

**Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт физики им. Л.В. Киренского Сибирского отделения
Российской академии наук
(ИФ СО РАН)**

На правах рукописи



Яковлев Иван Александрович

**Получение, структура и магнитные свойства тонкопленочных
силицидов железа**

01.04.07 – физика конденсированного состояния

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:

кандидат технических наук, доцент

С.Н. Варнаков

Красноярск – 2014

Оглавление

Список сокращений и условных обозначений	4
Введение	5
Глава 1 Обзор литературных данных по методам получения, исследованию структурных, оптических и магнитных свойств системы Fe-Si.....	13
1.1 Формирование ферромагнитного силицида Fe_3Si	21
1.2 Формирование полупроводникового силицида $\beta\text{-FeSi}_2$	24
1.3 Выводы к главе и постановка задачи	29
Глава 2 Методика эксперимента и экспериментальное оборудование	31
2.1 Дифракция отраженных быстрых электронов.....	31
2.2 Лазерная отражательная эллипсометрия.....	35
2.3 Электронная оже-спектроскопия и спектроскопия характеристических потерь энергии электронов.....	37
2.4 Просвечивающая электронная микроскопия	41
2.5 Ex situ магнитные исследования гистерезиса	44
2.6 Исследование магнитных свойств методом ферромагнитного резонанса.....	46
2.7 Рентгеноструктурный анализ.....	48
2.8 Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ.....	53
2.9 Технология получения исследуемых наноструктур	55
2.9.1 Напылительная система	60
2.9.2 Технология приготовления подложек	62

Глава 3 Формирование структур Fe на Si(001) 2×1 при	
твердофазной эпитаксии и реактивной эпитаксии	66
3.1 Структуры Fe, полученные методом твердофазной эпитаксии	66
3.2 Структуры Fe, полученные методом реактивной эпитаксии	69
3.3 Исследование структур Fe/Si(001) методами ЭОС и СХПЭЭ	72
3.4 Выводы к главе	76
Глава 4 Исследование магнитной анизотропии пленок Fe на	
Si(001) и Si(111)	78
4.1 Магнитная анизотропия структуры Fe/Si(001) 2×1	80
4.2 Магнитная анизотропия структуры Fe/SiO ₂ /Si(001)	83
4.3 Магнитная анизотропия структуры Fe/Si(111) 7×7	86
4.4 Магнитная анизотропия структуры Fe/SiO ₂ /Si(111)	89
4.5 Обсуждение магнитной анизотропии пленок Fe на	
SiO ₂ /Si(001) и Si(001) 2×1	93
4.6 Выводы к главе	99
Глава 5 Исследование силицидов Fe ₃ Si и β-FeSi ₂ , полученных	
методом соосаждения	100
5.1 Формирование пленок при соосаждении Fe и Si	100
5.2 Структура и магнитные свойства силицида Fe ₃ Si, полученного	
соосаждением Fe и Si	107
5.3 Структура и магнитные свойства силицида β-FeSi ₂ ,	
полученного соосаждением Fe и Si	116
5.4 Выводы к главе	119
Заключение	121
Список литературы	123

Список сокращений и условных обозначений

ГМС – гигантское магнитосопротивление

МС – монослой

ОЦК – объемно-центрированная кубическая (решетка)

ГЦК – гранецентрированная кубическая (решетка)

РЭ – реактивная эпитаксия

МЛЭ – молекулярно-лучевая эпитаксия

ТФЭ – твердофазная эпитаксия

ДОБЭ – дифракция отраженных быстрых электронов

ЭОС – электронная ожэ-спектроскопия

СХПЭЭ – спектроскопия характеристических потерь энергии электронов

РСА – рентгеноструктурный анализ

ПЭМ – просвечивающая электронная микроскопия

ФМР – ферромагнитный резонанс

РСФА – рентгеноспектральный флуоресцентный анализ

ЭДС – электродвижущая сила

СВЧ – сверхвысокочастотное (излучение)

СВВ – сверхвысокий вакуум

ОЛН – ось легкого намагничивания

ОТН – ось трудного намагничивания

АСМ – атомно-силовая микроскопия

Введение

Актуальность темы

Активное исследование эпитаксиальных металлических пленок на кремнии вызвано необходимостью повышения быстродействия, уменьшения размеров и повышения энергоэффективности устройств микроэлектроники. Непрерывная исследовательская деятельность всего мирового сообщества в данной области привела к тому, что развитие современной электроники в определенный момент подошло к своему технологическому пределу. При уменьшении размеров компонентов микросхем (транзисторов и проводников) необходимо постоянно совершенствовать технологический процесс и вводить новые методы контроля качества, так как при малых размерах создаваемых устройств начинает усиливаться влияние различных внешних факторов, что увеличивает вероятность ошибок. Кроме того, начинают проявляться квантовые процессы, основанные на вероятностных состояниях электронов и атомов. Для дальнейшего развития электроники нужен был прорыв, смена технологии.

Началом новой эпохи стало открытие в 1988 году эффекта гигантского магнитосопротивления (ГМС) в структурах Fe/Cr, что привело к появлению следующего поколения микроэлектронных технологий – спинтронике [1].

Спинтроника сейчас является очень важной областью исследования с большой перспективой использования полученных результатов в ряде технологий. Главная идея спинтроники – создание и управление спин-поляризованным током, в отличие от обычной электроники, в которой состояние спина электрона не учитывается. В свою очередь, учет степени свободы спина обеспечивает появление новых эффектов, новых возможностей и новых применений. Эффект гигантского магнитосопротивления стал первым шагом на пути использования степеней свободы спина в магнитных наноструктурах. Использование ГМС в считывающих головках жестких дисков позволило резко повысить плотность хранимой информации.

На сегодняшний день спинтроника является бурно развивающейся наукой, которая охватывает все новые и новые, многообещающие области исследования: управление магнитными моментами и генерацией микроволн спиновым переносом, спинтроника с использованием полупроводников, молекулярная спинтроника, спиновый эффект Холла, квантовый спиновый эффект Холла, а также одноэлектронная спинтроника для квантовых вычислений [2]. Предполагается, что технологии спинтроники позволят создать множество новых устройств: твердотельные компактные аккумуляторы большой емкости, не использующие химическую реакцию [3]; сверхчувствительные датчики и спиновые светодиоды [4]; логическую память с высоким быстродействием и низким энергопотреблением [5], а также спиновые транзисторы, способные работать на порядки быстрее современных, при этом обладая высокой энергоэффективностью [4,6,7]. Еще одной положительной особенностью спинтроники является нечувствительность к ионизирующему излучению, что особенно востребовано в космической промышленности.

Для создания спинтронного устройства необходимо наличие двух основных компонентов: источника спин-поляризованных электронов (т.е. источника, генерирующего электроны со спинами преимущественно одного направления) и принимающей системы, чувствительной к спине поляризованных электронов (спинового детектора). Манипуляция спинами электронов в процессе транспорта между источником и детектором реализуется посредством внешнего магнитного поля или при помощи эффективных полей, вызванных спин-орбитальными взаимодействиями. Самый простой способ генерации спин-поляризованного тока – пропускание тока через ферромагнитный материал.

Исследователи прикладывают множество усилий для поиска новых материалов и структур. Особенно их внимание привлекает исследование сверхтонких гибридных гетероструктур «ферромагнитный металл/полупроводник», где в роли полупроводника используется кремний [8–11], который обладает слабым спин-орбитальным взаимодействием. Данное качество обеспечивает большое время жизни спинового состояния и,

соответственно, большую длину спиновой диффузии (с сохранением когерентного спинового состояния). На роль ферромагнетика очень хорошо подходит железо, спиновая поляризация которого достигает 44 % [12]. В таких гибридных структурах носители тока в ферромагнетике оказываются поляризованными по спину и при распространении их в полупроводниковую часть сохраняют свою поляризацию. Однако вследствие несовершенства интерфейса или присутствия примеси немагнитных соединений, образующихся на границе раздела, спиновая поляризация может разрушиться. Известно, что в процессе осаждения слоя Fe на монокристаллическую поверхность Si на начальных этапах даже при комнатной температуре неконтролируемо образуются несколько фаз немагнитных силицидов [11,13]. Данные соединения негативно влияют на спиновую поляризацию и могут даже полностью разрушить ее, поэтому особое внимание исследователей уделяется определению условий формирования, составу и свойствам межслойных интерфейсов [14–18].

Часто при создании гибридных структур исследователи формируют дополнительный слой диэлектрика, оксид SiO_2 , который позволяет увеличить потенциальный барьер на границе раздела «ферромагнетик/полупроводник», а также служит преградой для образования нежелательных силицидов. Под большим сомнением остается вопрос о сохранении спиновой поляризации носителей при туннелировании через SiO_2 , который обычно оказывается в аморфном состоянии. Кроме того, известно [19], что нагрев структуры $\text{Fe/SiO}_2/\text{Si}(001)$ выше 300°C приводит к проникновению атомов железа через дефекты в слое SiO_2 с образованием силицида FeSi , т.е. приводит к разрушению всей гибридной структуры.

Решением возникающих проблем может являться использование в качестве ферромагнитного слоя силицида Fe_3Si . Так, при особых технологических условиях в системе Fe-Si могут сформироваться однородные слои магнитного силицида Fe_3Si [20], который имеет высокую спиновую поляризацию электронов – порядка 43 % [21].

Таким образом, создание гибридных структур «ферромагнетик/полупроводник» на основе кремния и силицидов железа с резкой границей раздела является достаточно актуальной, хотя и непростой задачей.

Целью диссертационной работы является определение влияния различных технологических условий на формирование наноструктур Fe-Si на подложках кремния Si(001) и Si(111) и выявление их структурных и магнитных характеристик.

Для достижения указанной цели были поставлены следующие **задачи**:

1. определить влияние различных технологических условий на процессы формирования наноструктур при напылении слоя Fe эффективной толщиной $1.5 \div 2.0$ нм на поверхность Si(001) 2×1 ;
2. установить влияние взаимного расположения оси потока напыляемого Fe и кристаллографических осей подложек Si(001) и Si(111) на формирование магнитного состояния пленок Fe, выращенных на атомарно чистых и покрытых слоем SiO₂ поверхностях Si(001) 2×1 , Si(111) 7×7 ;
3. определить технологические условия формирования сплошных, однородных пленок ферромагнитного Fe₃Si с резкими границами раздела и полупроводникового β -FeSi₂ силицидов толщиной более 20 нм и исследовать их основные магнитные и структурные характеристики.

Научная новизна

Работа содержит новые экспериментальные и методологические результаты:

1. Отработана технология синтеза наноструктур железа различной толщины на атомарно чистых поверхностях Si(001) 2×1 при разных температурных условиях. Определены технологические условия формирования характерных силицидов железа.
2. Изучена магнитная анизотропия пленок Fe, полученных при напылении под углом к поверхности на различных подложках: Si(001), Si(111), SiO₂/Si(001) и SiO₂/Si(111). Установлено критическое влияние данной геометрии напыления

на магнитные свойства структур. Предложен механизм формирования магнитной анизотропии пленок железа на Si(001) и SiO₂/Si(001). Отмечено влияние вицинальных ступеней на характер магнитной анизотропии пленок Fe на подложках Si(111).

3. Проведено систематическое исследование магнитных и структурных свойств пленок, полученных совместным осаждением Fe и Si в широком диапазоне соотношений потоков напыляемых материалов и температур.
4. Получена эпитаксиальная пленка ферромагнитного силицида Fe₃Si/Si(111) с резкой границей раздела и сравнительно узкой линией ферромагнитного резонанса $\Delta H = 11.57$ Э.
5. Исследованы структурные характеристики пленок силицида β -FeSi₂, полученных совместным осаждением при различных соотношениях скоростей потоков Fe и Si.

Практическая значимость работы

В ходе работы были определены технологические условия для формирования пленок Fe и различных силицидов Fe-Si на подложках Si(001) и Si(111). Установлено влияние напыления Fe под углом к поверхности подложки на магнитные свойства получаемых структур на Si(001) и Si(111), покрытых слоем оксида SiO₂ и без него. Эти результаты позволят создавать структуры с заданным магнитным упорядочением.

Получена эпитаксиальная пленка ферромагнитного силицида Fe₃Si на подложке Si(111), при комнатной температуре обладающая магнитной одноосной анизотропией ($H_a = 26$ Э) и имеющая сравнительно узкую линию однородного ферромагнитного резонанса ($\Delta H = 11.57$ Э), измеренную на частоте накачки 2.274 ГГц. Пленки с такими характеристиками имеют перспективы применения в качестве активного материала в различных электрически управляемых устройствах микроволнового (СВЧ) диапазона, например, в фильтрах, амплитудных и фазовых модуляторах, в ограничителях мощности.

На защиту выносятся следующие **основные положения**:

1. Формирование поликристаллической структуры Fe происходит при напылении на нагретую до 150 °С подложку Si(001) 2×1, а также при отжиге до 300 °С. При напылении Fe при 300 °С образуется структура из смеси Fe с объемно-центрированной кубической (ОЦК) решеткой и силицида γ -FeSi₂, а при $T = 450$ °С формируется структура, состоящая из смеси двух силицидов α -FeSi₂ и γ -FeSi₂. Отжиг слоя железа при температуре 450 °С приводит к формированию структуры из плоских островков силицида β -FeSi₂ и поликристаллического Fe.
2. На формирование магнитного состояния структур Fe влияет взаимное расположение оси потока материала и подложки, а также выбор подложки: Si(001) или Si(111).
3. Направление магнитной анизотропии структуры Fe на поверхности SiO₂/Si(001) в основном определяется морфологией пленки, которая, в свою очередь, задается взаимной ориентацией потока атомов Fe в молекулярном пучке и кристаллографических осей подложки. Значение поля анизотропии H_a также зависит от взаимного расположения потока напыляемого Fe и кристаллографических осей подложки. В случае, когда ось потока напыляемого Fe сонаправлена с осью $\langle 100 \rangle_{\text{Si}}$ подложки, полученная структура Fe имеет 2 оси легкого намагничивания (ОЛН), которые ориентированы по главным кристаллографическим осям $[110]_{\text{Si}}$ и $[\bar{1}10]_{\text{Si}}$.
4. Поликристаллическая пленка Fe₃Si, обладающая магнитными свойствами, которые изотропны относительно поворота в плоскости пленки, формируется на поверхности SiO₂/Si(111) при совместном осаждении Fe и Si в соотношении 3:1 и температуре подложки равной 150 °С. Эпитаксиальная пленка Fe₃Si, обладающая одноосной магнитной анизотропией в плоскости пленки (коэрцитивная сила пленки $H_c = 12.3$ Э, поле анизотропии $H_a = 26$ Э) формируется на атомарно чистой поверхности Si(111) 7×7 при совместном осаждении Fe и Si в соотношении 3:1 и температуре подложки равной 150 °С.

5. Структуры полупроводникового β -FeSi₂, состоящие из монокристаллических разориентированных на поверхности кремния островков, формируются при совместном напылении Fe и Si в соотношениях Fe:Si = 3:1 и 1:2 при температуре подложки Si(001) 2×1 равной 500 °С.

Апробация результатов работы

Основные результаты работы были представлены и обсуждались на конференциях и научных симпозиумах всероссийского и международного уровня: Всероссийской научно-практической конференции творческой молодежи «Актуальные проблемы авиации и космонавтики» (г. Красноярск, Россия, 2008 и 2009 гг.), Международной научной конференции «Решетневские чтения» (г. Красноярск, Россия, 2008, 2009 и 2010 гг.), Азиатской школе-конференции по физике и технологии наноструктурированных материалов, ASCO-NANOMAT (г. Владивосток, Россия, 2011 и 2013 гг.), Евро-азиатском симпозиуме «Trends in magnetism», EASTMAG-2013 (г. Владивосток, Россия, 2013 г.), Всероссийской научной конференции «Методы исследования состава и структуры функциональных материалов», МИССФМ-2013 (г. Новосибирск, Россия, 2013 г.).

Публикации

Материалы диссертации изложены в 4 статьях (3 статьи в журналах, входящих в список, рекомендуемый ВАК, 1 – в реферируемом международном журнале) и 9 тезисах докладов в сборниках трудов конференций. На основе полученных результатов было опубликовано 1 методическое пособие для выполнения лабораторного практикума для студентов высших учебных заведений и получено 1 свидетельство о регистрации программы ЭВМ.

Личный вклад автора заключается в проведении всех экспериментов по созданию наноструктур при различных температурных условиях, пленок ферромагнитного силицида Fe₃Si и полупроводникового β -FeSi₂; изучении *in situ* структурных свойств полученных пленок методами дифракции отраженных

быстрых электронов и электронной спектроскопии; измерении магнитного гистерезиса *ex situ*. Представленные в диссертационной работе результаты отражают итоги исследовательской деятельности автора в ИФ СО РАН совместно с сотрудниками лабораторий физики магнитных явлений, физики магнитных пленок, кристаллофизики, электродинамики и СВЧ электроники, когерентной оптики, а также лаборатории гомоэпитаксии (Институт автоматики и процессов управления ДВО РАН (ИАПУ ДВО РАН), г. Владивосток).

Участие основных соавторов заключалось в следующем: д-р физ.-мат. наук, проф. С.Г. Овчинников, канд. техн. наук, доцент С.Н. Варнаков и канд. физ.-мат. наук Н.Н. Косырев участвовали в постановке задач работы, обсуждении результатов и написании статей, а также консультировали в области технологии получения пленок; И.А. Тарасов проводил измерения толщины пленок методами лазерной эллипсометрии и рентгеноспектральным флуоресцентным анализом; канд. физ.-мат. наук С.В. Комогорцев принимал участие в обсуждении полученных результатов; д-р техн. наук, проф. Б.А. Беляев проводил измерения пленок методом ферромагнитного резонанса; канд. физ.-мат. наук, доцент С.М. Жарков проводил измерения структуры пленок методом просвечивающей электронной микроскопии; канд. физ.-мат. наук М.С. Молокеев проводил исследования пленок рентгеноструктурным анализом; канд. физ.-мат. наук В.В. Балашев (ИАПУ ДВО РАН) консультировал в области обработки данных дифракции электронов.

Структура и объем диссертации

Диссертационная работа состоит из списка сокращений и условных обозначений, введения, пяти глав, заключения и списка используемой литературы. Общий объем диссертации составляет 139 страниц, включая 68 рисунков, 6 таблиц и список литературы из 152 наименований.

The diagram illustrates the phase behavior of the Fe-Si system. The main plot shows the temperature range from 500°C to 1900°C for the full composition range. The inset provides a detailed view of the 10-40% Si region, highlighting the Fe-FeSi eutectic and the FeSi-FeSi₂ peritectic. Key phase regions include liquid (L), ferrite (α), austenite (γ), cementite (Fe₃C), and various silicide phases (FeSi, FeSi₂, FeSi₃). The diagram also indicates the magnetic transition lines for Fe and FeSi.

Рисунок 1 – Объемная фазовая диаграмма системы Fe-Si [22–24]

Соединения железа и кремния исследуются несколько десятилетий, и наибольшее внимание привлекают следующие силициды: Fe_3Si , Fe_5Si_3 , FeSi (ϵ - FeSi) и FeSi_2 (рисунок 2).

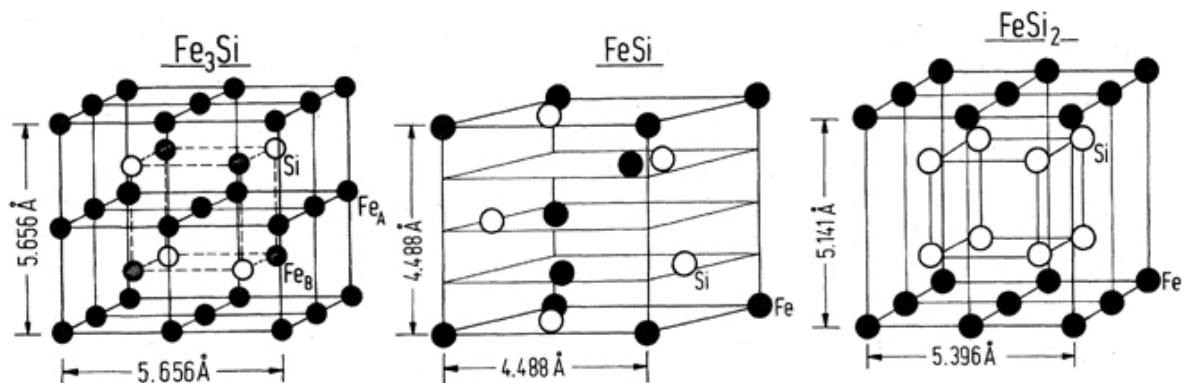


Рисунок 2 – Кристаллические структуры силицидов железа [25]

Поиск безопасных для окружающей среды полупроводников повышает интерес к силицидам железа. Причиной этого является то, что силицид железа, такой как β - FeSi_2 , который интересен для оптоэлектроники, состоит из широко распространенных нетоксичных элементов: Si и Fe, которые занимают 26 и 5 % в земной коре соответственно. Эти материалы более безопасны по сравнению с токсичными, содержащими As, Cd и Se, полупроводниками, которые сегодня используются в оптоэлектронике. Как известно, высший силицид FeSi_2 существует в основном в (α) и (β) фазах: тетрагональная металлическая (α - FeSi_2) при высоких температурах и орторомбическая полупроводниковая (β - FeSi_2) при низких температурах [26]. Металлическая фаза, которая образуется вследствие появления вакансий в подрешетке железа, встречается в широком диапазоне состава, в то время как полупроводниковая – только в стехиометрическом. Известно, что α -фаза стабильна при температурах выше 950 °C [27,28].

Соединение β - FeSi_2 – это хороший полупроводниковый материал с прямой запрещенной зоной ~ 0.85 эВ, имеющий высокий показатель поглощения в оптической области [26,29], который сохраняет свои физические свойства и проявляет хорошую химическую стабильность при высоких температурах [27,28]. Этот силицид проявляет также люминесценцию на длине волны ~ 1.55 мкм [30],

что вызывает особый интерес для прикладных задач, так как эта длина волны совместима с современными оптоэлектронными коммуникационными технологиями, особенно в кварцевых оптических волокнах в инфракрасном диапазоне [31]. Кроме того его можно использовать в светоизлучающих диодах (LED) на основе кремния.

Тем не менее, интерес к силицидам железа не ограничивается только на β -FeSi₂. В действительности, богатые железом силициды Fe₅Si₃ и Fe₃Si, как известно, при комнатной температуре являются ферромагнетиками с температурой Кюри (T_c) равной примерно 110 °C [30–32] и 550 °C [16,33] соответственно. Ферромагнетизм при комнатной температуре у Fe₅Si₃ и Fe₃Si был обнаружен в наногранулированном состоянии, что открывает перспективы применения этих материалов в спинтронике. Силицид Fe₅Si₃ является метастабильной фазой ниже 823 °C, при этом проявляет эффект гигантского магнитосопротивления при комнатной температуре [32,33,36–38] – способность материала снижать электрическое сопротивление при наложении внешнего магнитного поля [39–41]. По данным работы [37], наногранулированные частицы Fe₅Si₃, которые образуются на границе раздела Fe/c-Si при имплантации быстрыми тяжелыми ионами Fe⁺ с энергией 100 МэВ, проявляют ГМС до 2400 %, отсюда было сделано предположение, что Fe₅Si₃ может быть магнитным полупроводником при комнатной температуре. Магнитные полупроводники — это полупроводниковые материалы, обладающие ферромагнитными свойствами. В некоторых случаях эти характеристики возникают из-за взаимного влияния магнитных свойств (d -электронов магнитных ионов) и полупроводниковых (s - и p - электронов полупроводниковой составляющей соединения) [43]. Благодаря $s, p - d$ обменному взаимодействию возможно управление намагниченностью с помощью электрического поля [44] или полупроводниковыми оптическими характеристиками с помощью магнитного поля [45], поскольку $s, p - d$ обменное взаимодействие и энергии s и p электронов в магнитном полупроводнике начинают зависеть от их спинового состояния. Это может лечь в основу энергонезависимых цифровых схем, которые сохраняют свои логические

состояния, даже когда питание источника резко отключается, и привести к появлению нового типа вычислительных машин.

Стехиометрический моносилицид железа – FeSi – это наиболее термостабильная фаза системы Fe-Si и, как некоторые считают, первый Кондо диэлектрик без f -электронов [46–50]. Кондо диэлектрики – это сильнокоррелированные полупроводники (прямая запрещенная зона) и полуметаллы (непрямая запрещенная зона), которые обладают характеристической гибридизацией f -электронов с зонами проводимости. Хотя и существует ряд гипотез и указаний о принадлежности моносилицида к Кондо диэлектрикам, на сегодняшний день имеются и большие сомнения в этом. Тем не менее, электронные свойства узкозонного полупроводника FeSi с шириной запрещенной зоны 0.55 эВ интересны с точки зрения фундаментальных исследований и практического применения в источниках света или детекторах в ближней инфракрасной области [25].

Вышеприведенные описания показывают значимость различных силицидов железа среди важнейших представителей бинарных (двойных) соединений.

В связи с разнообразием свойств силицидов железа особую роль играют и технологии их синтеза. Обычно силициды железа получают в процессе традиционной твердофазной реакции [15,51,52] или ионной имплантации чередующихся слоев кремния и железа. В процессе твердофазной реакции (Fe/Si) -пары на первом этапе наиболее вероятно формирование силицида FeSi благодаря наиболее выгодному значению свободной энергии на единицу объема [53]. В работе [53] было показано, что на начальном этапе происходит формирование фазы FeSi в виде аморфных слоев кремния и железа в процессе тонкопленочной диффузии при термическом отжиге. Другие же силициды, такие как Fe_3Si , FeSi_2 и Fe_5Si_3 формируются после образования FeSi .

На сегодняшний день имеется множество работ, посвященных исследованию свойств силицидов железа как на фундаментальном уровне [18,54], так и на уровне прикладного использования. В данной области можно выделить три основных направления: исследование силицидов FeSi и Fe_3Si – как магнитных

материалов спинтроники [55]; исследование поликристаллического β -FeSi₂ – как материала для солнечных батарей [56]; и исследование монокристаллических островков β -FeSi₂ – как материалов для светоизлучателей [57–59]. Помимо изучения их структурных, магнитных, электрических свойств, особое внимание уделяется пониманию процессов и условий их формирования. Так, в ряде работ [14,17,60] показано, что на начальные этапы формирования силицидов влияет множество факторов, таких как ориентация поверхности подложки, шероховатость, температурные условия, количество осажденного материала, скорость осаждения, и что в одном технологическом цикле может формироваться набор силицидов. К примеру, в работе [15] приведены данные о том, что температура 475 °C при больших толщинах слоя железа (50–70 монослоев (МС)) является достаточной для формирования на поверхности кремния Si(100) островков полупроводникового дисилицида железа (β -FeSi₂). Однако при меньшей толщине слоя железа (5–10 МС) на поверхности кремния могут формироваться наноразмерные островки различных дисилицидов железа (FeSi₂, α -, β - и γ -фаза). А в работе [61] было установлено, что в процессе отжига монокристалла Si(100), покрытого тонким силицидным слоем Fe₃Si, при увеличении температуры последовательно формируются три силицида железа: стабильный моносилицид ε -FeSi, метастабильный дисилицид γ -FeSi₂ и стабильный дисилицид β -FeSi₂. Первая из этих фаз, ε -FeSi, является доминирующей в диапазоне температур 60–250 °C. Фаза γ -FeSi₂, обнаруживаемая при $T = 350$ °C, является основной компонентой приповерхностной области образца в температурном интервале 400–500 °C. Наконец, фаза β -FeSi₂ синтезируется при температурах выше 600 °C.

В работе [60] было показано, что при реализации метода реактивной эпитаксии (РЭ) (температуры образца 150, 300, 450 °C) образуются эпитаксиальные структуры, в состав которых входят несколько соединений. В случае реализации метода твердофазного синтеза, при эквивалентных с реактивным синтезом температурах фазовый состав сильно отличается, и в составе присутствует поликристаллическая пленка Fe. В работе [62] показано, что

на формирование интерфейса между слоями Fe и Si влияет граница раздела: Fe/Si или Si/Fe. Данные интерфейсы имеют значительные расхождения в фазовом составе, которые вызваны различными коэффициентами взаимодиффузии Si в Fe и Fe в Si.

Это показывает, что на формирование соединений системы Fe-Si большое влияние оказывает температура образца, что приводит к необходимости точно контролировать и поддерживать температуру во время создания структуры. Так, небольшие изменения температуры подложки приводят к кардинальным изменениям в получаемой структуре.

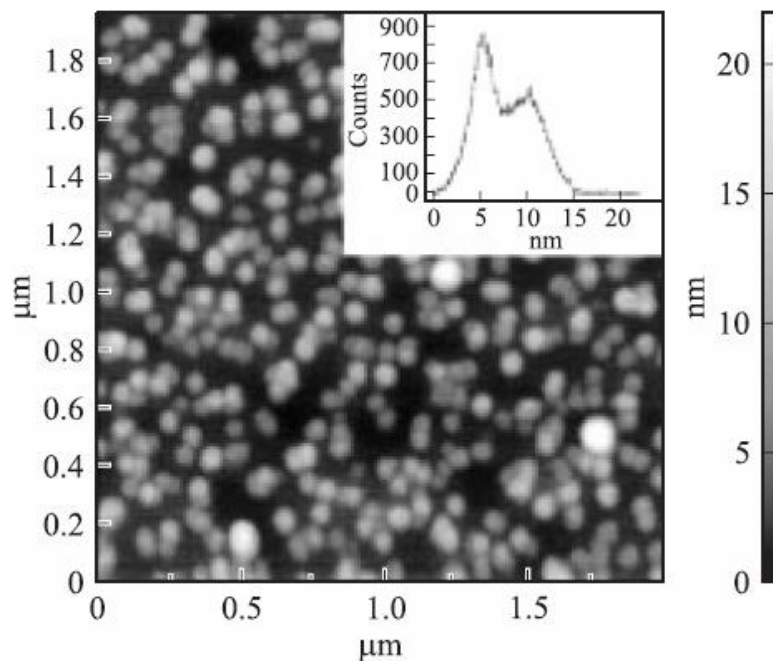


Рисунок 3 – АСМ-изображение поверхности Si(100) с выращенными на ней островками силицида железа. Скорость осаждения – 0.0033 нм/с. На вставке – распределение высот поверхности; первый максимум соответствует 5 нм, второй 10 нм [15]

В работе [15], где исследование поверхности пленок осуществлялось атомно-силовой микроскопией (АСМ) показано, что скорость осаждения влияет на получаемую структуру: при осаждении атомов железа толщиной ~ 0.4 нм на поверхность Si(100) при $T = 475^\circ\text{C}$ со скоростью 0.0033 нм/с наблюдалось

формирование островков силицида железа с плотностью $1 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$, высотой $\sim 5 \text{ нм}$ и шириной $30\text{--}70 \text{ нм}$ (рисунок 3). А напыление такого же количества железа при скорости осаждения 0.02 нм/с привело к формированию «пьедестала» в виде близкого к сплошному слою силицида, на котором выросли трехмерные островки с плотностью $\sim 2 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ и размерами основания $20\text{--}40 \text{ нм}$ (рисунок 4).

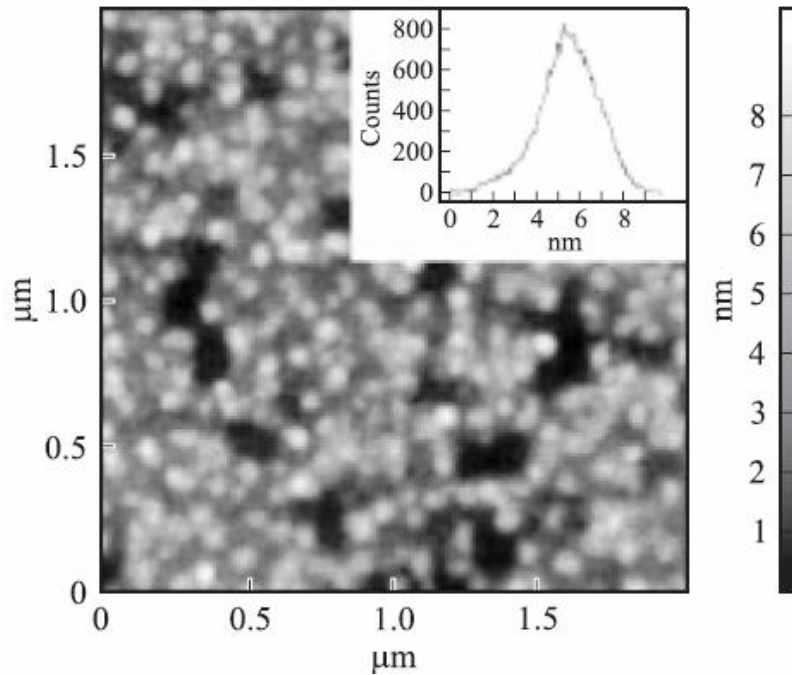


Рисунок 4 – АСМ-изображение поверхности Si(100) с выращенными на ней островками силицида железа. Скорость осаждения 0.02 нм/с .

На вставке — распределение высот поверхности [15]

Таким образом, для тонкопленочных соединений системы Fe-Si вместо равновесной объемной фазовой диаграммы (рисунок 1) имеет место неравновесная ситуация, для которой «фазовую диаграмму» установить достаточно сложно, поскольку формирование соединений зависит от кинетики процессов и множества плохо контролируемых параметров. В каждом отдельном случае, в зависимости от экспериментальной установки и условий эксперимента количество определяемых соединений различно. Так, в работе [63] для системы Fe/Si(100) были определены только две фазы (рисунок 5), а уже в работе [64]

количество идентифицированных соединений значительно расширилось (рисунок 6, а).

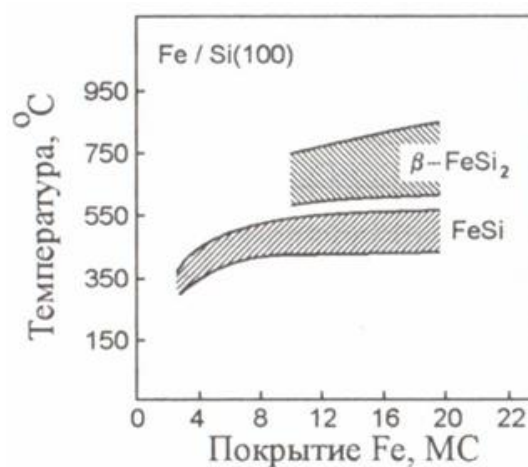


Рисунок 5 – Структурная фазовая диаграмма поверхности Fe/Si(100) 2×1 в зависимости от покрытия Fe и температуры согласно данным ДМЭ [63]

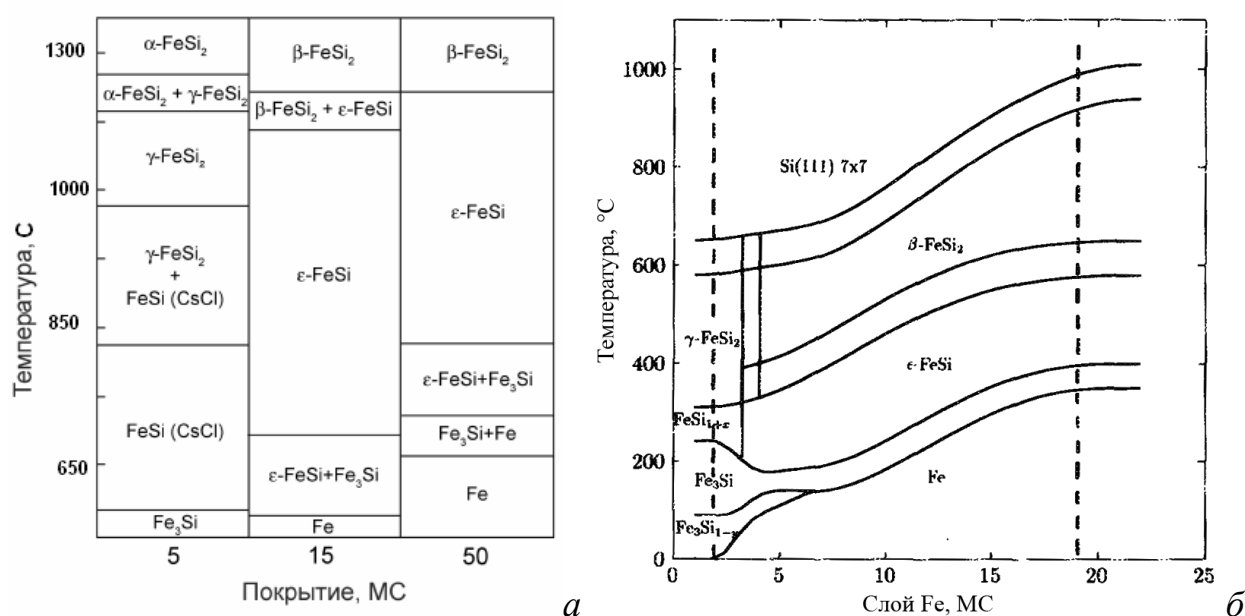


Рисунок 6 – Участки фазовой диаграммы системы
(а) – Fe/Si(100) 2×1 [64] и (б) – Fe/Si(111) [17]

Стоит отметить, что вышеописанные данные относятся к пленкам железа, полученным на подложках Si(001), и для случая Si(111) «фазовая диаграмма» отличается (рисунок 6, б).

1.1 Формирование ферромагнитного силицида Fe_3Si

Ферромагнитный силицид Fe_3Si является многообещающим материалом для использования в спиновых транзисторах [65], устройствах магнитной памяти, потому что сплав Гейслера Fe_3Si имеет высокую степень поляризации спина электрона на уровне Ферми, предсказанную на основании теоретических расчетов [66]. Наноточки этого силицида могут найти свое применение также в магнитной памяти высокой плотности [67]. К примеру, в работе [68] был реализован эпитаксиальный рост слоев Fe_3Si на $\text{GaAs}(100)$ и продемонстрирована спиновая инжекция при комнатной температуре. Силицид Fe_3Si имеет три фазы (A2, B2 и DO3), где DO3-тип является упорядоченным с кубической $Fm-3m$ решеткой, температура Кюри которого составляет порядка 570°C [21]. Очень важной особенностью данного силицида является то, что несоответствие решеток Fe_3Si ($a = 0.564$ нм) и Si ($a = 0.543$ нм) составляет менее 4 %, что дает возможность для эпитаксиального роста на подложках кремния. Таким образом, возможно использование эпитаксиальных структур $\text{Fe}_3\text{Si}/\text{Si}$ в устройствах спинтроники.

На сегодняшний день имеется множество работ, посвященных исследованию процессов формирования силицида Fe_3Si на различных поверхностях: GaAs [68–70], MgO [71], Si [72–74] – и технологические параметры его получения, по большей части, сходны: совместное осаждение железа и кремния при температурах подложки не превышающих 300°C (низкотемпературная молекулярно-лучевая эпитаксия).

