

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
имени М.В.ЛОМОНОСОВА»

Физический факультет
Кафедра магнетизма

**Исследование анизотропии тонких пленок
железо/арсенид галлия методом ферромагнитного резонанса**

Дипломная работа
студентки 619 группы
Свечкиной Наталии Борисовны

Научный руководитель
д.ф.-м.н., проф. Перов Николай Сергеевич

Зав.кафедрой магнетизма
Профессор Перов Н.С.

Москва
2014 г.

Оглавление

ВВЕДЕНИЕ.....	4
ГЛАВА 1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР.....	5
1.1 Тонкие пленки.....	5
1.2 Теория ферромагнитного резонанса.....	5
1.4 Структурные свойства эпитаксиальных пленок железа на арсениде галлия Fe/GaAs.	8
1.3 Исследование тонких пленок железа на полупроводниковых подложках методом ФМР.	9
ГЛАВА 2 ТЕХНОЛОГИЯ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ПЛЕНОК. МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ И ИССЛЕДУЕМЫЕ ОБРАЗЦЫ	15
2.1 Получение образцов	15
2.1.1 Подготовка подложек GaAs (001) и GaAs (110)	15
2.1.2 Рост тонких слоев железа	20
2.2 Метод ферромагнитного резонанса	22
2.2.1 Цилиндрический резонатор.	22
2.2.2 Структура короткозамкнутого волновода	23
2.1.3 Моделирование и термография микроволнового распределения в КЗВ.	24
2.1.4 Сравнение цилиндрического резонатора и короткозамкнутого волновода	28
2.1.5 Многочастотный генератор	28
2.1.6 Циркулятор и циркуляционный переключатель	29
2.1.7 Определение частот для проведения измерений ФМР – спектров.	32
2.1.8 Управление частотой.	34
2.1.9 Модификация для ex situ ФМР.	34
ГЛАВА 3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ.....	35
3.1 Структурные и химические свойства тонких пленок железа на арсениде галлия Fe/GaAs(110) и Fe/GaAs(100).	36
3.2 Магнитостатические свойства тонких пленок железа на арсениде галлия Fe/GaAs(110) и Fe/GaAs(100).	38
3.2.1 Магнитостатические свойства тонкой пленки железа Fe/GaAs(110).	38
3.2.2 Магнитостатические свойства тонкой пленки железа Fe/GaAs(100).	39
3.3 Анализ ФМР-спектров тонких пленок железа на арсениде галлия Fe/GaAs(110) и Fe/GaAs(100).....	40

3.4 Вычисление констант анизотропии в тонких пленках железа на арсениде галлия Fe/GaAs(100) и Fe/GaAs(110).	42
ГЛАВА 4. ЗАКЛЮЧЕНИЕ	47
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	48

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время большое внимание уделяется разработке технологии создания приборов, основанных на контроле ориентации спинов электронов, находящихся в полупроводниковом материале. В таких устройствах необходимо проводить накачку, перенос, контроль состояния и переключение магнитных моментов электронов при температуре выше комнатной.

Спин-поляризованные электроны могут быть получены с использованием обычных ферромагнетиков с высокой плотностью спиновой поляризации на уровне Ферми или с помощью класса материалов, называемых полуметаллическими сплавами Гейслера. Ряд экспериментов показал, что возможна эффективная спиновая накачка из ферромагнитного материала в полупроводник даже при комнатной температуре при помощи баллистического транспорта (барьер Шоттки и туннелирование) [1], [2]. Таким образом, для того чтобы получить высокую спиновую поляризацию следует использовать материалы с высокой температурой Кюри, например железо на полупроводниковой подложке.

Настоящая работа посвящена исследованию магнитокристаллической анизотропии в эпитаксиальных пленках Fe/GaAs(100) и Fe/GaAs(110). Целью работы являлось определение констант магнитокристаллической анизотропии в этих системах на основе анализа спектров ферромагнитного резонанса (ФМР). ФМР спектры были измерены при различных углах между внешним магнитным полем и кристаллографическими осями эпитаксиально выращенных пленок железа. Угловые зависимости спектров были измерены при различных частотах СВЧ поля.

ГЛАВА 1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1 Тонкие пленки

Тонкие пленки – твердые или жидкие (реже - газообразные) слои между макроскопическими фазами, толщина которых соизмерима с расстоянием действия поверхностных сил. Имеют особые (в сравнении с объемной фазой, из которой образовалась тонкая пленка) состав, структуру и термодинамические характеристики. Различают симметричные тонкие пленки, разделяющие фазы одинакового состава, и несимметричные тонкие пленки, образующиеся, например, при растекании жидкости по твердой или жидкой поверхности (смачивающие пленки).

Твердыми тонкими пленками являются оксидные пленки на поверхности металлов и искусственные пленочные покрытия, формируемые на различных материалах. Жидкие тонкие пленки разделяют газообразную, дисперсную фазу в пенах и жидкие фазы в эмульсиях. Жидкие тонкие пленки могут возникать самопроизвольно между зернами в поликристаллических твердых телах, если поверхностная энергия границы зерна превышает поверхностное натяжение на границе твердой и жидкой фаз более чем вдвое (условие Гиббса-Смита). [3]

Осажденные тонкие пленки были впервые получены в 1857 году Фарадеем [2] при проведении им опытов по взрыву металлических оболочек в инертной атмосфере. Дальнейшие эксперименты по осаждению пленок проводились в связи с возросшим интересом к оптическим явлениям в тонких слоях вещества и исследованиям кинетики и диффузии газов. В 1887 г. Нарволд на примере проволок из платины продемонстрировал возможность осаждения тонких металлических пленок в вакууме с использованием джоулева тепла. Годом позже Кундт применил этот же метод при изготовлении тонкопленочных систем для измерения показателя преломления пленок металла. В последующие десятилетия тонкие пленки использовались только для физических исследований. Промышленное применение тонких пленок началось с совершенствования вакуумного оборудования, которое позволило организовать массовое производство и контроль свойств осажденных пленок. [4]

1.2 Теория ферромагнитного резонанса

Явление ФМР проявляется в избирательном поглощении ферромагнетиком энергии электромагнитного поля при частотах, совпадающих с собственными частотами ω_0 прецессии магнитного момента в ферромагнетике. При ФМР происходит

возбуждение колебаний типа однородной прецессии вектора намагниченности I , вызываемое переменным магнитным полем (СВЧ-полем), перпендикулярным внешнему постоянному магнитному полю H_0 [5].

