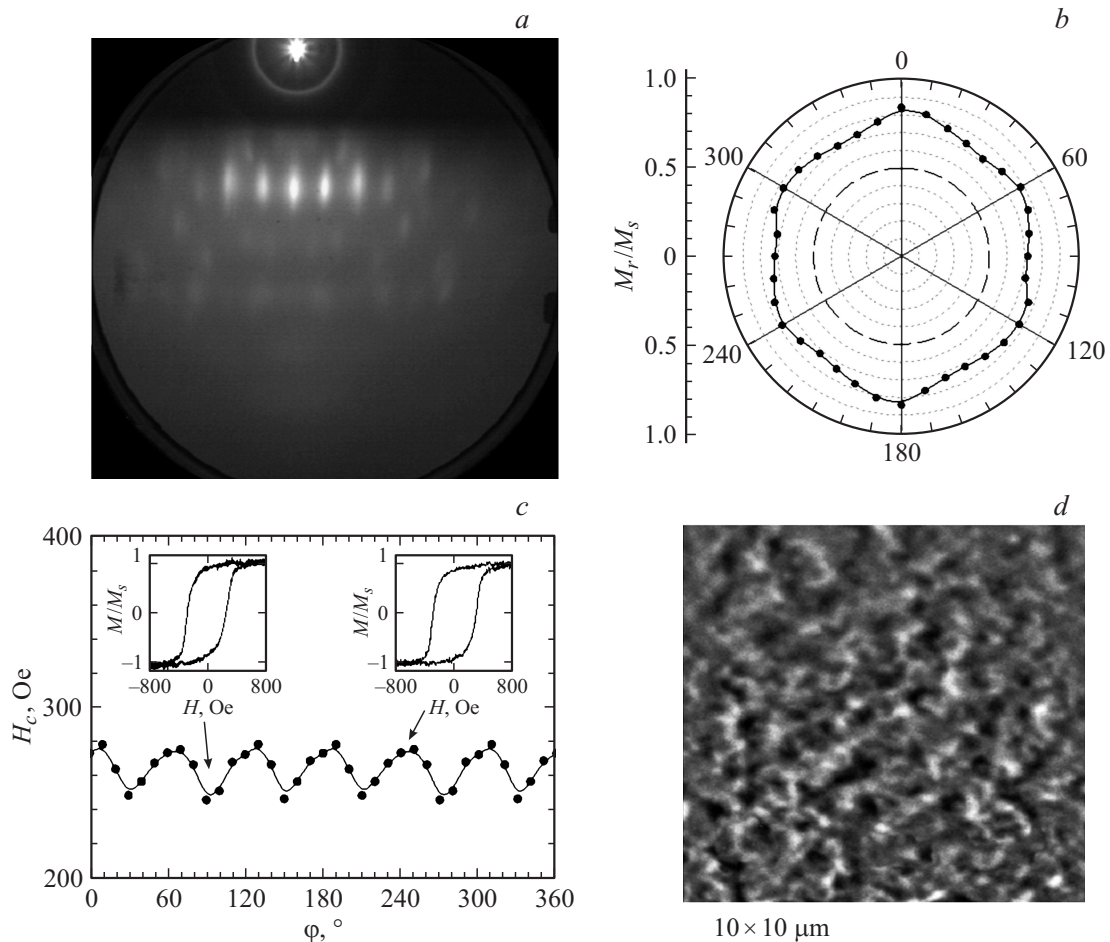


Рис. 5. ДБЭ пленки Si(111)–5.55 × 5.55–Cu/кластер (Cu–Si)/Co (4 nm) (a), полярная диаграмма $M_r/M_s = f(\varphi)$ (b), зависимость H_c от азимутального угла (c) и изображение МСМ магнитной структуры (d).

моноатомных ступеней, ориентированных параллельно одному из кристаллографических направлений типа $\langle 110 \rangle$ Si. Экспериментально определенная максимальная длина сформированных нанопроволок достигает $12 \mu\text{m}$, а ширина — 100 nm .

Исследования картин СЭМ показали, что с увеличением толщины покрытия Cu до 8 ML плотность и среднее значение диаметра островков силицида меди увеличиваются (рис. 2, b). При толщине покрытия меди от 8 до 25 ML среднее значение диаметра островков не изменяется, а плотность островков растет. При толщине покрытия Cu более 25 ML наблюдается коалесценция островков с нанопроволоками.

3.2. Эпитаксиальные пленки Co.