В работе [65] изучалась зависимость роста слоев Fe_3Si на подложках $\text{Si}(111)$, покрытых слоем SiO_2 , от толщины оксида. Было обнаружено, что при толщине слоя SiO_2 больше 2.7 нм на поверхности образуется поликристаллический Fe_3Si . Однако в случае, когда подложка покрыта ультратонким слоем SiO_2 (1.3 нм) происходит формирование эпитаксиальной пленки Fe_3Si через слой оксида. Для объяснения авторы предложили два возможных механизма формирования атомной структуры: гетероэпитаксиальный рост на кристаллическом SiO_2 и эпитаксия на боковые поверхности через микропоры оксида. В работе [67] авторы

исследовали методом дифракции отраженных быстрых электронов (ДОБЭ) процессы формирования в широком диапазоне температур наноточек Fe_3Si на $\text{Si}(111)$, покрытом слоем SiO_2 с нанопорами. Данные структуры были получены методами молекулярно-лучевой (МЛЭ) и твердофазной эпитаксии (ТФЭ) при совместном напылении Fe и Si. Так, при напылении на нагретую до 400–500 °C поверхность наблюдается эпитаксиальный рост $\varepsilon\text{-FeSi}$, а при температурах выше 600 °C – $\alpha\text{-FeSi}_2$. В случае низкотемпературного соосаждения при $T = 300$ °C при толщине Fe менее 30 монослоев наблюдается формирование Fe_3Si B2-типа или $c\text{-FeSi}$, при толщинах более 60 МС был идентифицирован рост наноточек Fe_3Si DO3-типа. При реализации метода твердофазной эпитаксии авторы отмечают, что на процессы формирования структуры очень сильно влияет как температура отжига, так и количество напыленного материала. Было установлено, что отжиг 12 МС при $T = 300\text{--}600$ °C приводит к образованию Fe_3Si структуры A2-типа (когда атомы Fe и Si хаотично расположены в атомных местах структуры BO3 [67]). При отжиге такого же количества материала при температурах выше 600 °C наблюдается формирование $\alpha\text{-FeSi}_2$ на Si (111). В свою очередь, отжиг при $T = 300$ °C пленки толщиной 30 МС, полученной соосаждением Fe и Si при комнатной температуре, приводит к образованию B2-типа Fe_3Si или $c\text{-FeSi}$, но уже при $T = 350$ °C начинается эпитаксиальный рост $\varepsilon\text{-FeSi}$, а при $T > 600$ °C – стабильный при высоких температурах силицид $\alpha\text{-FeSi}_2$.

Для того чтобы достичь высокоэффективного спин-поляризованного переноса в структуре Fe_3Si , прежде всего необходимо тщательно изучить и понять поведение энергии магнитокристаллической анизотропии, которая определяет ось легкого намагничивания. Теоретическое исследование магнетизма и энергии магнитокристаллической анизотропии ферромагнитного сплава Гейслера Fe_3Si , как объемного, так и тонкопленочного, на подложках $\text{Si}(001)$ и $\text{Si}(111)$ было проведено в работе [8]. Авторы обнаружили, что энергия магнитокристаллической анизотропии объемного DO3 Fe_3Si зависит от тетрагональных искажений: намагниченность направлена вдоль оси z при $c/a < 1$ и лежит в плоскости xy при $c/a > 1$. В случае, когда ось легкого намагничивания

лежит не в плоскости пленки для Fe_3Si на $\text{Si}(001)$ и $\text{Si}(111)$, энергия магнитокристаллической анизотропии достаточно стабильна и выше своего значения для объемной фазы. Так же была вычислена степень спиновой поляризации в интерфейсах между Fe_3Si и Si . Так, для $\text{Fe}_3\text{Si}/\text{Si}(111)$ она, как правило, сохраняет свое значение близкое к объемному силициду и составляет около 43 %, а в случае $\text{Si}(001)$ спиновая поляризация уменьшается. К тому же, спиновая поляризация для структуры $\text{Fe}_3\text{Si}/\text{Si}(111)$ более устойчивая в интерфейсе и на поверхности.

Помимо работ, посвященных методам термического осаждения силицида Fe_3Si , имеются работы, где для получения данного соединения используются другие методы. Так, при использовании метода ионной имплантации Fe^+ (40 КэВ) с приложенным в процессе формирования структуры внешним магнитным полем [55] было установлено, что на поверхности $\text{Si}(111)$ образуется ферромагнитная фаза Fe_3Si с незначительным присутствием немагнитной фазы FeSi . Полученная структура обладает явно выраженной магнитной анизотропией направленной по оси внешнего поля, где намагниченность насыщения составляет 4.7×10^5 А/м, в то время как для стехиометрической фазы Fe_3Si намагниченность насыщения составила 9.7×10^5 А/м. Данное расхождение было объяснено присутствием меньшего количества атомов Fe в получаемой структуре. В случае же синтеза без внешнего магнитного поля – структура получается изотропной. Очень важный вывод был сделан в работе [75], где изучалась зависимость коэрцитивной силы от плотности потока ионов Fe^+ при имплантации в подложки Si . В результате было установлено, что увеличение плотности потока ионов приводит к росту коэрцитивной силы и поля анизотропии пленки. Это говорит о том, что при получении ферромагнитных структур большое влияние оказывает скорость напыления.

Кроме того, уделяется внимание магнитным свойствам 2-D и даже 1-D систем «полупроводник/переходной металл». Так, в работе [54] были проведены теоретические расчеты электрических и магнитных свойств помещенных на поверхность $\text{Si}(001)$ адатомов переходных металлов (Cr , Mn и Fe). Авторы

установили, что при взаимодействии металла с кремнием происходит гибридизация электронных оболочек $3s3p$ (Si) и $3d$ (ПМ), которая уменьшает спиновый момент атомов переходных металлов и индуцирует маленький спиновый момент Si. Было получено уменьшение спинового момента и увеличение энергии адсорбции при увеличении количества $3d$ электронов, т.е. увеличение атомов металлов от адатомов до нанонитей. Важным результатом является также то, что близлежащее магнитное взаимодействие в димерах Fe носит ферромагнитный характер, и что ферромагнитное состояние для нанонитей Fe на Si(001) является энергетически выгодным.

1.2 Формирование полупроводникового силицида β -FeSi₂

Полупроводниковый силицид β -FeSi₂, который стабилен до 960 °C, имеет прямую запрещенную зону с $E_g = 0.85\text{--}0.87$ эВ (при комнатной температуре), проявляет электролюминесценцию в диапазоне энергий 0.80–0.84 эВ и обладает высоким коэффициентом поглощения $> 10^5 \text{ см}^{-1}$ (при 1 эВ). По теоретическим расчетам этот силицид может обеспечить эффективность преобразования энергии в солнечных батареях до $\sim 23\%$ [76]. Силицид β -FeSi₂ принадлежит к *Cmca* пространственной группе орторомбической кристаллической структуры с параметрами решетки $a = 0.986$, $b = 0.779$, $c = 0.783$ нм [14,77,78] (рисунок 7).

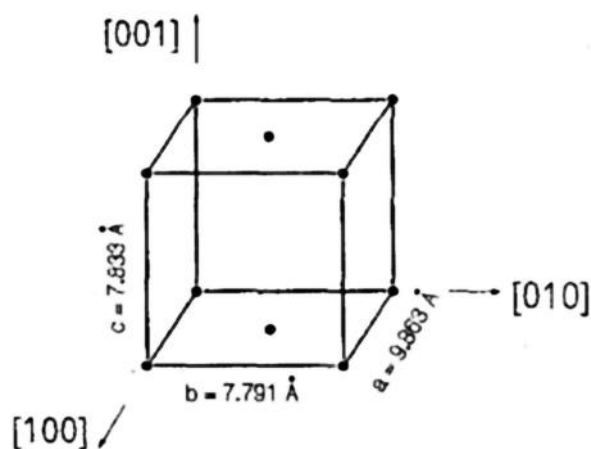


Рисунок 7 – Элементарная ячейка кристаллического β -FeSi₂ [78]

На практике возможно формирование силицида β -FeSi₂ как в поликристаллической фазе, так и в эпитаксиальной на подложках Si(001) и Si(111). Причем разные фазы находят применение в различных областях, так, поликристаллический силицид интересен для производства солнечных батарей [76,79], а монокристаллический – для светоизлучателей [15,80].

Формированию эпитаксиальной структуры β -FeSi₂ посвящено множество работ: наиболее распространенными методиками получения являются твердофазная и реактивная эпитаксии [14,15,77–80]. Но при использовании этих методик эпитаксиальные пленки β -FeSi₂ могут быть получены строго ограниченной толщины, порядка нескольких десятков нанометров [77], и большинство работ посвящено как раз структурам толщиной не более 10 нм.

Известно также, что при эпитаксиальном росте пленок β -FeSi₂ наблюдается устойчивая тенденция к образованию островков, сильно шероховатой сплошной пленки или пленки с порами [78]. Так, в работе [81] были получены эпитаксиальные пленки силицида толщиной 13 нм (из слоя железа толщиной 4 нм) на Si(111) методом твердофазной эпитаксии при температуре отжига в 580 °С, а вот более тонкие слои, порядка нескольких монослоев, были получены при меньшей температуре, 540 °С [82]. В свою очередь, эпитаксиальные островки β -FeSi₂ на Si(001) были получены при 400–550 °С [83,84]. В работе [85] был изучен твердофазный отжиг слоев железа толщиной 0.04÷0.8 нм на подложке Si(100) при температуре 630 °С. По данным сканирующей туннельной микроскопии и сканирующей туннельной спектроскопии было установлено, что островки со сверхструктурой 2×2 характеризовались шириной запрещенной зоны 0.9 эВ, что соответствует β -FeSi₂. А в работе [86] структура с островками β -FeSi₂, которая тоже имеет на поверхности сверхструктуру 2×2, была сформирована из слоя железа толщиной 1 нм отжигом уже при 570 °С. В работе [87] система Fe/Si(100) также изучалась в процессе твердофазного отжига, и было установлено, что островки силицида формируются при слое железа меньше 0.28 нм и температуре выше 600 °С.

При использовании реактивной эпитаксии слоев железа 0.2–0.5 нм (скорость осаждения ~ 0.01 нм/с) на Si(111) формируются наноразмерные (30–80 нм) островки β -FeSi₂ [88]. А кристаллизация островков квадратной или прямоугольной формы с латеральными размерами 70–100 нм наблюдается при толщинах 0.5–0.9 нм.

Использование метода соосаждения дает возможность получения более толстых пленок силицида β -FeSi₂. При использовании этой методики силицид формируется в диапазоне температур 450–600 °С [77]. Так, в работе [89] отмечается, что высококачественные слои β -FeSi₂ получаются напылением на подложку Si(100) при $T = 450$ °С. А использование матрицы-затравки позволяет получить эпитаксиальные пленки силицида толщиной более 200 нм как на Si(001), так и на Si(111) при температуре 650–700 °С, причем размер гранул превышает 0.5 мкм [90].

Методы получения силицидов, основанные на технологии молекулярно-лучевой эпитаксии, не единственные, которые применяют на практике. Так, в работе [91] проведены исследования структурных свойств слоев β -FeSi₂, полученных методом ионного распыления Fe⁺. Авторы установили, что на конечные свойства структуры влияет предварительная подготовка подложки, которая заключалась в следующем: на первом этапе проводилась ультразвуковая очистка, затем травление ионами Ne⁺ в вакуумной камере. В этом случае поврежденный поверхностный слой составлял 5–10 нм. Для удаления ионов Ne⁺ и восстановления поверхности проводился отжиг при $T = 800$ °С в течение 30 мин. Для напыления Fe использовалось ионное распыление при температуре подложки 700 °С, толщина железа составляла 25 нм. Было установлено, что повреждения, которые образуются вследствие травления поверхности подложки ионами Ne⁺, благотворно влияют на кристалличность дисилицида и гладкость интерфейса [92]. После напыления структура отжигалась при температуре не менее 900 °С для получения β -FeSi₂. Такая обработка приводит к образованию эпитаксиальной однородной пленки β -FeSi₂ с резким интерфейсом β -FeSi₂/Si с незначительными дефектами, которые лежат в плоскости параллельной интерфейсу. Было

установлено, что облучение высокоэнергетическими ионами Ni^+ , Fe^+ , Au^+ приводит к образованию только колоннообразных дефектов в структуре $\beta\text{-FeSi}_2$.

В работе [58] было проведено исследование влияния соотношения потоков Fe и Si на ширину запрещенной зоны в $\beta\text{-FeSi}_2$. Здесь получение дисилицида осуществлялось методом совместного распыления Fe и Si при температуре подложки 550 °C на буферный слой Si толщиной 24 нм при соотношении потоков Fe:Si равном 2:1, хотя стехиометрическое соотношение Fe:Si в силициде $\beta\text{-FeSi}_2$ составляет 1:2. Это несоответствие авторы связывают с тем, что в процессе формирования структуры дополнительный кремний поступает из подложки. Было установлено, что в зависимости от соотношения потоков изменяются параметры решетки по отношению к монокристаллическому объемному $\beta\text{-FeSi}_2$. Данные отклонения вызывают напряжения в кристаллической решетке, которые приводят к сдвигу прямого межзонного перехода в сторону меньших энергий. По теоретическим расчетам [58], при отсутствии напряжения в решетке дисилицид обладает непрямым межзонным переходом, при возникновении напряжений переход трансформируется в прямозонный тип.

В работе [57] исследовалась структура наноточек $\beta\text{-FeSi}_2$. Для её создания использовалась технология совместного осаждения Fe и Si. Напыление на подложку Si(111), покрытую тонкой пленкой SiO_2 с нанокнами, при температуре 500 °C при соотношении потоков Fe:Si равном 1:2 привело к эпитаксиальному росту $\beta\text{-FeSi}_2$. При тех же условиях, но в случае использования сплошного слоя SiO_2 , образовалась смесь эпитаксиальных силицидов $\beta\text{-FeSi}_2$ и $\varepsilon\text{-FeSi}$. Из чего авторы сделали заключение о том, что для создания однофазных эпитаксиальных наноточек $\beta\text{-FeSi}_2$ необходимо использовать как раз слой диоксида с нанокнами. В случае использования поверхности Si(001) при таком же соотношении потоков и такой же температуре с использованием слоя SiO_2 с нанокнами образуется богатая кремнием фаза $\alpha\text{-FeSi}_2$, поэтому авторы предположили, что атомы Fe диффундируют в кремний подложки в случае использования Si(001) в бóльшем количестве, чем при Si(111). Использование твердофазного синтеза с

температурой отжига 550 °C приводит к образованию эпитаксиальной структуры наноточек β -FeSi₂ на Si(001).

Что касается фотолюминесценции [57], то установлено, что в структуре Si/ β -FeSi₂(HT)/Si(111) она вызвана дефектами кристаллической решетки в покрывающем слое кремния. В случае использования поверхности Si(001) существует две возможные причины: либо оптический переход в наноточках β -FeSi₂ или в интерфейсе между Si и β -FeSi₂(HT), либо люминесценция в структуре покрывающего слоя Si.

Поликристаллические слои силицида β -FeSi₂ имеют большой потенциал для применения в солнечных батареях [56,76,79]. Как было сказано выше, эпитаксиальные слои β -FeSi₂ возможно получить толщиной не более 20÷30 нм, в то время как поликристаллические слои образуются при напылении слоев железа начиная с 10 нм и выше [79: таблица 2.4, 2.5]. Так, в работах [93,94] были получены пленки поликристаллического дисилицида отжигом при 600–700 °C слоев железа толщиной 20–50 нм. При этом для пленки железа толщиной 100 нм требуется отжиг при более высокой температуре, равной 750–850 °C [95].

В работах [76,79] исследованы структуры β -FeSi₂/Si(001), легированные Al. Установлено, что поликристаллический слой β -FeSi₂ образуется после отжига аморфного слоя FeSi₂ при температуре около 600 °C. При исследовании электролюминесценции этих структур было обнаружено, что легирование алюминием слоя FeSi₂ и последующий отжиг сильно влияют на фотоэлектрические свойства и значение темнового тока. Определено, что значение темнового тока в случае присутствия дополнительного слоя Al почти в 2 раза ниже, а значение напряжения холостого хода выше в 4 раза, чем для структур без слоя алюминия. Для структур β -FeSi₂(Al)/Si с прослойкой Al эффективность преобразования энергии составила 0.81 %.

1.3 Выводы к главе и постановка задачи

Проведенный анализ литературы показал, что при формировании системы Fe-Si возможно образование ряда силицидов: Fe_5Si_3 , Fe_3Si , FeSi , $\alpha\text{-FeSi}_2$, $\beta\text{-FeSi}_2$ – интересных для прикладного применения в таких современных областях, как спинтроника, оптоэлектроника, солнечная энергетика и др. Важным преимуществом перед другими материалами является то, что железо и кремний являются нетоксичными, безвредными веществами.

Рассмотрены некоторые физические свойства ферромагнитного силицида Fe_3Si с кубической $Fm-3m$ решеткой и полупроводникового силицида $\beta\text{-FeSi}_2$. Данные силициды могут формироваться на подложках Si(100) и Si(111) как в поликристаллической, так и в эпитаксиальной фазах.

Показано, что фазовая диаграмма для тонкопленочной системы Fe-Si на сегодняшний день не имеет законченного вида и требует более детального исследования процессов формирования силицидов. Продемонстрировано, что на формирование состава пленок системы Fe-Si, помимо концентрации элементов, влияет множество других факторов: выбор подложки, количество материала, скорость осаждения, примеси. Таким образом, поиск новых материалов и сверхтонких гетероструктур (ферромагнитный металл/полупроводник) остается весьма актуальной задачей.

Для установления закономерностей формирования структуры и магнитного состояния пленок системы Fe-Si на подложках кремния Si(001) и Si(111) были сформулированы следующие основные задачи диссертации:

1. Определить влияние различных технологических условий на процессы формирования наноструктур при напылении слоя Fe эффективной толщиной $1.5 \div 2.0$ нм на поверхность Si(001) 2×1 .
2. Установить влияние взаимного расположения оси потока напыляемого Fe и кристаллографических осей подложек Si(001) и Si(111) на формирование магнитного состояния пленок Fe, выращенных на атомарно чистых и покрытых слоем SiO_2 поверхностях Si(001) 2×1 , Si(111) 7×7 .

3. Определить технологические условия формирования сплошных, однородных пленок ферромагнитного Fe_3Si с резкими границами раздела и полупроводникового $\beta\text{-FeSi}_2$ силицидов толщиной более 20 нм и исследовать их основные магнитные и структурные характеристики.

Глава 2 Методика эксперимента и экспериментальное оборудование

Для исследования процессов формирования силицидов железа в условиях сверхвысокого вакуума были применены *in situ* методы дифракции отраженных быстрых электронов, отражательной лазерной эллипсометрии, электронной ожэ-спектроскопии (ЭОС), спектроскопии характеристических потерь энергии электронов (СХПЭЭ). Структурные свойства полученных нанопленок исследовались *ex situ* методами рентгеноструктурного анализа (РСА) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Свойства магнитного гистерезиса измерялись на феррометре с кольцами Гельмгольца, а характер поглощения электромагнитного излучения – на спектрометр ферромагнитного резонанса (ФМР). Для уточнения толщины полученных пленок использовался метод рентгеноспектрального флуоресцентного анализа (РСФА). Выбор этих методов обусловлен необходимостью получения взаимодополняющей и подтверждающей информации о свойствах полученных пленок и структур.

2.1 Дифракция отраженных быстрых электронов

Для *in situ* исследования кристаллической структуры поверхности образцов использовался метод дифракции отраженных быстрых электронов. Функциональная схема дифрактометра показана на рисунке 8: электронный луч, сформированный электронной пушкой, попадает на образец под скользящим лучом порядка $1\div 3^\circ$ и, отражаясь от него, попадает на люминесцентный экран.

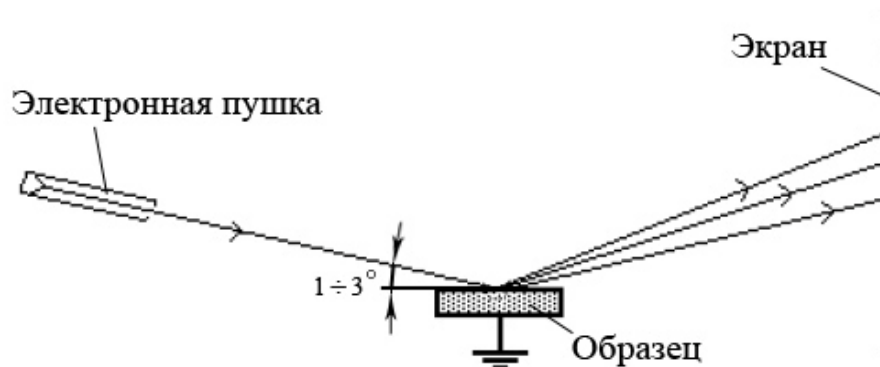


Рисунок 8 – Функциональная схема дифрактометра

Чувствительность к структуре поверхности в ДОБЭ достигается тем, что первичный пучок электронов падает на поверхность под малым скольльзящим углом, и детектируемые дифракционные пучки выходят также под малыми углами к поверхности. В результате на всем пути свободного пробега высокоэнергетические электроны остаются в образце в приповерхностной области толщиной в несколько атомных слоев (например, электроны с энергией 50–100 кэВ имеют длину свободного пробега порядка 1000 Å и при угле падения около 1° проникают на глубину порядка 10 Å) [96]. Еще одной важной особенностью данного метода является то, что измерения можно проводить непосредственно во время получения пленки.

При формировании дифракционной картины в случае ДОБЭ стержни обратной решетки пересекают сферу Эвальда под скольльзящими углами, что приводит к удлинению дифракционных рефлексов, так как и сфера Эвальда, и стержни обратной решетки имеют конечную ширину. В некоторых случаях удлинение дифракционных рефлексов приводит к слиянию точечных рефлексов в полосы. Измерение расстояния между дифракционными полосами позволяет установить межплоскостное расстояние для атомных рядов, расположенных в плоскости образца перпендикулярно первичному электронному лучу. Вращая образец вокруг нормали к его поверхности, можно установить симметрию образца в его плоскости и измерить межплоскостное расстояние для атомных рядов в различных кристаллографических направлениях.

В связи с тем, что пучок электронов падает на исследуемую поверхность под скользящим углом, метод ДОБЭ особенно чувствителен к качеству поверхности тонких пленок [96]. Если поверхность идеальная и абсолютно ровная, то на картине наблюдаются точечные рефлексы, упорядоченные по окружности (рисунок 9).

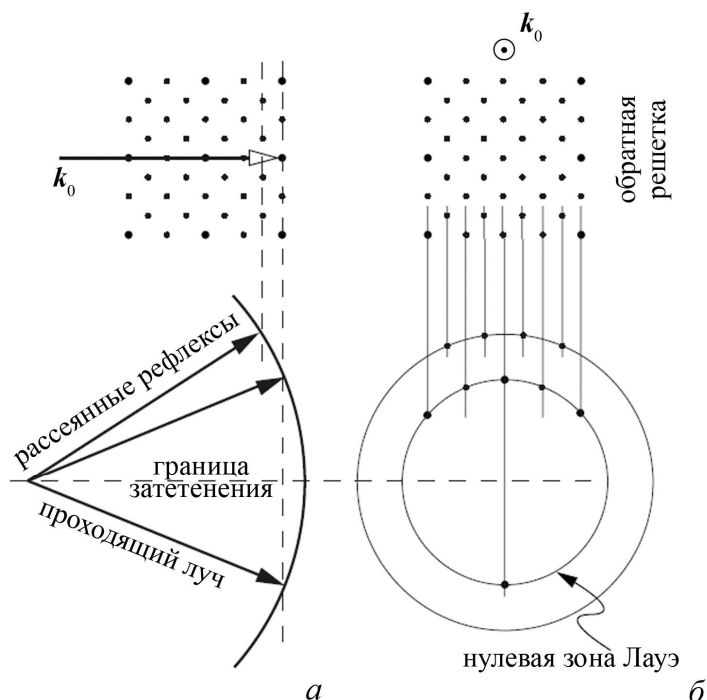


Рисунок 9 – Схема получения дифракционной картины от реконструкции $c(4 \times 4)$ на поверхности (100), k_0 – волновой вектор падающей волны; (а) – проекция сбоку, (б) – фронтальная проекция [97 с изменениями]

Если поверхность имеет незначительные неровности, то наблюдаются полосы. Если же на поверхности присутствует множество трехмерных островков, то картина ДОБЭ может представлять собой совокупность дифракционных точечных рефлексов «на просвет» («на прохождение»). На сильно вицинальных подложках дифракция «на просвет» может наблюдаться даже в случае ровной поверхности пленок. При послойном или квазидвумерном росте структуры методом ДОБЭ можно зафиксировать осцилляции интенсивности зеркального рефлекса, из анализа которых можно судить о скорости формирования отдельных атомных слоев [96–98].

При интерпретации дифракционных картин на первом этапе можно определить размер кристаллитов [99, с. 209]. Вторым шагом является измерение радиуса колец Дебая (поликристалл) или радиального расстояния до пятен-рефлексов (монокристалл). Зная эти расстояния r , выраженные в миллиметрах, и $L\lambda$ – постоянную прибора, можно найти межплоскостные расстояния с помощью простого соотношения [99 и 100, с. 106]:

$$rd = L\lambda, \quad (1)$$

Получив таким образом межплоскостные расстояния d , можно произвести расшифровку кристаллической структуры, используя сравнение с теоретически рассчитанной дифракционной картиной.

Расчет и построение теоретической дифрактограммы для выбранного вещества осуществляется путем определения межплоскостных расстояний $d_{(hkl)}$ для набора плоскостей с индексами Миллера (hkl) по формулам [99, с. 421]: для орторомбической системы ($a \neq b \neq c$)

$$d_{(hkl)} = \left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \right)^{-\frac{1}{2}}, \quad (2)$$

для кубической системы ($a = b = c$)

$$d_{(hkl)} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}, \quad (3)$$

для тетрагональной системы ($a = b \neq c$)

$$d_{(hkl)} = \left(\frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \right)^{-\frac{1}{2}}. \quad (4)$$

Кубическая и тетрагональная системы являются частным случаем орторомбической системы.

При условии дифракции от монокристалла «на прохождение» осуществляется расчет и проверка углов между плоскостями $(h_1k_1l_1)$ и $(h_2k_2l_2)$ по формуле:

$$\cos j = \frac{\left(\frac{h_1 h_2}{a^2} + \frac{k_1 k_2}{b^2} + \frac{l_1 l_2}{c^2} \right)}{\left(\frac{h_1^2}{a^2} + \frac{k_1^2}{b^2} + \frac{l_1^2}{c^2} \right)^{1/2} \left(\frac{h_2^2}{a^2} + \frac{k_2^2}{b^2} + \frac{l_2^2}{c^2} \right)^{1/2}}, \quad (5)$$

которая соответствует орторомбической системе. Для кубической и тетрагональной систем угол между плоскостями легко вычисляется из (5) при условии, что $a = b = c$ (кубическая) и $a = b \neq c$ (тетрагональная), и на основе полученных значений строится теоретически рассчитанная дифракционная картина (пример приведен на рисунке 10).

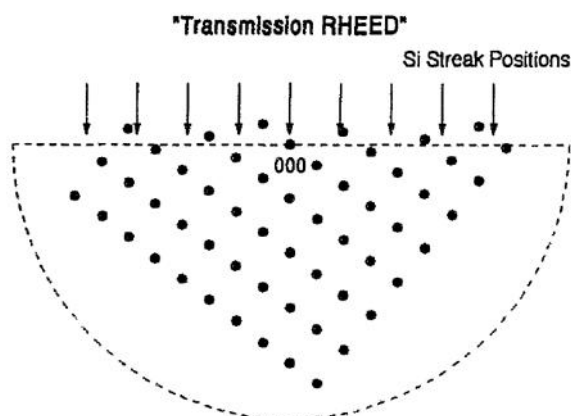


Рисунок 10 – Расчетная картина ДОБЭ для эпитаксиального β -FeSi₂ на Si(111) при направлении луча по $[110]_{\text{Si}}$ [78]

2.2 Лазерная отражательная эллипсометрия

Под термином «эллипсометрия» понимают оптический метод исследования поверхностей и объемных сред, основанный на анализе амплитудных и фазовых изменений световой волны при ее взаимодействии с исследуемым объектом. Здесь анализируются поляризационные свойства волны, отраженной от поверхности образца; в таком случае говорят об отражательной эллипсометрии. Идеи и принципы эллипсометрии используются в очень широком спектре

исследовательских методик, захватывая область от микроволнового излучения (радиоволновая эллипсометрия) до мягкого рентгеновского излучения (эллипсометрия синхротронного излучения). Но наиболее простыми являются эллипсометрические исследования в области 220–800 нм, близкой к видимому свету, что соответствует энергии фотона 1.5 – 6 эВ (ближний инфракрасный, видимый и ближний ультрафиолетовый диапазоны).

При эллипсометрических измерениях линейно-поляризованный луч света после отражения приобретает эллиптическую поляризацию, параметры которой определяются экспериментально в виде отношения комплексных коэффициентов отражения R_p , R_s . В силу исторических причин это отношение представляют в виде:

$$r \equiv \operatorname{tg} \Psi \cdot e^{i\Delta} = \frac{R_p}{R_s}, \quad (6)$$

$$\operatorname{tg} \Psi = \frac{|R_p|}{|R_s|},$$

$$\Delta = \arg \frac{R_p}{R_s},$$

где параметры Ψ и Δ называются *эллипсометрическими углами* и являются измеряемыми на эллипсометре величинами [101]. Величина ρ называется комплексным эллипсометрическим параметром. Уравнение (6) получило название основного уравнения эллипсометрии [102].

Для *in situ* исследования оптических свойств получаемых структур вакуумная установка молекулярно-лучевой эпитаксии «Ангара» оснащена быстродействующим лазерным эллипсометром ЛЭФ-751М (разработан и создан в Институте физики полупроводников им. А.В. Ржанова Сибирского отделения РАН (ИФП СО РАН), г. Новосибирск) [103] с газовым гелий-неоновым лазером (длина волны 633 нм), который, как и дифрактометр, позволяет исследовать пленки во время напыления.

Для определения толщины пленок в настоящей работе использовалась методика, предложенная в работе [103], где за основу решения обратной задачи

эллипсометрии был взят итерационный численный метод Ньютона, расширенный на область комплексного переменного.

В процессе роста пленки измеряется массив эллипсометрических углов Y и Δ . Алгоритм вычисления профилей оптических постоянных построен следующим образом. Из массива выбирается первая пара значений Y и Δ , для которой задается первое приближение определяемой величины, в данном случае это толщина слоя d . В зависимости от напыляемого вещества задаются известные из литературы значения оптических параметров пленки для нулевого приближения, затем производится подбор n, k пленки, исходя из заданного нулевого приближения. Далее методом итераций происходит последовательный расчет n, k, d пленки для следующей пары эллипсометрических углов Y и Δ [103].

2.3 Электронная оже-спектроскопия и спектроскопия характеристических потерь энергии электронов

В настоящее время одним из самых распространенных методов исследования поверхности и границ раздела твердых тел является метод электронной оже-спектроскопии. ЭОС применяется для получения качественного и количественного анализа состава поверхности, получения химических профилей по толщине образца, исследования процессов адсорбции, десорбции, эпитаксиального роста тонких пленок, диффузии примесей из объема к поверхности, для исследования зонной структуры твердого тела и т.д. [104,105].

Еще одним широко используемым методом анализа поверхности является спектроскопия характеристических потерь энергии электронов, где из анализа спектров можно получить информацию об электронной структуре поверхностных и объемных зон. Для чистой поверхности кристалла энергетическое положение пиков соответствующих возбуждениям плазменных колебаний на электронном спектре является характеристикой вещества, что позволяет идентифицировать отдельные элементы. При наличии поверхностных загрязнений или окисленных пленок наблюдается изменение положения пиков плазменных потерь и сильное

ослабление интенсивности пиков поверхностных плазмонов. Эта особенность спектров позволяет по эволюции интенсивности и положений пиков плазменных потерь характеризовать состав и структуру поверхности, исследовать глубинный профиль концентраций элементов и т.д. Несомненным достоинством метода является также то, что спектроскопия характеристических потерь энергии электронов позволяет проводить исследования поверхности твердых тел при уменьшении энергии первичных электронов до 50 эВ.

Схематически вид кривой распределения вторичных электронов по энергии представлен на рисунке 11.

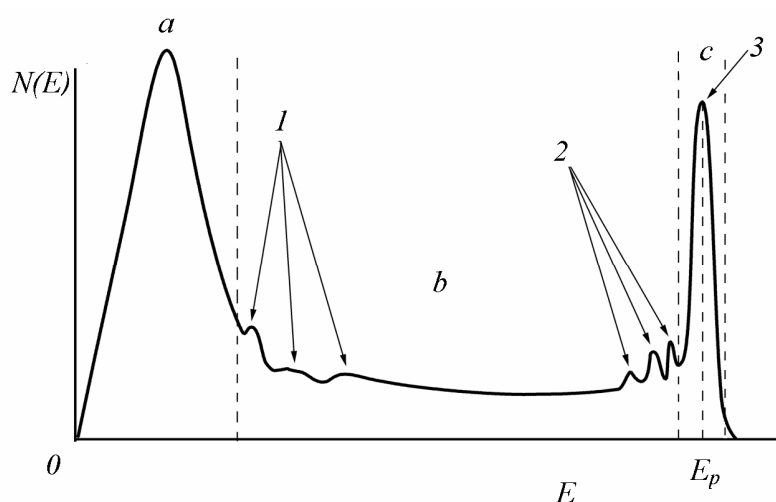


Рисунок 11 – Схематический вид кривой распределения вторичных электронов по энергии. Область *a* – истинно вторичные электроны; *b* – неупруго отраженные электроны; *c* – упруго отраженные электроны [105]

Как показывают экспериментальные результаты, вид спектра вторичных электронов практически не меняется при изменении энергии первичных электронов. Кроме двух достаточно больших по интенсивности пиков истинно вторичных и упруго отраженных электронов, в спектре вторичных электронов на бесструктурном фоне наблюдаются слабо выраженные максимумы. Положения некоторых из них (максимумы 1 на рисунке 11) не зависят от энергии первичных электронов, другие (максимумы 2) смещаются синхронно с изменением энергии

первичных электронов. Пики 1 обусловлены выходом с поверхности *оже-электронов*. Группа максимумов 2, расположенная вблизи пика упруго отраженных электронов, соответствует первичным электронам, испытавшим дискретные потери энергии при взаимодействии с поверхностью. Эти потери энергии характеризуют вещество поверхности и называются *пиками характеристических потерь энергии электронов* [105].

Пики характеристических потерь энергии электронов располагаются вблизи пика упруго отраженных электронов (рисунок 11). В отличие от положения пиков оже-электронов, не зависящих от энергии первичных электронов, положение пиков характеристических потерь определяется энергией падающего пучка электронов E_p . При смещении максимума пика упруго отраженных электронов, вследствие изменения E_p , пики характеристических потерь смещаются вместе с ним, оставаясь на одинаковом энергетическом расстоянии от упругого пика. Разность энергий упругого пика и пика характеристических потерь называется *энергией потерь* $E_p - E$. В методе СХПЭЭ для исследования поверхности твердых тел используются сравнительно малые энергии первичных электронов до 50 эВ [104].

Оже-эффект является следствием ионизации одной из внутренних оболочек атома под действием первичного электронного пучка (рисунок 12).

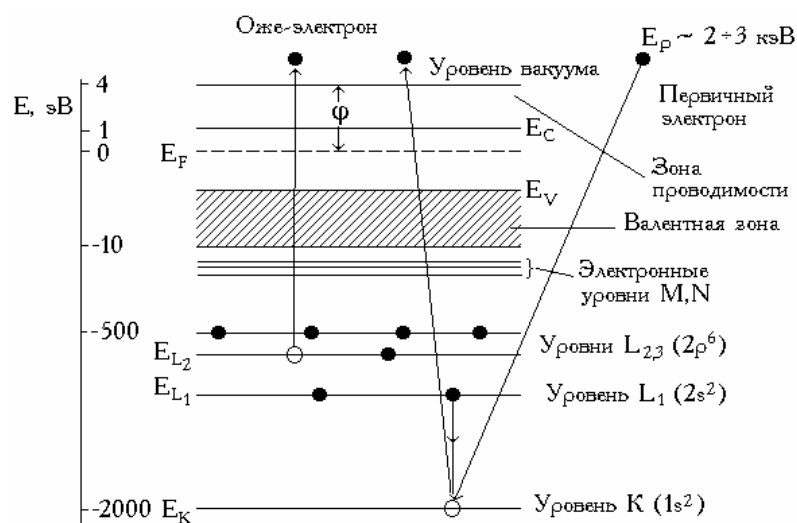


Рисунок 12 – Схема генерации оже-электрона [105]

На рисунке 12 показана схема оже-процесса для атома с полностью заполненными энергетическими уровнями и валентной зоной. Энергия электронов в атоме отсчитывается от уровня Ферми E_F , E_V и E_C – энергии потолка валентной зоны и дна зоны проводимости, j – работа выхода электрона.

Первичный электрон с энергией E_p создает вакансию на уровне E_K атома. Образовавшаяся вакансия через время $t \sim 10^{-14} - 10^{-16}$ секунд заполняется электроном с какого-либо верхнего уровня (в примере на рисунке 1 – с уровня L_1). Избыток энергии ($E_K - E_{L1}$) может испуститься в виде характеристического рентгеновского излучения с энергией кванта $\hbar\omega = E_K - E_{L1}$. Оже-процесс является альтернативным излучению фотона, избыточная энергия в этом случае передается третьему электрону, находящемуся, например, на уровне L_2 . Этот электрон испускается в вакуум с энергией

$$E_A = E_K - E_{L1} - E_{L2} - U(L1, L2) \quad (7)$$

и регистрируется как оже-электрон.

Наиболее простой и распространенный приближенный метод количественного анализа в электронной оже-спектроскопии – метод коэффициентов элементной чувствительности [105]. Отправной точкой метода коэффициентов элементной чувствительности является допущение, что интенсивность оже-сигнала I_i элемента i просто пропорциональна его концентрации на поверхности X_i :

$$I_i = S_i X_i. \quad (8)$$

Коэффициент S_i определяет чувствительность метода к данному элементу и поэтому называется *коэффициентом элементной чувствительности* [105–107].

В данной работе *in situ* анализ элементного и химического состава пленок Fe был осуществлен методами электронной оже-спектроскопии и спектроскопии

характеристических потерь энергии электронов на установке МЛЭ «Ангара». Оже-спектры записывались при энергии первичных электронов 3 кэВ в интервале энергий от 30 эВ до 800 эВ. Спектры характеристических потерь энергии электронов регистрировались в дифференциальном режиме dN/dE (N – число электронов с энергией E) при энергии первичных электронов 1.2 кэВ. Для количественного анализа экспериментальные спектры были нормированы на интенсивность упругого пика, продифференцированы и сглажены. Энергетическое положение пиков потерь энергии электронов определялось по максимумам кривой: $-d^2N/dE^2$.

2.4 Просвечивающая электронная микроскопия

Просвечивающая электронная микроскопия – разновидность микроскопии, в которой для получения увеличенного изображения или дифракционной картины используются электроны, прошедшие через образец. Этот метод может быть использован для визуализации атомных плоскостей и рядов с разрешением порядка 0.2 нм [108]. Для изучения внутренних деталей методом ПЭМ обычно требуются образцы толщиной менее 100–200 нм, так как чем больше толщина образца, тем выше должно быть ускоряющее напряжение пучка электронов. К тому же, существуют методики позволяющие наблюдать субмикронные магнитные структуры, используя методы электронной микроскопии на «просвет» [109].

Схема просвечивающего электронного микроскопа представлена на рисунке 13 [110]. В электронной пушке раскаленная вольфрамовая нить (источник электронов) имеет высокий отрицательный потенциал и является катодом 1. Средний или так называемый фокусирующий электрод имеет потенциал, отрицательный относительно потенциала катода, поэтому электрическое поле между катодом 1 и фокусирующим электродом 2 действует как собирающая линза. При этом электрическое поле в области между фокусирующим электродом и анодом 3, действует, наоборот, как рассеивающая

линза. Совместное действие этих линз позволяет получить узкий и интенсивный пучок быстро летящих электронов.