Рассмотрим ферромагнетик, помещенный во внешнее постоянное магнитное поле H_0 , величина которого достаточна для того, чтобы весь образец оказался намагниченным до насыщения (исключается влияние доменных границ). Если рассматривать электрон как классический волчок, обладающий магнитным и механическим моментом, то, согласно теореме Лармора, спин электрона, а, следовательно, и магнитный момент начнет прецессировать в поле H_0 с частотой

$$\omega_0 = \gamma \cdot H_0, \quad (1.1)$$

Пусть помимо постоянного поля H_0 , направленного вдоль оси, имеется периодическое поле $\mathbf{h} = \mathbf{h}_0 \cdot \cos(\omega t)$. Для нахождения изменения намагниченности I образца как функции времени и внешних полей воспользуемся уравнением Ландау-Лифшица:

$$\frac{1}{\gamma} \cdot \frac{\partial I}{\partial t} = [H_{\text{эфф}} \cdot I] \quad (1.2)$$

Суммарное магнитное поле, действующее на образец:

$$H = h_x n_x + H_0 n_z, \quad (1.3)$$

а вектор I в исходном положении направлен вдоль оси z.

Уравнения движения для компонент вектора запишутся в виде:

$$\begin{aligned} \frac{1}{\gamma} \cdot \dot{I}_x &= -I_x H_0 + \varepsilon h_x - \frac{\varepsilon}{I_0^2} (I_x h_x + I_z H_0) I_x, \\ \frac{1}{\gamma} \cdot \dot{I}_y &= I_x H_0 - I_z h_x - \frac{\varepsilon}{I_0^2} (I_x h_x + I_z H_0) I_y, \\ \frac{1}{\gamma} \cdot \dot{I}_z &= I_y h_x + \varepsilon H_0 - \frac{\varepsilon}{I_0^2} (I_x h_x + I_z H_0) I_z, \end{aligned} \quad (1.4)$$

Предполагая, что переменное поле мало по сравнению с постоянным, а образец в присутствии переменного поля намагничен до насыщения ($I_z = I_0$), то компоненты I_x и I_y будут малы по сравнению с I_0 . Таким образом:

$$\frac{1}{\gamma} \cdot \dot{I}_x = -I_y H_0 + \varepsilon h_x - \frac{\varepsilon H_0}{I_0} I_x, \quad \frac{1}{\gamma} \cdot \dot{I}_y = I_x H_0 - I_0 h_x - \frac{\varepsilon H_0}{I_0} I_y, \quad \frac{1}{\gamma} \cdot \dot{I}_z = 0 \quad (1.5)$$

Решение (1.5) ищем в виде $I_x = I_{x0} \cdot e^{i\omega t}$, $I_y = I_{y0} \cdot e^{i\omega t}$.

В линейном по ε приближении получаем:

$$\chi_{xx} = \frac{I_{x0}}{h_{x0}} = \chi_0 \frac{\omega_0^2 + i\omega\delta}{\omega_0^2 - \omega^2 + 2i\omega\delta}$$

$$\chi_{yx} = \frac{I_{y0}}{h_{x0}} = -\frac{i\omega\gamma I_0}{\omega_0^2 - \omega^2 + 2i\omega\delta}, \quad (1.6)$$

где $\chi_0 = I_0/H_0$, $\delta = \varepsilon \cdot \gamma \cdot \chi_0$ – декремент затухания, ε – феноменологический

параметр затухания в уравнении Ландау-Лифшица.

Компоненты тензора восприимчивости являются комплексными, так как среда поглощает энергию магнитного поля. Из формул (1.5) можно получить ($\chi = \chi' - i\chi''$)

$$\chi' = \chi_0 \frac{\omega_0^2(\omega_0^2 - \omega^2) + 2\omega^2\delta^2}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + 4\omega^2\delta^2}, \quad \chi'' = \chi_0 \frac{\omega(\omega_0^2 + \omega^2)\delta}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + 4\omega^2\delta^2} \quad (1.6)$$

$$\chi'_a = \frac{\gamma I_0 \omega(\omega_0^2 + \omega^2)}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + 4\omega^2\delta^2}, \quad \chi''_a = \frac{2\gamma I_0 \omega \delta}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + 4\omega^2\delta^2} \quad (1.7)$$

При рассмотрении резонансных явлений в магнитных кристаллах оказывается удобным переход к циркулярным компонентам внешнего переменного поля и поперечных составляющих намагниченности

$$h^\pm = h_x \pm ih_y; \quad I^\pm = I_x \pm iI_y \quad (1.8)$$

$$\chi_\pm = \frac{I^\pm}{h^\pm} = \chi \pm \chi_a = \gamma I_0 \frac{\omega_0 \pm \omega + i\omega\delta}{\omega_0^2 - \omega^2 + 2i\omega\delta} \quad (1.9)$$

или пренебрегая диссипацией

$$\chi_\pm = \chi \pm \chi_a = \frac{\gamma I_0}{\omega_0 \pm \omega}; \quad (1.10)$$

При малых значениях δ значения χ'' и χ''_a максимальны. В случае $\omega = \omega_0$ эти величины равны

$$\chi''(\omega_0) = \chi''_a(\omega_0) = \frac{\chi_0 \omega_0}{2\delta} = \frac{\gamma I_0}{2\delta},$$

$$\chi''_+ = \frac{\gamma I_0}{\delta}; \quad (1.11)$$

Наличие поглощения энергии обуславливает конечность ширины резонансной линии. Ширина линии ФМР, измеряемая в процессе сканирования внешнего магнитного поля H , определяется как интервал полей $H_{pp} = H_{p+} - H_{p-}$, начальная H_{p+} и конечная точка которого H_{p-} соответствуют положениям максимума и минимума

Для нахождения ширины линии необходимо решить уравнение

$$\chi''(\omega_0 + \Delta\omega) = \frac{1}{2}\chi''(\omega_0), \text{ где } \Delta\omega = \omega - \omega_0 \quad (1.12)$$

Считая $\Delta\omega \ll \omega_0$ получим

$$\Delta\omega = \pm \delta, \quad (1.13)$$

Величина ΔH связана с величиной $\Delta\omega$ следующим соотношением

$$\Delta\omega = \gamma\Delta H$$

Ширина и форма резонансной линии зависят от природы процессов релаксации в магнитном кристалле и изменяются в широких пределах для различных классов ферромагнетиков.