1) Si(111)–5.55 × 5.55–Cu/Co (4 nm). Анализ картин ДБЭ пленок Co толщиной 4 nm, осажденных на поверхность Si(111)–5.55 × 5.55–Cu, показал наложение двух обратных решеток: силицида кобальта и ГЦК-Co (рис. 3, a). Это свидетельствует о наличии двух фаз: одна решетка соответствует ГЦК-Co, вторая — силициду кобальта.

Наличие на электронограммах ярких рефлексов дифракции только на просвет свидетельствует о боль-

шой шероховатости поверхности (среднеквадратичная амплитуда шероховатости $h_q = 5 \text{ nm}$ по данным АСМ). Повторяемость картин ДБЭ через 60° свидетельствует о симметрии шестого порядка.

На рис. 3, b, c приведены зависимости приведенной остаточной намагниченности $M_r/M_s = f(\varphi)$ и коэрцитивной силы $H_c = f(\varphi)$ для пленок Si(111)–5.55 × 5.55–Cu/Co (4 nm), где M_r — остаточная намагниченность, M_s — намагниченность насыщения, φ — азимутальный угол между направлением внешнего магнитного поля и одним из кристаллографических направлений типа $\langle 110 \rangle$. На полярной диаграмме значение M_r/M_s изменяется в пределах 0.93–0.78. Однако, несмотря на то что изменение M_r/M_s составляет 16%, видно, что в пленке реализуется магнитная кристаллографическая анизотропия шестого порядка, что характерно для структуры ГЦК-Co(111). В этой плоскости расположены три кристаллографические оси легкого намагничивания типа $\langle 110 \rangle$. Зависимость $H_c = f(\varphi)$ также показывает периодичность в 60° . Коэрцитивная сила этих пленок равна 250 Oe.

Исследование образцов методом МСМ осуществлялось по двухпроходной методике. Сканирование произ-