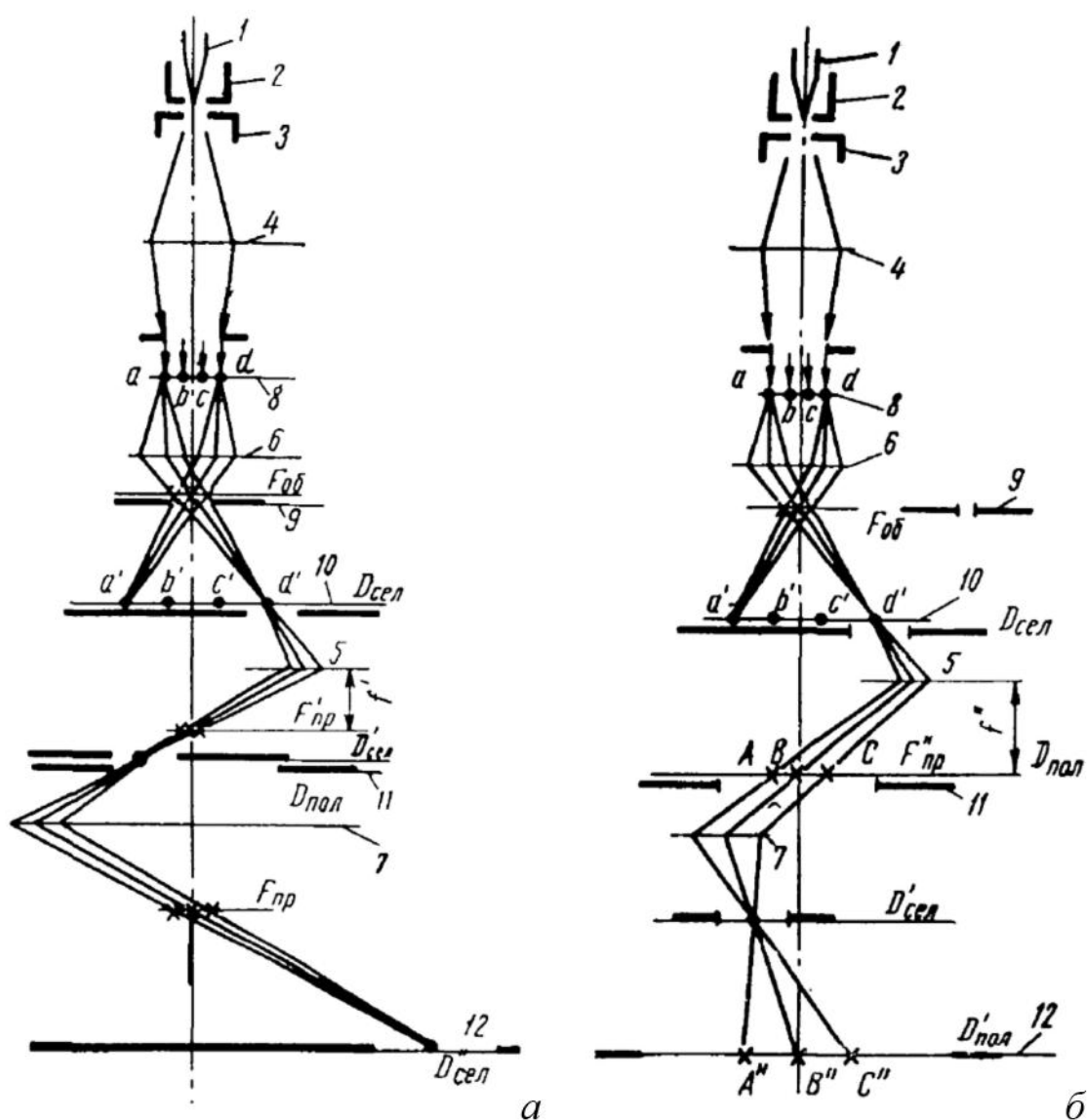


Рисунок 13 – Принципиальные оптические схемы электронного микроскопа с промежуточной линзой, работающей (а) – в режиме получения микроскопического изображения (введена селекторная диафрагма) и (б) – в режиме получения дифракционной картины от участка объекта, ограниченного селекторной диафрагмой [110]: f' – фокусное расстояние промежуточной линзы при наблюдении микроскопического изображения; f'' – фокусное расстояние промежуточной линзы при наблюдении картины электронной дифракции

В обычном просвечивающем микроскопе, в котором используются электромагнитные линзы, электронная пушка дает пучок электронов с энергией приблизительно от 20 кэВ до нескольких МэВ. Наиболее часто используется напряжение в 100 кэВ. Существенное преимущество оптики электронного микроскопа – возможность сочетать дифракцию с получением изображения при использовании метода микродифракции [99,108].

Начальная стадия увеличения объективной линзы 6 определяет разрешение и контраст изображения. Следующие линзы: промежуточная 5 и проекционная 7 – служат для получения желаемого интервала увеличения (от нуля до примерно ста тысяч раз).

В осветительную систему микроскопа входит также конденсорная линза 4. В качестве конденсорной линзы, а также линз самого микроскопа (объективной и проекционных) чаще всего применяют электромагнитные электронные линзы. Объективная линза 6 и главная проекционная линза 7 должны быть короткофокусными, поэтому они снабжаются полюсными наконечниками, позволяющими сконцентрировать в небольшой области очень сильное магнитное поле. Магнитным полем конденсорной линзы 4 электронный пучок концентрируется возле объекта 8.

Часть электронов, рассеянных при прохождении через объект, проходит через диафрагму 9 объективной линзы и дает промежуточное увеличенное изображение предмета в плоскости селекторной диафрагмы 10. Фокусировку осуществляют изменением тока в обмотке объективной линзы.

На рисунке 13 показан ход лучей в типичной увеличивающей проекционной системе с тремя линзами: промежуточной 5, объективной 6 и проекционной 7, каждая из которых последовательно обеспечивает увеличение, которое в итоге может достигать порядка ста тысяч раз. Благодаря применению в проекционной системе двух линз оказывается возможным легко изменять увеличение в очень широких пределах (начиная от светооптических) с соответствующим изменением изображаемого поля предмета и при неизменном размере конечного изображения.

Изменение увеличения микроскопа достигается изменением тока в обмотках линз проекционной системы (обычно только в обмотке промежуточной линзы).

С применением промежуточной линзы связана возможность легкого перехода от наблюдения микроскопического изображения кристаллических объектов к наблюдению картины электронной дифракции (рисунок 13, б). Согласно дифракционной теории, изображение, которое дает объектив микроскопа, является результатом интерференции лучей, испытавших дифракцию на объекте.

На рисунке 13 схематически показаны направления дифрагированных лучей для двух микроскопических кристаллов *a* и *d* объекта. Первичное, или дифракционное, изображение объекта формируется в главной фокальной плоскости объектива. Поскольку в электронном микроскопе используют электронные лучи с длиной волны меньшей, чем межплоскостные расстояния кристаллической решетки, в главной фокальной плоскости объектива должна возникать дифракционная картина, соответствующая кристаллической структуре объекта.

В данной работе поперечный срез пленки исследовался методом просвечивающей электронной микроскопии на электронном микроскопе JEM-2010 (производство фирмы JEOL, Япония) с ускоряющим напряжением до 200 кВ. Для измерения образцы подвергались специальной обработке, которая включала в себя механическое утонение образца алмазными абразивами на воздухе и травление ионами аргона в условиях вакуума.

2.5 *Ex situ* магнитные исследования гистерезиса

Магнитный гистерезис – явление зависимости вектора намагничивания ***M*** и вектора напряженности внешнего магнитного поля ***H*₀** в веществе; обычно проявляется в ферромагнетиках [111].

Петли магнитного гистерезиса для пленок Fe были измерены с помощью феррометра (рисунок 14), адаптированного для изучения магнитостатических свойств тонких магнитных пленок [112].

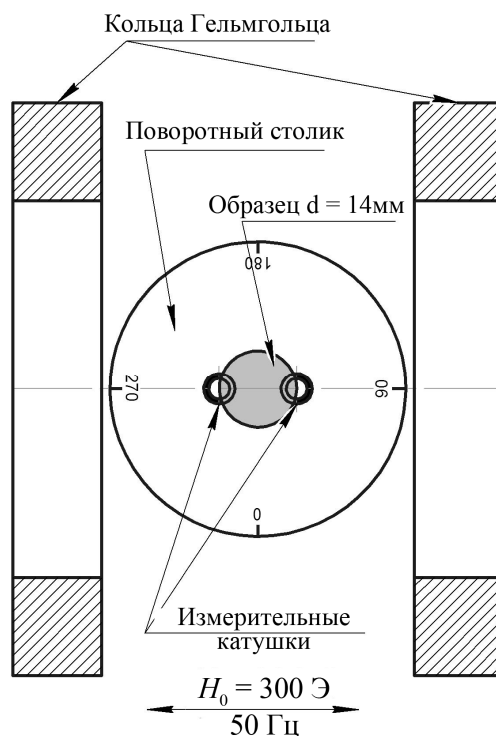


Рисунок 14 – Схема феррометра, адаптированного для изучения магнитостатических свойств тонких магнитных пленок

Однородное горизонтальное магнитное поле с амплитудой $H_0 = 300 \text{ Э}$ и частотой 50 Гц создавалось парой колец Гельмгольца. Исследуемый пленочный образец помещался на поворотный столик между кольцами Гельмгольца поверх измерительных катушек, замыкая магнитную цепь. У прибора имеется возможность вращать предметный столик с образцом вокруг общего центра системы, тем самым меняя направление внешнего магнитного поля на пленке. Для устранения влияния формы образца при измерениях использовалась пленка в форме круга диаметром 14 мм , что равно расстоянию между центрами измерительных катушек. Образец такой формы был получен химическим травлением в плавиковой кислоте HF в течение $3\text{--}5$ секунд – требуемая часть пленки заклеивалась стойким к обработке материалом.

Принцип работы прибора основан на том, что измеряемая в феррометре ЭДС индукции пропорциональна проекции магнитного момента образца на направление внешнего поля H_0 , при этом магнитное поле параллельно плоскости подложки. Сигнал с измерительных катушек снимался цифровым осциллографом Tektronix TDS 2012C, подключенный к персональной ЭВМ.

2.6 Исследование магнитных свойств методом ферромагнитного резонанса

Ферромагнитный резонанс – одна из разновидностей электронного магнитного резонанса; проявляется в избирательном поглощении ферромагнетиком энергии электромагнитного поля при частотах, совпадающих с собственными частотами ω_L ларморовой прецессии магнитных моментов электронной системы ферромагнитного образца во внутреннем эффективном магнитном поле $H_{\text{эф}}$. Ферромагнитный резонанс в более узком смысле – возбуждение колебаний типа однородной (во всем объеме образца) прецессии вектора намагниченности J (спиновых волн с волновым вектором $k = 0$), вызываемое магнитным СВЧ-полем H , перпендикулярным постоянному намагничивающему полю H_0 . Частота прецессии определяется формулой Лармора [113,114]:

$$\omega_L = \gamma H, \quad (9)$$

где $\gamma = g |e|/2mc$ – гиромагнитное соотношение.

Однородный ферромагнитный резонанс может быть обнаружен методами магнитной радиоспектроскопии, поскольку магнитная СВЧ-восприимчивость, и следовательно поглощение, пропорциональна статической магнитной восприимчивости $\chi_0 = J_s/H_0$, где J_s – намагниченность насыщения ферромагнетика. Вследствие спонтанной намагниченности ферромагнетика поле $H_{\text{эф}}$ может существенно отличаться от внешнего поля H_0 (из-за магнитной анизотропии и размагничивающих эффектов поверхности образца). Основные характеристики

ФМР: резонансные частоты, время релаксации, форма и ширина линий поглощения, нелинейные эффекты – определяются коллективной многоэлектронной природой ферромагнетизма.

Исследования ФМР свойств полученных наноструктур были проведены на сканирующем спектрометре ферромагнитного резонанса на частоте накачки 2.274 ГГц (рисунок 15), в котором в качестве датчика используется микрополосковый резонатор, изготовленный на подложке с высокой диэлектрической проницаемостью [113,115]. Процесс записи и обработки спектров ФМР, а также поиск оси легкого и трудного намагничивания, определение одноосной магнитной анизотропии, намагниченности насыщения, гистерезиса и коэрцитивной силы локального участка образца автоматизированы благодаря применению персональной ЭВМ.

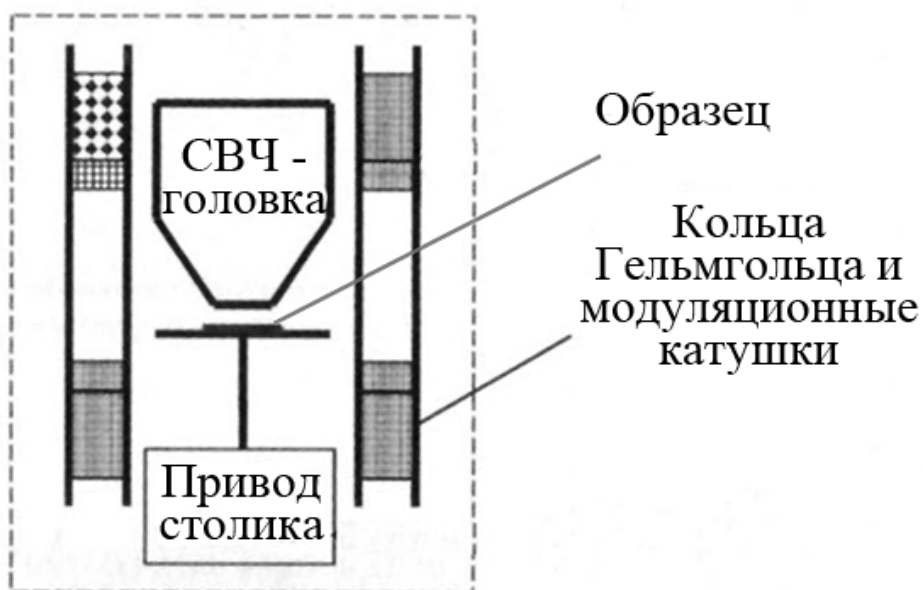


Рисунок 15 – Блок-схема измерительной части автоматизированного спектрометра ФМР [113]

Для пленок измерялись угловая зависимость резонансного поля $H_R(\varphi)$, ориентированного в плоскости пленки, и ширина линии резонанса $\Delta H(\varphi)$ с шагом в 2° .

Для определения основных магнитных параметров исследуемых пленок, из угловых зависимостей поля ферромагнитного резонанса, использовалась феноменологическая модель, где плотность свободной энергии имеет вид [115]:

$$F = F_z + F_m + F_a + F_{ua}, \quad (10)$$

где $F_z = -(\mathbf{M}\mathbf{H})$ – плотность энергии Зеемана, $F_m = \frac{1}{2}(\mathbf{M}\vec{\mathbf{N}}\mathbf{M})$ – плотность магнитостатической энергии, $F_a = -\frac{(\mathbf{M}\mathbf{H}_a)^2}{2M_s^2}$ – плотность энергии магнитной одноосной анизотропии, $F_{ua} = -(\mathbf{M}\mathbf{H}_{ua})$ – плотность энергии магнитной однонаправленной анизотропии, $\mathbf{H}$ – вектор постоянного магнитного поля, $\mathbf{M}$ – вектор намагниченности, $\vec{\mathbf{N}}$ – тензор размагничивающих коэффициентов, M_s – намагниченность насыщения.

Решение уравнения Ландау-Лифшица для такой модели дает теоретическую угловую зависимость (развертка φ) поля ФМР от направления магнитного поля. В результате итерационного процесса, используя экспериментальную кривую и подгоняя магнитные параметры пленки так, чтобы теоретическая зависимость $H_R(\varphi)$ совпадала с экспериментально измеренной с заданной точностью [115], можно определить намагниченность насыщения M_s , поле анизотропии H_a , поле однонаправленной анизотропии H_{ua} .

2.7 Рентгеноструктурный анализ

В основе рентгеновской кристаллографии лежит анализ дифракции рентгеновских лучей, проходящих через кристалл. Главные преимущества этого метода заключаются в том, что исследуемое твердое тело остается в неизменном, не разрушенном состоянии, а результатом анализа является определение непосредственно структуры вещества или его составляющих.

В основе рентгеноструктурного анализа лежат следующие принципы [116]:

- порошковая дифракционная картина является индивидуальной характеристикой кристаллического вещества;
- каждая кристаллическая фаза дает всегда одинаковый дифракционный спектр, характеризующийся набором межплоскостных расстояний d_{hkl} и соответствующих интенсивностей линий I_{hkl} , присущим только данной кристаллической фазе;
- рентген-дифракционный спектр от смеси индивидуальных фаз является суперпозицией их дифракционных спектров;
- по дифракционному спектру смеси возможна количественная оценка соотношения кристаллических фаз, присутствующих в изучаемом образце, т.е. соотношение интенсивностей присутствующих в конкретном образце кристаллических фаз пропорционально содержанию этих фаз в нем.

На сегодняшний день на практике для исследования монокристаллов наибольшее распространение получил рентгеновский порошковый метод и метод вращения, так как эти методы:

- позволяют проводить измерения, не разрушая образец;
- не требуют большого количества вещества для анализа;
- обладают относительной простотой необходимых расчетных операций (нахождение значений d_{hkl} и оценка интенсивности отражений I_{hkl});
- дают возможность различать модификации и изомеры одного и того же химического соединения.

Рентгеноструктурный анализ по большей части является эмпирическим методом, включающим количественное сопоставление значений межплоскостных расстояний d_{hkl} изучаемого образца с соответствующими значениями d_{hkl} одного или более эмпирических справочных стандартов при качественном сравнении интенсивностей отражений в спектрах образца и стандартов. Из этого следует, что для проведения рентгеноструктурного анализа неизвестного вещества (для идентификации вещества) требуется набор надежных справочных стандартов

кристаллических фаз, представленных совокупностью величин d_{hkl} и I_{hkl} – «рентген-дифракционных спектров» [116].

В методе РСА, использующем явление дифракции рентгеновских лучей на кристаллической решетке, применяется излучение с длиной волны λ порядка величины межатомных расстояний в кристалле. Если любая точка (узел) кристаллической решетки способна рассеивать падающее рентгеновское излучение, то при определенных условиях между волнами, рассеянными отдельными электронами за счет разности фаз, возникает суммарная амплитуда. Для нахождения условий возникновения дифракционных максимумов кристалл можно представить совокупностью параллельных равноотстоящих друг от друга атомных плоскостей, ориентация которых в кристалле задается индексами (hkl). В кристаллической решетке системы параллельных плоскостей можно проводить различным образом. Системам таких плоскостей будут соответствовать определенные расстояния между соседними плоскостями d_{hkl} – межплоскостные расстояния [116,117].

Экспериментально рентгенограммы исследуемых объектов могут быть получены с применением различных рентгеновских камер с регистрацией дифракционной картины при помощи детекторов рентгеновского излучения. Современные дифрактометры позволяют получить дифракционный спектр в диапазоне углов 2θ от 6–8 до 140–160 градусов с шагом $\Delta(2\theta) = 0.1\text{--}0.05^\circ$. В результате проведения исследований на дифрактометре получается дифрактограмма (рентген-дифракционный спектр, рентгенограмма).

Рентгеновский дифрактометр состоит из источника излучения, системы фокусировки луча, системы регулировки положения и ориентации образца, систем детекции и анализа. Принципиальная схема представлена на рисунке 16. Образец помещается на предметный столик гониометра (который может вращаться вокруг своей оси), а датчик перемещается по окружности таким образом, чтобы на него фокусировался дифрагированный луч [117].

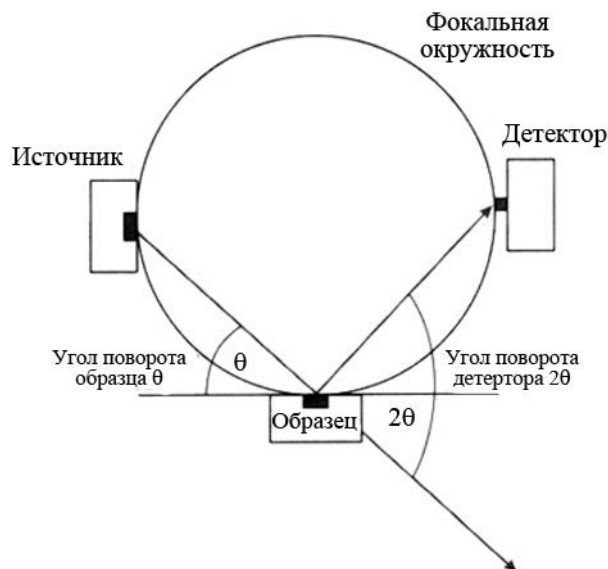


Рисунок 16 – Схематическое изображение установки
Брэгга-Брентано [117]

Рентгеновское излучение получают, направив высокоэнергетический электронный пучок на металлическую мишень в вакуумной трубке. Такие рентгеновские трубки излучают широкий спектр длин волн, выше некоторой минимальной

$$\lambda_{\min} = 1.243/V, \quad (11)$$

где λ измеряется в нанометрах, а V , ускоряющее напряжение, – в киловольтах. На фоне непрерывного белого излучения наблюдается ряд узких и интенсивных пиков, называемых *характеристическими* (рисунок 17, а). Наиболее яркие линии принадлежат К-серии, в состав которой входят линии $K_{\alpha 1}$, $K_{\alpha 2}$, $K_{\beta 1}$, $K_{\beta 2}$ и др.

Для рентгеновских исследований используют монохроматическое или белое излучение. Монохроматическое излучение получают из белого с помощью фильтров из тонкой фольги, сильно поглощающей β -компоненту и не поглощающей α -компоненту (рисунок 17, б).

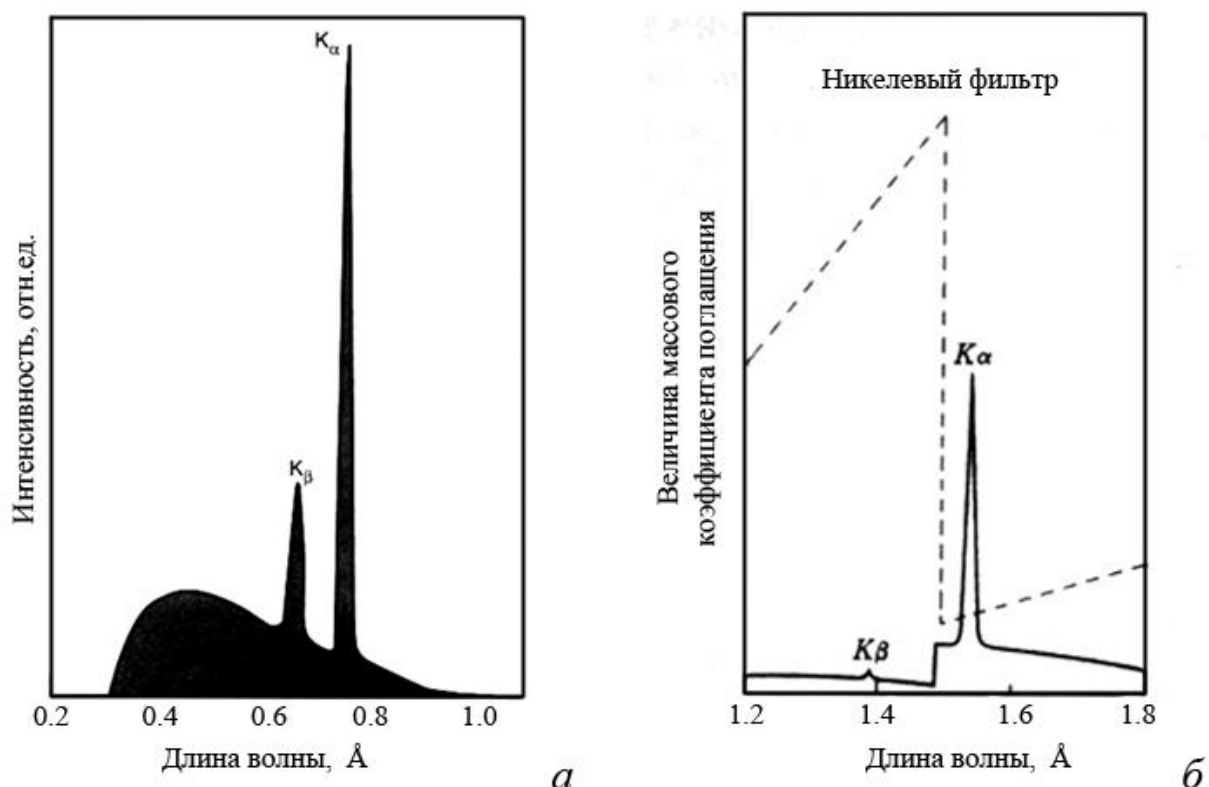


Рисунок 17 – (а) – непрерывный спектр белого рентгеновского излучения с набором узких характеристических пиков K_{α} , K_{β} [117]; (б) – излучение CuK с ослабленным K_{β} -пиком с помощью Ni фильтра [117]

Рентгеновское электромагнитное излучение при прохождении через кристалл взаимодействует с электронными оболочками атомов, и поэтому дифракционная картина непосредственно связана с распределением электронной плотности.

Первичную информацию о состоянии вещества можно получить из внешнего вида рентгеновских спектров. Для примера на рисунке 18 приведена рентгенограмма для структуры $Fe_{20}Ni_{80}/Si$ [118], которая представляет собой серию пиков на плавной линии фона. Хорошо окристаллизованный и однородный по параметрам решетки материал дает узкие и высокие дифракционные пики, плохо окристаллизованный, неоднородный материал – широкие и низкие [116]. Каждый пик является отражением n -го порядка от серии плоскостей (hkl) с межплоскостным расстоянием d_{hkl} . Его положение на рентгенограмме (угол θ) при

регистрации излучения с длиной волны λ определяется соотношением Брэгга-Вульфа:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta, \quad (12)$$

где n – целое число, d_{hkl} – межплоскостное расстояние, θ – угол рассеяния.

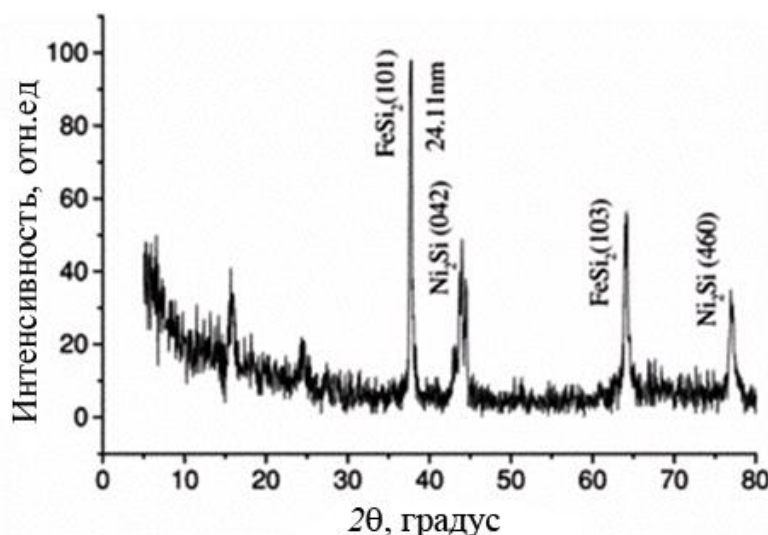


Рисунок 18 – Рентгенограмма для структуры $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Si}$ [118]

Отражения с близкими значениями d_{hkl} могут накладываться на рентгенограмме, что затруднит ее расшифровку. Число возможных наложений пропорционально количеству рефлексов и определяется фактором повторяемости. Оно минимально в случае высокосимметричных кристаллов с небольшой ячейкой.

2.8 Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ

Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ относится к физическим методам элементного анализа состава исследуемых объектов, содержащих элементы от Ca ($Z = 20$) до U ($Z = 92$). Особенностью данного метода является возможность одновременного выполнения анализа качественного состава и количественного содержания элементов с погрешностью до $10^{-2}\%$ [119].

В основе метода РСФА лежат физические процессы, приводящие к появлению характеристического рентгеновского излучения при воздействии на вещество потоком высокоэнергетических электронов либо первичных рентгеновских фотонов. Испущенное в этих процессах рентгеновское излучение может быть использовано для качественного и количественного анализа химического состава исследуемого вещества. Замечательным свойством рентгеновского характеристического излучения является явно выраженная зависимость энергий соответствующих линий рентгеновских переходов от порядкового номера элемента Z . Согласно закону Мозли [120], между длиной волны λ рентгеновской линии и атомным номером Z существует соотношение:

$$\lambda \sim 1/Z^2. \quad (13)$$

Закон Мозли лежит в основе качественного РСФА анализа, так как позволяет установить однозначную связь между измеренными длинами волн характеристического рентгеновского спектра и его атомным номером. Иными словами, качественный РСФА анализ состава образца заключается в идентификации линий, испускаемых образцом, и определении по этим линиям элементов, входящих в его состав. Количественный РСФА анализ основан на измерении интенсивности линий отдельных элементов, находящихся в изучаемом образце. Ясно, что интенсивность линии будет зависеть от количества атомов, ее испустивших, т.е. можно ожидать, что интенсивность той или иной характеристической линии будет пропорциональна концентрации соответствующего элемента [120]:

$$I_A \sim C_A, \quad (14)$$

где I_A — интенсивность некоторой линии элемента A , а C_A — концентрация этого элемента в образце.

При проведении количественного анализа обычно измеряется интенсивность линии в исследуемом образце I_x и интенсивность той же линии I_0 в эталонном образце. Если концентрация искомого элемента в эталоне C_0 , то можно оценить концентрацию C_x в изучаемом образце по соотношению [120]:

$$C_x = C_0(I_x / I_0). \quad (15)$$

Основными узлами современной аппаратуры для проведения РСФА являются:

- 1) интенсивный стабильно работающий источник рентгеновских лучей для возбуждения флуоресцентного излучения анализируемого образца;
- 2) спектрометр для разложения рентгеновского излучения образца в спектр и выделения необходимой аналитической линии;
- 3) устройство, регистрирующее рентгеновское излучение;
- 4) электронная аппаратура, управляющая всеми устройствами рентгеновского прибора;
- 5) вычислительная техника, обеспечивающая обработку экспериментальных данных.

2.9 Технология получения исследуемых наноструктур

Все пленки в работе были получены методом термического осаждения в условиях сверхвысокого вакуума (СВВ) на многомодульном сверхвысоковакуумном комплексе МЛЭ «Ангара» [121]. Данный метод основан на молекулярной эффузии паров исходного вещества (источника) и последующей его кристаллизации на поверхности подложки (технология молекулярно-лучевой эпитаксии). Метод МЛЭ отличается от других технологий изготовления тонких пленок малыми скоростями осаждения пленок (менее 1000 нм/час) и высокими требованиями к вакууму (давление остаточных газов не должно превышать

1×10^{-7} Па). Эти особенности методики МЛЭ позволяют решить следующие задачи при получении тонких пленок [122,98]:

- а) получение монокристаллов высокой чистоты – за счет роста в сверхвысоком вакууме и высокой чистоты потоков вещества;
- б) выращивание сверхтонких структур с резкими изменениями состава на границах – за счет относительно низких температур роста, препятствующих взаимной диффузии;
- в) получение гладких бездефектных поверхностей для гетероэпитаксии – за счет ступенчатого механизма роста, исключающего возможность зародышеобразования;
- г) получение сверхтонких слоев с контролируемой толщиной – за счет точности управления потоками и относительно малых скоростей роста;
- д) создание структур со сложными профилями состава и (или) легирования;
- е) создание структур с заданными внутренними напряжениями растяжения или сжатия.

Малая скорость осаждения позволяет контролировать толщину каждого осаждаемого слоя вплоть до одного атомного слоя. Термин «лучевая эпитаксия» означает процесс, когда после испарения атомы осаждаемого материала попадают на подложку, не взаимодействуя с атомами остаточных газов атмосферы, так как длина свободного пробега испарившихся атомов в условиях сверхвысокого вакуума превышает размеры вакуумной камеры.

В молекулярно-лучевой эпитаксии материал для растущей пленки доставляется на поверхность подложки в виде пучков атомов или молекул, то есть напылением (рисунок 19).

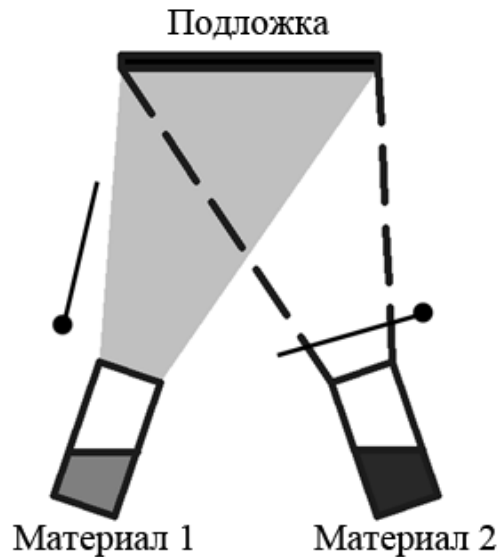


Рисунок 19 – Принципиальная схема метода МЛЭ

В ходе роста температура подложки обычно поддерживается при умеренно повышенных значениях, которые, с одной стороны, достаточно высоки, чтобы прибывающие атомы могли мигрировать по поверхности и встраиваться в решетку, а с другой стороны, не настолько высоки, чтобы вызывать диффузное перемешивание между слоями в объеме уже выращенной пленки. Успех процесса эпитаксии зависит от соотношения между параметрами решетки пленки и подложки, правильно выбранных соотношений между интенсивностями падающих пучков и температуры подложки [122,98].

На практике для получения эпитаксиальных слоев довольно часто используют следующие методики роста, основанные на технологии МЛЭ [123]:

- твердофазная эпитаксия – методика, при которой тонкие слои различных материалов осаждаются на подложку при комнатной температуре в условиях сверхвысокого вакуума. А после напыления образец нагревается до высокой температуры (400–700 °С) для формирования эпитаксиальной структуры;

- реактивная эпитаксия – слой вещества осаждается сразу на нагретую до заданной температуры поверхность подложки. В этом случае перемешивание атомов осаждаемого материала и подложки происходит быстрее вследствие очень активной атомной диффузии;

– молекулярно-лучевая эпитаксия – методика, в которой реализуется одновременное напыление атомов различных веществ в определенном стехиометрическом соотношении на нагретую поверхность подложки. Для обозначения данной методики используют также термины: *совместное осаждение (напыление)* или *соосаждение* материалов.

Схема модульной установки МЛЭ «Ангара» представлена на рисунке 20. Комплекс состоит из трех технологических модулей:

- 1) модуля эпитаксии элементарных полупроводников, металлов и диэлектриков (ЭПМ);
- 2) модуля анализа и подготовки подложек (ПАП);
- 3) модуля эпитаксии полупроводниковых соединений (ЭПС);

Вакуумно-механическая система комплекса включает также модуль загрузки и выгрузки подложек (ЗВП), систему транспорта подложек, систему предварительной откачки и получения сверхвысокого вакуума.

Камеры ЭПМ, ПАП и ЭПС представляют собой цилиндры из нержавеющей стали диаметром 500 мм и длиной 1000 мм, установленные на отдельных станинах. Предельный вакуум составляет 10^{-10} Торр (1×10^{-8} Па). Все камеры, включая модуль загрузки и выгрузки подложек, соединены пневматическими шиберными затворами, которые позволяют соединять и разъединять камеры без нарушения вакуума в системе. Все конструкционные элементы выполнены из немагнитных материалов.

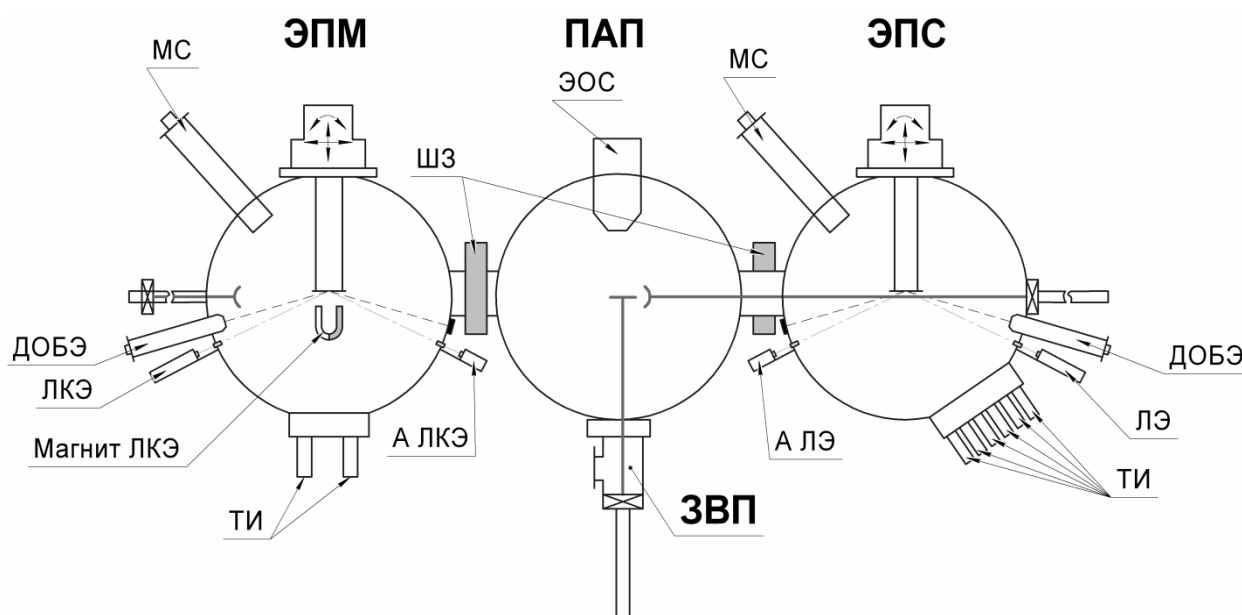


Рисунок 20 – Схема установки МЛЭ «Ангара». ЭПМ – модуль эпитаксии элементарных полупроводников, металлов и диэлектриков; ЭПС – модуль эпитаксии полупроводниковых соединений; ПАП – модуль анализа и подготовки подложек; ЗВП – модуль загрузки и выгрузки подложек; ТИ – тигельные испарители; ЛКЭ – лазерный керр-эллипсометр (А – анализатор); ЛЭ – лазерный эллипсометр (А – анализатор); ДОБЭ – дифрактометр отраженных быстрых электронов; МС – масс-спектрометр; ШЗ – шиберный затвор

Все эксперименты были проведены в камере ЭПС, базовый вакуум которой составляет порядка 1.3×10^{-8} Па. В камере имеется возможность напыления таких материалов, как Fe, Si, Au, Sb, Cu, SiO. Для нагрева и очистки подложек в камере имеется печь, которая позволяет нагревать образцы до температуры порядка 1000 °С. Печь выполнена в виде спирали-меандра из тантала и защищена термоизоляционным корпусом [124].

Для обеспечения точной установки образца при оптических и дифракционных *in situ* измерениях, а также для механического перемещения образцов в камере реализован манипулятор с пятью степенями свободы, к которому прикреплен держатель подложек и нагревательная печь. Кроме того, конструкция камеры позволяет вращать подложку на 360°. Аналитические

средства установки МЛЭ «Ангара» включают также масс-спектрометр MX-7304 для контроля остаточных газов и молекулярных пучков.