1.3 Структурные свойства эпитаксиальных пленок железа на арсениде галлия Fe/GaAs

В настоящее время большое число экспериментальных и теоретических работ посвящено изучению интерфейсных систем, таких как металл-полупроводник. Сложность атомной структуры и морфологии таких систем не позволяет провести полный экспериментальный и теоретический анализ внутренних параметров. Все современные модели описания интерфейса металл-полупроводник базируются на исследованиях эпитаксиального интерфейса между монокристаллическим полупроводником и монокристаллическим металлом.

Так в работах [6], [7] такого рода исследования проводились при помощи метода фотоэмиссии. В качестве рассматриваемого и изучаемого образца использовались тонкие пленки железа на арсениде галлия Fe/GaAs(110). Пленки были получены методом электронно-лучевой эпитаксии в камере сверхвысокого вакуума.

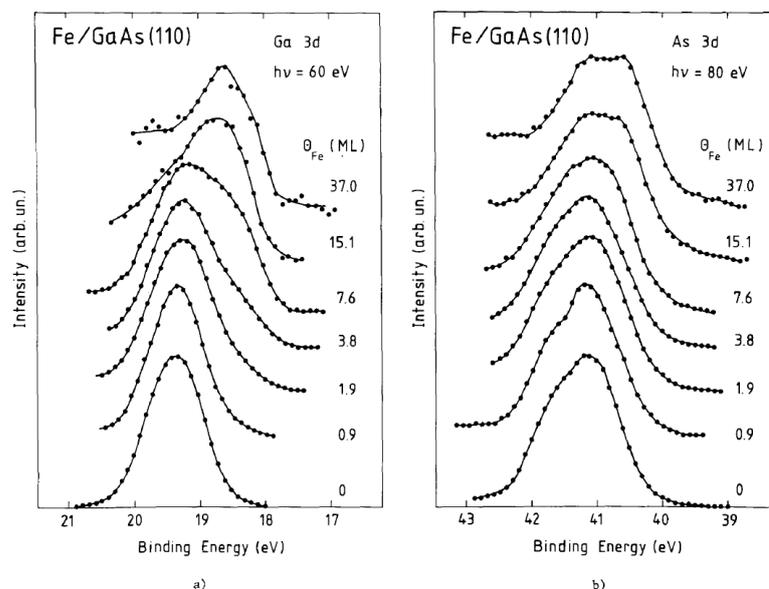


Рисунок 1.1 – Ga 3d (a) и As 3d (b) спектры электронных уровней в атоме железа в случае последовательного осаждения Fe.

Полученные результаты показывают, что на первой стадии роста железной пленки при толщинах от 0 до 1 монослоя (МС), нет сильного взаимодействия между металлическими атомами и подложкой.

Следующий этап формирования пленки (толщина металлического слоя от 1 до 40 МС) можно характеризовать появлением сильной химической связи между атомами железа и атомами галлия. В спектрах на рисунке 1.1 наблюдается наличие сильно смещенной компоненты, что показывает изменения в локальном атомном порядке для Ga и As. Наличие смешанной фазы, в которой одновременно с Fe присутствуют As и Ga (в виде металлических вкраплений), сохраняется до толщины железной пленки 15 МС.

Таким образом, исследования показали возможность неоднородного латерального роста интерфейса Fe-GaAs, который характеризуется наличием зон с различной атомной концентрацией.

В работе [8] также отмечается разбавление полупроводниковой матрицы атомами железа и предполагается образование соединений Fe-Ga или Fe-As. Анализ поверхностной чувствительности спектров As и Ga показывает, что As смешивается с Fe легче, чем с Ga. Из экспериментальных результатов можно сказать, что реакция происходит на границе раздела. Термодинамические расчеты указывают, что эта реакция будет характеризоваться образованием твердого раствора Fe-As.

Сравнивая результаты для тонких пленок железа на арсениде галлия с результатами для тонких пленок переходных металлов также на арсениде галлия, можно выделить образование поверхностных слоев на интерфейсе металл/GaAs. Такой переходной слой можно охарактеризовать, как многофазную химическую систему.

1.4 Исследование тонких пленок железа на полупроводниковых подложках методом ФМР

В последние годы интерес к созданию устройств на спиновом токе сильно возрос. Одной из перспективных систем, на основании которой можно создать такого рода устройств, являются тонкие пленки железа на полупроводниковых подложках. Ряд исследований посвящен изучению влияния внешнего магнитного поля на магнетокристаллическую анизотропию указанных тонких пленок. Так в [9], [10] проводится исследование зависимости констант одноосной и кубической анизотропии в тонких пленках железа на арсениде галлия Fe/GaAs(001) от толщины железной пленки, которая изменялась в диапазоне от 5 до 20 МС. Оценка величины констант анизотропии проводилась на основании анализа ФМР – спектров и угловых зависимостей, полученных для частот 4,03 ГГц и 9,24 ГГц. Полученные значения для

констант анизотропии сравнивались с соответствующими значениями для массивного образца

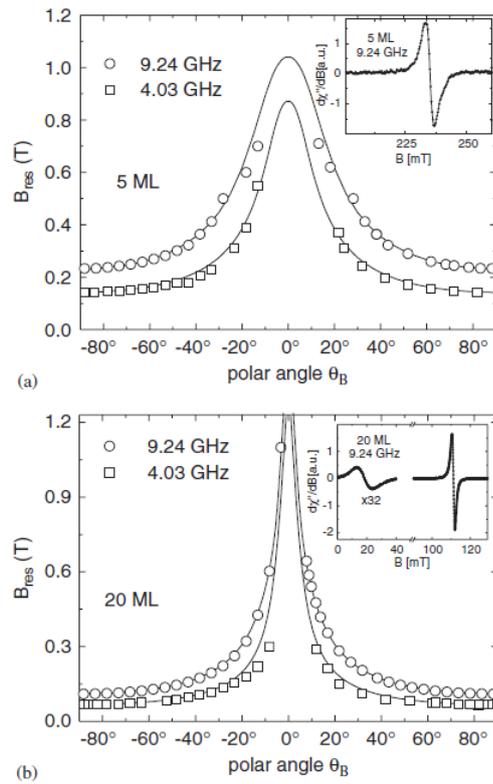


Рисунок 1.2 – Угловые зависимости резонансного поля в образцах Fe/GaAs(001) при различных толщинах железной пленки 5 МС (рис. а) и 20 МС (рис. б)

В таблице 1.1 приведены полученные значения констант одноосной и кубической анизотропии.