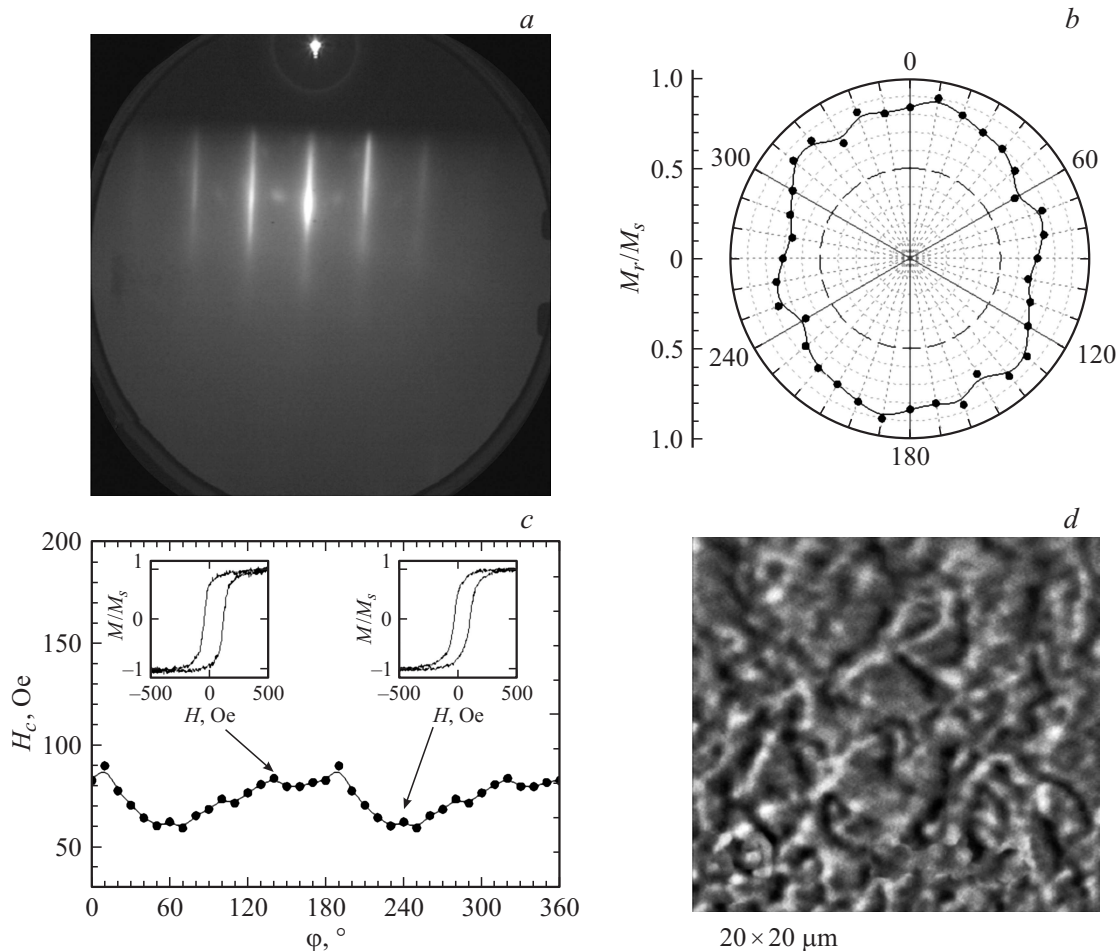


Рис. 6. ДБЭ пленки Si(111)–5.55 × 5.55–Cu/кластеры (Cu–Si)/Cu(3 nm)/Co(4 nm) (a), полярная диаграмма $M_r/M_s = f(\varphi)$ (b), зависимость H_c от азимутального угла (c), изображение МСМ магнитной структуры (d).

водилось двумя типами зондов: стандартным и с низким значением магнитного момента. Изображение МСМ, приведенное на рис. 3, d, выявляет сложную магнитную структуру с искривленными доменными стенками, что может быть обусловлено двухфазностью структуры. Размер доменов в этих образцах порядка $1 \mu\text{m}$.

2) Si(111)/5.55 × 5.55–Cu/Cu(3 nm)/Co(4 nm). Наличие вытянутых рефлексов на отражение на картине ДБЭ пленки Si(111)–5.55 × 5.55–Cu/Cu(3 nm)/Co(4 nm) свидетельствует об атомарно-гладкой поверхности осажденной пленки Co. Расшифровка картин ДБЭ показала, что ГЦК-фаза Co(111) имеет такую же ориентацию, как и буферный слой Cu: Co(111) || Cu(111) и $\langle 110 \rangle\text{Co} \parallel \langle 110 \rangle\text{Cu}$ (рис. 4, a).

Согласно полярной диаграмме, $M_r/M_s = f(\varphi)$ пленки Si(111)–5.55 × 5.55–Cu/Cu(3 nm)/Co(4 nm) (рис. 4, b) изменяется в интервале 0.9–0.97. Тем не менее наблюдается слабо выраженная магнитная анизотропия шестого порядка. Величина коэрцитивной силы (рис. 4, c) имеет некоторый разброс, однако строгой периодичности не наблюдается. Значение H_c изменяется в пределах 30–50 Oe.

Уменьшение H_c в пленках Co, осажденных на слой Cu-буфера, обусловлено тем, что это однофазные пленки ГЦК-Co(111), которые имеют атомарно-гладкую поверхность.

Изображения МСМ доменной структуры приведены на рис. 4, d. Видны протяженные доменные стенки. Размер доменов $\sim 10 \mu\text{m}$.

3) Si(111)–5.55 × 5.55–Cu/кластер (Cu–Si)/Co(4 nm). На поверхности Si(111)–5.55 × 5.55–Cu формировали кластеры силицида меди (Cu–Si), осаждавая 12 ML Cu при температуре 550°C , и на полученную структуру осаждали Co(4 nm). Картины ДБЭ этих пленок (рис. 5, a) идентичны приведенным на рис. 3, a (присутствуют две фазы: силицид кобальта и Co). Среднеквадратичная амплитуда шероховатости пленки Si(111)–5.55 × 5.55–Cu/кластер (Cu–Si)/Co(4 nm), равна 1.3 nm.

Полярная диаграмма $M_r/M_s = f(\varphi)$ также выявляет анизотропию шестого порядка (рис. 5, b). Однако видно, что в одном из направлений типа $\langle 110 \rangle$ отношение M_r/M_s больше, чем в других направлениях такого же типа. Это связано с тем, что кластеры выстраиваются

преимущественно в одном направлении (как показано на рис. 2, *a*), совпадающем с направлением моноатомных ступенек подложки Si(111). Зависимость $H_c = f(\varphi)$ также выявляет анизотропию шестого порядка (рис. 5, *c*). Значение $H_c \approx 280$ Ое. Увеличение H_c по сравнению с аналогичной величиной рис. 3, *c* обусловлено наличием кластеров.

Изображения МСМ магнитной структуры, приведенные на рис. 5, *d*, аналогичны изображениям на рис. 3, *d*. Размеры доменов $\sim 1 \mu\text{m}$.

4) Si(111)–5.55×5.55–Cu/кластеры(Cu–Si)/Cu(3 nm)/Co(4 nm) На картинах ДБЭ от структур Si(111)–5.55×5.55–Cu/кластеры (Cu–Si)/Cu(3 nm)/Co(4 nm) с буферным слоем Cu присутствуют как вытянутые рефлексы от плоских участков поверхности, так и рефлексы дифракции на просвет от трехмерных островков (рис. 6, *a*). Пленка Co имеет ГЦК-структуру и ориентирована плоскостью (111).