2.9.1 Напылительная система

В проведенных экспериментах напыление осуществлялось термическим испарением материалов (железа и кремния), расположенных в отдельных тиглях из термостойкого нитрида бора (BN). В связи с тем, что источники при напылении разогреваются до температур выше 1000 °С, в камере имеется система внешнего водяного охлаждения испарителей. Данная нагревательная система позволяет распылять материалы при скоростях в диапазоне от 0.5 до 5 Å/мин без угрозы разрушения нагревателей. Регулирование скорости распыления материалов осуществляется изменением температуры источника. Весь контроль процесса нагрева и поддержания заданных значений температур реализуется автоматизированной системой управления, которая позволяет независимо и одновременно управлять технологическими процессами нескольких источников как под контролем оператора, так и в автоматическом режиме. Такая система дает возможность проводить напыления из двух и более источников одновременно – совместное осаждение. Автоматический комплекс управления включает в себя персональный компьютер и контроллер «Технолог-2» (разработан и создан ИФП СО РАН, г. Новосибирск), где связь между ними осуществляется по интерфейсу USB с прилагаемым программным обеспечением. Сам управляющий контроллер «Технолог-2» связан в свою очередь с блоками нагрева источников [124].

Скорости осаждения каждого материала (Fe и Si) были определены в работе из анализа данных о толщине пленок, полученных методом лазерной отражательной эллипсометрии и рентгеноспектрального флуоресцентного анализа. В различных экспериментах скорости осаждения материалов различались: для железа они лежали в пределах от 0.1 до 0.41 нм/мин, а для кремния – от 0.1 до 1.1 нм/мин.

Из многочисленных источников известно, что напыление какого-либо материала под углом к рабочей поверхности подложки может влиять на магнитные, структурные, электрические свойства пленки [125–127].

Особенностью установки МЛЭ «Ангара» является то, что поток напыляемого материала Fe поступает на поверхность подложки под некоторым углом (рисунок 21), что формирует так называемое *косое напыление*. На базе чертежей сверхвысоковакуумной установки «Ангара» была построена 3D-модель модуля ЭПМ со всеми конструктивными особенностями, на основании которой были установлены все конструкционные углы, относящиеся к взаимному расположению осей молекулярного потока Fe, дифрактометра ДОБЭ и подложки (рисунок 21). В данной системе можно выделить несколько главных направлений: ось молекулярного потока железа *a* (она же ось напыления), нормаль к поверхности образца и кристаллографические оси подложки.

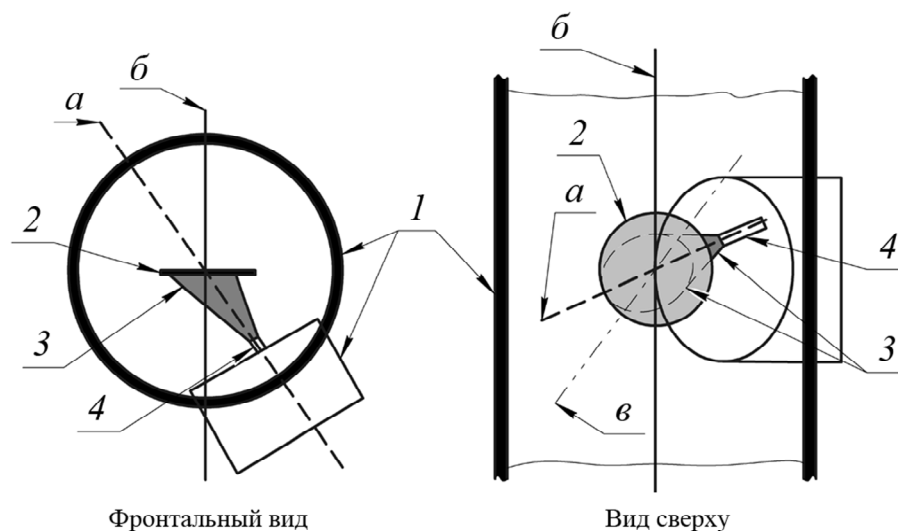


Рисунок 21 – Расположение и геометрия напылительных элементов модуля ЭПС установки МЛЭ «Ангара»: (1) – корпус модуля; (2) – подложка; (3) – поток Fe; (4) – источник Fe; (*a*) – ось потока Fe; (*b*) – ось модуля; (*v*) – ось ДОБЭ

Для полного описания характеристик «косого напыления» в установке был оценен и угол падения потока Fe к нормали подложки, который составил 37° (рисунок 22).

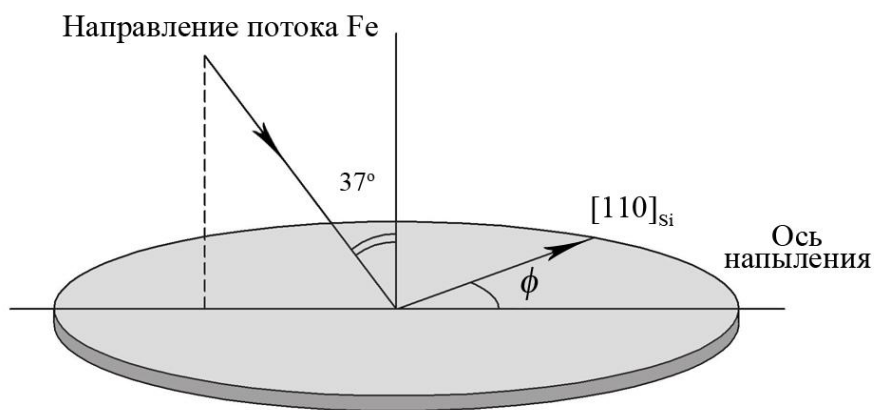


Рисунок 22 – Угол падения потока Fe на подложку Si

Система отсчета в данной работе была выбрана следующим образом. За величину *азимутального угла напыления* был выбран угол ϕ (рисунок 22) между кристаллографическими осями подложки и плоскостью потока напыляемого железа. Для пленок, напыленных на подложку Si(001), за ось отсчета была взята $[110]_{\text{Si}}$, а для напыленных на подложку Si(111) – ось $[\bar{1}\bar{1}0]_{\text{Si}}$.

2.9.2 Технология приготовления подложек

В данной работе все пленки были получены на пластинах кремния диаметром 60 мм с ориентацией поверхности (001) и (111), удельное сопротивление которых составляло порядка 5–15 Ом·см. Перед синтезом каждая подложка подвергалась химической обработке на воздухе с последующим термическим отжигом в сверхвысоком вакууме. В зависимости от поставленной задачи подложки подвергались различным термическим процедурам.

На первом этапе все подложки подвергались химической обработке, которая основана на методике, предложенной в работе [128], и состоит из трех этапов: обезжиривания, удаления естественного слоя оксида с подложки Si и

формирования пассивационной пленки из оксида (SiO_2) толщиной ~ 1.5 нм на поверхности Si. Детали химической подготовки представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Технология химической обработки

1. Удаление органики в горячем растворе, состоящем из водного аммиака (NH_4OH), перекиси водорода (H_2O_2) и бидистиллированной воды (H_2O) в соотношении: $\text{NH}_4\text{OH}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O} = 1:1:1$ при $T = 75^\circ\text{C}$; время выдержки в растворе 120 секунд
2. Удаление естественного оксида кремния (SiO_2) осуществлялось выдержкой пластины в 40% растворе фтористо-водородной кислоты (HF) при комнатной температуре в течении 30 секунд
3. Окисление в растворе $\text{NH}_4\text{OH}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O} = 1:1:1$ при комнатной температуре в течении 30 секунд
4. Сушка пластин в парах изопропилового спирта ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$)
* После каждой стадии химической обработки осуществляется тщательная очистка пластин бидистиллированной водой.

После химической обработки подложка загружалась в камеру сверхвысокого вакуума, где она отжигалась при определенных условиях. Для получения атомарно чистой поверхности подложки Si(001) и Si(111) подвергались термическому отжигу, который заключался в следующем: пластина Si постепенно нагревалась в течении 3 часов до 650°C со средней скоростью 4°C в минуту и выдерживалась при этой температуре 15 минут, при этом давление в камере не поднималось выше 5.6×10^{-7} Па. Далее осуществлялся резкий нагрев подложки до 800°C , с 30-секундной выдержкой, после чего температура снова снижалась до 650°C . Весь процесс очистки контролировался *in situ* методом ДОБЭ. Данные «импульсы» производились до тех пор, пока на дифракционной картине не появлялись дополнительные рефлексы от реконструированной поверхности (рисунок 23), что свидетельствовало о получении атомарно чистой поверхности кремния.

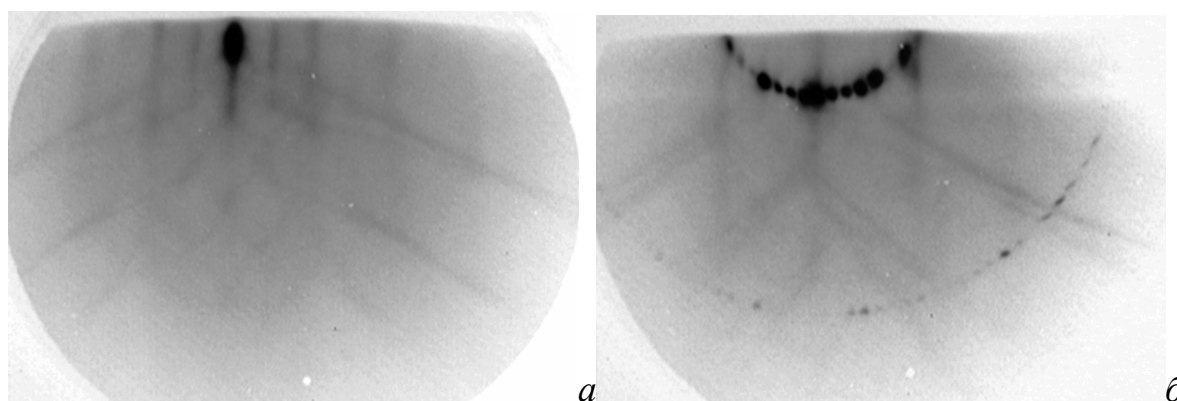


Рисунок 23 – картины ДОБЭ после термического отжига от:

(а) – Si(001) 2×1; (б) – Si(111) 7×7

В случае, когда напыление пленок Fe осуществлялось на поверхность, покрытую буферным слоем SiO_2 , подложки подвергались дополнительным процедурам, а именно: после получения атомарно чистой поверхности пластина извлекалась из вакуумной камеры (в среде азота) и производилось дополнительное химическое окисление в растворе $\text{NH}_4\text{OH}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O} = 1:1:1$ при $T = 75^\circ\text{C}$ в течение 30 минут. Данная процедура проводилась для получения на поверхности ровного слоя оксида SiO_2 , толщина которого, по данным быстродействующей спектральной эллипсометрии, составляла около 1 нм. После дополнительной химической обработки на воздухе подложка снова помещалась в вакуумную камеру, где отжигалась в течение 4 часов при температуре около 350°C .

Особенности приготовления подложек для напыления методом твердофазной эпитаксии

Во всех случаях после очистки подложки отжигом (как с получением атомарно чистой поверхности, так и с получением на поверхности кремния тонкого слоя SiO_2) образец остывал в течение 12–20 часов до комнатной температуры. Далее при комнатной температуре поверхности осуществлялось осаждение пленки железа. После напыления подложка нагревалась до заданной температуры со скоростью 30–50 градусов в минуту, и проводился отжиг в

течение 60 минут (с учетом времени разогрева). По завершении всех процедур образец остывал в течение 12 часов в условиях вакуума.

Особенности приготовления подложек для напыления методом реактивной эпитаксии

Сразу после проведения очистки поверхности подложки высокотемпературным отжигом (с получением атомарно чистой поверхности либо с получением на поверхности кремния тонкого слоя SiO_2), температура подложки снижалась до заданного значения и приходила в равновесное состояние в течение 2 часов. После этого на нагретую поверхность проводилось напыление пленки железа или соосаждение Fe/Si при заданной температуре.

Глава 3 Формирование структур Fe на Si(001) 2×1 при твердофазной эпитаксии и реактивной эпитаксии

3.1 Структуры Fe, полученные методом твердофазной эпитаксии

Все структуры Fe были получены на подложках кремния, которые прошли обработку с получением реконструкции поверхности – Si(001) 2×1. На первом этапе напыление железа осуществлялось на поверхность при комнатной температуре, а далее образец подвергался отжигу при заданной температуре в течение 60 минут, при этом эффективная толщина полученных структур составляла 1.5÷2.0 нм. В проведенных исследованиях были использованы три значения температуры отжига: 150, 300, 450 °С.

При исследовании *in situ* структурных свойств полученных пленок методом ДОБЭ для всех трех случаев на первом этапе (напыление при комнатной температуре) на дифракционной картине наблюдались диффузные кольца Дебая, характерные для дифракции электронов «на прохождение» через трехмерные (3D) островки (рисунок 24). Для расшифровки данной дифрактограммы был проведен расчет межплоскостных расстояний для обнаруженных колец по формуле (1). Визуально на дифракционной картине определяются три кольца. В результате расчета были получены значения межплоскостных расстояний равные 0.202, 0.116 и 0.101 нм для каждого рефлекса соответственно. Сравнивая полученные значения с межплоскостными расстояниями для ОЦК-Fe, известными в литературе (PDF 4+, # 00-006-0696) [129], можно заключить, что данные кольца соответствуют (110), (112) и (220) отражениям для ОЦК-Fe. Кроме того, по ширине рефлексов были качественно оценены размеры кристаллитов для полученной пленки. Из [99, с. 209 и 100, с. 106] известно, что дифракционная картина такой геометрии, с сильно диффузными кольцами, может соответствовать структуре, состоящей из кристаллитов размером менее 10 нм. Таким образом,

полученную пленку можно охарактеризовать как структуру поликристаллического ОЦК-Fe с размером кристаллитов менее 10 нм.

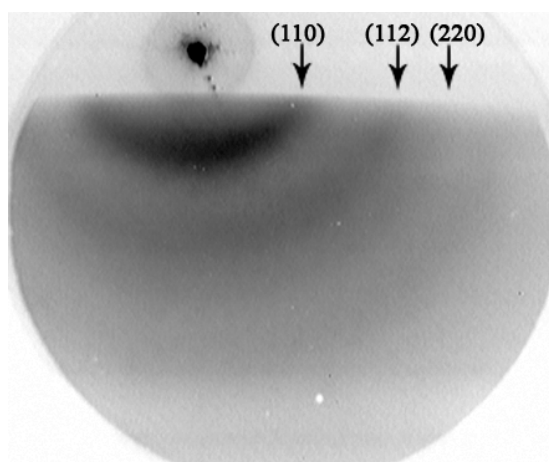


Рисунок 24 – Картина ДОБЭ от структуры, полученной напылением Fe на поверхность Si(100) 2×1 при комнатной температуре

Для поликристаллической структуры железа, полученной при температуре отжига 150 °C в течение 1 часа, на дифрактограмме наблюдается схожая картина: рефлексy в виде колец от плоскостей (110) и (112), при этом ширина их уменьшилась, а контраст с фоном усилился (рисунок 25). Отсюда можно сделать

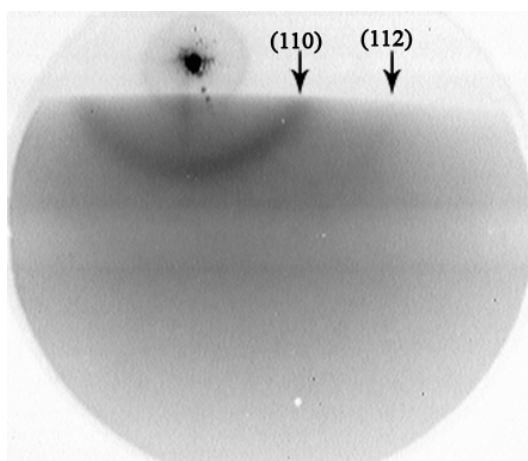


Рисунок 25 – Картина ДОБЭ от структуры, полученной напылением Fe на поверхность Si(100) 2×1, после отжига при температуре 150 °C

вывод о том, что на поверхности по-прежнему находится поликристаллическая структура железа, но размер кристаллитов больше, чем у пленки, полученной при комнатной температуре.

После отжига слоя железа при $T = 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течении 1 часа на картине ДОБЭ так же, как и в предыдущем эксперименте, остались кольца (110) и (112) от поликристаллической структуры ОЦК-железа (рисунок 26), но они стали еще более узкими по сравнению с картиной для пленки, полученной отжигом при $150\text{ }^{\circ}\text{C}$. Это свидетельствует о том, что размер кристаллитов увеличился еще больше.

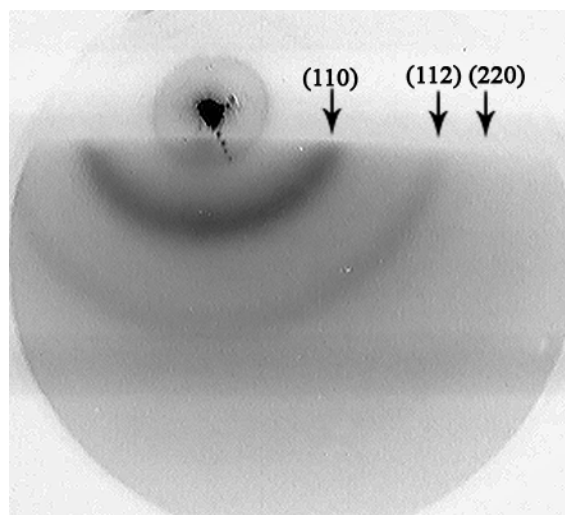


Рисунок 26 – Картина ДОБЭ от структуры, полученной напылением Fe на поверхность Si(100) 2×1 , после отжига при температуре $300\text{ }^{\circ}\text{C}$

В процессе отжига слоя поликристаллического ОЦК-железа при температуре $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 1 часа на дифракционной картине произошел ряд изменений (рисунок 27): по-прежнему остались кольца (110) и (112) от поликристаллической ОЦК-структуры – пленка железа; дополнительно появились вытянутые рефлекссы. Появление новых рефлекссов данной геометрии можно объяснить дифракцией «на просвет» от 3D-островков, ширина основания которых значительно больше их высоты (плоские островки). Из сопоставления расчетной дифракционной картины для $\beta\text{-FeSi}_2$ [14] с экспериментальной был сделан вывод о том, что данные рефлекссы соответствуют структуре $\beta\text{-FeSi}_2$.

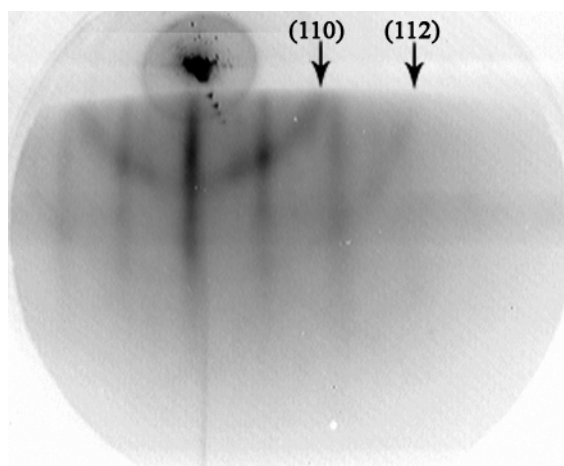


Рисунок 27 – Картина ДОБЭ от структуры, полученной напылением Fe на поверхность Si(100) 2×1, после отжига при температуре 450 °C

Таким образом, проведенное исследование показало, что при напылении слоя Fe толщиной 1.5÷2.0 нм на поверхность Si(001) 2×1 при комнатной температуре формируется поликристаллическая структура ОЦК-железа. Далее выявлено, что термический отжиг до 300 °C в течении 60 минут приводит к укрупнению кристаллитов, но сохраняет фазовый состав пленки. В свою очередь, нагрев поликристаллической пленки железа до 450 °C приводит к химической реакции атомов железа и кремния с образованием островковой структуры β -FeSi₂. Можно говорить также о том, что 60-минутный отжиг недостаточен для того, чтобы все атомы железа вступили в химическую реакцию, и в итоге на поверхности присутствует некоторое количество поликристаллического ОЦК-Fe.

3.2 Структуры Fe, полученные методом реактивной эпитаксии

При напылении слоев железа эффективной толщиной 1.5÷2.0 нм на нагретую до 150 °C поверхность Si(001) 2×1 на картине ДОБЭ образовались кольца Дебая (рисунок 28) от поликристаллической структуры. При анализе данной дифрактограммы было установлено, что она соответствует структуре ОЦК-Fe, и на ней идентифицированы отражения от плоскостей (110), (112) и (220), как и для слоев Fe, полученных твердофазной эпитаксией. Видно, что кольца Дебая имеют более контрастные границы и имеют меньшую ширину по сравнению с картиной

для структуры, полученной методом ТФЭ при аналогичной температуре. Это говорит о том, что при данных условиях сформировалась структура, морфология которой характеризуется более крупными кристаллитами.

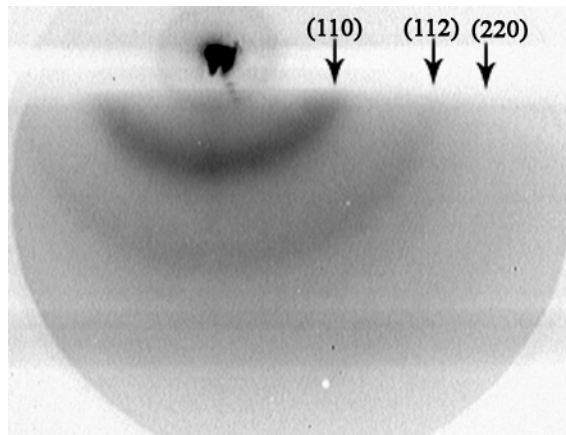


Рисунок 28 – Картина ДОБЭ от структуры, полученной напылением Fe на поверхность Si(100) 2×1 при температуре подложки 150 °С

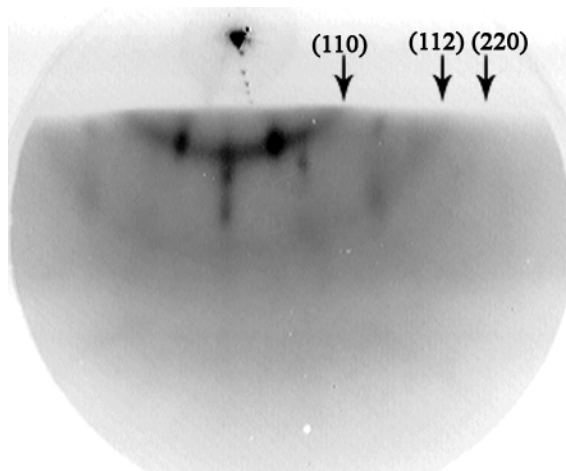


Рисунок 29 – Картина ДОБЭ от структуры, полученной напылением Fe на поверхность Si(100) 2×1 при температуре подложки 300 °С

При напылении слоя железа на нагретую до 300 °С поверхность Si(100) 2×1 на картине ДОБЭ видны как рефлексы в виде точек от дифракции «на прохождение» через трехмерные островки, так и кольца Дебая от поликристаллической структуры (рисунок 29). В результате анализа дифракционных колец, полученная структура была определена как структура

поликристаллического ОЦК-Fe. Рефлексы в виде точек можно разделить на две группы. Первую, основываясь на сопоставлении с расчетной картиной ДОБЭ [19], можно отнести к монокристаллическим островкам силицида γ -FeSi₂. Вторую группу рефлексов – две точки на кольце (110) – можно отнести к эпитаксиальным островкам/кристаллитам ОЦК-Fe.

При напылении железа на нагретую до 450 °С поверхность Si(100) 2×1 образуется пленка из эпитаксиально ориентированных островков: на картине ДОБЭ присутствуют рефлексы в виде точек от дифракции «на прохождение» через трехмерные островки (рисунок 30). Анализ дифракционной картины был произведен на основе расчетных картин ДОБЭ (рисунок 31 а, б), представленных в работах [14,19]. На экспериментальной дифрактограмме рефлексы можно разделить на три группы – от трех структур. Сопоставляя картину ДОБЭ от полученной структуры с расчетными, две группы рефлексов можно отнести к различным ориентациям α -FeSi₂ [19], а третью группу – к фазе γ -FeSi₂ [14].

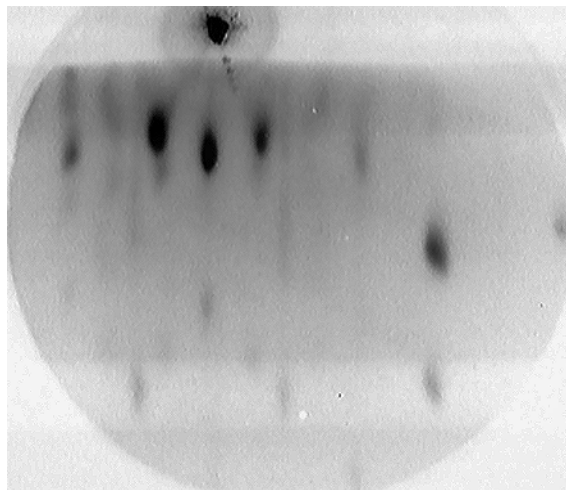


Рисунок 30 – Картина ДОБЭ от структуры, полученной напылением Fe на поверхность Si(100) 2×1 при температуре подложки 450 °С

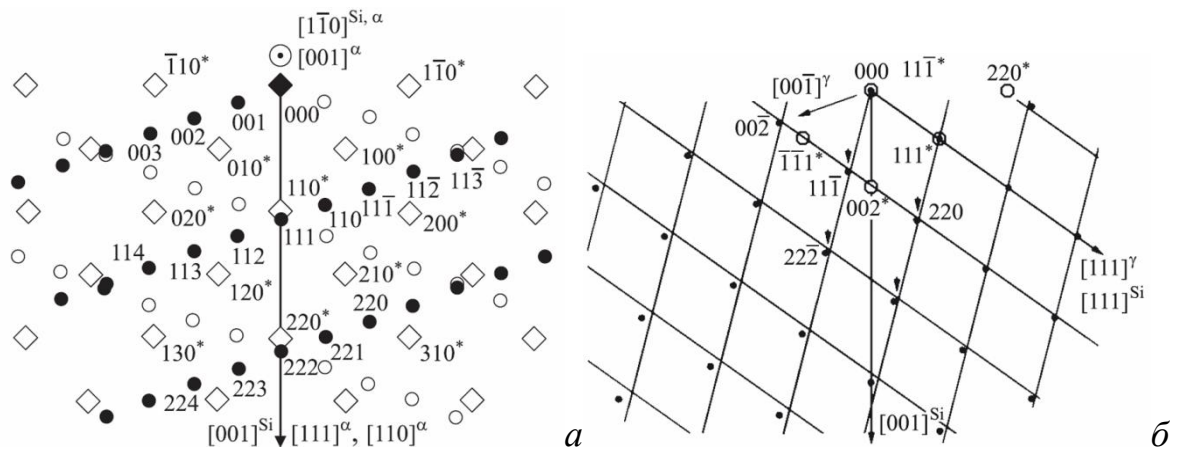


Рисунок 31 – Расчетные картины ДОБЭ «на просвет» для (а) – различных ориентаций силицида α -FeSi₂ [19]; (б) – силицида γ -FeSi₂ [14]

3.3 Исследование структур Fe/Si(001) методами ЭОС и СХПЭЭ

После получения структур Fe/Si(100) был проведен контроль их элементного и химического состава с помощью методов электронной оже-спектроскопии и спектроскопии характеристических потерь энергии электронов [60]. Рассмотрим ЭОС-спектры (рисунок 32) от структур, полученных методами РЭ (рисунок 32, а) и ТФЭ (рисунок 32, б) при различных температурах. Оже-спектры записывались при энергии первичных электронов 3 кэВ в интервале энергий от 30 до 800 эВ.

На приведенных оже-спектрах можно выделить несколько пиков с энергиями 47, 92, 274, 510, 599, 651, 704 эВ, которые можно идентифицировать как низкоэнергетический пик железа (47 эВ), пик кремния (92 эВ), пик углерода (272 эВ), пик кислорода (503 эВ), 599 эВ – первый высокоэнергетический пик Fe (598 эВ), 651 эВ – второй высокоэнергетический пик Fe (651 эВ), 704 эВ – третий высокоэнергетический пик Fe (703 эВ). В скобках указаны значения энергии данных пиков, взятые из атласа спектров чистых элементов [130].

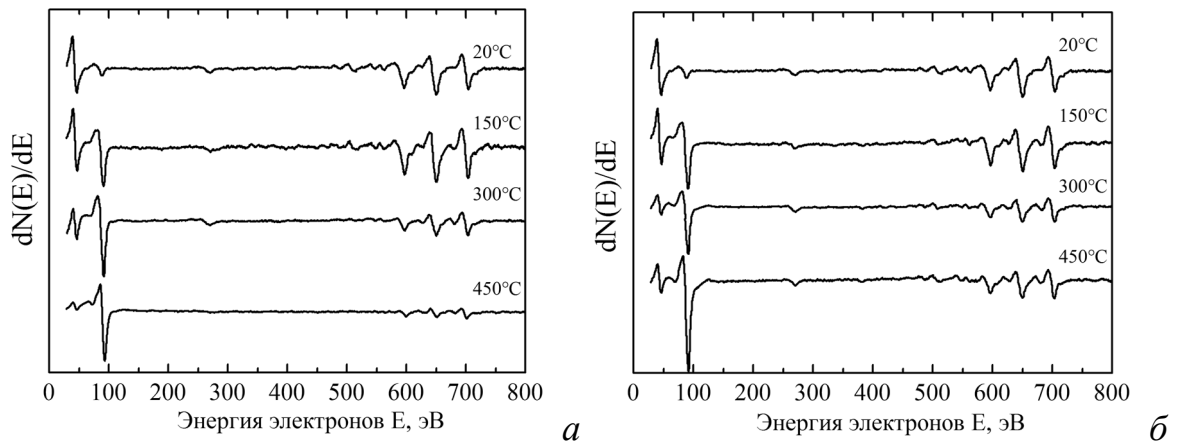


Рисунок 32 – Спектры ЭОС от структур Fe/Si(001) при (а) – реактивной эпитаксии; (б) – твердофазной эпитаксии

Сравнение спектров показывает, что при увеличении температуры интенсивность оже-пика кремния возрастает, в то время как интенсивность низкоэнергетического (47 эВ) и высокоэнергетического (703 эВ) пиков железа уменьшается. Принимая во внимание то, что глубина поверхностного анализа метода ЭОС составляет около 2.5 нм, можно говорить о росте концентрации атомов кремния в исследуемом объеме за счет увеличения взаимодиффузии атомов железа и кремния.

Методом коэффициентов элементной чувствительности [131] были рассчитаны концентрации всех наблюдаемых элементов. Анализ данных о содержании железа, кремния и углерода в исследуемом объеме, полученных в результате обработки спектров ЭОС (рисунок 33), показывает, что при увеличении температуры процесса с 20 до 450 °С возрастает концентрация кремния с 13.2 до 80.6 % для реактивной эпитаксии и с 13.2 до 62.1 % для твердофазной эпитаксии, в то время как концентрация железа падает с 53.6 до 15.1 % для реактивной эпитаксии и с 53.6 до 21.7 % для твердофазной эпитаксии.

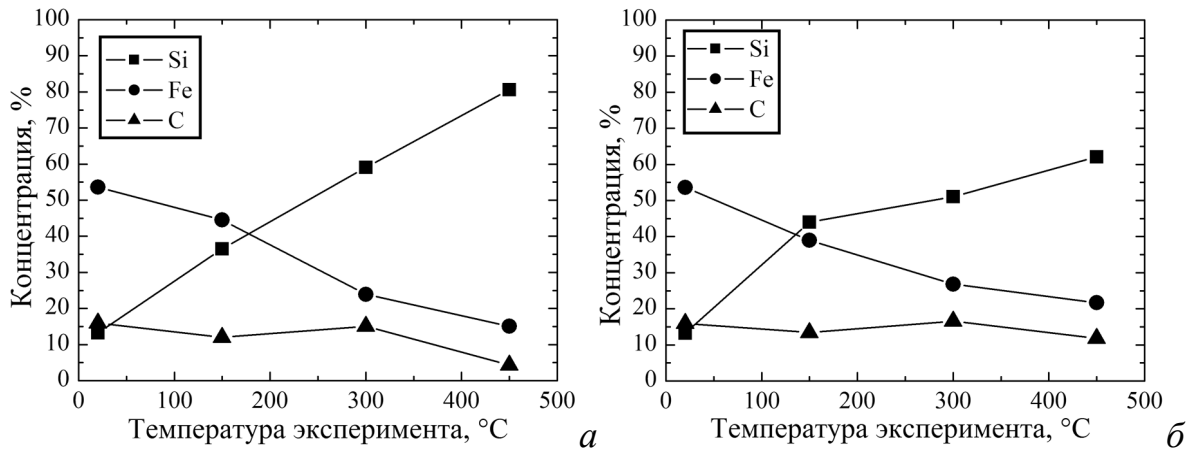


Рисунок 33 – Рассчитанные из ЭОС-спектров значения концентраций элементов при (а) – реактивной эпитаксии; (б) – твердофазной эпитаксии

Данное обстоятельство позволяет говорить о том, что в процессе реактивной эпитаксии большее количество железа вступает в химическую реакцию с кремнием, образуя при этом силициды железа.

Анализ формы и интенсивности пиков Fe (47 эВ) и Si (92 эВ) в соответствии с исследованиями, приведенными в работе [25], дает основания для следующих предположений:

- при напылении железа на поверхность Si(100) при комнатной температуре подложки образуется незначительный раствор железа в кремнии;
- во время процессов реактивной и твердофазной эпитаксии при температуре 150 °C формируются идентичные структуры, по виду оже-спектров похожие на спектры Fe₃Si [25];
- при температуре 300 °C оже-спектры для процессов реактивной и твердофазной эпитаксии отличаются. В первом случае оже-спектры по виду напоминают спектры от FeSi₂, в то время как во втором – от FeSi [25];
- при температуре 450 °C оже-спектры для процессов реактивной и твердофазной эпитаксии опять идентичны и напоминают спектры от FeSi₂ [25].

Спектры характеристических потерь энергии электронов (спектры ХПЭЭ) регистрировались в дифференциальном режиме dN/dE (N – число электронов с энергией E) при энергии первичных электронов 1.2 кэВ. Для количественного

анализа экспериментальные спектры были нормированы на интенсивность упругого пика, продифференцированы и сглажены. На рисунке 34 представлены зависимости d^2N/dE^2 от величины энергетических потерь электронов $E_0 - E$ (E_0 – энергия первичных электронов) для структур, полученных методами реактивной (рисунок 34, а) и твердофазной эпитаксии (рисунок 34, б), при различных температурах. Энергетическое положение пиков потерь энергии электронов определялось по максимумам кривой $-d^2N/dE^2$.

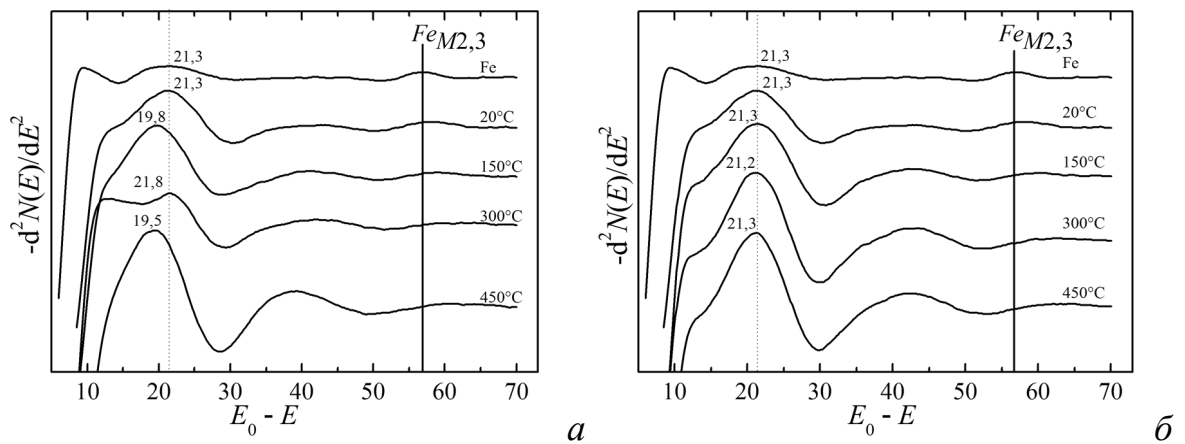


Рисунок 34 – Спектры ХПЭЭ от чистого железа (Fe) и структур, полученных методами (а) – реактивной и (б) – твердофазной эпитаксии при различных температурах

Анализ полученных данных дает возможность заключить, что реактивная эпитаксия приводит к более сильному перемешиванию железа и кремния, так как вид и энергия объемного плазмона претерпевают значительные изменения в зависимости от температуры. В результате твердофазного синтеза энергия объемного плазмона практически не меняется и составляет 21.3 эВ. Данное обстоятельство позволяет предположить, что процессы взаимодиффузии при твердофазном синтезе происходят гораздо медленнее, чем при реактивной эпитаксии.

3.4 Выводы к главе

Установлено, что при напылении Fe толщиной 10 Å на поверхность Si(001) 2×1 при комнатной температуре формируется поликристаллическая пленка ОЦК-железа. Термический отжиг до 300 °С в течении 60 минут приводит к укрупнению кристаллитов, но сохраняет фазовый состав пленки. Нагрев поликристаллической пленки железа до 450 °С приводит к образованию островковой структуры β -FeSi₂ с незначительной долей поликристаллической фазы ОЦК-Fe.

Напыление пленки железа толщиной около 1 нм на нагретую до 150 °С поверхность Si(001) 2×1 приводит к формированию поликристаллической пленки ОЦК-Fe, но с размером кристаллитов бóльшим, чем при ТФЭ с отжигом до 300 °С. При напылении пленки железа на нагретую до 300 °С подложку Si(100) 2×1 на её поверхности формируется структура из смеси фаз: поликристаллическое ОЦК-Fe и монокристаллические островки γ -FeSi₂. В свою очередь, при $T = 450$ °С на поверхности формируются две фазы силицидов железа α -FeSi₂ и γ -FeSi₂.

Анализа данных оже-спектроскопии показал, что при напылении железа на поверхность Si(100) при комнатной температуре подложки образуется незначительный раствор железа в кремнии. В процессе реактивной и твердофазной эпитаксии при температуре 150 °С формируются идентичные структуры, по виду оже-спектров похожие на спектры Fe₃Si. Пленка железа, полученная напылением на нагретую до 300 °С поверхность Si(100), характеризуется оже-спектром по виду напоминающим спектр от FeSi₂, а пленка, полученная отжигом при 300 °С, – спектр от FeSi. Пленки, полученные методиками ТФЭ и РЭ при температуре 450 °С характеризуются оже-спектрами схожими со спектрами от FeSi₂.

Анализ данных о содержании железа, кремния и углерода методами ЭОС и СХПЭЭ позволяет говорить о том, что в процессе реактивной эпитаксии в химическую реакцию с кремнием вступает бóльшее количество железа, чем при

твердофазной эпитаксии, образуя при этом различные силициды железа. Реактивная эпитаксия приводит также к более сильному перемешиванию Fe и Si.