Таблица 1.1 – Значения констант анизотропии для образцов тонких пленок железа на арсениде галлия Fe/GaAs(001)

d, МС	$K_{2\perp}, 10^5 \cdot \text{Дж}/\text{м}^3$	$K_{4\parallel}, 10^5 \cdot \text{Дж}/\text{м}^3$	$K_{2\parallel}, 10^5 \cdot \text{Дж}/\text{м}^3$
Bulk	-	0.47	-
20	2.68	0.46	-0.43
15	2.68	0.44	-0.08
11	4.8	0.3	-0.29
7	11.1	0	-0.59

6	11.52	0	-0.85
5	11.53	0	-1.02

Полученные результаты показывают, что для образцов с толщиной железного слоя меньше 7 МС характерно выделенное направление одноосной анизотропии вдоль оси [110]. Для образцов с толщиной железного слоя больше 11 МС константа кубической анизотропии становится отличной от нуля, что вызывает изменение положение легкой оси анизотропии от направления [110] к направлению [100]. Выявленные эффекты не могут быть объяснены полностью в настоящий момент, но предположительно связаны с сильной связью между ионами железа и ионами галлия на интерфейсе Fe-GaAs.

В работе [11] проводились аналогичные исследования зависимостей констант анизотропии для тонких пленок железа на подложке арсенида индия Fe/InAs(001). Пленки были получены методом электронно-лучевой эпитаксии, толщина слоя железа варьировалась от 3 МС до 142 МС. Нахождение величин констант одноосной, кубической и поверхностной анизотропии проводились из анализа угловых зависимостей, полученных для каждого образца на фиксированной частоте. Полученные зависимости представлены на рисунке 1.3, соответствующие параметры в таблице 1.2.

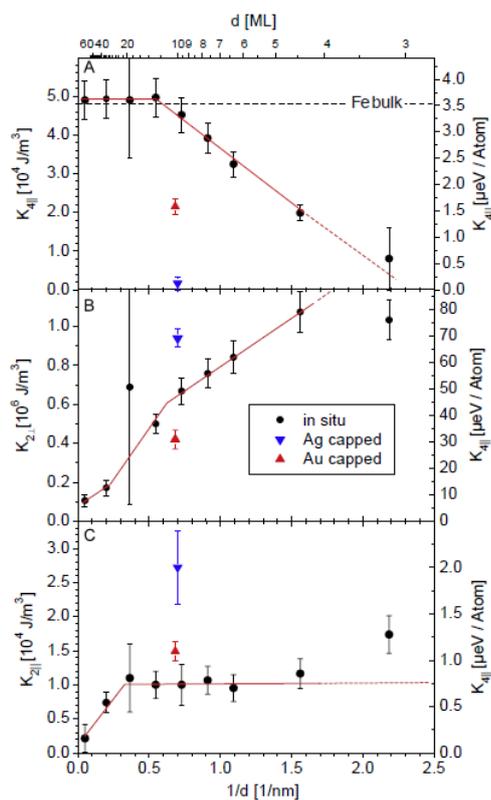


Рисунок 1.3 – Зависимости констант анизотропии от толщины железного слоя в тонких пленках железа на арсениде индия Fe/InAs(001) [15].

Таблица 1.2 – Значения констант одноосной, поверхностной и кубической анизотропии в тонких пленках железа на арсениде индия Fe/InAs (001).

d, МС	$K_{2\perp}, 10^6 \cdot \text{Дж/м}^3$	$K_{4\parallel}, 10^4 \cdot \text{Дж/м}^3$	$K_{2\parallel}, 10^4 \cdot \text{Дж/м}^3$
Bulk	-	4,8	-
142	0,11	4,9	0,2
19	0,69	4,9	1,1
13	0,5	5,0	1,0
10	0,67	4,5	1,0

8	0,76	3,9	1,1
6	0,84	3,2	0,9
4	1,07	2,0	1,2
3	1,03	0,8	1,7

Направление легкой оси анизотропии в рассматриваемых тонких пленках совпадает с кристаллографическим направлением [110]. Также была выявлено, что при увеличении толщины железного слоя происходит уменьшение величины константы кубической анизотропии. При этом величина константы одноосной анизотропии наоборот увеличивается. Полученный эффект возможно связан с поверхностными явлениями на интерфейсе Fe-InAs, например, возникающим механическим напряжением. Также на появление одноосной анизотропии в рассматриваемых образцах может влиять особенность роста первого слоя железа на подложке арсенид индия.

В работе [12] исследуются свойства тонкой пленки железа на арсениде галлия Fe/GaAs(110) (толщина железной пленки $d = 11 \pm 0.1$ нм). Для характеристики магнитных свойств исследуемой системы используется метод ФМР – спектрометрии, а также метод Бриллюэновского рассеяния (БР). Результаты ФМР - измерений зависимости резонансного поля от ориентации образца представлены на рисунке 1.4.

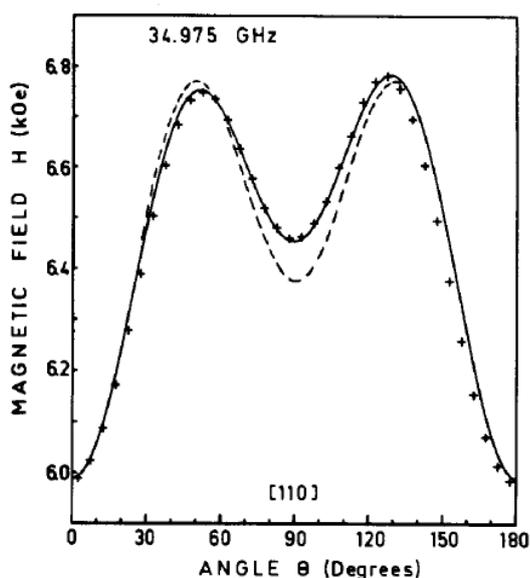


Рисунок 1.4 – Зависимость резонансного поля от ориентации образца относительно внешнего магнитного поля. Штриховой линией показана теоретически полученная

резонансная кривая.