Полярная диаграмма $M_r/M_s = f(\varphi)$ выявляет трехосную кристаллографическую анизотропию (рис. 6, *b*). Одно из кристаллографических направлений на полярной диаграмме выражено более ярко. Особенно хорошо это видно на зависимости $H_c = f(\varphi)$, которая повторяется через 180° ($H_c = 60\text{--}85$ Ое) (рис. 6, *c*). Увеличение коэрцитивной силы по сравнению с H_c пленки Si(111)–5.55×5.55–Cu/Cu(3 nm)/Co(4 nm), также обусловлено наличием кластеров.

Изображение МСМ магнитной структуры приведено на рис. 6, *d*. Видно, что размеры доменов увеличились, протяженность доменных границ стала больше, чем на пленках Si(111)–5.55×5.55–Cu/кластер (Cu–Si)/Co(4 nm) и они менее изогнуты.

4. Выводы

1. При осаждении Cu (до 24 ML) на поверхность Si(111)–5.55×5.55–Cu при температуре 550°C образуются островки (кластеры) и проволоки с идеально ровными поверхностями силицида меди. Расположение кластеров имеет преимущественное направление вдоль моноатомных ступеней, ориентированных вдоль одного из кристаллографических направлений $\langle 110 \rangle$ Si.

2. Все исследованные пленки Co, осажденные на поверхность Si(111)–5.55×5.55–Cu с кластерами Cu–Si и без кластеров, со слоем Cu буфера и без слоя буфера, имеют выраженную трехосную кристаллографическую анизотропию.

3. При осаждении Co на поверхности Si(111)–5.55×5.55–Cu и Si(111)–5.55×5.55–Cu/кластеры (Cu–Si) образуются двухфазные структуры, состоящие из силицида кобальта и ГЦК-Co, а после напыления буферного слоя Cu растет однофазная пленка ГЦК-Co.

4. Подпыление буферного слоя уменьшает коэрцитивную силу пленок Co примерно в 6 раз, что обусловлено сглаживанием шероховатостей поверхности пленки и ее однофазностью.

5. Размер доменов и протяженность доменных границ пленок Co существенно увеличиваются при осаждении Co на слой буфера Cu.

Список литературы

- [1] Ф.Г. Старос. Кибернетика. Перспективы развития. Наука, М. (1981). 192 с.
- [2] Дж. Уайтсайде, Д. Эйглер, Р. Андерс. Нанотехнология в ближайшем десятилетии. Прогноз направления исследований. Мир, М. (2002). 220 с.
- [3] N.J. Motta. J. Phys. Condens. Matter. **14**, 8353 (2002).
- [4] F.J. Walker, E.D. Specht, R.A. McKee. Phys. Rev. Lett. **67**, 2818 (1991).
- [5] Z.H. Zhang, S.J. Hasegawa. Surf. Sci. **415**, 363 (1998).
- [6] A.V. Zotov, D.V. Gruznev, O.A. Utasa, V.G. Kotlyar, A.A. Saranin. Surface Sci. **602**, 391 (2008).
- [7] L.A. Chebotkevich, K.S. Ermakov, V.V. Balashev, A.V. Davydenko, Yu.P. Ivanov, A.V. Ognev. Phys. Met. Metallogr. **109**, 6, 604 (2010).
- [8] S.L. Zhang, M.C. Östling. Crit. Rev. Solid State Mater. Sci. **28**, 1 (2003).
- [9] I. Appelbaum, B. Huang, D.J.J. Monsma. Nature **447**, 295 (2007).
- [10] S. Parui, J.R.R. van der Ploeg, K.G. Rana, T.J. Banerjee. Phys. Status Solid (RRL) **5**, 388 (2011).
- [11] Л.А. Чеботкевич, К.С. Ермаков, А.В. Огнев, Е.В. Пустовалов. ФТТ **53**, 11, 2152 (2011).
- [12] M.O. Liedke, M. Korner, K. Lenz, M. Fritzsche, M. Ranjan, A. Keller, E. Cizmar, S.A. Zvyagin, S. Fasco, K. Potzger, J. Lindner, J. Fassbender. Phys. Rev. B **87**, 024424 (2013).
- [13] S.A. Chambers, S.B. Anderson, J.H. Weaver. Phys. Rev. B **32**, 581 (1985).
- [14] К.С. Ермаков, Ю.П. Иванов, Л.А. Чеботкевич. ФТТ **52**, 12, 2392 (2010).