Глава 4 Исследование магнитной анизотропии пленок Fe на Si(001) и Si(111)

В данной главе представлены результаты исследования магнитной анизотропии пленок Fe толщиной около 10 нм, напыленных при комнатной температуре на подложки Si(001) и Si(111). Осаждение железа в представленных исследованиях было осуществлено в пяти различных конфигурациях эксперимента:

- 1) осаждение на чистую поверхность Si(001) с реконструкцией 2×1 – Si(001) 2×1 ;
- 2) осаждение на чистую поверхность Si(111) с реконструкцией 7×7 – Si(111) 7×7 ;
- 3) осаждение на поверхность Si(001) 2×1 , покрытую слоем SiO_2 – $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$ (толщина слоя оксида равна ~ 1 нм);
- 4) осаждение на поверхность Si(111) 7×7 , покрытую слоем SiO_2 – $\text{SiO}_2/\text{Si}(111)$ (толщина слоя оксида равна ~ 1 нм);
- 5) осаждение на поверхность Si(111) 7×7 , покрытую слоем SiO_2 – $\text{SiO}_2/\text{Si}(111)$ (толщина слоя оксида равна ~ 4 нм).

Было проведено исследование зависимости магнитной анизотропии от параметров «косого» напыления и выбора рабочей поверхности. Основным изменяемым параметром в эксперименте стал азимутальный угол φ между осью потока напыляемого железа (в проекции на поверхность подложки) и одним из направлений кристаллографических осей подложки. Так, для подложек Si(001) и Si(111) осью отсчета являлось кристаллографическое направление $\langle 110 \rangle_{\text{Si}}$ (рисунок 35).

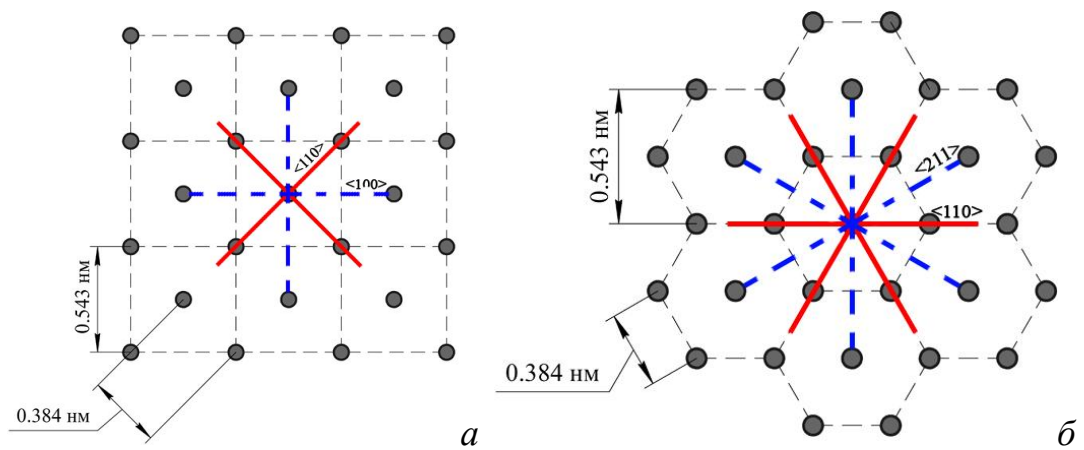


Рисунок 35 – Направления главных кристаллографических осей плоскостей (а) – Si(001) и (б) – Si(111)

Выбор данных кристаллографических осей подложки кремния обусловлен использованием в эксперименте метода ДОБЭ, который позволяет однозначно идентифицировать положения этих осей, привязать их к конструкционным осям СВВ камеры и определить параметры напыления.

При напылении пленок на подложки Si(100) осью отсчета было выбрано направление $\langle 110 \rangle_{\text{Si}}$, и в соответствии с этим в эксперименте были определены углы между главной осью и осью напыления (осью потока): 0° , 10° , 22.5° , 35° , 45° . Данные значения углов были одинаковыми для пленок, напыленных как на чистую поверхность Si(001) 2×1 , так и на покрытую слоем SiO₂. В свою очередь, для экспериментов с использованием подложек Si(111) были выбраны следующие углы: 0° , 30° , 60° , 90° , 120° .

Процесс получения и исследования пленок железа на поверхности SiO₂/Si(111) был разделен на две подсерии: с толстым ($3 \div 4$ нм) и тонким ($0.5 \div 1.0$ нм) слоем SiO₂. Для серии образцов с толстым слоем оксида углы напыления составили 0° , 30° и 90° . Для серии с тонким слоем оксида – 45° , 60° , 120° .

На рисунке 36 представлены изображения кристаллографических осей на полярных диаграммах для поверхностей Si(001) и Si(111) при измерении магнитной анизотропии пленок железа.

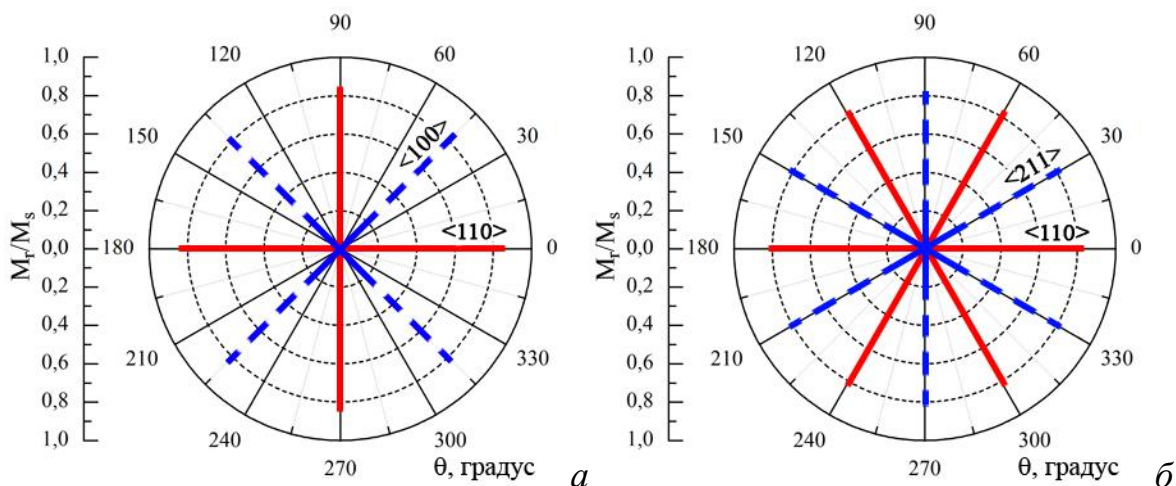


Рисунок 36 – Направления кристаллографических осей на полярных диаграммах для поверхностей (а) – Si(001) и (б) – Si(111)

4.1 Магнитная анизотропия структуры Fe/Si(001) 2×1

На рисунке 37 представлены зависимости нормированной (приведенной) остаточной намагниченности M_r/M_s в плоскости образца в зависимости от угла напыления для пленок железа, полученных на чистой поверхности Si(001) 2×1. На изображениях видно, что для пленок, полученных при углах напыления 0° , 10° , 22.5° (рисунок 37, а–в), указанная зависимость близка по форме к окружности. Это свидетельствует о том, что в данных пленках магнитная структура изотропна относительно поворота в плоскости. Но уже при углах напыления 35° и 45° (рисунок 37, г–д) наблюдается изменение формы: зависимость становится по форме близкой к четырехугольнику, в которой можно выделить две оси легкого намагничивания (ОЛН). При сопоставлении данных кривых с кристаллографическими осями подложки видно, что эти ОЛН лежат близ главных кристаллографических осей поверхности Si(100), а именно $\langle 100 \rangle_{\text{Si}}$.

На рисунке 37, е представлена зависимость максимального значения остаточной намагниченности M_r^{max} для пленок Fe/Si(001) 2×1 от угла напыления. На ней видно, что при углах, близких к 45 градусам (т.е. поток напыляемого железа сонаправлен с осью $\langle 100 \rangle_{\text{Si}}$ подложки), наблюдается резкое снижение намагниченности (примерно в 5 раз).

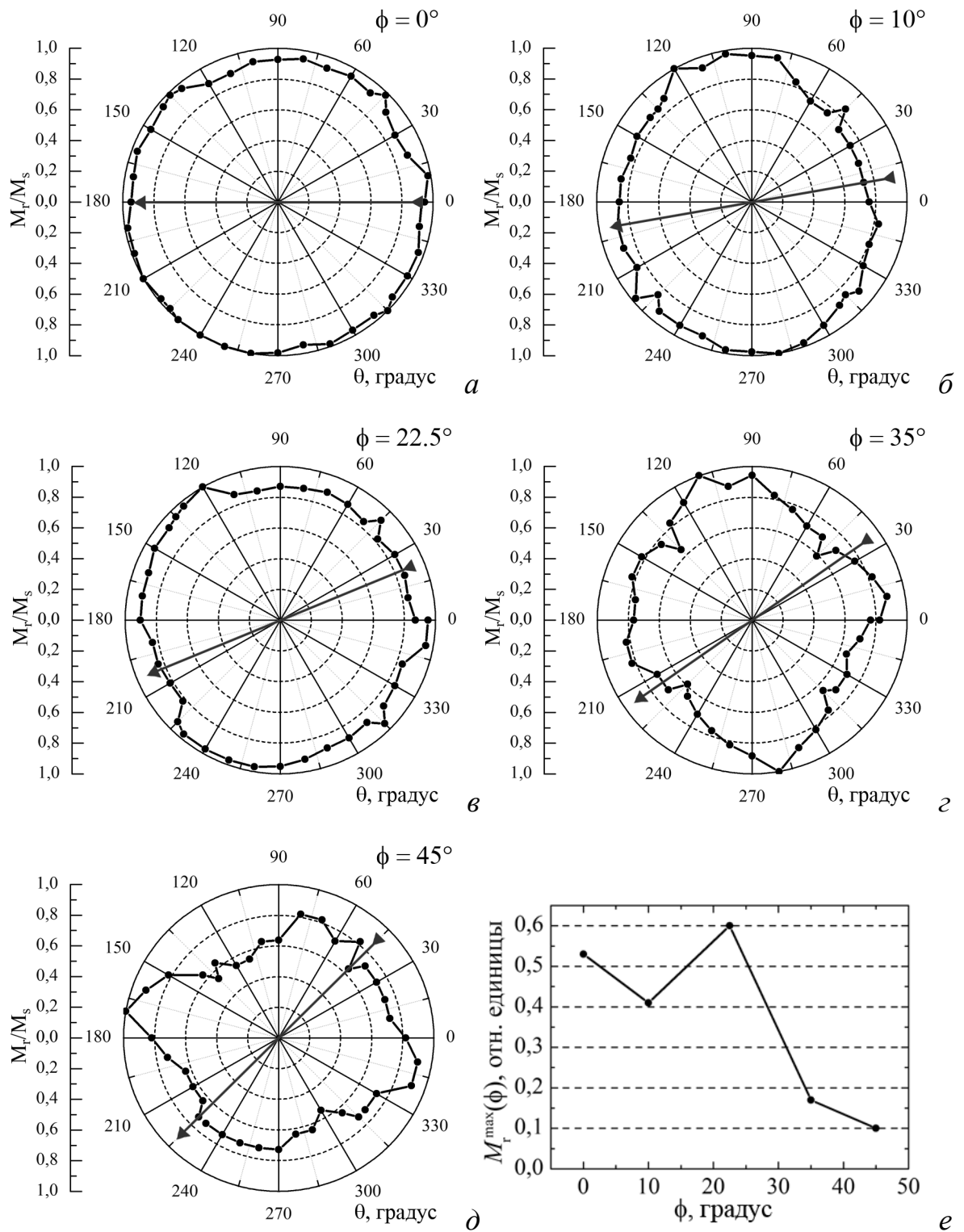


Рисунок 37 – (a–d) – полярные диаграммы приведенной остаточной намагниченности и (e) – значения остаточной намагниченности $M_r^{\max}$ для пленок Fe на Si(001) 2×1

На рисунке 38, *a* представлена картина дифракции отраженных быстрых электронов для пленки железа, полученной на Si(001) 2×1 . Стоит отметить, что данная геометрия дифракционной картины характерна для всех образцов, полученных на Si(001) 2×1 . Полученные при других азимутальных углах дифрактограммы также сохраняют представленную геометрию.

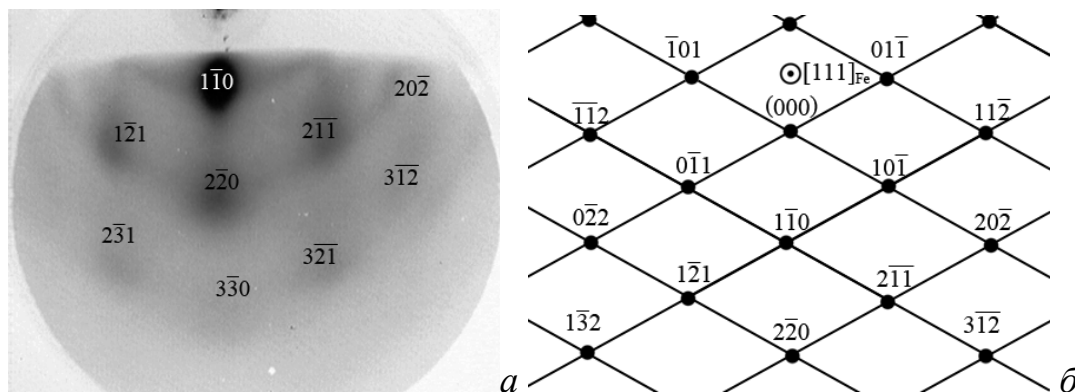


Рисунок 38 – (*a*) – картина ДОБЭ от пленки Fe на Si(001) 2×1 , снятая в направлении $[110]_{\text{Si}}$; (*b*) – расчетная картина ДОБЭ для ОЦК-Fe в направлении $[111]_{\text{Fe}}$ $[132]$

На представленной дифрактограмме присутствуют рефлексы в виде точек (пятен) от дифракции «на прохождение» через трехмерные эпитаксиальные островки, которые имеют высокую степень диффузности. На дифракционной картине можно выделить также слабо различимые кольца Дебая от поликристалла. Для расшифровки картины была построена расчетная дифрактограмма «на прохождение» (рисунок 38, *b*) по формулам (3) и (5) для структуры ОЦК-железа с параметром ячейки $a = 0.286$ нм (PDF 4+, # 00-006-0696) [129], геометрия которой согласуется с [132, с. 149]. Из сопоставления экспериментальной дифракционной картиной с расчетной можно заключить, что представленная дифрактограмма соответствует эпитаксиальным монокристаллическим островкам ОЦК-Fe, причем $(110)_{\text{Fe}} \parallel (001)_{\text{Si}}$.

4.2 Магнитная анизотропия структуры Fe/SiO₂/Si(001)

При напылении пленки железа толщиной 10 нм на подложку Si(001), покрытую буферным слоем SiO₂ (~ 1.5 нм), характер магнитной анизотропии меняется по сравнению с тем, который был обнаружен для образцов, полученных на атомарно чистой поверхности Si(001) 2×1 (рисунок 39). Полярные диаграммы нормированной остаточной намагниченности M_r/M_s имеют явно выраженную одноосную анизотропию.

Главной особенностью поведения анизотропии является то, что ось трудного намагничивания (ОТН) явно зависит от угла напыления, т.е. от взаимной ориентации потока напыляемого материала и кристаллографии подложки. Детальный анализ характера анизотропии показывает, что расположение ОТН относительно кристаллографических осей определяется только направлением потока, а именно: ось трудного намагничивания всегда перпендикулярна оси потока напыляемого железа, и ее положение не зависит от ориентации кристаллографических осей подложки в эксперименте. В свою очередь, значения поля анизотропии H_a и коэрцитивной силы H_c зависят от взаимной ориентации потока материала и кристаллографии подложки (рисунок 40), а максимальное значение остаточной намагниченности M_r^{max} остается одинаковым для всех образцов.

Величину поля одноосной магнитной анизотропии можно получить из значения поля насыщения $H_s = H_a$ на кривой намагничивания, измеренной во внешнем поле вдоль направления трудного намагничивания. Так, при угле напыления в 45°, когда поток материала сонаправлен с осью <100>_{Si} подложки, наблюдается максимальное значение обеих зависимостей.

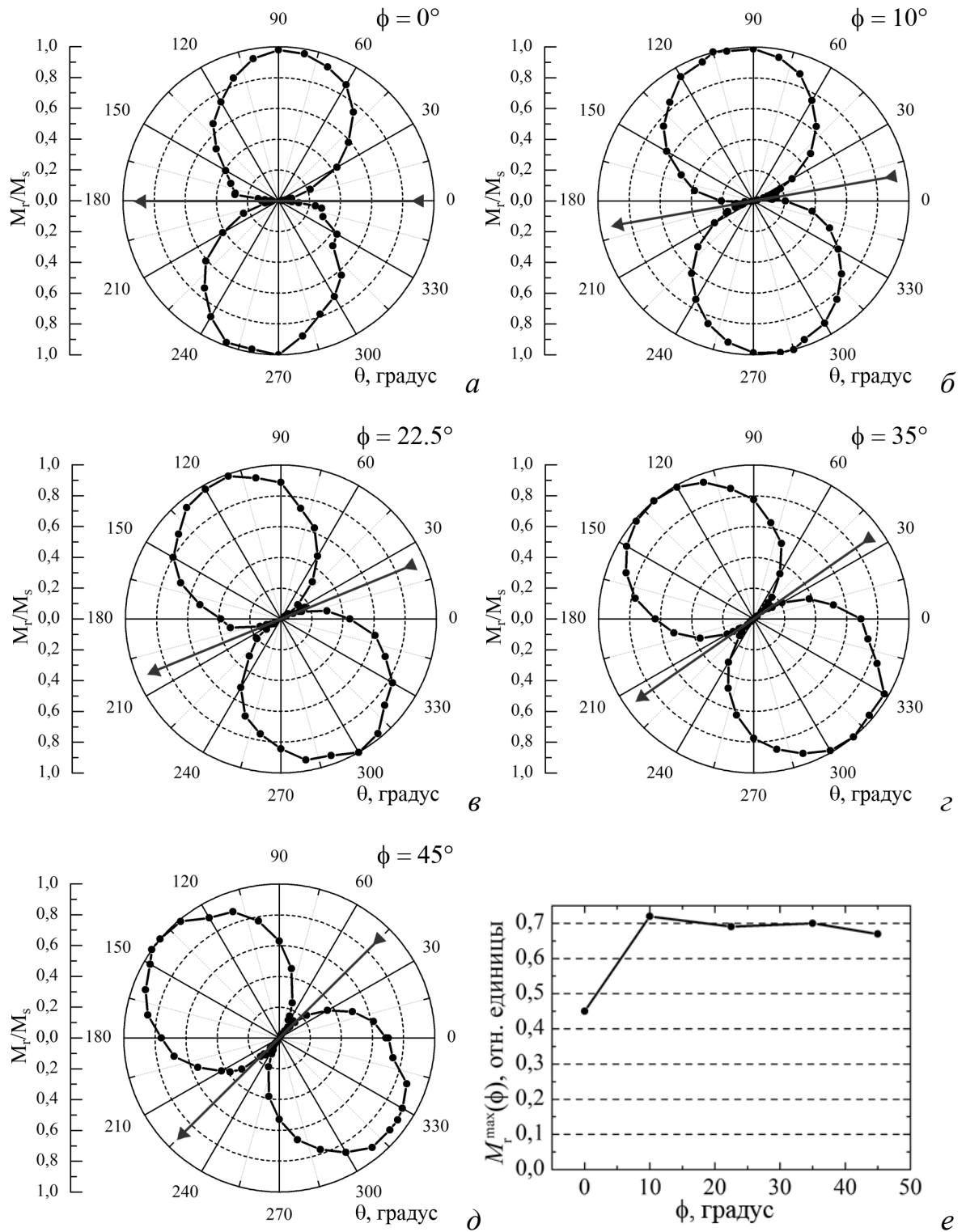


Рисунок 39 – (a–d) – полярные диаграммы приведенной остаточной намагниченности и (e) – значения остаточной намагниченности $M_r^{\max}$ для пленок Fe на SiO₂/Si(001)

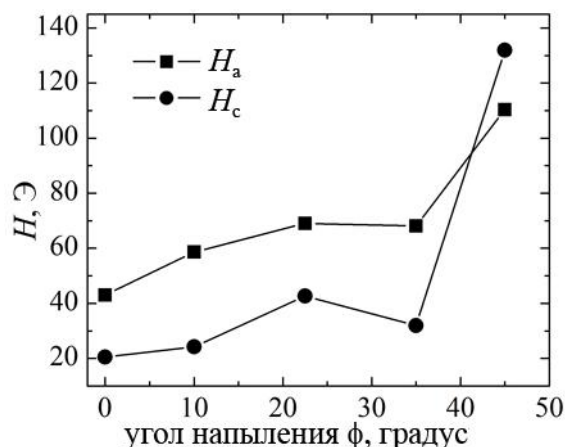


Рисунок 40 – Зависимости поля анизотропии H_a и коэрцитивной силы H_c для Fe/SiO₂/Si(001) от угла напыления

Таким образом, можно сделать вывод о том, что для пленок железа, напыленных на подложку кремния Si(001) с тонким слоем SiO₂, кристаллографическая ориентация подложки относительно оси напыления не влияет на ориентацию оси легкого намагничивания и симметрию магнитной анизотропии, но оказывает влияние на величину поля магнитной анизотропии пленки Fe.

Исследование методом ДОБЭ структурных свойств слоев Fe, напыленных на SiO₂/Si(001) (рисунок 41, а), показывает, что полученные при данных условиях пленки характеризуются поликристаллической структурой, причем размер кристаллитов относительно маленький, менее 60 нм. Данный вывод получен из того факта, что на картине ДОБЭ присутствуют кольца Дебая, характерные для поликристаллической структуры с высокой степенью диффузности. Из анализа размытости колец сделан вывод о размере частиц [100].

Для расшифровки данной дифрактограммы была рассчитана и построена теоретическая дифракционная картина для поликристалла по формуле (3) для кубической ОЦК структуры Fe с учетом запрещенных рефлексов [99, с. 212].

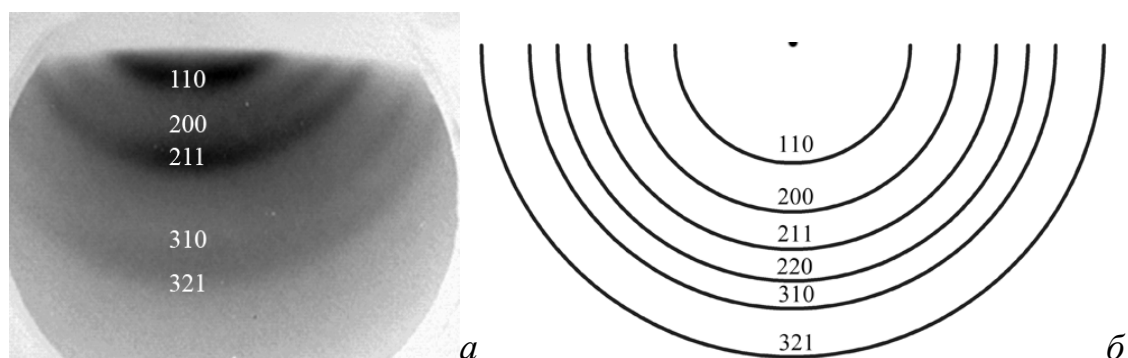


Рисунок 41 – (а) – картина ДОБЭ от пленки Fe на $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$;
(б) – расчетная картина ДОБЭ для поликристалла ОЦК-Fe

Из сопоставления теоретических и экспериментальных данных установлено, что структура, полученная при напылении железа на поверхность $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$ при комнатной температуре, является поликристаллической пленкой ОЦК-железа.

4.3 Магнитная анизотропия структуры Fe/Si(111) 7×7

Далее представлены результаты исследования магнитной анизотропии пленок железа, полученных на атомарно чистой поверхности Si(111) 7×7 . На рисунке 42 представлены полярные диаграммы приведенной остаточной намагниченности M_r/M_s в плоскости пленки в зависимости от угла напыления.

Представленные характеристики имеют явную одноосную анизотропию для всех образцов этой серии. Магнитная анизотропия пленок железа, полученных на атомарно чистых поверхностях Si(111) 7×7 и Si(001) 2×1 , имеют разный характер.

Более глубокий анализ зависимости магнитной анизотропии от угла напыления показывает, что ОН следует за осью напыления неявным образом. Так, к примеру, при направлении потока Fe параллельно оси $[\bar{1}10]_{\text{Si}}$ подложки, ОН не перпендикулярна потоку, как в случае с $\text{SiO}_2/\text{Si}(100)$, а имеет поворот на 60° . Это означает, что ОН перпендикулярна оси $[\bar{1}01]_{\text{Si}}$ подложки.

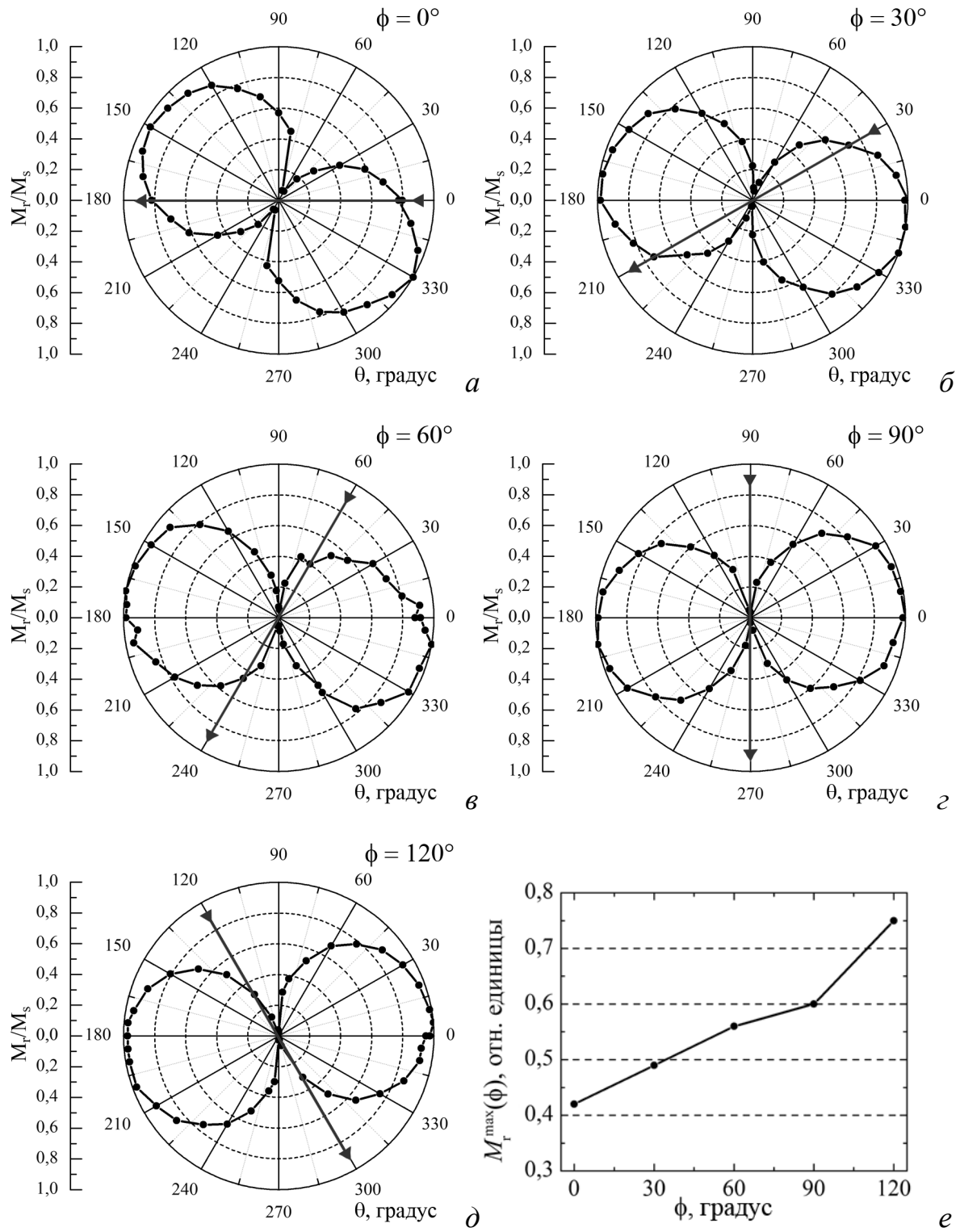


Рисунок 42 – (a–d) – полярные диаграммы приведенной остаточной намагниченности и (e) – значения остаточной намагниченности $M_r^{\max}$ для пленок Fe на Si(111) 7×7

Далее, при повороте потока на 30° и 60° наблюдается смещение ОТН вслед за потоком в пределах 30° (угол между осями $[\bar{1}01]_{\text{Si}}$ и $[\bar{1}\bar{1}2]_{\text{Si}}$). И при направлении потока Fe в 90° от угла отсчета ось трудного намагничивания ложится ровно перпендикулярно потоку Fe при напылении, т.е. направлена по оси $[\bar{1}\bar{1}2]_{\text{Si}}$.

Из анализа всех углов поворота ОТН относительно угла напыления можно заключить, что ось трудного намагничивания стремится «лечь» на главные кристаллографические оси $\langle 112 \rangle_{\text{Si}}$ и $\langle 110 \rangle_{\text{Si}}$ подложки Si(111), но при некоторых условиях она отклоняется от этих осей. Данное поведение можно объяснить влиянием одновременно двух факторов: «косого» напыления и наличия вицинальных ступеней на поверхности Si(111) 7×7 . Влияние вицинальных ступеней подложки Si(111) на магнитные свойства пленки подтверждаются работами [133,134], где были исследованы пленки Co и Fe на Si(111).

Зависимости поля анизотропии H_a и коэрцитивной силы H_c для пленки Fe на поверхности Si(111) 7×7 от угла напыления представлены на рисунке 43. Можно отметить, что при изменении угла поворота от 0 до 120 градусов поле анизотропии H_a и коэрцитивная сила H_c увеличиваются практически в два раза, от 20 до 40 Э для H_c и от 64 до 130 Э для H_a .

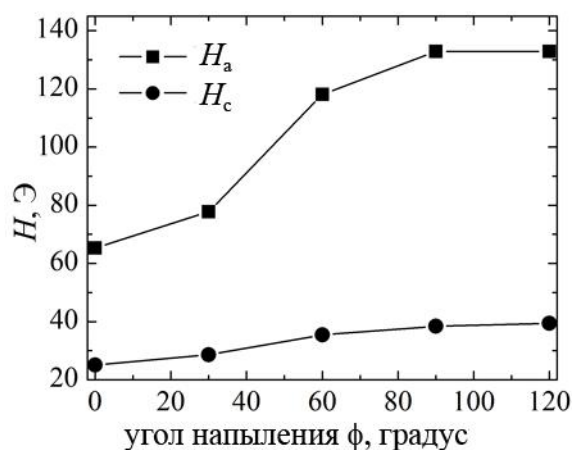


Рисунок 43 – Зависимости поля анизотропии H_a и коэрцитивной силы H_c для Fe/Si(111) 7×7 от угла напыления

На рисунке 44, а представлена дифракционная картина от Fe/Si(111) 7×7 , характерная для всех пленок этой серии. Здесь видны рефлексy в виде

диффузных точек (пятен) от дифракции «на прохождение» через трехмерные монокристаллические островки.

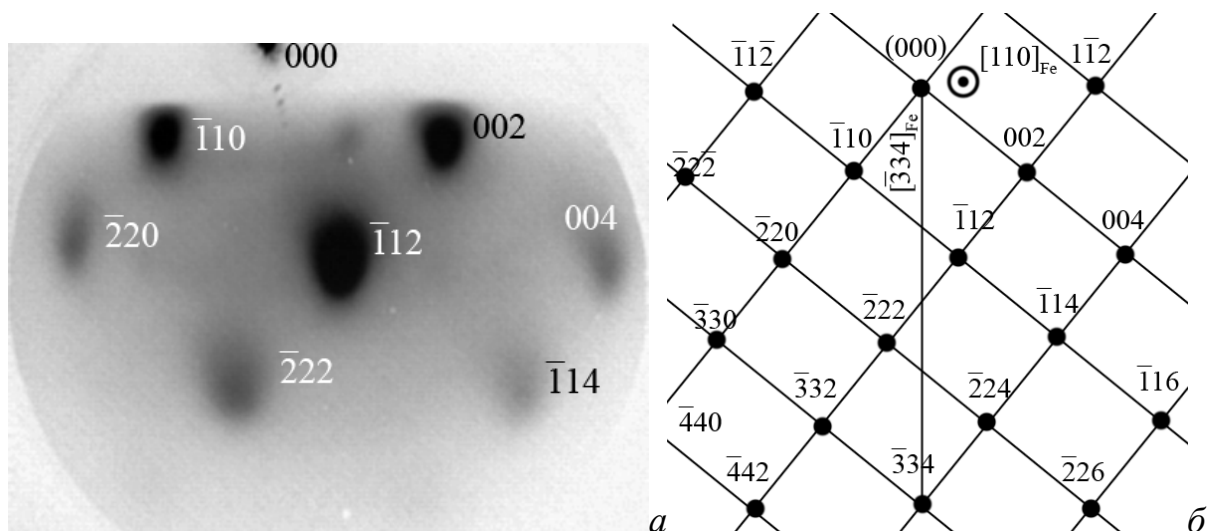


Рисунок 44 – (а) – картина ДОБЭ от пленки Fe на Si(111) 7×7, снятая в направлении $[1\bar{1}0]_{\text{Si}}$; (б) – расчетная картина ДОБЭ для ОЦК-Fe в направлении $[110]_{\text{Fe}}$ $[132]$

Для расшифровки картины была построена теоретическая дифрактограмма «на прохождение» по формулам (3) и (5) для структуры ОЦК-железа с параметром ячейки $a = 0.286$ нм (рисунок 44, б), геометрия которой согласуется с [132, с. 149]. Из сопоставления экспериментальной и расчетной картин можно заключить, что представленная экспериментальная картина соответствует эпитаксиальным монокристаллическим островкам ОЦК-Fe, ориентированным плоскостью (334) к плоскости (111) кремния, причем $[110]_{\text{Fe}} \parallel [\bar{1}10]_{\text{Si}}$.

4.4 Магнитная анизотропия структуры Fe/SiO₂/Si(111)

При напылении пленок железа на SiO₂/Si(111) было проведено две серии экспериментов в зависимости от толщины слоя SiO₂. Для толстого слоя оксида

(~ 4 нм) было получено 3 образца с поворотом в 0° , 30° и 90° , а для тонкого слоя (~ 1 нм) – тоже три образца, но при 45° , 60° и 120° .

Для пленок, полученных на тонком слое оксида, зависимость приведенной остаточной намагниченности M_r/M_s (рисунок 45, *а–в*) имеет схожий с образцами на $\text{SiO}_2/\text{Si}(100)$ характер. Здесь присутствует четкая одноосная анизотропия в плоскости, причем прослеживается явная, прямая зависимость от угла напыления. Кроме того, ось трудного намагничивания всегда перпендикулярна оси потока железа. В свою очередь, для образца, полученного при повороте на 45° относительно направления отсчета $[1\bar{1}0]_{\text{Si}}$, видно некоторое искривление зависимости, и ОН расположена ближе к кристаллографической оси $[10\bar{1}]_{\text{Si}}$. Данный факт можно объяснить влиянием вицинальных ступеней подложки, как в случае с чистой поверхностью $\text{Si}(111) 7\times 7$. Но влияние их меньше, поскольку они покрыты тонким слоем оксида.

На рисунке 45, *г* представлена зависимость максимального значения остаточной намагниченности M_r^{max} от азимутального угла напыления; для всех образцов данная величина остается примерно одинаковой.

Что касается пленок Fe, напыленных на покрытую толстым слоем оксида поверхность $\text{Si}(111)$, то здесь зависимость имеет отличный от всех вышеописанных образцов характер (рисунок 46). Для данных пленок характерна зависимость, в которой наблюдается несколько ОЛН и ОН. Так, для всех пленок, полученных при углах напыления 0° , 30° и 90° от плоскости отсчета, прослеживаются по две оси трудного и легкого намагничивания, причем в каждой паре одна ось несколько больше другой и вместе они образуют кривую, похожую на букву «Х». Стоит отметить, что для образца, полученного при 30° (рисунок 46, *б*), имеется особенность – узкая область легкого намагничивания в районе 300° на полярной диаграмме.

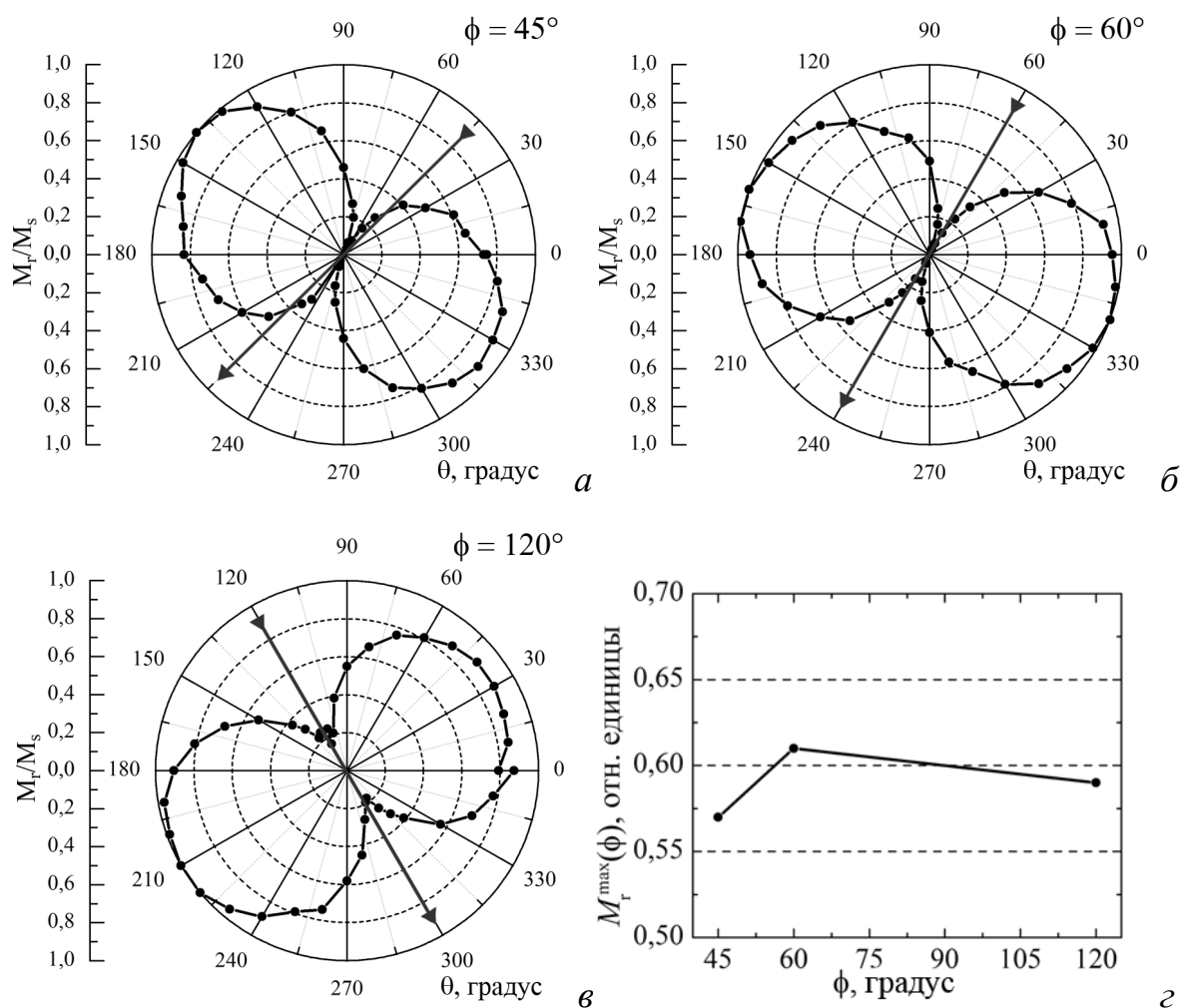


Рисунок 45 – (а–в) – полярные диаграммы приведенной остаточной намагниченности и (г) – значения остаточной намагниченности $M_r^{\max}$ для пленок Fe на $\text{SiO}_2(\sim 1 \text{ нм})/\text{Si}(111)$

Из анализа этих кривых было выявлено прямое влияние «косого» напыления на ориентацию магнитной анизотропии на подложке. Так, ОТН с бóльшей остаточной намагниченностью перпендикулярна оси напыления, а вторая, намагниченность которой почти равна нулю, перпендикулярна первой и сонаправлена с потоком материала. Еще одним важным выводом является то, что оси легкого намагничивания лежат на главных кристаллографических осях поверхности Si(111), причем наблюдаемый выброс для образца, полученного при $\phi = 30^\circ$, также лежит на главной оси.