Анализ полученных результатов показал, что в рассматриваемом образце существует наведенная одноосная анизотропия, ось которой перпендикулярна плоскости пленки. В таблице 1.3 приведены полученные значения параметров системы таких, как намагниченность насыщения, значения констант одноосной и кубической анизотропии.

Таблица 1.3 – Полученные значения параметров тонкой пленки железа на арсениде галлия

Метод	$4\pi M_s$, кЭ	K_1/M_s , кЭ	K_U/M_s , кЭ
ФМР	15,6	0,21	0,04
БР	15,6	0,21	0,14

Значения намагниченности насыщения, полученные из анализа результатов каждого метода, дают одинаковые значения, которые соотносятся с теоретическим значением ($4\pi M_T = 16$ кЭ). Ра

ГЛАВА 2 ТЕХНОЛОГИЯ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ПЛЕНОК. МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ И ИССЛЕДУЕМЫЕ ОБРАЗЦЫ

2.1 Получение образцов

2.1.1 Подготовка подложек GaAs (001) и GaAs (110)

В качестве подложек использовались коммерческие, предварительно разрезанные на части размером 3,9x3,9 мм² монокристаллические пластины компании Crystec™: GaAs (110) и GaAs (001), легированные Si с дозой 1×10^{18} см⁻³. Легирование вызывает увеличение электропроводности подложки, что облегчает получение образцов и определение их характеристик. Также легирование предотвращает появление электростатического заряда, который, например, искажает LEED изображение и ухудшает ионное травление.

Подложки толщиной 0,5 мм после отделения от пластин механически маркируются в одном из углов для однозначного определения кристаллографического направления. Для этого керамическим пинцетом отламывается правый нижний угол. В зависимости от кристаллографической ориентации подложки определяется однозначное направление, как показано на рис.2.1. Там маркировка изготовителя Primary Flat (IF) und Ordinary Flat (OF) размещается относительно механической маркировки. Затем подложки многократно очищаются в ацетоновой ультразвуковой ванне со свежим растворителем (техническим ацетоном) в течение трех минут

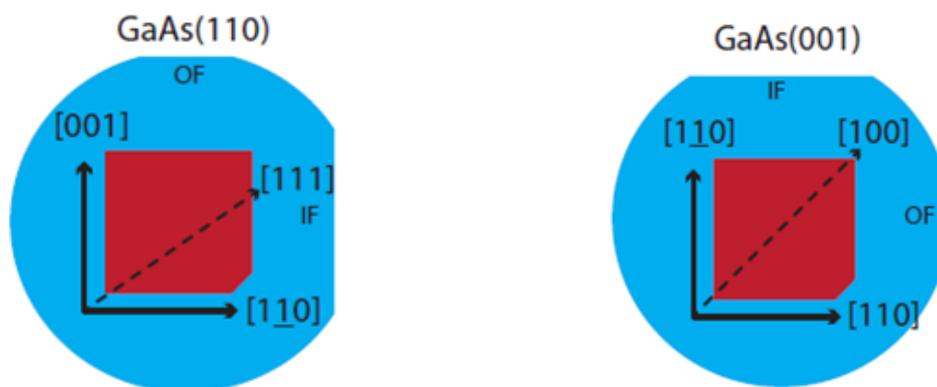


Рисунок 2.1 - По вышеуказанной схеме были отмаркированы подложки. В случае GaAs (110) использовались двухсторонние полированные подложки, которые располагались зеркально на держателе подложки. Обратная сторона подложки маркируется крестом. IF и OF соответствуют различным хордам (пересечение секущей и круговой области) всей

подложки. Во обоих показанных случаях направление (110) перпендикулярно к IF-хорде.

Завершающим этапом очистки подложки является очистка в этаноловой ультразвуковой ванне в течение десяти минут. При этом удаляются различные растворимые примеси. Этанол испаряется с поверхности образца медленней, чем ацетон, и оставляет некоторые соли на поверхности подложки. Для того чтобы уменьшить количество осадка на образце, этанол сдувается сухим азотом с поверхности. Это должно быть сделано максимально быстро, чтобы не допустить образование примесей из потоков азота (азотного пистолета).

Подготовка подложек проводилась в следующей последовательности: минимальным количеством проводящего клея (на основе серебра) образец приклеивался к держателю образца (рис. 2.2), потом сушился на воздухе при температуре 380°K в течении 10 минут. Затем образец устанавливался в плазменную камеру, которая откачивалась до давления 10^{-6} мбар. Образец перемещался в основную камеру, где начиналось ионное травление при ускоряющем напряжении 0,85 кВ и поверхностной плотности тока по образцу от 2 до 3 $\mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ в течении 10 минут. Это проводится для удаления грубых примесей из подложки и минимизации диффузии примесей при последующем нагреве.

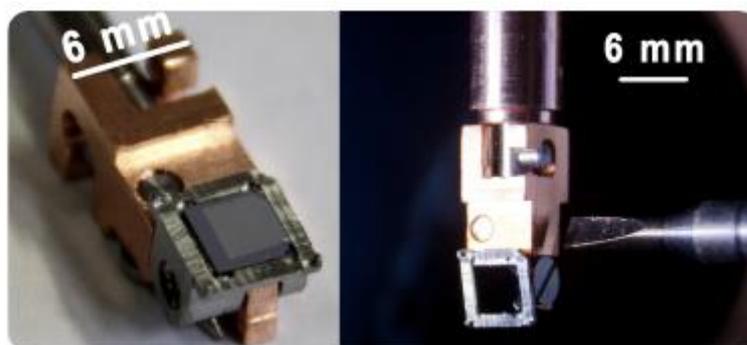


Рисунок 2.2 – Крепление образца к поверхности держателя

На рис. 2.3 показано, что после 10-минутного ионного травления при 0,85 кВ включается нагрев образца, в ходе которого образец вначале линейно нагревается до 860°K в течение 25 минут, а затем в течение 15 минут - до 900°K.