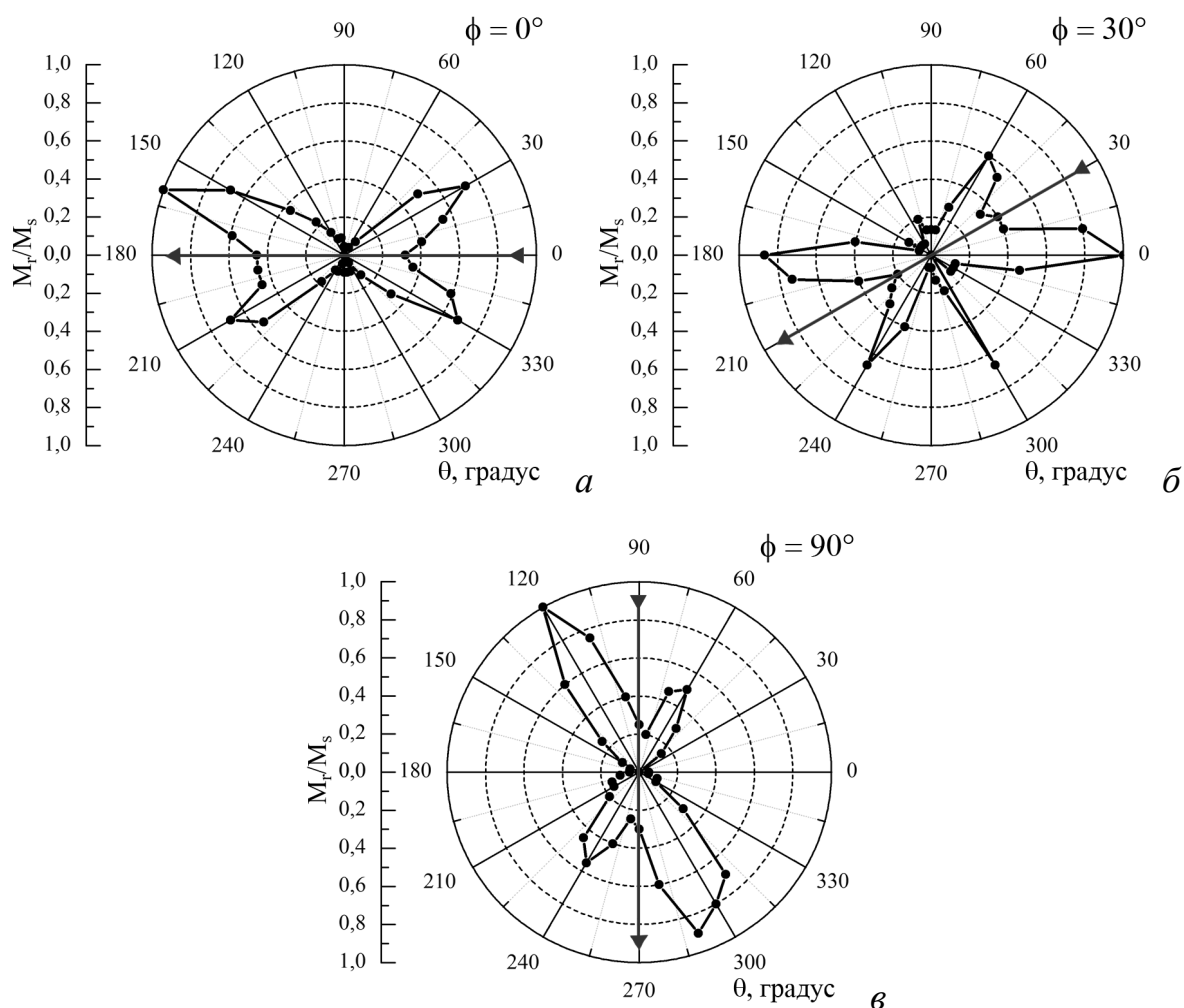


Рисунок 46 – Полярные диаграммы приведенной остаточной намагниченности для пленок Fe на $\text{SiO}_2(\sim 4 \text{ нм})/\text{Si}(111) 7 \times 7$

На рисунке 47 представлены картины ДОБЭ от пленок Fe, полученных на $\text{SiO}_2/\text{Si}(111)$ с тонким и толстым слоем оксида. Обе дифрактограммы характеризуются поликристаллической структурой: на картинах присутствуют кольца Дебая. Но они имеют различия: для пленки, напыленной на тонкий слой оксида (рисунок 47, *a*), диффузность колец выше, чем для пленок на толстом оксиде. Данный факт говорит о том, что размер частиц для пленок первой серии ($d_{\text{SiO}_2} \sim 1 \text{ нм}$) меньше, чем для пленок второй серии ($d_{\text{SiO}_2} \sim 4 \text{ нм}$), и не превышает 60 нм [99, с. 109].

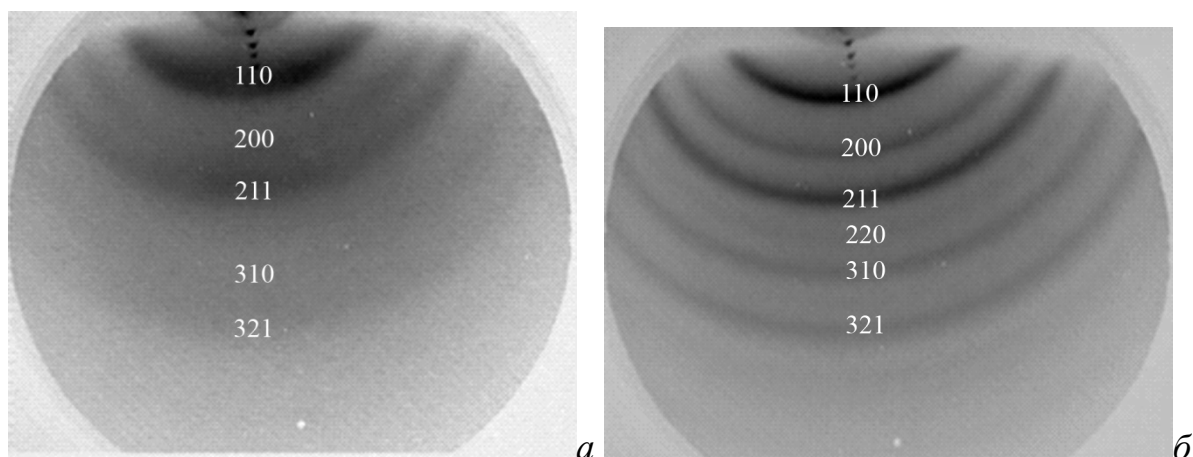


Рисунок 47 – Картины ДОБЭ от Fe/SiO₂/Si(111):

(a) – $d_{\text{SiO}_2} \sim 1$ нм; (б) – $d_{\text{SiO}_2} \sim 4$ нм

Для расшифровки данных дифрактограмм использовалась теоретическая картина для поликристалла ОЦК-Fe (рисунок 41, б). Таким образом, при сопоставлении расчетной и экспериментальных дифракционных картин было установлено, что обе структуры являются пленками ОЦК-железа.

4.5 Обсуждение магнитной анизотропии пленок Fe на SiO₂/Si(001) и Si(001) 2×1

Исследование магнитной анизотропии пленок железа на чистой поверхности Si(001) и покрытой слоем оксида (SiO₂/Si(001)) было проведено более детально [135].

При напылении слоя железа толщиной 10 нм на подложку Si(001), покрытую слоем диоксида SiO₂ толщиной около 1 нм, угловая зависимость формы петли гистерезиса и величины приведенной остаточной намагниченности $m_r = M_r/M_s$ говорит о наличии в плоскости пленки одноосной магнитной анизотропии (рисунок 48). Ось легкого намагничивания оказалась перпендикулярна направлению напыления пленки. Стоит отметить, что такая ориентация оси легкого намагничивания часто наблюдается при напылении под углом [136–138].

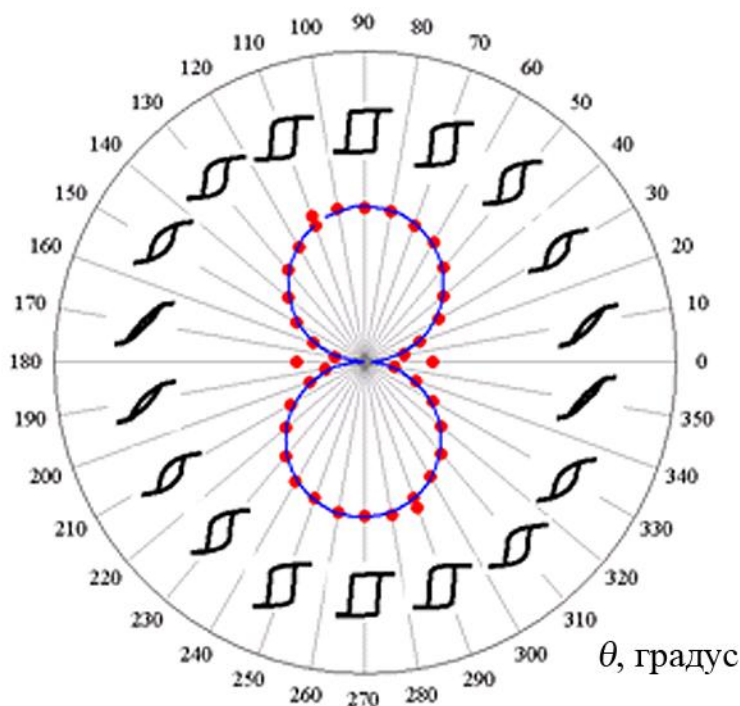


Рисунок 48 – Форма петли гистерезиса и величина остаточной намагниченности (точки) в зависимости от относительного направления магнитного поля по отношению к оси напыления для пленки $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$. Сплошная синяя линия – $m_{r_одн.осн} = \cos(\theta + \pi/2)$

В том случае, если перемагничивание пленки осуществляется однородным вращением намагниченности, приведенная остаточная намагниченность m_r представляет собой проекцию вдоль ОЛН ($m_r = 1$) на направление внешнего поля $m_r = \cos(\theta + \pi/2)$, где θ – угол между приложенным внешним полем и направлением потока. На рисунке 48 видно, что именно такая зависимость хорошо соответствует измеренным величинам m_r . Таким образом, исследуемые пленки перемагничиваются за счет процессов однородного вращения.

Происхождение одноосной магнитной анизотропии в пленках, полученных «косым» напылением, возможно из-за особой геометрии сформированной структуры пленки. В литературе этот процесс называют «steering effect» [136]. Результатом этого процесса является возникновение анизотропной неровности рельефа пленки и увеличение амплитуды этой неровности в процессе напыления, т.е. самоорганизация островков в некоторые цепочки или волны, которые как бы

вытянуты перпендикулярно потоку материала. На приведенном изображении поверхности Fe/SiO₂/Si(001), полученном методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) (рисунок 49, *а*), видны группы островков, самоорганизованных в цепочки. Общий вектор этих образований направлен как раз перпендикулярно потоку напыления. Схожие результаты были получены в работах [139,140]. Этот факт согласуется с нашим предположением о формировании одноосной магнитной анизотропии.

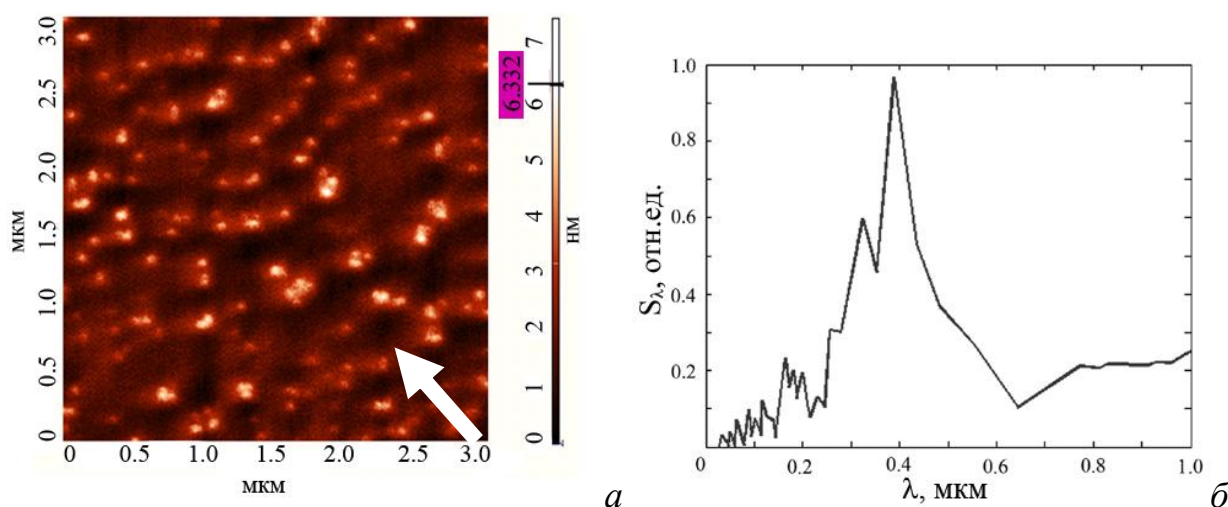


Рисунок 49 – (*а*) – АСМ-изображение, стрелка показывает направление потока Fe при напылении [135]; (*б*) – спектр быстрого преобразования Фурье для АСМ изображения вдоль направления потока железа [135]

Была проведена статистическая обработка АСМ изображения быстрым преобразованием Фурье (БПФ), сделанным вдоль направления, параллельного потоку Fe. Из анализа спектра БПФ (рисунок 49, *б*) установлены значения преобладающей длины волны в рельефе шероховатой поверхности ($\lambda = 0.4 \pm 0.1$ мкм) и среднеквадратичного отклонения поверхности пленки от среднего уровня ($p = 3.0 \pm 0.5$ нм).

Стоит отметить, что такой процесс образования неровностей, перпендикулярных основному потоку, можно наблюдать и в макром мире:

образование волн на воде под действием ветра, образование волнистого дна из песка на дне реки под действием течения, образование дюн в пустыне.

Так как пленка Fe на $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$ характеризуется одноосной магнитной анизотропией, то для нее константа одноосной анизотропии K , вызванная «косым» напылением, вычисляется как $K_{\text{одн.осн}} = H_a M_s / 2$ (где M_s и H_a измерены). Таким образом, константа одноосной анизотропии для пленки Fe на $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$ равна $K_{\text{одн.осн}} = 4.3 \times 10^4$ эрг/см³.

В свою очередь, для пленки Fe, осажденной на чистую поверхность кремния $\text{Si}(001) 2 \times 1$ при угле напыления φ около 45° (когда ось потока напыляемого железа сонаправлена с осью $\langle 100 \rangle_{\text{Si}}$ подложки), магнитная анизотропия имеет 2 ОЛН (рисунок 50), которые, как было установлено, лежат на главных кристаллографических осях поверхности $\text{Si}(001)$.

Для объяснения появления двух осей легкого намагничивания были проведены следующие рассуждения. В работе [141] было установлено, что пленки Fe толщиной 10 нм обладают ОЦК структурой. При анализе параметров решетки железа и кремния на возможность эпитаксиального роста, оказалось, что наилучшим расположением материалов является $[100]_{\text{Fe}} \parallel [110]_{\text{Si}}$. Промоделированное сечение изоэнергетической поверхности магнитокристаллической анизотропии для ОЦК-Fe, в случае, когда плоскость $\text{Fe}(001)$ параллельна $\text{Si}(001)$, представлено на рисунке 51.

Таким образом, можно утверждать, что пленка железа на поверхности кремния $\text{Si}(001)$ формируется эпитаксиально в виде кубических кластеров. Предположение о формировании эпитаксиальных кластеров-островков подтверждают данные ДОБЭ (рисунок 38).

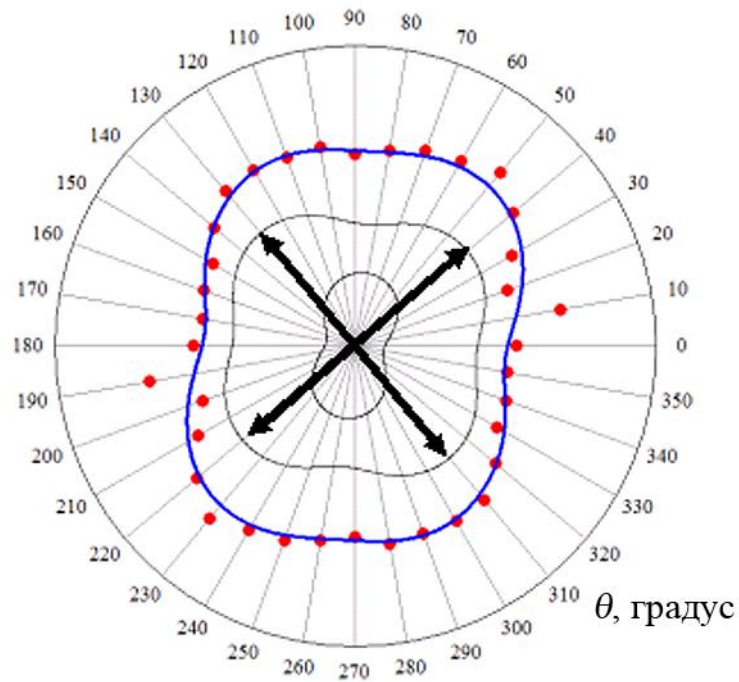


Рисунок 50 – Величина остаточной намагниченности (точки) в зависимости от направления внешнего магнитного поля по отношению к оси напыления для пленки Fe на Si(001) 2×1. Стрелками показаны направления $[110]_{\text{Si}}$ и $[\bar{1}10]_{\text{Si}}$ подложки Si(001). Сплошная толстая линия — результат моделирования угловой зависимости m_r выражением $m_r(\theta) = (1 - x) \cdot m_{r_кубич}(\theta + \varphi) + x \cdot m_{r_одн.осн}(\theta)$. Сплошные тонкие линии показывают вклады одноосной и двухосной анизотропий в результирующую угловую зависимость $m_r(\theta)$.

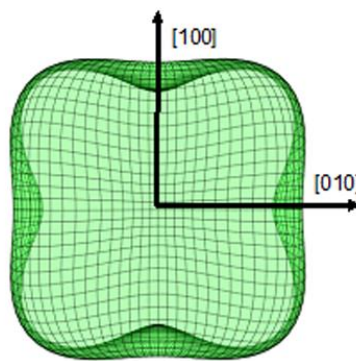


Рисунок 51 – Сечение изоэнергетической поверхности магнито-кристаллической анизотропии плоскостью, параллельной $(001)_{\text{Si}}$, для монокристаллического ОЦК-Fe. Стрелками показаны оси легкого намагничивания, ориентированные вдоль кристаллографических направлений ОЦК $[100]_{\text{Fe}}$ и $[010]_{\text{Fe}}$

На полярной диаграмме для пленки Fe на Si(001) 2×1 имеется некоторая вытянутость (рисунок 50). Эту особенность можно объяснить влиянием «косого» напыления на структуру пленки в процессе формирования. И действительно, если при расчете теоретической угловой зависимости остаточной намагниченности m_r учитывать вклад кубической составляющей от ОЦК-железа и вклад одноосной анизотропии, вызванной «косым» напылением, получаем очень точное описание зависимости. Причем доля от вклада одноосной анизотропии $x = 0.35$. Данное значение определено из подгонки теоретической кривой $m_r(\theta) = (1 - x) \cdot m_{r_кубич}(\theta + \varphi_1) + x \cdot m_{r_одн.осн}(\theta + \varphi_2)$ к измеренным (рисунок 50), где φ_1 – угол между ОЛН для кластера ОЦК-железа и потоком Fe, φ_2 – угол между ОЛН, вызванной «косым» напылением и потоком Fe.

Кроме того, была рассчитана константа кубической магнитной анизотропии $K_{кубич}$ эпитаксиальной пленки ОЦК-железа на чистой поверхности Si(001) 2×1. Вычисления были проведены, во-первых, с учетом того, что значение константы одноосной анизотропии, вызванной «косым» напылением, точно такое же, как и в случае с пленкой Fe, полученной на SiO₂/Si(001), и, во-вторых, с учетом доли вклада одноосной анизотропии $x = 0.35$:

$$K_{кубич} = K_{одн.осн.} (1-x)/x. \quad (15)$$

Вычисленное значение ($K_{кубич} = 7.9 \times 10^4$ эрг/см³) получилось несколько меньше, чем для объемного монокристалла ОЦК-железа ($K_{Fe} = 4.8 \times 10^5$ эрг/см³). Данное снижение можно объяснить проникновением атомов кремния из подложки в пленку Fe [11]. Так, константа магнитокристаллической анизотропии твердого раствора ОЦК-Fe, содержащего 7.5 % Si, составляет $K_{кубич} \approx 10 \times 10^4$ эрг/см³ [142], что близко к вычисленной величине для пленки Fe/Si(001) 2×1.

4.6 Выводы к главе

Установлена связь взаимного расположения оси потока напыляемого железа и кристаллографических осей подложки Si(001) и Si(111) при формировании магнитной структуры пленок Fe. Продемонстрирован характер магнитной анизотропии для пленок железа, напыленных при комнатной температуре на атомарно чистые поверхности Si(001) и Si(111) и на покрытые слоем SiO₂. Определены поле анизотропии H_a , коэрцитивная сила H_c полученных структур.

Установлено, что направление магнитной анизотропии на поверхности SiO₂/Si(001) в основном задается направлением потока материала в плоскости падения молекулярного пучка. Значение поля анизотропии H_a зависит также от взаимного расположения потока и кристаллографической оси $[110]_{\text{Si}}$.

Обнаружено, что при напылении слоя Fe на поверхность Si(001) 2×1 при угле взаимного расположения потока и кристаллографической оси $[110]_{\text{Si}}$, близком к 45° (поток напыляемого железа сонаправлен с $\langle 100 \rangle_{\text{Si}}$ подложки), пленка железа имеет две оси легкого намагничивания, которые ориентированы по главным кристаллографическим осям $[110]_{\text{Si}}$ и $[\bar{1}10]_{\text{Si}}$. Установлено, что при таких условиях пленка железа формируется в виде эпитаксиальных кластеров ОЦК-железа.

Глава 5 Исследование силицидов Fe_3Si и $\beta\text{-FeSi}_2$, полученных методом соосаждения

5.1 Формирование пленок при соосаждении Fe и Si

Для отработки технологических режимов и изучения процессов формирования структур, получаемых совместным напылением Fe и Si по методике молекулярно-лучевой эпитаксии, были проведены исследования структурных и магнитных свойств пленок толщиной 2–8 нм с различным соотношением потоков и температур. Экспериментальная технологическая карта представлена в таблице 2.

Таблица 2 – Список технологических параметров для пленок, полученных соосаждением Fe и Si

Соотношение потоков Fe:Si	Температура, °C			
5:1	23			
2:1	23	150	300	450
1:1		150	300	450
1:4		150	300	450

Каждая структура осаждалась на нагретую до заданной температуры подложку Si(001) 2×1. Установленные соотношения потоков достигались следующим способом. В каждом эксперименте скорость осаждения Fe оставалась одинаковой (~ 0.3 нм/мин), варьировалась только скорость потока Si (0.06; 0.15; 0.3 и 1.2 нм/мин). Соотношение потоков Fe:Si составило: 5:1; 2:1; 1:1 и 1:4 соответственно. Общая толщина железа во всех экспериментах составила около 1.5 нм.

На рисунке 52, *a* представлена картина ДОБЭ от структуры, полученной при комнатной температуре подложки и соотношении скоростей потоков $\text{Fe}:\text{Si} = 5:1$. На ней присутствует только фоновая засветка, интенсивность которой очень низкая. Из этого факта можно сделать заключение о том, что при данных условиях образовалась аморфная структура с высокой шероховатостью.

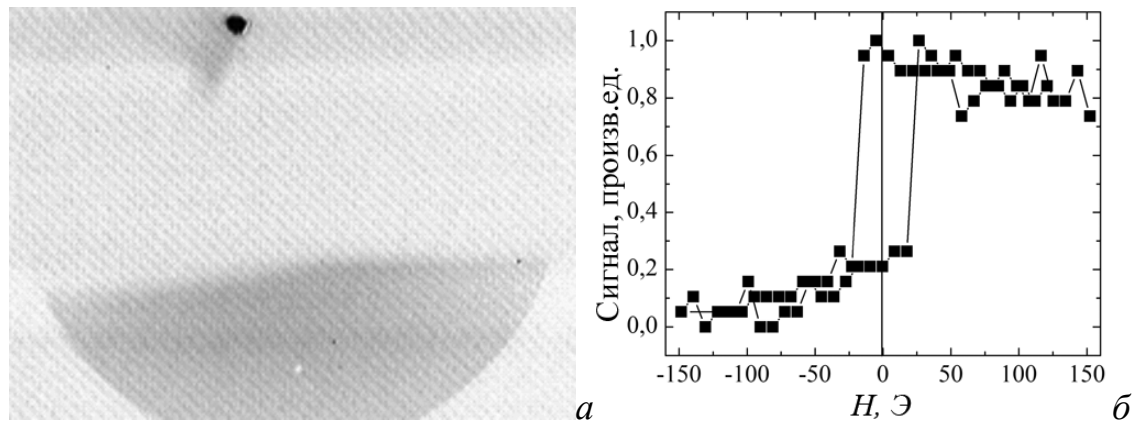


Рисунок 52 – Данные от структуры Fe-Si, полученной при соотношении потоков $\text{Fe}:\text{Si} = 5:1$: (*a*) – картина ДОБЭ; (*б*) – измерения магнитного гистерезиса

При измерении магнитного гистерезиса данной пленки с помощью феррометра, адаптированного для изучения магнитостатических свойств тонких магнитных пленок, было установлено, что структура обладает ферромагнитными свойствами, а коэрцитивная сила составляет порядка 20 Э (рисунок 52, *б*).

На рисунке 53 представлены результаты исследования пленки, полученной при комнатной температуре подложки и соотношении потоков $\text{Fe}:\text{Si} = 2:1$. На картине ДОБЭ (рисунок 53, *a*) от структуры присутствует, как и в случае с соотношением 5:1, только фоновая засветка, что говорит об образовании аморфной структуры. При этом интенсивность фона значительно выше, чем в предыдущем случае, что свидетельствует о том, что шероховатость поверхности сравнительно меньше.

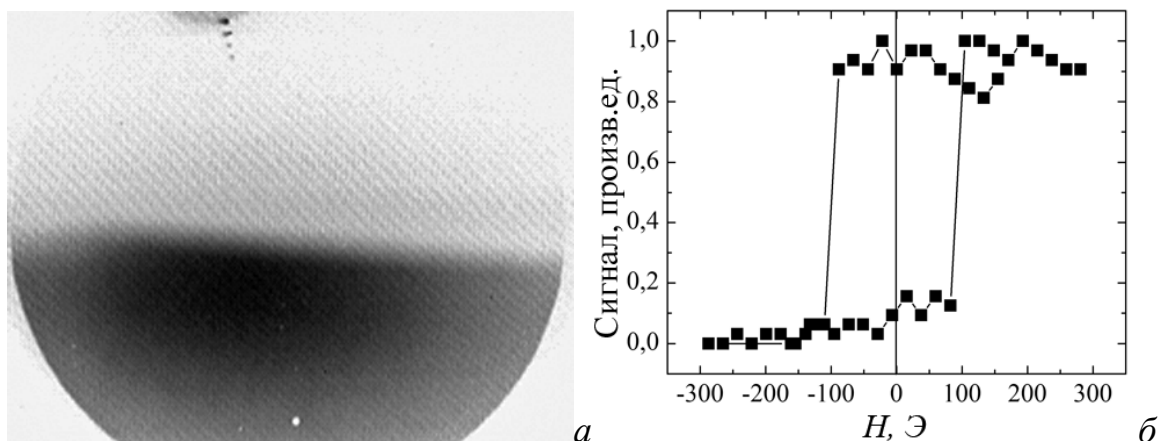


Рисунок 53 – Данные от структуры Fe-Si, полученной при соотношении потоков Fe:Si = 2:1: (а) – картина ДОБЭ; (б) – измерения магнитного гистерезиса

При измерении магнитного гистерезиса данной структуры с помощью феррометра, адаптированного для изучения магнитостатических свойств тонких магнитных плёнок (рисунок 53, б), было установлено, что она также проявляет ферромагнитные свойства, причем коэрцитивная сила структуры составила порядка 100 Э. Полученное значение оказалось выше, чем для структуры, полученной при соотношении потоков 5:1.

Далее были исследованы пленки, полученные при соотношении скоростей потоков Fe:Si = 2:1 при температурах 150, 300, 450 °С.

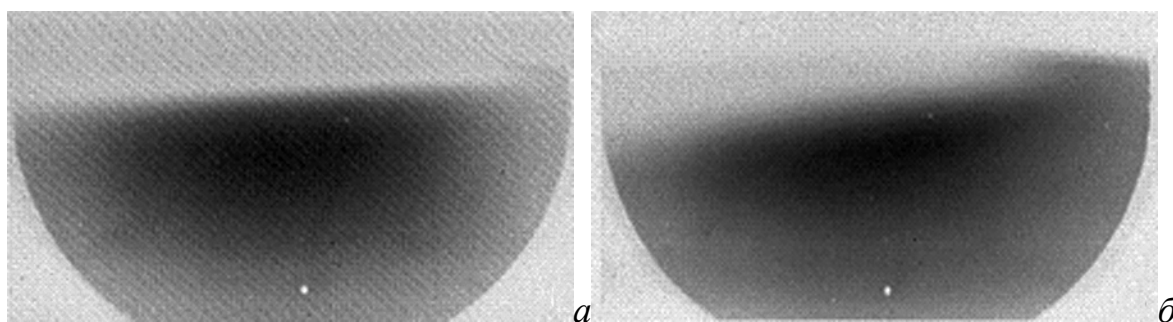


Рисунок 54 – Картины ДОБЭ от структур Fe-Si, полученных при соотношениях потоков Fe:Si = 2:1 при (а) – $T = 150$ °С; (б) – $T = 300$ °С

На рисунке 54 представлены картины ДОБЭ от структур, полученных при температурах 150 и 300 °С. В обоих случаях на дифрактограммах присутствует только фоновая засветка, что свидетельствует о том, что пленки обладают аморфной структурой.

Что касается пленки, полученной при температуре 450 °С (рисунок 55), то её дифракционные данные сильно отличаются от предыдущих образцов. На картине ДОБЭ видны рефлексы в виде точек от дифракции «на прохождение» от трехмерных монокристаллических островков. Здесь можно выделить две группы рефлексов. Анализ полученной дифрактограммы, основанный на сопоставлении с расчетной картиной (рисунок 32, *a*) [19,143], показал, что данная структура принадлежит силициду α -FeSi₂, при этом каждая группа рефлексов соответствует различным кристаллографическим ориентациям.

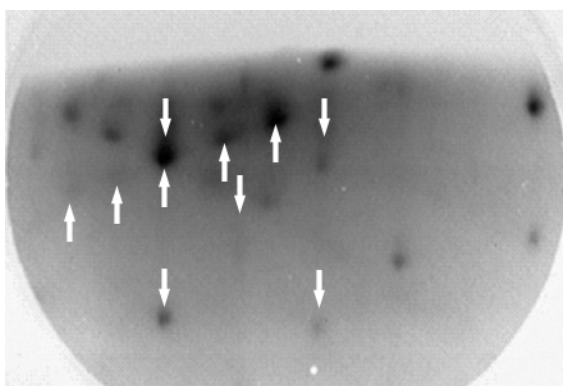


Рисунок 55 – Картина ДОБЭ от структуры Fe-Si, полученной при $T = 450$ °С и соотношении потоков Fe:Si = 2:1

Так, согласно расчетной картине ДОБЭ для α -FeSi₂ (рисунок 31, *a*), приведенной в [19] рефлексы, отмеченные на рисунке стрелками «вверх», относятся к случаю, когда силицид ориентирован плоскостью $(111)_\alpha$ по отношению к плоскости $(001)_{\text{Si}}$ подложки Si, причем $[\bar{1}\bar{1}0]_\alpha \parallel [\bar{1}\bar{1}0]_{\text{Si}}$. К тому же рефлексы для α -FeSi₂(111) расположены симметрично относительно нормали к плоскости затенения, что свидетельствует о наличии двойникового. Данные отражения для двойников α -FeSi₂(111) антипараллельны и имеют ориентацию $[\bar{1}\bar{1}0]_\alpha \parallel [\bar{1}\bar{1}0]_{\text{Si}}$. Рефлексы, обозначенные на рисунке 56 стрелками «вниз», соответствуют островкам α -FeSi₂, ориентированным плоскостью $(110)_\alpha \parallel (001)_{\text{Si}}$ и $[001]_\alpha \parallel [\bar{1}\bar{1}0]_{\text{Si}}$ [132]. Из анализа интенсивности рефлексов обеих групп можно

сделать вывод о том, что количество островков второго типа на поверхности меньше.

Исследование магнитного состояния пленок, полученных при соотношении скоростей потоков $\text{Fe}:\text{Si} = 2:1$ при температурах 150, 300, 450 °C показало отсутствие для них магнитного гистерезиса.

Далее были проведены исследования структурных и магнитных свойств пленок, полученных методом соосаждения при соотношении потоков $\text{Fe}:\text{Si} = 1:1$ в зависимости от температуры подложки. Было получено три образца при температурах 150, 300, 450 °C соответственно.

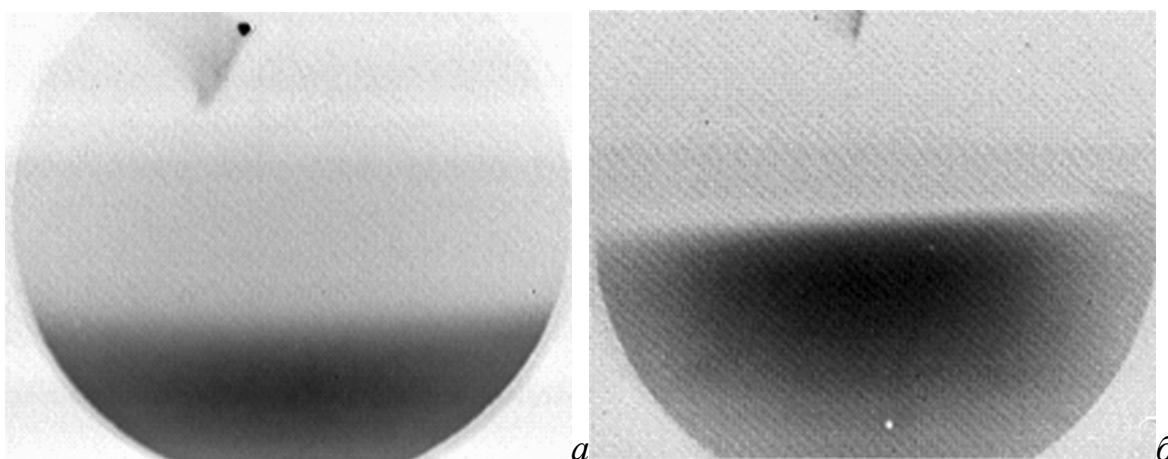


Рисунок 56 – Картины ДОБЭ от структур Fe-Si, полученных при соотношениях потоков $\text{Fe}:\text{Si} = 1:1$ при (а) – $T = 150$ °C; (б) – $T = 300$ °C

На рисунке 56 представлены картины ДОБЭ после получения структур Fe-Si при температурах 150 и 300 °C — на них присутствует лишь фоновая засветка. Это свидетельствует о том, что в обоих случаях на поверхности сформировалась аморфная структура.

На картине ДОБЭ от структуры Fe-Si, полученной при соотношении потоков $\text{Fe}:\text{Si} = 1:1$ при температуре синтеза 450 °C присутствуют четкие, хорошо различимые рефлексy в виде точек (пятен) от трехмерных эпитаксиальных островков, которые можно разделить на две группы (рисунок 57). Стоит отметить,

что данная картина имеет сходство с дифрактограммой для структуры, полученной при соотношении потоков $\text{Fe:Si} = 2:1$ и $T = 450^\circ\text{C}$ (рисунок 56).

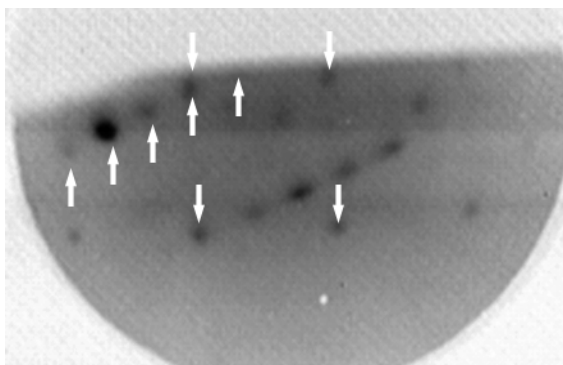


Рисунок 57 – Картина ДОБЭ от структуры Fe-Si, полученной при $T = 450^\circ\text{C}$ и соотношении потоков $\text{Fe:Si} = 1:1$

Таким образом, данную картину, основываясь на сопоставлении с расчетной дифрактограммой (рисунок 31, *a* [19]), можно интерпретировать аналогично случаю с соотношением потоков $\text{Fe:Si} = 2:1$, а именно: при данных условиях на поверхности сформировалась структура из трехмерных монокристаллических островков силицида $\alpha\text{-FeSi}_2$ с различными кристаллографическими ориентациями. К тому же, анализ интенсивности рефлексов говорит о том, что относительное количество островков с различной ориентацией примерно одинаково.

Исследование магнитного состояния пленок, полученных при соотношении потоков $\text{Fe:Si} = 1:1$, показало также отсутствие магнитного гистерезиса.

В заключение были получены структуры, для которых соотношение потоков $\text{Fe:Si} = 1:4$. Здесь также было получено три образца при температурах 150, 300, 450°C соответственно.

На рисунке 58 представлены картины ДОБЭ для пленок, полученных при температурах 150 и 300°C . На обеих дифрактограммах присутствует лишь фоновая засветка, т.е. данная дифракционная картина характерна для аморфных структур. Таким образом, можно сделать вывод, что при таких условиях на поверхности формируется аморфная пленка, состоящая из смеси железа и кремния.