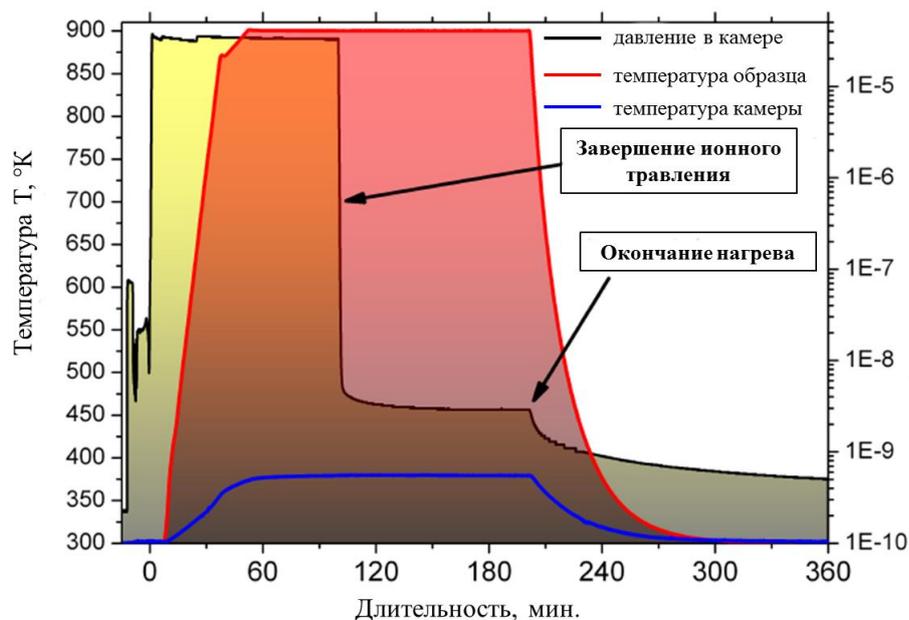


Рисунок 2.3 - Типичная циклограмма подготовки подложки GaAs. Показаны зависимости температуры образца и криостата, давления в камере сверхвысокого вакуума от времени в минутах.

Этот двухступенчатый нагрев позволяет поддерживать температуру во время процесса напыления постоянной. При максимальной температуре кинетическая энергия ионов аргона составляет 0,5 кэВ, плотность поверхностного тока образца уменьшается до $1-2 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$. После 1 часа нагрева следует фаза выдержки –100 минут без ионного травления при постоянной температуре подложки. Указанная фаза позволяет провести дегазацию держателя образца. После этого нагреватель отключается так, чтобы образец примерно в течение часа охлаждается до комнатной температуры. Уже во время процесса выдержки активируется дополнительная холодная ловушка (рисунок 2.4), которая позволяет получить лучший уровень вакуума во время снятия LEED характеристик и во время последующего процесса откачки.

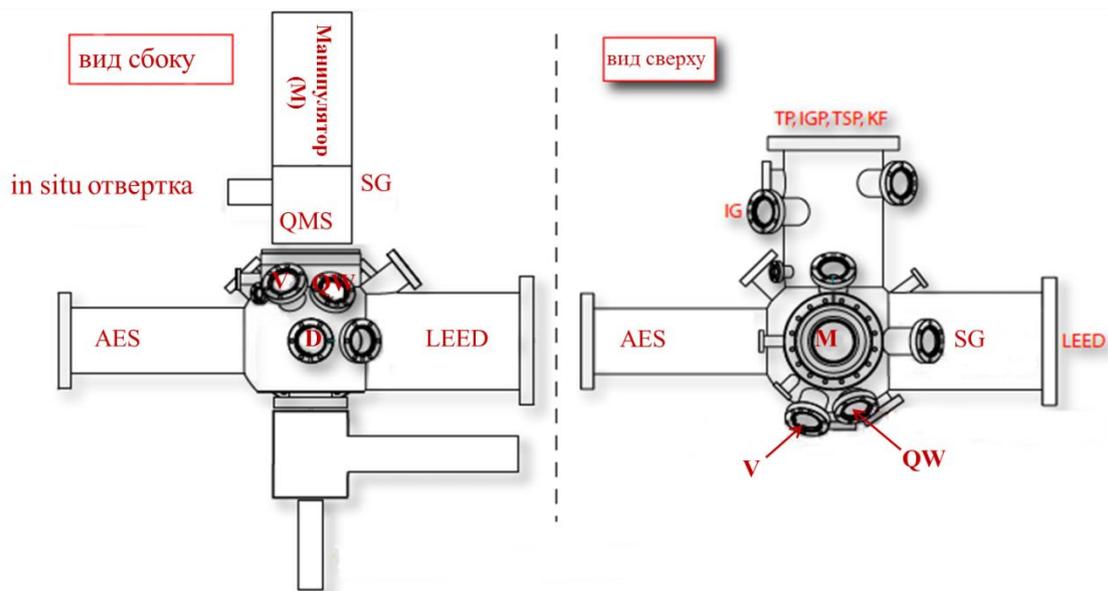


Рисунок 2.4 – Схематическое изображение камеры сверхвысокого вакуума (вид сверху и сбоку). (M) – манипулятор, (V) – испаритель, (СМК) – квадрупольный масс-спектрометр, (SG) – распылительный пистолет, (QW) – кварцевый датчик, (TP) – турбонасос, (TSP) – сублимационный титановый насос, (IG) – ионный датчик, (KF) – холодная ловушка.

Также это уменьшает загрязнение подложки, вызванное реиспарением материалов с внутренней поверхности камеры. Температура рабочей поверхности и остаточное давление в вакуумной камере во время процесса подготовки подложек GaAs(001) и GaAs(110) показаны на рис.2.3. Данные для этого были получены из реального процесса подготовки подложки, контролируемого с помощью программы, диалоговое окно программы показано на рисунке 2.5.

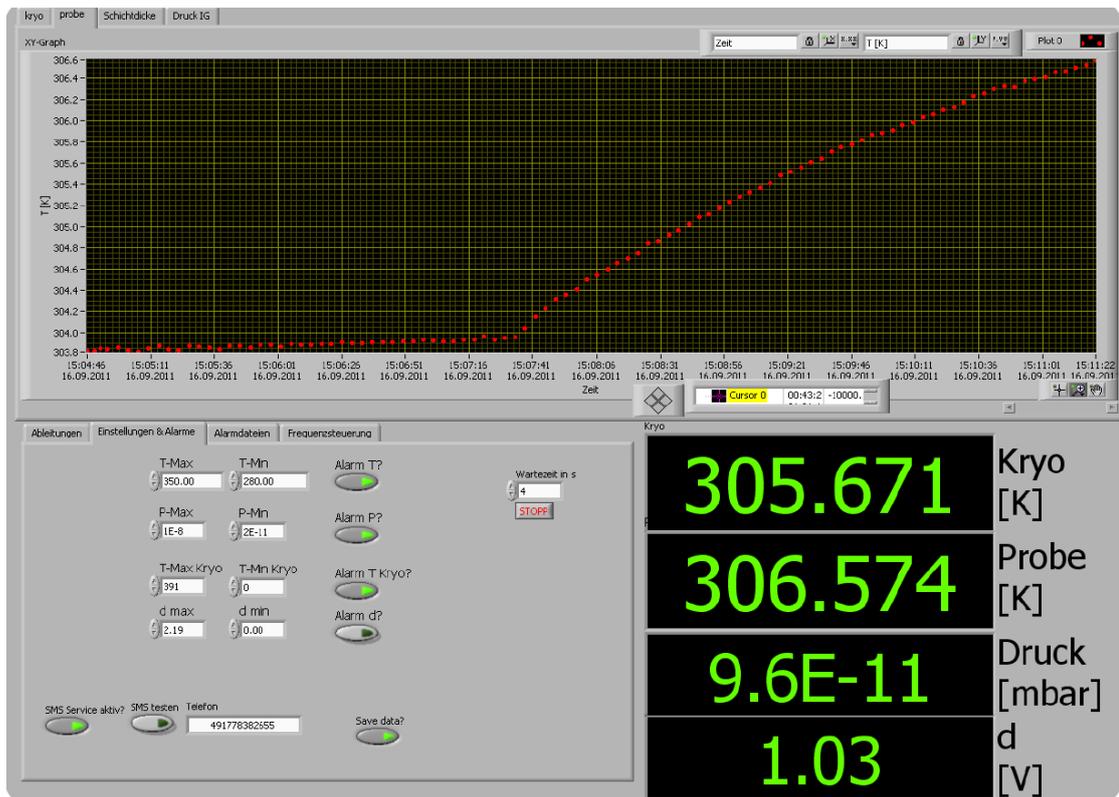


Рисунок 2.5 – Диалоговое окно программы для регистрации параметров камеры сверхвысокого вакуума (СВВ)

Для оценки качества подложки служит контрастное отношение LEED – изображений, особенно интенсивность промежуточных максимумов, которые объясняются продолжительно действующим порядком.

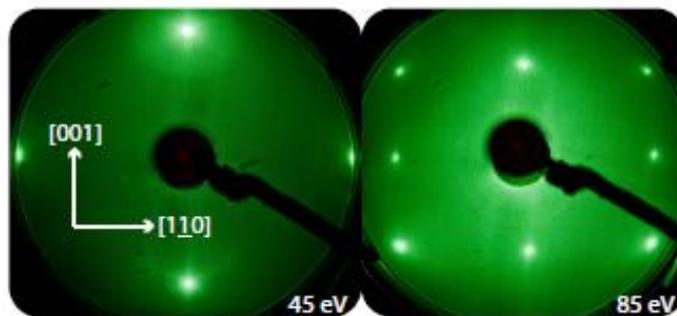


Рисунок 2.6 – Типовое LEED – изображение арсенида галлия GaAs

Однако было установлено, что только температура выдержки имеет решающее значения для качества, особенно у восстановленных поверхностных структур. Большая продолжительность выдержки при постоянной температуре уменьшает газовыделение серебряного клея или общую загрязненность держателя образцов, а также уменьшает при этом ресорбцию.

2.1.2 Рост тонких слоев железа

Для получения тонких металлических пленок в рассматриваемой камере сверхвысокого вакуума используется испаритель Oxford Scientific TMOS VAP4p, принцип работы которого показан на рисунке 2.5. На слиток железа чистотой 99,99% подается потенциал высокого напряжения до $U_{HV} = 1.5 \text{ kV}$. В результате нагрева вольфрамовой проволоки за счет термоэлектронной эмиссии возникают свободные электроны, которые создают ток эмиссии I_{emis} . Они ускоряются электрическим полем за счет высокого напряжения на железе и ударяются о поверхность, что приводит к ее нагреву и испарению атомов материала. Мощность нагрева определяется из соотношения $P = U_{HV} \cdot I_{emis}$, что для железа составляет 8,5 Вт. Вследствие этого железо сублимируется и часть испарившихся атомов ионизируется из-за столкновения с ускоренными электронами. Образовавшиеся ионы частично попадают на флюксометр, на котором можно измерять компенсационный поток в диапазоне 100-200 нА, типичном для железа. ПИД – регулятор (пропорционально-интегрально-дифференциальный регулятор) измеряет поток и поддерживает его постоянным, контролируя ток накала. В зависимости от тока накала изменяются температура вольфрамовой проволоки и количество испускаемых электронов. Как следствие этих процессов, происходит изменение мощности нагрева сублимируемого материала. Скорость испарения поддерживается постоянной.

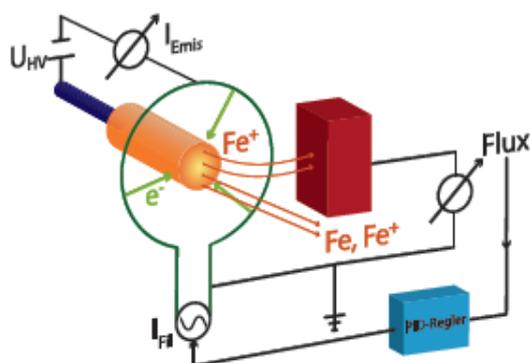


Рисунок 2.7 – Схема испарителя.

Электроны (e^-), возникшие в результате термоэлектронной эмиссии, ускоряются под действием высокого напряжения, приложенного к железному тиглю.