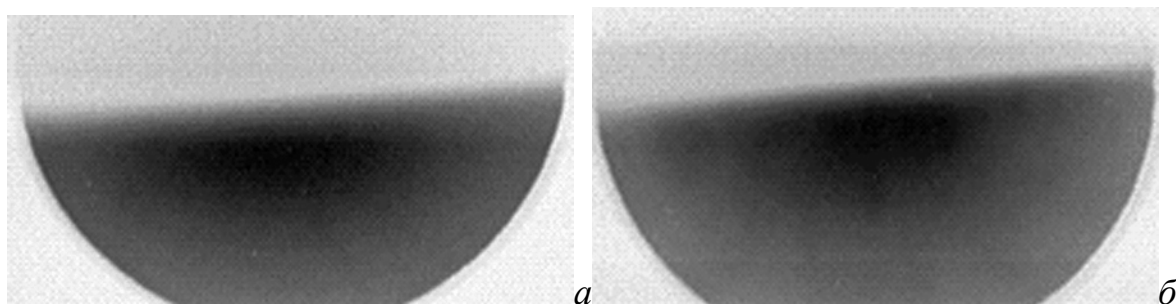


Рисунок 58 – Картины ДОБЭ от структур Fe-Si, полученных при соотношениях потоков Fe:Si = 1:4 при (а) – $T = 150\text{ }^{\circ}\text{C}$; (б) – $T = 300\text{ }^{\circ}\text{C}$

Для структуры, напыленной при температуре $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ и соотношении потоков Fe:Si = 1:4, картина ДОБЭ имеет отличия (рисунок 59) как от вышеописанных пленок с Fe:Si = 1:4, так и от пленок, полученных при $T = 450\text{ }^{\circ}\text{C}$ в других соотношениях. Так, на дифрактограмме присутствуют рефлексы в виде точек (пятна) от дифракции «на прохождение» через трехмерные монокристаллические островки, которые можно разделить на две группы. Первую группу рефлексов с малой интенсивностью, которые на рисунке 59 отмечены стрелками «вверх», можно, на основании сравнения с расчетной картиной ДОБЭ (рисунок 31, а [19]), отнести к $\alpha\text{-FeSi}_2$, когда силицид ориентирован плоскостью $(111)_{\alpha}$ по отношению к плоскости $(001)_{\text{Si}}$ подложки Si и $[1\bar{1}0]_{\alpha} \parallel [\bar{1}\bar{1}0]_{\text{Si}}$.

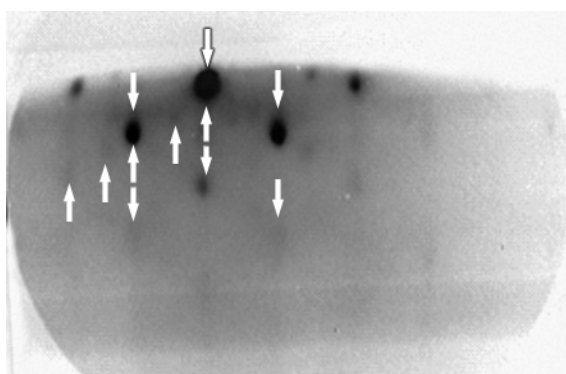


Рисунок 59 – Картина ДОБЭ от структуры Fe-Si, полученной при $T = 450\text{ }^{\circ}\text{C}$ и соотношении потоков Fe:Si = 1:4

Что касается второй группы рефлексов, отмеченных на рисунке 60 стрелками «вниз», то основанный на сопоставлении полученной картины ДОБЭ с результатами работы [14] анализ показал, что данную структуру можно отнести к силициду β -FeSi₂ с орторомбической решеткой, который ориентирован плоскостью (100)_β относительно подложки Si(001), причем $[100]_{\text{Si}} \parallel [011]_{\beta}$ и $[\bar{1}\bar{1}0]_{\text{Si}} \parallel [010]_{\beta}$. В свою очередь, из анализа интенсивностей рефлексов можно заключить, что на поверхности преобладает силицид β -FeSi₂, а доля α -силицида незначительна.

При исследовании магнитного гистерезиса пленок, полученных при соотношении скоростей потоков Fe:Si = 1:4, было установлено, что все образцы не проявляют ферромагнетизма, тем самым подтверждая формирования неферромагнитных силицидов α -FeSi₂ и β -FeSi₂ при 450 °С.

5.2 Структура и магнитные свойства силицида Fe₃Si, полученного соосаждением Fe и Si

После отработки технологических режимов соосаждения железа и кремния были получены пленки Fe₃Si и проведены исследования их структурных и магнитных свойств. Пленки Fe₃Si толщиной около 30 нм получены совместным напылением железа и кремния в стехиометрическом соотношении потоков Fe:Si = 3:1 на подложках Si(111) при температуре 150 °С. Одна пленка была получена на слое SiO₂ толщиной около 1 нм, другая – на атомарно чистой поверхности кремния Si(111) 7×7. Процесс формирования структур контролировался *in situ* методами лазерной эллипсометрии и дифракции отраженных быстрых электронов.

На рисунке 60 представлена картина ДОБЭ для пленки Fe-Si, полученной совместным осаждением железа и кремния на SiO₂/Si(111) при $T = 150$ °С. На ней видны рефлекс в виде колец Дебая. Данная геометрия дифрактограммы характерна для поликристаллической структуры.

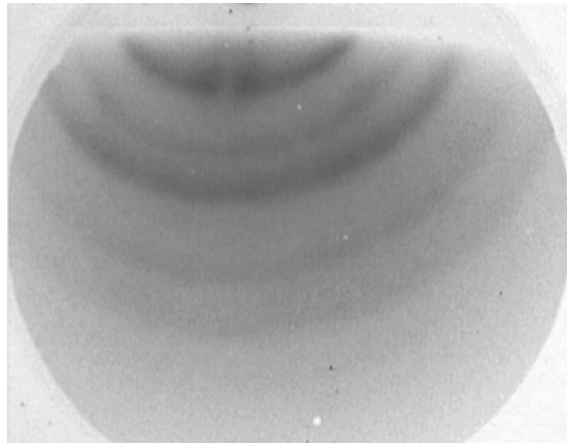


Рисунок 60 – Картина ДОБЭ от структуры Fe-Si на SiO₂/Si(111), полученной при $T = 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ и соотношении потоков Fe:Si = 3:1

Для расшифровки представленной картины был проведен расчет межплоскостных расстояний d для наблюдаемых колец по формуле (1). Помимо этого был проведен расчет по формуле (3) межплоскостных расстояний $d_{(hkl)}$ для ряда плоскостей соответствующих силициду Fe₃Si с гранецентрированной кубической (ГЦК) решеткой с параметром ячейки $a = 0.566\text{ нм}$ (PDF 4+ card # 04-015-3939) [129]. Результаты расчета приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Измеренные d и рассчитанные $d_{(hkl)}^{\text{calc}}$ межплоскостные расстояния

d , нм	(hkl)	$d_{(hkl)}^{\text{calc}}$, нм
0.2006	220	0.2005
0.1363	331	0.1301
0.1152	333	0.1091
0.0873	444	0.0818
0.0730	445	0.0751

Таким образом, сопоставление рассчитанных значений межплоскостных расстояний для полученной структуры и для силицида Fe₃Si показало, что данные

кольца соответствуют отражениям от плоскостей (hkl) с межплоскостным расстоянием d (значения приведены в таблице 3).

Результаты расшифровки данных дифракции отраженных быстрых электронов согласуются с данными рентгеноструктурного анализа. Разностная рентгенограмма пленки Fe-Si, полученной на подложке SiO₂/Si(111), представлена на рисунке 61.

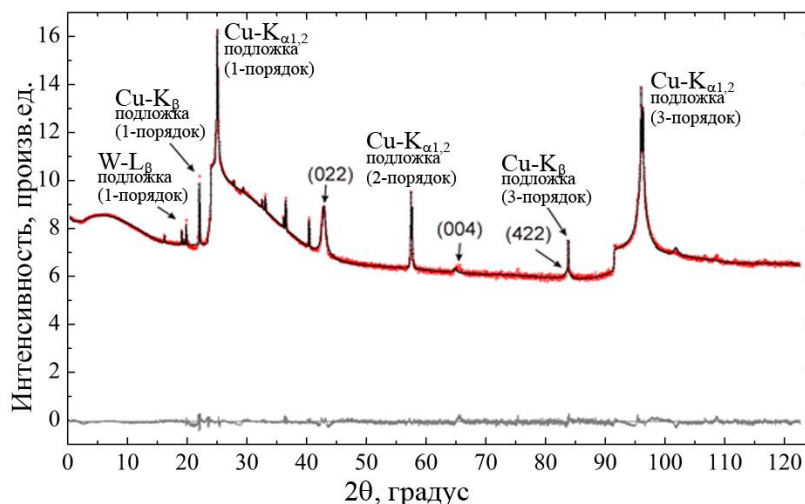


Рисунок 61 – Разностная рентгенограмма пленки Fe₃Si на подложке SiO₂/Si(111).

Индексами в скобках показаны характерные рефлексы от пленки, другие указанные линии получены от разных длин волн (Cu-K_{α1,2}, Cu-K_β от анода и W-L_β от материала катода) и разных порядков рефлексов от подложки

Рефлексы от подложки были смоделированы отдельными пиками с профилем Пирсон VII, остальные рефлексы подгонялись соответствующими фазами методом Ритвельда. В качестве исходной структуры была взята структура Fe₃Si [144]. Координаты атомов не уточнялись из-за того, что атомы находятся в частных позициях, а тепловые параметры не уточнялись из-за крайне малых интенсивностей рефлексов от подложки. Единственный уточняемый структурный параметр — это параметр ячейки a . Так как на рентгенограмме рефлексы имеют переменную полуширину, то была использована модель анизотропного уширения рефлексов за счет неизометричности кристаллитов. Обнаружено присутствие слабой текстуры на плоскость (220), так как рефлекс с индексами (220) имеет

большее значение интенсивности, чем должно быть для порошка с равновероятным распределением по ориентациям. Основные параметры уточнения представлены в таблице 4

Таблица 4 – Основные экспериментальные данные РСА и параметры уточнения

Соединение	Fe ₃ Si
Пространств.гр.	<i>Fm-3m</i>
<i>a</i> , Å	5.6720(4)
<i>V</i> , Å ³	182.47(3)
Размер кристаллитов, нм	24.1(5) вдоль <i>b+c</i> и <i>b-c</i> , 14(6) вдоль <i>a</i>
Коэффициент текстуры	0.36(1)
2θ-интервал, град	5-120
<i>R_{wp}</i> , %	4.13
<i>R_{exp}</i> , %	1.04
<i>R_p</i> , %	2.08
<i>R_B</i> , %	2.22
χ^2	3.96

Таким образом, полученные результаты ДОБЭ и РСА подтверждают присутствие силицида Fe₃Si на поверхности SiO₂/Si(111) с коэффициентом текстуры 0.36 на плоскость (220).

Исследования магнитного гистерезиса, проведенные с помощью феррометра, адаптированного для изучения магнитостатических свойств тонких магнитных пленок, показали, что пленка Fe₃Si/SiO₂/Si(111) обладает изотропными магнитными свойствами относительно вращения в плоскости (рисунок 62). Коэрцитивная сила для структуры Fe₃Si/SiO₂/Si(111) составила $H_c = 48$ Э. При этом, данная пленка не проявляет свойств ферромагнитного резонанса.

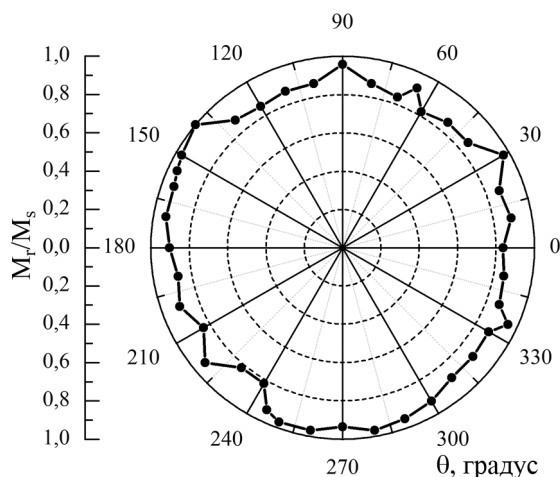


Рисунок 62 – Полярная диаграмма приведенной остаточной намагниченности для структуры $\text{Fe}_3\text{Si}/\text{SiO}_2/\text{Si}(111)$

На рисунке 63, *а* представлена картина ДОБЭ от структуры, полученной совместным осаждением Fe и Si на чистую поверхность Si(111) с реконструкцией 7×7 [145]. На ней присутствуют рефлексы в виде диффузных точек от дифракции «на прохождение» через трехмерные монокристаллические островки. Стоит отметить, что наблюдаемые рефлексы вытянуты в направлении перпендикулярном поверхности. Данная геометрия дифракционной картины соответствует эпитаксиальным островкам, высота которых меньше ширины.

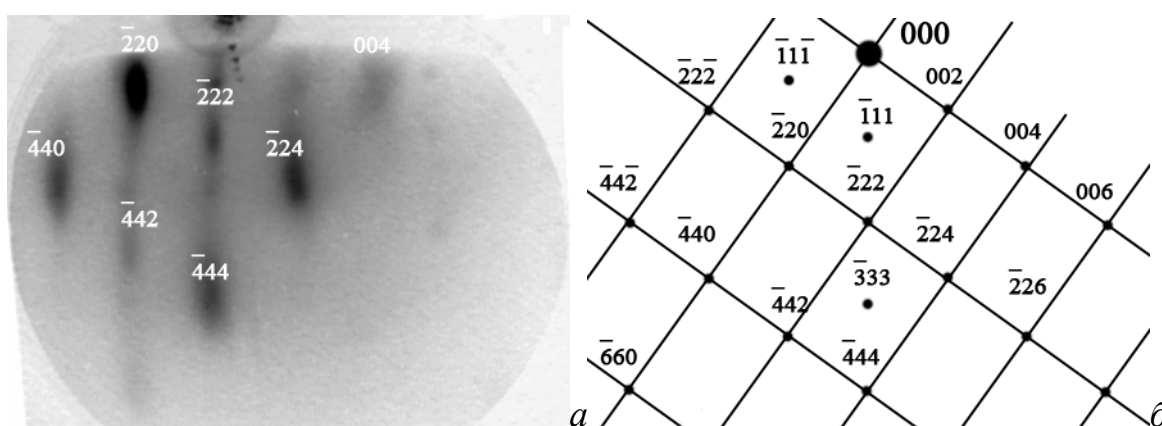


Рисунок 63 – (*а*) – картина ДОБЭ от структуры $\text{Fe}_3\text{Si}/\text{Si}(111)$;
 (*б*) – расчетная дифрактограмма для ГЦК ($Fm-3m$) Fe_3Si в направлении $[110]_{\text{Fe}_3\text{Si}}$

Для расшифровки дифракционной картины, полученной от монокристаллической структуры, определения межплоскостных расстояний d недостаточно. Поэтому была рассчитана и построена теоретическая дифрактограмма (рисунок 63, б) по формулам (3) и (5) для ГЦК ($Fm-3m$) структуры силицида Fe_3Si с параметром решетки $a = 0.566$ нм (PDF 4+ card # 04-015-3939) [129]. При сопоставлении расчетной и полученной от структуры дифрактограмм видно, что они схожи и по геометрии, и по положениям рефлексов. Отсюда можно заключить, что сформированная структура принадлежит силициду Fe_3Si , причем полученная пленка ориентирована плоскостью $(111)_{\text{Fe}_3\text{Si}}$ относительно подложки $\text{Si}(111)$ и $[110]_{\text{Si}} \parallel [110]_{\text{Fe}_3\text{Si}}$.

Определение *ex situ* структурного совершенства и фазового состава образцов методами просвечивающей электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа показало следующие результаты. На рисунке 64 представлено электронно-микроскопическое изображение поперечного сечения $\text{Fe}_3\text{Si}/\text{Si}(111)$, полученное на просвечивающем электронном микроскопе с высоким разрешением.

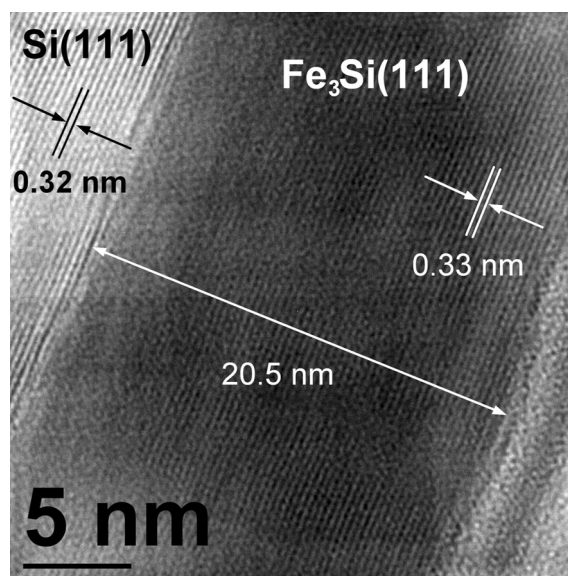


Рисунок 64 – Электронно-микроскопическое изображение высокого разрешения (поперечное сечение) структуры $\text{Fe}_3\text{Si}/\text{Si}(111)$

Анализ изображения подтверждает формирование эпитаксиальной структуры пленки Fe_3Si с ориентацией $[111]_{\text{Si}} \parallel [111]_{\text{Fe}_3\text{Si}}$. На рисунке 64 показаны атомные плоскости $\text{Si}(111)$ и $\text{Fe}_3\text{Si}(111)$. Межплоскостное расстояние для области подложки $\text{Si}(111)$ составило 0.32 нм, что близко к $\text{Si}(111) = 0.314$ нм (PDF 4+ card # 00-005-0565), межплоскостное расстояние для структуры Si-Fe – 0.33 нм, что близко к $\text{Fe}_3\text{Si}(111) = 0.327$ нм (PDF 4+ card # 04-015-3939) [129].

Эти результаты подтверждаются также данными, полученными рентгеноструктурным анализом (рисунок 65). Рефлексы от подложки были смоделированы отдельными пиками с профилем Пирсон VII, остальные рефлексы подгонялись соответствующими фазами методом Ритвельда. В качестве исходной структуры была взята структура Fe_3Si [144]. На рентгенограмме наблюдается только один рефлекс (111) от пленки, это означает полную ориентацию на плоскость (111). Основные параметры уточнения представлены в таблице 5.

Таблица 5 – Основные экспериментальные данные PCA и параметры уточнения

Соединение	Fe_3Si
Пространств.гр.	$Fm-3m$
a , Å	5.64(3)
V , Å ³	179(3)
Размер кристаллитов, нм	20(20)
Текстура на плоскость	(111)
2θ -интервал, град	5–120
R_{wp} , %	7.16
R_{exp} , %	5.49
R_p , %	5.39
R_B , %	0.98
χ^2	1.31

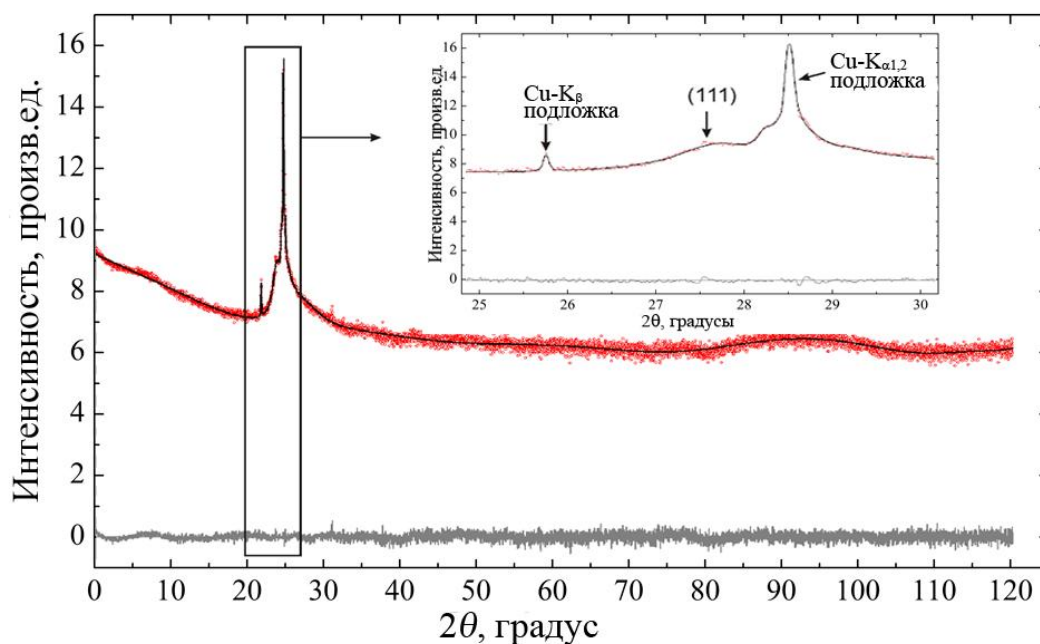


Рисунок 65 – Разностная рентгенограмма от $\text{Fe}_3\text{Si}/\text{Si}(111)$. Красная линия – экспериментальная кривая, черная линия – рассчитанная методом Ритвельда

Анализ данных РСА (рисунок 65) показывает наличие рефлексов от подложки, а также одного рефлекса с координатой $2\theta = 27.3^\circ$ от полученной пленки, что соответствует плоскости (111) фазы Fe_3Si . Отсутствие других рефлексов фазы Fe_3Si свидетельствует о том, что текстура для этой пленки на плоскость (111) равна 100 %. Причиной скачка на рентгенограммах в области $2\theta = 27.5^\circ$ является использование Ni фильтра для ослабления K_β излучения. Анализ полуширины рефлекса показал, что минимальный размер кристаллического слоя Fe_3Si равен 20 нм. Данное значение сопоставимо с толщиной пленки по данным ПЭМ.

Таким образом, было определено, что исследуемая структура обладает кубической $Fm-3m$ симметрией с параметром элементарной ячейки 0.564(3) нм, близким к значению для объемного кристалла Fe_3Si , которое составляет 0.567 нм (PDF 4+ card # 04-015-3939) [129].

Исследование магнитных свойств эпитаксиальной пленки Fe_3Si методом ферромагнитного резонанса показало наличие у пленки не только одноосной H_a ,

но и небольшой однонаправленной анизотропии H_{ua} . На рисунке 66 представлена угловая зависимость резонансного поля $H_R(\phi)$, ориентированного в плоскости пленки, снятая с шагом через 2° на сканирующем спектрометре ФМР на частоте накачки 2.274 ГГц.

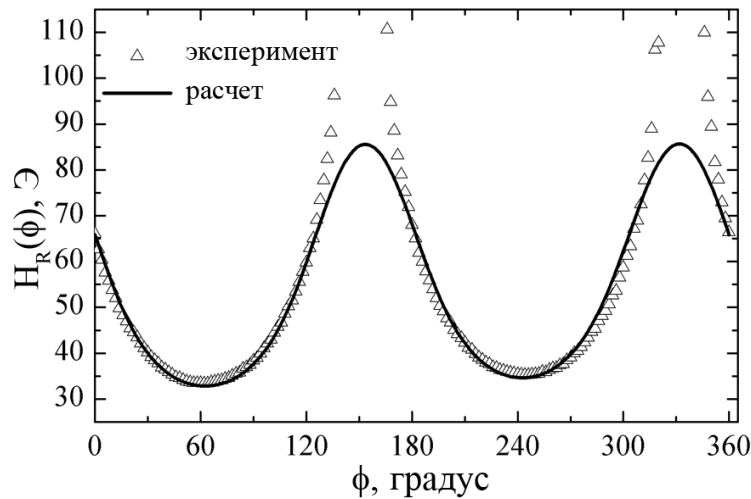


Рисунок 66 – Угловая зависимость резонансного поля $H_R(\phi)$ для структуры $\text{Fe}_3\text{Si}/\text{Si}(111)$

В результате итерационного процесса была определена намагниченность насыщения для представленной пленки $M_S = 875$ Гс, поле анизотропии $H_a = 26$ Э, поле однонаправленной анизотропии $H_{ua} = 0.9$ Э. Важно отметить, что намагниченность насыщения в представленном случае выше, чем в случае Fe_3Si , выращенного на $\text{Si}(111)$ (~ 650 Гс) в работе [146], и выращенного на $\text{GaAs}(001)$ (~ 790 Гс) в работе [147], но ниже, чем намагниченность насыщения для объемного Fe_3Si (~ 1270 Гс) [148]. Кроме того, были измерены ширина линии ФМР $\Delta H = 11.57$ Э и коэрцитивная сила $H_c = 12.3$ Э.

Полученные магнитные характеристики сравнимы с магнитными характеристиками пленочных материалов, которые находят применение в датчиках слабых магнитных полей [149] и могут использоваться в качестве активного материала в различных электрически управляемых устройствах микроволнового (СВЧ) диапазона, например, в фильтрах, амплитудных и фазовых модуляторах, в ограничителях мощности [150,151]. При синтезе пленочных

материалов для таких устройств требуется высокая магнитная проницаемость и малые потери СВЧ мощности, поэтому основная работа нацелена на увеличение намагниченности насыщения M_s и уменьшение ширины линии ферромагнитного резонанса ΔH .

5.3 Структура и магнитные свойства силицида β -FeSi₂, полученного соосаждением Fe и Si

В завершение рассмотрим результаты исследования пленок толщиной около 50 нм, полученных соосаждением железа и кремния на чистую поверхность Si(001) с реконструкцией 2×1 при температуре 500 °C в разных соотношениях потоков кремния и железа Fe:Si = 3:1 и 1:2.

Первая пленка была получена при соотношении Fe:Si = 3:1, как в вышеописанных экспериментах со стехиометрией для Fe₃Si. На картине ДОБЭ (Рисунок 67, а) присутствуют рефлексы-тяги. Детальный анализ этой картины позволяет сделать вывод о том, что наблюдаемая геометрия дифрактограммы характерна для дифракции «на прохождение» от трехмерных монокристаллических островков, высота которых значительно меньше ширины. Для расшифровки дифракционных данных использовались расчетные картины ДОБЭ для β -FeSi₂, приведенные в работе [14], где были получены пленки железа на Si(001) 2×1 отжигом при 800 °C, и приведены картины ДОБЭ, идентичные полученным в представленной работе. Проведенный анализ с учетом результатов, полученных в работе [14], показал, что полученная структура может быть идентифицирована как пленка, состоящая из монокристаллических островков силицида β -FeSi₂, где орторомбическая решетка силицида ориентирована плоскостью (100)_β к (001)_{Si}, причем $[100]_{Si} \parallel [011]_{\beta}$ и $[\bar{1}\bar{1}0]_{Si} \parallel [010]_{\beta}$.

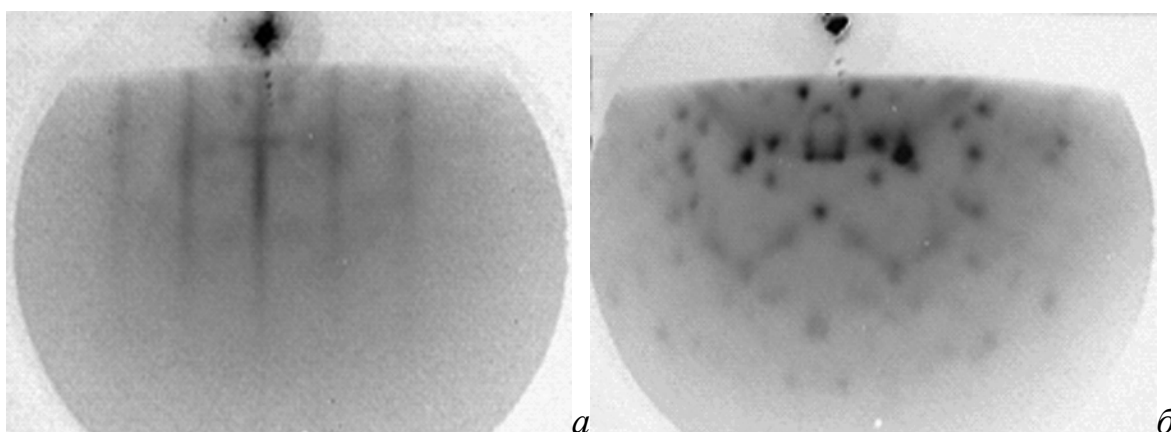


Рисунок 67 – Картины ДОБЭ от структуры Fe-Si на Si(001) 2×1 ,
полученной при $T = 450\text{ }^{\circ}\text{C}$ и соотношениях потоков:
(а) – Fe:Si = 3:1; (б) – Fe:Si = 1:2

Что касается пленки, полученной при соотношении потоков в стехиометрии β -силицида 1:2, картина ДОБЭ полностью отличается от предыдущей: на ней присутствует множество рефлексов от дифракции «на прохождение» от трехмерных монокристаллических островков (рисунок 67, б).

На рисунке 68 представлены рентгенограммы от пленок, полученных при соотношении Fe:Si = 3:1 и 1:2, а также от чистой поверхности Si(001). Из анализа видно, что рентгенограммы от обеих пленок имеют много общих рефлексов, что дает возможность предположить сходство составов полученных структур.

Для каждой пленки были определены положения рефлексов, значения углов которых представлены в таблице 6. Полученные значения были сопоставлены с положениями рефлексов для силицида β -FeSi₂, которые представлены в литературе [152].

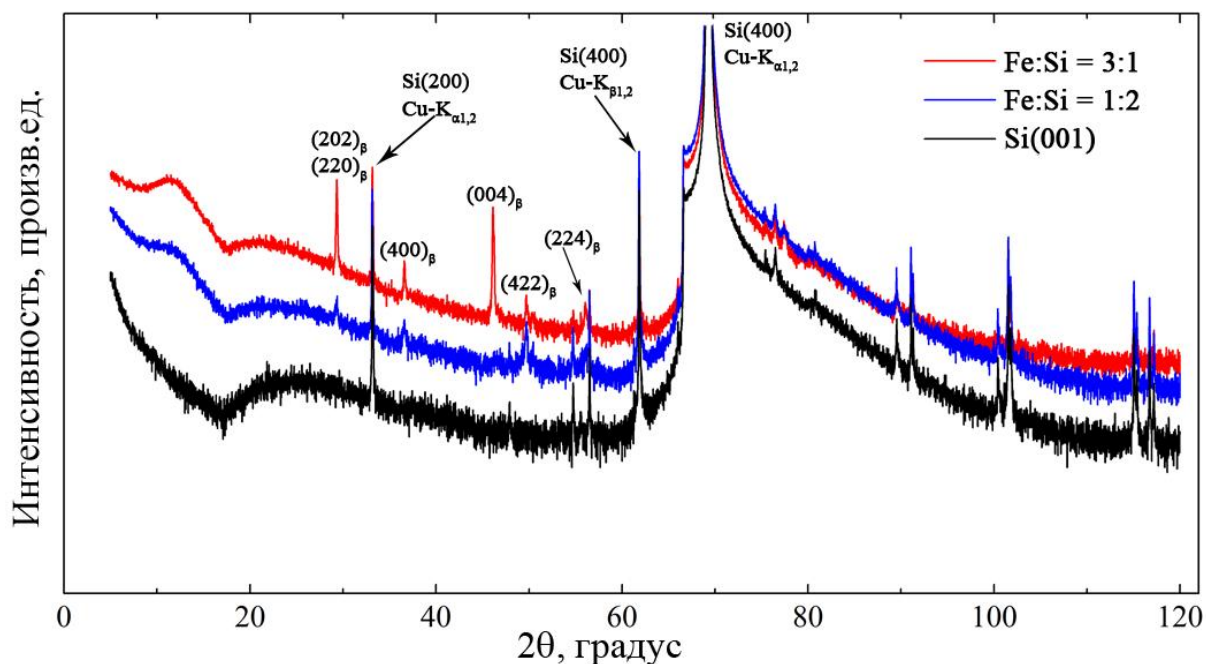


Рисунок 68 – Рентгенограммы для пленок Fe-Si на Si(001) 2×1, полученных при $T = 450\text{ }^{\circ}\text{C}$ и различных соотношениях потоков, а также для чистой поверхности Si(001)

Таблица 6 – Значения рефлексов для полученных пленок в сравнении с литературными данными для силицида $\beta\text{-FeSi}_2$

Экспериментальные данные		Литературные данные для $\beta\text{-FeSi}_2$	Плоскость (hkl)
Fe:Si = 3:1	Fe:Si = 1:2		
29.3254	29.3033	29.353	(202) или (220)
36.5733	36.5893	36.353	(400)
46.1143	-----	46.363	(004)
49.7061	49.7061	49.448	(422)
50.3951	50.4117	50.318	(133)
56.024	56.2721	56.407	(224)
77.4631	77.431	77.200	(800)

Видно, что полученные нами и литературные данные близки между собой по значениям. Таким образом, можно сделать вывод о том, что в обоих случаях сформировались пленки силицида $\beta\text{-FeSi}_2$.

При детальном анализе рентгенограммы для пленки $\beta\text{-FeSi}_2$ (с соотношением потоков 1:2) возникает вопрос о том, какой же кристаллической

структурой обладает эта пленка, поскольку спектр отличен как от поликристаллической, так и от монокристаллической структуры. Анализ литературы [19] позволяет сделать предположение, что на поверхности формируется структура, где островки имеют несколько преимущественных ориентаций. Данное предположение согласуется с дифрактограммой ДОБЭ (рисунок 67, б), геометрию которой можно интерпретировать наложением дифракционных картин от различных направлений силицида.

Исследования магнитного состояния полученных пленок с помощью феррометра, адаптированного для изучения магнитостатических свойств тонких магнитных пленок, показали отсутствие магнитного гистерезиса при комнатной температуре.

5.4 Выводы к главе

Установлено, что при совместном осаждении железа и кремния на поверхности Si(001) 2×1 при температурах 20, 150 и 300 °C в широком диапазоне соотношений потоков Fe:Si на поверхности формируется аморфная структура. В свою очередь, при температуре подложки 450 °C происходит химическая реакция между Fe и Si с образованием островковой эпитаксиальной пленки, состоящей из силицидов. Так, при соотношениях 2:1 и 1:1 преобладает α -силицид с тетрагональной решеткой, а при соотношении 1:4, когда количество поступающего кремния больше, на поверхности образуется две структуры: α -FeSi₂ и β -FeSi₂ с орторомбической решеткой, причем количество α -фазы мало.

Большинство пленок, полученных соосаждением в широком диапазоне технологических условий, не проявляют признаков магнитного гистерезиса при комнатной температуре, что свидетельствует о формировании немагнитных структур. Лишь пленки, полученные при комнатной температуре в соотношениях 5:1 и 2:1 с избытком железа, проявляют ферромагнитные свойства, где коэрцитивная сила равна 20 и 100 Э соответственно.

Установлено, что при совместном напылении железа и кремния в соотношении $\text{Fe}:\text{Si} = 3:1$ при температуре подложки $\text{SiO}_2/\text{Si}(111)$ равной 150°C , формируется поликристаллическая пленка Fe_3Si , обладающая магнитными свойствами, которые изотропны относительно поворота в плоскости. Коэрцитивная сила структуры $\text{Fe}_3\text{Si}/\text{SiO}_2/\text{Si}(111)$ составила $H_c = 48$ Э. В свою очередь, при совместном напылении железа и кремния при аналогичных условиях, на поверхности $\text{Si}(111) 7\times 7$ формируется эпитаксиальная пленка Fe_3Si , которая обладает одноосной магнитной анизотропией в плоскости. Коэрцитивная сила структуры $\text{Fe}_3\text{Si}/\text{Si}(111) 7\times 7$ $H_c = 12.3$ Э, поле анизотропии, вычисленное из данных ферромагнитного резонанса составило $H_a = 26$ Э.

Показано, что при совместном напылении железа и кремния в соотношениях $\text{Fe}:\text{Si} = 3:1$ и $1:2$ при температуре подложки $\text{Si}(001) 2\times 1$ равной 500°C формируются пленки полупроводникового $\beta\text{-FeSi}_2$, состоящие из монокристаллических островков, имеющих различную ориентацию на поверхности кремния.

Заключение

В исследовании, проведенном в рамках диссертационной работы, получены следующие результаты:

1. Оработана технология напыления слоев Fe эффективной толщиной $1.5 \div 2.0$ нм на Si(001) 2×1 при температурах подложки 150, 300, 450 °C, а также при комнатной температуре с последующим отжигом покрытия при $T = 150, 300, 450$ °C. Получены пленочные структуры толщиной 10 нм при напылении Fe под углом к поверхности на атомарно чистые и покрытые слоем SiO₂ подложки Si(001) и Si(111). Оработаны технологические режимы совместного напыления Fe и Si в различных соотношениях потоков материалов при температурах подложки от 20 до 500 °C. Получены эпитаксиальные пленки ферромагнитного силицида Fe₃Si толщиной $10 \div 50$ нм с резкими границами раздела и полупроводникового силицида β -FeSi₂ толщиной $10 \div 50$ нм.
2. Установлено, что фазовый состав и атомная структура, образующиеся при напылении Fe эффективной толщиной $1.5 \div 2.0$ нм на поверхность Si(001) 2×1 , определяются температурой подложки и условиями послеростового отжига:
 - (а) при температурах подложки от 20 до 150 °C атомная структура слоя представляет собой гранулы ОЦК-Fe. Фазовый состав пленки, напыленной при комнатной температуре, сохраняется при 60-минутном отжиге при температурах вплоть до 300 °C, однако размер кристаллитов с ростом температуры отжига увеличивается. Отжиг структуры при $T = 450$ °C приводит к образованию смеси поликристаллического ОЦК-Fe и плоских островков силицида β -FeSi₂;
 - (б) при температуре подложки 300 °C формируется структура, состоящая из смеси поликристаллического ОЦК-Fe и силицида γ -FeSi₂;
 - (в) при температуре подложки 450 °C формируется структура, состоящая из смеси силицидов α -FeSi₂ и γ -FeSi₂.

3. Установлено, что ориентация потока атомов Fe в молекулярном пучке относительно плоскости и кристаллографических осей подложек Si(001), SiO₂/Si(001), Si(111), SiO₂/Si(111) задает морфологию атомной структуры Fe. Показано, что заданная морфология островковой пленки формирует магнитную анизотропию в плоскости подложки и определяет величину поля анизотропии H_a и коэрцитивной силы H_c .
4. Показано, что эпитаксиальные пленки Fe₃Si/Si(111) с резкими границами раздела обладают одноосной магнитной анизотропией в плоскости пленки. Магнитные характеристики, измеренные методом ферромагнитного резонанса, заданы величинами: коэрцитивная сила $H_c = 12.3$ Э, поле анизотропии $H_a = 26$ Э. В то же время магнитная структура поликристаллических пленок Fe₃Si на SiO₂/Si(111) изотропна относительно поворота в плоскости пленки (коэрцитивная сила структуры $H_c = 48$ Э).

Список литературы

1. Baibich, M.N. Giant Magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices / M.N. Baibich, J.M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff // *Phys. Rev. Lett.* – Vol. 61. – No. 21. – 1988. – P. 2472–2475.
2. Tsymbal, E.Y. Handbook of spin transport and magnetism / E.Y. Tsymbal, I. Žutić. – USA: CRC Press (Taylor & Francis Group), 2012. – 790 p.
3. Uchida, K. Observation of the spin Seebeck effect / K. Uchida, S.Takahashi, K. Harii, J. Ieda, W. Koshibae, K. Ando, S. Maekawa, E. Saitoh // *Nature*. – Vol. 455. – 2008. – P. 778–781 (doi:10.1038/nature07321).
4. Wolf, S.A. Spintronics: A Spin-Based Electronics Vision for the Future / S.A. Wolf, D.D. Awschalom, R.A. Buhrman, J.M. Daughton, S. von Molna, M.L. Roukes, A.Y. Chtchelkanova, D.M. Treger // *Science*. – Vol. 294. – 2001. – P. 1488 (doi: 10.1126/science.1065389).
5. Parkin, S. Magnetically Engineered Spintronic Sensors and Memory / S.Parkin, X. Jiang, C. Kaiser, A. Panchula, K. Roche, M. Samant // *Proceedings of the IEEE*. – Vol. 91. – No. 5.– 2003.– P. 661.
6. Datta, S. Electronic analog of the electrooptic modulator / S. Datta, B. Das // *Appl. Phys. Lett.* – Vol. 56. – 1990. – P. 665–667 (doi:10.1063/1.102730).
7. Tserkovnyak, Y. Spintronics: An insulator-based transistor / Y. Tserkovnyak // *Nature Nanotechnology*. – Vol. 8. – 2013. – P. 706–707 (doi:10.1038/nnano.2013.203).
8. Odkhuu, D. Magnetocrystalline anisotropy energy and spin polarization of Fe₃Si in bulk and on Si(001) and Si(111) substrates / D. Odkhuu, W.S.Yun, S.C. Hong // *Thin Solid Films*. – Vol. 519. – 2011. – P. 8218–8222.
9. Naito, M. Early stage of the crystallization in amorphous Fe-Si layers: Formation and growth of metastable α -FeSi₂ / M. Naito, M. Ishimaru // *Nuclear Instr. and Methods in Physics Research B*. –Vol. 267. – 2009. – P. 1290–1293.

10. Naik, S.R. Structural asymmetry of Si/Fe and Fe/Si interface in Fe/Si multilayers / S.R. Naik, S. Rai, M.K. Tiwari, G.S. Lodha // J. Phys. D: Appl. Phys. – Vol. 41. – 2008. – 115307 (doi:10.1088/0022-3727/41/11/115307).
11. Varnakov, S.N. Magnetic properties and nonmagnetic phases formation in (Fe/Si)_n films / S.N. Varnakov, S.V. Komogortsev, S.G. Ovchinnikov, J. Bartolomé, J. Sesé // J. Appl. Phys. – Vol. 104. – 2008. – P. 104 (doi:10.1063/1.3005973).
12. Meservey, R. Spin polarization of tunneling electrons from films of Fe, Co, Ni, and Gd / R. Meservey, P.M. Tedrow // Solid State Communications. – 1972. – Vol. 11. – Iss. 2. – P. 333–336.
13. Varnakov, S.N. CEMS analysis of nanostructured films (Fe/Si)₃ with Fe⁵⁷ active layer / S.N. Varnakov, S.G. Ovchinnikov, J. Bartolomé, J. Rubin, L. Badia // Asian School-Conference on Physics and Technology of Nanostructured Materials: Proceedings. – Vladivostok: Dalnauka. – 2011. – P. 113–114.
14. Балашев, В.В. Исследование сверхтонких пленок силицида железа, выращенных твердофазной эпитаксией на поверхности Si(001) / В.В. Балашев, В.В. Коробцов, Т.А. Писаренко, Е.А. Чусовитин, К.Н. Галкин // ФТТ. – Т. 52. – Вып. 2. – 2010. – С. 370–376.
15. Галкин, Н.Г. Формирование, кристаллическая структура и свойства кремния со встроенными нанокристаллитами дисилицида железа на подложках Si (100) / Н.Г. Галкин и др. // ФТП. – Т. 41. – Вып. 9. – 2007. – С. 1085–1092.
16. Gomoyunova, M.V. Initial stages of iron silicide formation on the Si(100)2×1 surface / M.V. Gomoyunova, D.E. Malygin, I.I. Pronin, A.S. Voronchikhin, D.V. Vyalikh, S.L. Molodtsov // Surface Science. – Vol. 601. – 2007. – P. 5069–5076.
17. Alvarez, J. Geometric and electronic structure of epitaxial iron silicides / J. Alvarez, A.L. Vazquez, J.J. Hinarejos et al. // J. Vac. Sci. Technol. A. – Vol. 11(4). – 1993. – P. 929.

18. Nakano, H. Variety of iron silicides grown on Si(001) surfaces by solid phase epitaxy: Schematic phase diagram / H. Nakano, K. Maetani, K. Hattori, H. Daimon // Surface Science. – Vol. 601. – 2007. – P. 5088–5092.
19. Балашев, В.В. Влияние дефектов тонкого слоя оксида кремния на процессы силицидообразования в системе Fe/SiO₂/Si(001) / В.В. Балашев, В.В. Коробцов, Т.А. Писаренко, Е.А. Чусовитин // ФТТ. – Т. 51. – Вып. 3. – 2009. – С. 565–571.
20. Hamaya, K. Epitaxial ferromagnetic Fe₃Si/Si(111) structures with high-quality heterointerfaces / K. Hamaya, K. Ueda, Y. Kishi, Y. Ando, T. Sadoh, M. Miyao // Appl. Phys. Lett. – Vol. 93. – 2008. – P. 132117 (doi:10.1063/1.2996581).
21. Асташенок, А.В. Магнитно-резонансные свойства тонкопленочных структур Fe₃Si/MgO / А.В. Асташенок, Г.С. Куприянова, А.Ю. Гойхман, А.Ю. Зюбин, А.Н. Орлова // Вестник. БалтГУ. – Вып. 5. – 2011. – С. 60–68.
22. Диаграмма состояния двойных металлических систем: справочник: В 3 т.: Т. 2 / под общ. ред. Н.П. Лякишева. – М.: Машиностроение, 1997. – 1024 с.
23. Диаграммы состояния двойных и многокомпонентных систем на основе железа: Справ. изд. / Банных О.А., Будберг П.Б., Алисова С.П. и др. М.: Металлургия, 1986. – 440 с.
24. Kolel-Veetil, M.K. Organometallic Routes into the Nanorealms of Binary Fe-Si Phases (Review) / M.K. Kolel-Veetil, T.M. Keller // Materials. – Vol. 3. – 2010. – P. 1049–1088.
25. Egert, B. Bonding state of silicon segregated to α -iron surfaces and on iron silicide surfaces studied by electron spectroscopy / B. Egert, G. Panzner // Phys.Rev. B. – Vol. 29. – 1984. – P. 2091–2101.
26. Dimitriadis, C.A. Electronic properties of semiconducting FeSi₂ films / C.A. Dimitriadis, J.H. Werner, S. Logothetidis, M. Stutzmann, J. Weber, R. Nesper // J. Appl. Phys. – Vol. 68(4). – 1990. – P.1726–1734.

27. Geserich, H.P. Some structural, electrical and optical investigations on a new amorphous material: FeSi₂ / H.P. Geserich, S.K. Sharma, W.A. Theiner // Philos. Mag. – Vol. 27. – 1973. – P.1001–1007.
28. Starke, U. High quality iron silicide films by simultaneous deposition of iron and silicon on Si(111) / U. Starke, W. Weiss, M. Kutschera, R. Bandorf, K. Heinz // J. Appl. Phys. – Vol. 91. – 2002. – P. 6154–6159.
29. Bost, M.C. Optical properties of semiconducting iron disilicide thin films / M.C. Bost, J.E. Mahan // J. Appl. Phys. – Vol. 58. – 1985. – P. 2696–2703.
30. Galkin, N.G. Room temperature 1.5 μm light-emitting silicon diode with embedded β-FeSi₂ nanocrystallites / N.G. Galkin, E.A. Chusovitin, D.L. Goroshko, A.V. Shevlyagin, A.A. Saranin, T.S. Shamirzaev, K.S. Zhuravlev, A.V. Latyshev // Appl. Phys. Lett. – Vol. 101. – 2012. – P. 163501.
31. Leong, D. A silicon/iron-disilicide light emitting diode operating at a wavelength of 1.5μm / D. Leong, M. Harry, K.J. Reeson, K.P. Homewood // Nature. – Vol. 387. – 1997. – P. 686–689.
32. Hines, W.A. Magnetization studies of binary and ternary alloys based on Fe₃Si / W.A. Hines, A.H. Menotti, J.I. Budnick, et al. // Phys. Rev. B. – Vol. 13. – 1976. – P.4060–4069.
33. Herfort, J. Magnetic and structural properties of ultrathin epitaxial Fe₃Si films on GaAs(001) / J. Herfort, H.-P. Schonherr, B. Jenichen // J. Appl. Phys. – Vol. 103. – 2008. – P. 07B506–07B508.
34. Lecocq, Y. Magnetization studies of films of Fe₃Si / Y. Lecocq, P. Lecocq, A. Michel // CR Acad. Sci. – Vol. 258. – 1964. – P. 5655–5664.
35. Varga, L.K. Soft magnetic properties of Fe_{73.4-x}Cu₁Nb_{3.1}Si_{13.4+x}B_{9.1} (1.1≤x≤1.6) microwires / L.K. Varga, F. Mazaleyerat, J. Kovac, A. Kakay // JMMM. – Vol. 215/216. – 2000. – P. 121–130.
36. Sawatzky, E. Magnetic and magnetooptical properties of sputtered Fe₅Si₃ films / E. Sawatzky // IEEE Trans. Magn. – Vol. 7. – 1971. – P. 374–376.

37. Srivastava, P.C. Giant magnetoresistance (GMR) in swift heavy ion irradiated Fe films on c-silicon (Fe/c-Si) / P.C. Srivastava, J.K. Tripathi // J. Phys. D Appl. Phys. – Vol. 39. – 2006. – P. 1465–1472.
38. Lander, G. Electron density distribution in the alloy Mn_5Si_3 / G. Lander, P. Brown // Philos. Mag. – Vol. 16. – 1967. – P. 521–542.
39. Fert, A. Two-current conduction in nickel / A. Fert, I.A. Campbell // Phys. Rev. Lett. – Vol. 21. – 1968. – P.1190–1192.
40. Fert, A. Transport properties of ferromagnetic transition metals / A. Fert, I.A. Campbell // J. Physique. – Vol. 32. – 1971. – P.1–46.
41. Fert, A. Electrical resistivity of ferromagnetic nickel and iron based alloys / A. Fert, I.A. Campbell // J. Phys. F. – Vol. 6. – 1976. – P. 849–857.
42. Grunberg, P. Layered magnetic structures: Evidence for antiferromagnetic coupling of Fe layers across Cr interlayers / P. Grunberg, R. Schreiber, Y. Young, M.B. Brodsky, H. Sowers // Phys. Rev. Lett. – Vol. 57. – 1986. – P. 2442–2446.
43. Ando, K. Seeking room-temperature ferromagnetic semiconductors / K. Ando // Science. Vol. 312. – 2006. – P. 1883–1885.
44. Ohno, H. Electrical-field control of ferromagnetism / H. Ohno, D. Chiba, F. Matsukura et al. // Nature. – Vol. 408. – 2000. – P. 944–946.
45. Ando, K. Magneto-optics of diluted magnetic semiconductors: New materials and applications / K. Ando // In Magneto-Optics: Springer: Berlin, Germany, Vol. 128. – 2000. – P. 211–241.
46. Fath, M. Tunneling spectroscopy on the correlation effects in FeSi / M. Fath, J. Aarts, A.A. Menovsky et al. // Phys. Rev. B. – Vol. 58.– 1998. – P. 15483–15491.
47. Aeppli, G. Kondo insulators / G. Aeppli, Z. Fisk // Comment. Condens. Mater. Phys. – Vol. 16. – 1992. – P. 155–165.

48. Schlesinger, Z. Is FeSi a Kondo insulator? / Z. Schlesinger, Z. Fisk, H.-T. Zhang, M.B. Maple // *Physica B: Condensed Matter*. – Vol. 237/238. – 1997. – P. 460–462.
49. Schlesinger, Z. Unconventional charge gap formation in FeSi / Z. Schlesinger, Z. Fisk, H.-T. Zhang, M.B. Maple, J.F. DiTusa, G. Aeppli // *Phys. Rev. Lett.* – Vol. 71. – 1993. – P. 1748–1752.
50. Fisk, Z. Kondo insulators / Z. Fisk, J.L. Sarrao, S.L. Cooper et al. // *Physica (Amsterdam)*. – Vol. 223B. – 1996. – P.409–412.
51. Walser, R.M. First phase nucleation in silicon-transition-metal planar interfaces / R.M. Walser, R.W. Bene // *Appl. Phys. Lett.* – Vol. 28. – 1976. – P. 624–625.
52. Borders, J.A. Characterization of silicon metallization systems using energetic ion backscattering / J.A. Borders, S.I. Picraux // *Proceedings of the IEEE*. – Vol. 62. – 1974. – P. 1224–1231.
53. Novet, T. New synthetic approach to extended solids: Selective synthesis of iron silicides via the amorphous state / T. Novet, D.C. Johnson // *J. Am. Chem. Soc.* Vol. 113. – 1991. – P. 3398–3406.
54. Niu, C.-Y. Magnetic and electronic properties of Cr, Mn, and Fe adatoms on Si(001): A first-principles study / C.-Y. Niu, J.-T. Wang // *Solid State Com.*– Vol. 152. – 2012. – P. 127–131.
55. Gumarov, G.G. MOKE investigation of silicide films ion-beam synthesized in single-crystal silicon / G.G. Gumarov, V.Yu. Petukhov, A.I. Gumarov, R.A. Khalikov, D.A. Konovalov, V.F. Valeev, R.I. Khaibullin // *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B*. – Vol. 272. – 2012. – P. 108–111.
56. Xu, J. Growth of β -FeSi₂ thin film on textured silicon substrate for solar cell application / J. Xu, R. Yaoa, Y. Liu // *Appl. Surf. Sci.* – Vol. 257. – 2011. – P. 10168–10171.
57. Nakamura, Y. High density iron silicide nanodots formed by ultrathin SiO₂ film technique / Y. Nakamura // *Procedia Engineering*. – Vol. 36. – 2012. – P. 382–387.

58. Noda, K. Growth condition dependence of direct bandgap in β -FeSi₂ epitaxial films grown by molecular beam epitaxy // K. Noda, Y. Teraia, N. Miura, H. Uono, Y. Fujiwara // *Physics Procedia*. – Vol. 23. – 2012. – P. 5–8.
59. Федоров, А.С. Особенности структуры и свойств нанопленок β -FeSi₂ и интерфейса β -FeSi₂/Si / А.С. Федоров, А.А. Кузубов, Н.С. Елисеева, Т.А. Кожевникова, Н.Г. Галкин, С.Г. Овчинников, А.А. Саранин, А.В. Латышев // *Письма в ЖЭТФ*. – Т. 95. – Вып. 1. – 2012. – С. 23–28.
60. Варнаков, С.Н. Сравнение силицидов железа, полученных методами молекулярно-лучевой и твердофазной эпитаксии / С.Н. Варнаков, И.А. Яковлев, С.А. Лященко, С.Г. Овчинников, Г.В. Бондаренко // *Вестник СибГАУ*. – Т. 30. – Вып. 4. – 2010. – С. 45–51.
61. Гомоюнова, М.В. Формирование сверхтонких слоев силицидов железа на поверхности монокристаллического кремния / М.В. Гомоюнова и др. // *ФТТ*. – Т. 48. – 2006. – С. 1898–1905.
62. Варнаков, С.Н. Структурные и магнитные характеристики однослойных и многослойных пленок Fe/Si, полученных термическим испарением в сверхвысоком вакууме / С.Н. Варнаков, А.С. Паршин, С.Г. Овчинников, D. Rafaja, L. Kalvoda, А.Д. Балаев, С.В. Комогорцев // *Письма в ЖЭТФ*. – Т. 31. – Вып. 22. – 2005. – С. 1–8.
63. Alvarez, J. Electronic structure of iron silicides grown on Si(100) determined by photoelectron spectroscopies / J. Alvarez, J.J. Hinarejos, E.G. Machel et al. // *Phys. Rev. B*. – Vol. 45. – No. 24. – 1992. – P. 14042–14051.
64. Малыгин, Д.Е. Формирование силицидов железа и кобальта на поверхности чистого и окисленного монокристаллического кремния: дис. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.04 / Малыгин Денис Евгеньевич. — Санкт-Петербург. – 2009. – 147 с.
65. Ueda, K. Low temperature epitaxial growth of Fe₃Si on Si(111) substrate through ultra-thin SiO₂ films / K. Ueda, M. Kumano, T. Sadoh, M. Miyao // *Thin Solid Films*. – Vol. 517. – 2008. – P. 425–427.

66. Kudrnovsky, J. Electronic structures and magnetic moments of $\text{Fe}_{3+y}\text{Si}_{1-y}$ and $\text{Fe}_{3-x}\text{V}_x\text{Si}$ alloys with DO3-derived structure / J. Kudrnovsky, N.E. Christensen, O.K. Andersen // *Phys. Rev. B.* – Vol. 43. – 1991. – P.5924.
67. Nakamura, Y. Fe_3Si nanodots epitaxially grown on Si(111) substrates using ultrathin SiO_2 film technique / Y. Nakamura, K. Fukuda, S. Amari, M. Ichikawa // *Thin Solid Films.* – Vol. 519. – 2011. – P. 8512–8515.
68. Herfort, J. Epitaxial growth of $\text{Fe}_3\text{Si}/\text{GaAs}(001)$ hybrid structures / J. Herfort, H.-P. Schoenherr, K.H. Ploog // *Appl. Phys. Lett.* – Vol. 83. – 2003. – P. 3912.
69. Jenichen, B. Layer-by-layer growth of thin epitaxial Fe_3Si films on $\text{GaAs}(001)$ / B. Jenichen, V.M. Kaganer, W. Braun, J. Herfort, R. Shayduk, K.H. Ploog // *Thin Solid Films.* – Vol. 515. – 2007. – P. 5611–5614.
70. Kawaharazuka, A. Spin injection from Fe_3Si into GaAs / A. Kawaharazuka, M. Ramsteiner, J. Herfort, H.-P. Schoenherr, H. Kostial, K.H. Ploog // *Appl. Phys. Lett.* – Vol. 85. – No. 16. – 2004. – P. 3492 (doi:10.1063/1.1807014).
71. Akiyama, K. Epitaxial growth of (100) Fe_3Si thin films on insulating substrates / K. Akiyama, T. Kadowaki, S. Kaneko, A. Kyoduka, Y. Sawada, H. Funakubo // *Journal of Crystal Growth.* – Vol. 310. – 2008. – P. 1703–1707 (doi:10.1016/j.jcrysgro.2007.11.076).
72. Nakane, R. Preparation and characterization of ferromagnetic DO3-phase Fe_3Si thin films on silicon-on-insulator substrates for Si-based spin-electronic device applications / R. Nakane, M. Tanaka, S. Sugahara // *Appl. Phys. Lett.* – Vol. 89. – 2006. – P. 192503 (doi: 10.1063/1.2378487).
73. Yoshitake, T. Room-temperature epitaxial growth of ferromagnetic Fe_3Si films on Si(111) by facing target direct-current sputtering / T. Yoshitake, D. Nakagauchi, T. Ogawa et al. // *Appl. Phys. Lett.* – Vol. 86. – 2005. – P. 262505 (doi: 10.1063/1.1978984).
74. Noor, S. Surface morphology and atomic structure of thin layers of Fe_3Si on $\text{GaAs}(001)$ and their magnetic properties / S. Noor, I. Barsukov, M.S. Özkan et al. // *J. Appl. Phys.* – Vol. 113. – 2013. – P. 103908.

75. Gumarov, G.G. Scanning MOKE investigation of ion-beam-synthesized silicide films / G.G. Gumarov, D.A. Konovalov, A.V. Alekseev, V.Yu. Petukhov, V.A. Zhikharev, V.I. Nuzhdin, V.A. Shustov // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. – Vol. 282. – 2012. – P. 92–95.
76. Liew, S.L. Thin Film Polycrystalline β -FeSi₂/Si Heterojunction Solar Cells via Al Incorporation and Rapid Thermal Processing / S.L. Liew, Y. Chai, H.R. Tan et al. // Energy Procedia. – Vol. 15. – 2012. – P. 305–311 (doi: 10.1016/j.egypro.2012.02.036).
77. Borisenko, V.E. Semiconductor Silicides : Springer Series in Materials Science (Book 39) / V.E. Borisenko. – Springer, 2000. – 348p.
78. Mahan, J.E. Surface electron-diffraction patterns of β -FeSi₂ films epitaxially grown on silicon / J.E. Mahan, V.L. Thanh, J. Chevrier, I. Berbezier, J. Derrien // J. Appl. Phys. – Vol. 74. – No. 3. – 1993. – P. 1747–1761.
79. Tan, D. Effect of Al incorporation on the crystallization kinetics of amorphous FeSi₂ into poly β -FeSi₂ film on SiO₂/Si(100) substrate // D. Tan, C.T. Chua, G.K. Dalapati, D. Chi // Thin Solid Films. – Vol. 520. – 2012. – P. 2336–2338.
80. Esaka, F. X-ray photoelectron and X-ray absorption spectroscopic study on β -FeSi₂ thin films fabricated by ion beam sputter deposition / F. Esaka, H. Yamamoto, N. Matsubayashi et al. // Appl. Surf. Sci. – Vol. 256. – 2010. – P. 3155–3159 (doi:10.1016/j.apsusc.2009.11.090).
81. Cherief, N. Semiconducting silicide-silicon heterojunction elaboration by solid phase epitaxy / N. Cherief, C. D'Anterroches, T.A. Nguyen Tan, R.C. Cinti, J. Derrien // Appl. Phys. Lett. – Vol. 55. – No. 16. – 1989. – P. 1671–1673.
82. Sauvage-Simkin, M. Structural approach of the Fe-Si(111) annealed interfaces / M. Sauvage-Simkin, N. Jedrecy, A. Waldhauer, R. Pinchaux // Physica B. – Vol. 198. – No. 1. – 1994. – P. 48–54.

83. Konuma, K. Formation of epitaxial β -FeSi₂ films on Si (001) as studied by medium energy ion scattering / K. Konuma, J. Vrijmoeth, P.M. Zagwijn, J.W.M. Frenken, E. Vlieg, J.F. van der Veen // J. Appl. Phys. – Vol. 73. – No. 3. – P.1104–1109.
84. Peale, D.R. Heteroepitaxy of β -FeSi₂ on unstrained and strained Si (100) surfaces / D.R. Peale, R. Haight, J. Ott // Appl. Phys. Lett. – Vol. 62. – No. 12. – 1993. – P. 1402–1404.
85. Raunau, W. Epitaxial iron silicides on Si(001): an investigation with scanning tunneling microscopy and spectroscopy / W. Raunau, H. Niehus, G. Comsa // Surf. Sci. Lett. – Vol. 284. – 1993. – P. 375–383.
86. Shoji, F. Surface analysis of β -FeSi₂ layer epitaxially grown on Si(100) / F. Shoji, H. Shimoji, Y. Makihara // Thin Solid Films. – Vol. 461. – 2004. – P.116–120.
87. Chrost, J. Iron silicides grown on Si(100): metastable and stable phases / J. Chrost, J.J. Hinarejos, P. Segovia, E.G. Michel, R. Miranda // Surf. Sci. – Vol. 371. – 1997. – P. 297–306.
88. Galkin, N.G. Self-organization of β -FeSi₂ islands on Si(111)7×7 / N.G. Galkin, V.O. Polyarnyi, A.S. Gournalnik // Thin Solid Films. – Vol. 464/465. – 2004. – P. 199–203.
89. Mahan, J.E. Epitaxial films of semiconducting FeSi₂ on (001) silicon / J.E. Mahan, K.M. Geib, G.Y. Robinson, R.G. Long, Y. Xinghua, G. Bai, M.-A. Nicolet, M. Nathan // Appl. Phys. Lett. – Vol. 56. – No. 21. – 1990. – P. 2126–2128.
90. Lin, C. Structural characterization of codeposition growth β -FeSi₂ film / C. Lin, L. Wang, X. Chen, L.F. Chen, L.M. Wang // Jpn. J. Appl. Phys. – Vol. 37. – Iss. 2. – 1998. – P. 622–625.
91. Sasase, M. Radiation effects on film formation and nanostructural changes of iron disilicide thin film / M. Sasase, H. Yamamoto, S. Okayasu // Nuclear Instr. and Methods in Physics Research B. – Vol. 272. – 2012. – P. 318–321.

92. Sasase, M. Formation of atomically flat β -FeSi₂/Si(100) interface using ion irradiated substrate / M. Sasase, H. Yamamoto, H. Kurata // Thin Solid Films. – Vol. 520. – 2012. – P. 3490–3492.
93. Luby, S. Interfacial reactions of thin iron films on silicon under amorphous silicon and SiO_x capping / S. Luby, G. Leggieri, A. Luches et al. // Thin Solid Films. Vol. 245. – Iss. 1. – 1994. – P. 55–59.
94. Baldwin, N.R. Low temperature iron thin films-silicon reactions / N.R. Baldwin, D.G. Ivey // J. Mater. Sci. – Vol. 31. – Iss. 1. – 1996. – P.31–37.
95. Radermacher, K. Growth kinetics of iron silicides fabricated by solid phase epitaxy or ion beam synthesis / K. Radermacher, S. Mantl, Ch. Dieker, H. Lüth, C. Freiburg // Thin Solid Films. – Vol. 215. – Iss. 1. –1992. – P. 76–83.
96. Оура, К. Введение в физику поверхности / К. Оура, В. Г. Лившиц, А. А. Саранин, А. В. Зотов, М. Катаяма; [отв. ред. В. И. Сергиенко]; Ин-т автоматизации и процессов упр. ДВО. – М.: Наука, 2006. – 490 с.
97. Ichimiya, A. Reflection high-energy electron diffraction / A. Ichimiya, P.I. Cohen. – Cambridge (UK): Cambridge University Press, 2004. – 353 p.
98. Пчеляков, О.П. Формирование пленок и наноструктур при молекулярно-лучевой эпитаксии кремния и германия : дис. ... д-ра физ.-мат. наук : 01.04.07 / Пчеляков Олег Петрович. – Новосибирск, 1997. – 213 с.
99. Хейденрайх, Р. Основы просвечивающей электронной микроскопии : перевод с английского / Р. Хейденрайх; под ред. Е.С. Куранского. – М.: МИР, 1966. – 471 с.
100. Пинскер, З.Г. Дифракция электронов / З.Г. Пинскер. — М.–Л.: Изд-во АН СССР, 1949. — 406 с.
101. Алексеев, С.А. Введение в прикладную эллипсометрию / С.А. Алексеев, В.Т. Прокопенко, Е.К. Скалецкий, Б.А. Туркбаев, Е.Е. Орлова, О.В. Майорова. Учебное пособие; под ред. д. т. н. проф. Прокопенко В.Т. – СПб: СПбГУИТМО, 2005. – 100 с.

102. Azzam, R.M.A. Elipsometry and polarized light / R.M.A. Azzam, N.M. Bashara. – N.-Y.: North Holland Publishing Company, 1977. – 583 p.
103. Тарасов, И.А. Эллипсометрическая экспресс-методика определения толщины и профилей оптических постоянных в процессе роста наноструктур Fe/SiO₂/Si(100) / И.А. Тарасов, Н.Н. Косырев, С.Н. Варнаков, С.Г. Овчинников, С.М. Жарков, В.А. Швец, О.Е. Терещенко // ЖТФ. – Т. 82. – Вып. 9. – 2012. – С. 44–48.
104. Вудраф, Д. Современные методы исследования поверхности / Д. Вудраф, Т. Делчар. — М.: Мир, 1989. — 564 с.
105. Экспериментальные методы электронной спектроскопии поверхности твердых тел : лабораторный практикум по курсу «Физика поверхности и границ раздела» для студентов специальности 010701 Межвузовского инженерно-физического отделения СибГАУ и КрасГУ / Г.А. Александрова, А.С. Паршин. – Красноярск: СибГАУ, 2005. – 82 с.
106. Фельдман, Л. Основы анализа поверхности и тонких пленок / Л. Фельдман, Д. Майер. — М.: Мир, 1989. – 564 с.
107. Анализ поверхности методами оже- и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии / под ред. Д. Бриггса, М.П. Сиха. – М.: Мир, 1987. — 600 с.
108. Энциклопедический словарь нанотехнологий. — Роснано. 2010. URL: <http://dic.academic.ru/>. Дата обращения: апрель 2014.
109. Артемьев, Е.М. Метастабильные состояния и магнитные свойства пленок сплавов на основе железа и кобальта : дис. ... д-ра физ.-мат. наук : 01.04.07 / Артемьев Евгений Михайлович. — Красноярск, 2008. – 274 с.
110. Горелик, С.С. Рентгенографический и электроннооптический анализ / С.С. Горелик, Л.Н. Расторгуев, Ю.А. Скаков. — 2-ое изд., исправ. и доп. — М.: Металлургия, 1970. — 366 с.
111. Савельев, И.В. Курс общей физики : Том 2. Электричество / И.В. Савельев. — М.: Наука, 1970. — 442 с.

112. Гринин, Э.Ф. Феррометр // Магнитные материалы для радиоэлектроники: сб. науч. тр. – Красноярск: ИФ СО АН СССР. – 1982. – С. 209–217.
113. Беляев, Б.А. Диагностика тонкопленочных структур методом ферромагнитного резонанса : учебное пособие / Б.А. Беляев, А.С. Волошин, А.В. Изотов и др. — Красноярск: Сибирский федеральный университет, 2011. — 104 с.
114. Гуревич, А.Г. Магнитный резонанс в ферритах и антиферромагнетиках : монография / А.Г. Гуревич. — М.: Наука, 1973. — 592 с.
115. Belyaev, B.A. Magnetic imaging in thin magnetic films by local spectrometer of ferromagnetic resonance / B.A. Belyaev, A.V. Izotov, A.A. Leksikov // IEEE Sens. J. – Vol. 5. – No. 2. – 2005. – P. 260–267.
116. Кузнецова, Г.А. Качественный рентгенофазовый анализ: Методические указания / Г.А. Кузнецова. — Иркутск: ИГУ, 2005. — 28 с.
117. Брандон, Д. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля / Д. Брандон, У. Каплан. – М.: Техносфера, 2004. – 384 с.
118. Srivastava, P.C. Magnetic and semiconducting nanostructures by swift heavy ion irradiation of $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ films on Si substrates / P.C. Srivastava, J.K Tripathi, P.S Pandey // Semicond. Sci. Technol. – Vol. 20. – No. 12. – 2005. – P. 61–64.
119. Рентгенофлуоресцентный метод анализа: методические указания к лабораторным работам / А.А. Комисаренков, С.Б. Андреев — СПб: ГОУ ВПО СПб ГТУ РП, 2008. – 36 с.
120. Метод рентгеноспектрального анализа и его возможности в строительстве: методические указания / Л.Н. Мазалов. – Новосибирск: НГАСУ, ИНХ СО РАН, 2002. – 31 с.
121. Вакуумное оборудование / Н.В. Василенко, Е.Н. Ивашов, Л.К. Ковалев и др.; Под ред. проф. Л.К.Ковалева, Н.В.Василенко. – Красноярск: Кн. изд-во Сиб. аэрокосм. акад., 1995. – 255 с.

122. Эсаки, Л. Молекулярно-лучевая эпитаксия и гетероструктуры / Л. Эсаки, Б.А. Джойс, Р. Хекингботтом и др.; под ред. Л. Ченга, К. Плога; пер. с англ. под ред. Ж.И. Алферова, Ю.В. Шмарцева. – М.: Мир, 1989. – 579 с.
123. Lange, H. Electronic Properties of Semiconducting Silicides (Review) / H. Lange // *Phys. Stat. Sol., B*. – Vol. 201. – No. 3. – 1997. – P. 3–65.
124. Комплекс виртуальных лабораторных работ КЛР 1.0 [Электронный ресурс] / С.А. Лященко, И.А. Яковлев, С.Н. Варнаков, Р.В. Мосин. – Красноярск: СибГАУ, 2013. – (программа ЭВМ).
125. Bubendorff, J.L. Nanostructuring of Fe films by oblique incidence deposition on α -FeSi₂ template onto Si(111): Growth, morphology, structure and faceting / J.L. Bubendorff, G. Garreau // *Surface Science*. – Vol. 603. – Iss. 2. – 2009. – P. 373–379.
126. Hawkeye, M.M. Glancing angle deposition: fabrication, properties, and applications of micro- and nanostructured thin films / M.M. Hawkeye, M.J. Brett // *Journal of Vacuum Science and Technology A*. – Vol. 25. – Iss. 5. – 2007. – P.1317–1335.
127. Lin, W.-C. Modulation of magnetic anisotropy in Fe/Si(111) thin films through interface property / W.-C. Lin, T.-Y. Ho, C.-S. Chi, C.-J. Tsai // *Thin Solid Films*. – Vol. 542. – 2013. – P. 355–359.
128. Ishizaka, A. Low temperature surface cleaning of silicon and its application to silicon MBE / A. Ishizaka, Y. Shiraki // *J. Electrochem. Soc.: Electrochemical Science and Technology*. – Vol. 133. – No. 4. – 1986. – P. 666–671.
129. Powder Diffraction File (PDF 4+): Inorganic Phases [Электронный ресурс], Swarthmore (PA, USA): International Center for Diffraction Data, 2012. – (программа ЭВМ).
130. Handbook of auger electron spectroscopy / L.E. Davis, M.S. McDonald et al. 2nd ed. – Minnesota: Perkin-Elmer Corp., 1976. – 160 p.

131. Научно-исследовательский институт вакуумной техники им. С.А. Векшинского. Расчет спектров электронной спектроскопии. – URL: http://www.niivt.ru/education/online_library/aes_spec/.
Дата обращения: октябрь 2010.
132. Andrews, K.W. Interpretation of electron diffraction patterns / K.W. Andrews, D.J. Dyson, S.R. Keown. – 2nd edition. London: ADAM HILGER LTD, 1971. – 239 p.
133. Ермаков, К.С. Влияние морфологии поверхности монокристаллических подложек Si(111) на магнитные свойства эпитаксиальных пленок Co / К.С. Ермаков, Ю.П. Иванов, Л.А. Чеботкевич // ФТТ. – Т. 52. – Вып. 12. – 2010. – С. 2392–2396.
134. Wawro, A. The solid state reaction of Fe with the Si(111) vicinal surface: splitting of bunched steps / A. Wawro, S. Suto, R. Czajka, A. Kasuya // Nanotechnology. – Vol. 19. – 2008. – P. 205706.
135. Komogortsev, S.V. Magnetic anisotropy in Fe films deposited on SiO₂/Si(001) and Si(001) substrates / S.V. Komogortsev, S.N. Varnakov, S.A. Satsuk, I.A. Yakovlev, S.G. Ovchinnikov // JMMM. – Vol. 351. – 2014. – P. 104–108.
136. van Dijken, S. Influence of the deposition angle on the magnetic anisotropy in thin Co films on Cu(001) / S. van Dijken, G. Di Santo, B. Poelsema // Phys. Rev. B. – Vol. 63. – 2001. – P. 104431.
137. Zhan, Q.-F. Surface morphology and magnetic anisotropy of Fe/MgO(001) films deposited at oblique incidence / Q.-F. Zhan, C. van Haesendonck, S. Vandezande, K. Temst // Appl. Phys. Lett. – Vol. 94. – 2009. – P. 042504.
138. Wolfe, J.H. Roughness induced in plane uniaxial anisotropy in ultrathin Fe films / J.H. Wolfe, R.K. Kawakami, W.L. Ling, Z.Q. Qiu, R. Arias, D.L. Mills // JMMM. – Vol. 232. – 2001. – P. 36–45.
139. Garreau, G. Magnetic anisotropy versus morphology in Fe films deposited on ultrathin iron silicides / G. Garreau, J.L. Bubendorff, S. Hajjar et al. // Physica Status Solidi C. – Vol. 1. – Iss. 12. – 2004. – P. 3726–3730.

140. Chi, C.-S. Uniaxial magnetic anisotropy in Pd/Fe bilayers on Al₂O₃ (0001) induced by oblique deposition / C.-S. Chi, B.-Y. Wang, W.-F. Pong et al. // J. Appl. Phys. – Vol. 111. – 2012. – P. 123918.
141. Varnakov, S.N. CEMS analysis of phase formation in nanostructured films (Fe/Si)₃ / S.N. Varnakov, S.G. Ovchinnikov, J. Bartolomé, J. Rubín, L. Badía, G.V. Bondarenko // Solid State Phenomena. – Vol. 168/169. – 2011. – P. 277.
142. Tarasov, L.P. Ferromagnetic anisotropy of iron and iron-rich silicon alloys / L.P. Tarasov // Phys. Rev. B. – Vol. 56. – 1997. – P. 1231.
143. Jedrecy, N. Structural characterization of epitaxial α -derived FeSi₂ on Si(111) / N. Jedrecy, A. Waldhauer, M. Sauvage-Simkin, R. Pinchaux, Y. Zheng // Phys. Rev. B. – Vol. 49. – No. 7. – 1994. – P. 4725–4730.
144. Schuette, M. Shape controlling synthesis - formation of Fe₃Si by the reaction of iron with silicon tetrachloride and crystal structure refinement / M. Schuette, R. Wartchow, M. Binnewies // Zeitschrift für Anorganische und Allgemeine Chemie. – Vol. 629. – 2003. – P. 1846–1850.
145. Яковлев, И.А. Исследование структурных и магнитных характеристик эпитаксиальных пленок Fe₃Si/Si(111) / И.А. Яковлев, С.Н. Варнаков, Б.А. Беляев, С.М. Жарков, М.С. Молокеев, И.А. Тарасов, С.Г. Овчинников // Письма в ЖЭТФ. – Т. 99. – Вып. 9. – 2014. – С. 610–613.
146. Hamaya, K. Epitaxial ferromagnetic Fe₃Si/Si(111) structures with high-quality heterointerfaces / K. Hamaya, K. Ueda, Y. Kishi, Y. Ando, T. Sadoh, M. Miyao // Appl. Phys. Lett. – Vol. 93. – 2008. – P. 132117 (doi:10.1063/1.2996581).
147. Lenz, K. Magnetic properties of Fe₃Si/GaAs(001) hybrid structures / K. Lenz, E. Kosubek, K. Baberschke et al. // Phys. Rev. B. – Vol. 72. – 2005. – P. 144411.
148. Magnetic Properties of Metals: d-Elements, Alloys and Compounds / H.P.J. Wijn (ed.). — Springer, 1991. — 190 p.

149. Бабицкий, А.Н. Активная магнитная антенна на микрополосковой структуре / А.Н. Бабицкий, Б.А. Беляев, А.А. Лексиков // Известия высших учебных заведений. Физика. – Т. 56. – № 8/2. – С. 271–274.
150. Belyaev, B.A. Synthesis and Study of the Magnetic Characteristics of Nanocrystalline Cobalt Films / B.A. Belyaev, A.V. Izotov, S.Ya. Kiparisov, G.V. Skomorokhov // Physics of the Solid State. – Vol. 50. – No. 4. – 2008. – P. 676–683.
151. Myagkov, V.G. Solid-state synthesis and magnetic properties of epitaxial FePd₃(001) films / V.G. Myagkov, V.S. Zhigalov, B.A. Belyaev, L.E. Bykova, L.A. Solovyov, G.N. Bondarenko // JMMM. – Vol. 324. – 2012. – P.1571–1574.
152. Yamane, H. Effects of stacking fault on the diffraction intensities of β -(FeSi₂) / H. Yamane, T. Yamada // J. of Alloys and Compounds. – Vol. 476. – 2009. – P. 282–287.