Процесс осаждения железа не отличается для различных подложек. Во всех случаях испаряемый материал достигает рабочей температуры (если это возможно) до подготовки подложки и это длится до тех пор, пока давление в камере не достигнет значения менее 5×10^{-10} мбар. Затем подложка подготавливается, и образец помещается рядом с круглой диафрагмой кварцевого измерителя толщины (КИТ). Для того чтобы при повторной дегазации железо не испарялось, подложка перемещается в область, где имеется тепловой контакт с диафрагмой, но отсутствует возможность осаждения

железа. На испарителе с помощью кварцевых весов устанавливается желаемая скорость испарения, которая с помощью ПИД- регулятора поддерживается постоянной. Результирующая толщина слоя чрезвычайно чувствительна к температуре, поэтому все элементы системы должны находиться в тепловом равновесии. Излучение испарителя может вызывать изменение показаний до 0,1-0,6 нм в зависимости от толщины материала. Это обуславливает зависимость от толщины слоя ошибку при измерении толщины пленки от 0,3 нм, которая уменьшается за счет теплового равновесия. В отличие от этого калибровка с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ), атомно-силового микроскопа (АСМ), рентгеновской дифракции дает относительную ошибку определения толщины пленки от 5%. В идеальном случае, когда образец перемещается перед точкой (отверстием) испарения, затвор испарителя закрыт. Более практичным оказалось держать затвор открытым, и при определении уровня погрешности принимать во внимание позицию, в которой проводилось измерение толщины пленки. Это, как правило, составляло меньше 0,1 нм на краю напыленной подложки. Позиционирование длилось обычно менее 1 минуты

Для защиты образцов от окисления используется сочетание поверхностных слоев из 2 нм Ag и 3 нм Pt. Серебро не смешивается с железом и имеет в этом отношении преимущества по сравнению, например, с платиной. Платина быстро пассивируется и, таким образом, защищает от окисления. Серебро действует как защита от примесей (лигандов), а платина защищает от диффузии кислорода. Давление в камере во время процесса испарения может достигать 1×10^{-8} мбар (для платины),

2.2 Метод ферромагнитного резонанса

Все экспериментальные данные, представленные в данной работе, были получены на установке, позволяющей проводить измерения мультимодного ферромагнитного резонанса (ФМР) с использованием короткозамкнутого волновода в качестве резонатора. В этом разделе будут рассмотрены конструкции цилиндрического резонатора и короткозамкнутого волновода, а также их различия и сходства.

2.2.1 Цилиндрический резонатор

Микроволновое распределение типового цилиндрического резонатора, который используется, как детектор, при обычном ФМР, схематично показан на рисунке 2.8. Общее распределение радиально симметрично, электрическое поле направлено вдоль радиусов. Внешнее магнитное поле приложено горизонтально, так что микроволновое магнитное поле перпендикулярно внешнему магнитному полю.

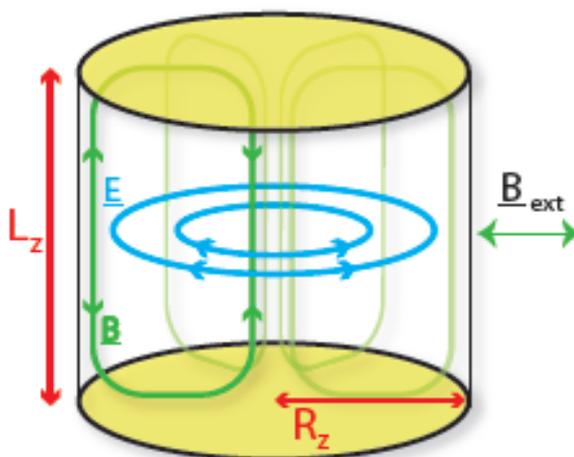


Рисунок 2.8 – Схема цилиндрического резонатора длиной L_z и радиусом R_z .

Собственную частоту такого цилиндрического резонатора можно рассчитать по следующей формуле:

$$\omega_{mnp}^{TE} = \frac{1}{\sqrt{\mu_0 \mu_r \varepsilon_0 \varepsilon_r}} \sqrt{\left(\frac{\gamma_{mn}}{R_z}\right)^2 + \left(\frac{p\pi}{L_z}\right)^2} \quad (2.1),$$

где ω_{mnp}^{TE} - собственная угловая частота резонатора, R_z – радиус и L_z – длина резонатора, γ_{mn} - n-ное нулевое значение производной функции Бесселя J_m . Кроме того μ_0 - магнитная проницаемость вакуума, μ_r - относительная магнитная проницаемость,

ϵ_0 - диэлектрическая проницаемость вакуума, ϵ_r - относительная диэлектрическая проницаемость.

Используя эту формулу и предполагая, что $(\mu_0\mu_r\epsilon_0\epsilon_r)^{-1/2} = c$, $m = 0$, $n = 1$, $p = 1$ и $\gamma_0 = 3,83$ можно рассчитать возможный диапазон частот для цилиндрического резонатора. Таким образом, диапазон довольно сильно ограничен, и из-за размеров резонатора не все частоты могут быть использованы. Кроме того, критерии отбора режимов возбуждения здесь не рассматривались. Коммерчески доступные, очень тонкие (необходимые для проведения полевых модуляций) электропроводящие цилиндры имеют, например, следующие размеры $R_z = 33$ мм, $L_z^{\max} = 130$ нм и собственную частоту от 5,56 ГГц. В других работах [ссылки] было показано, что для указанного цилиндра возможна только ширина полосы от 1 ГГц. Положение образца должно варьироваться в зависимости от частоты, а на держателе образца монтируется дополнительная стойка или крышка (накладка). Кроме того, трудно создавать сильное магнитное поле до 600 мТ, так как, диаметр стеклянной вставки должен слишком большим по отношению к размерам используемого магнита. Исходя из необходимости обеспечения широкой полосы пропускания и регулирования для измерений в вакууме, был выбран резонатор в виде короткозамкнутого коаксиального волновода.

2.2.2 Структура короткозамкнутого волновода

В качестве резонатора в наших измерениях используется двумерная система, а именно: короткозамкнутый волновод (КЗВ). Для этого устройства используются полутвердые коаксиальные микроволновые кабели типа ВА 50141-821 компании Elspec. Это кабель с медной оплеткой с посеребренным медным сердечником и тефлоновым диэлектриком. В отличие от большинства стандартных кабелей здесь не используются парамагнитные материалы, что необходимо для проведения измерений в высокочастотном электромагнитном поле.

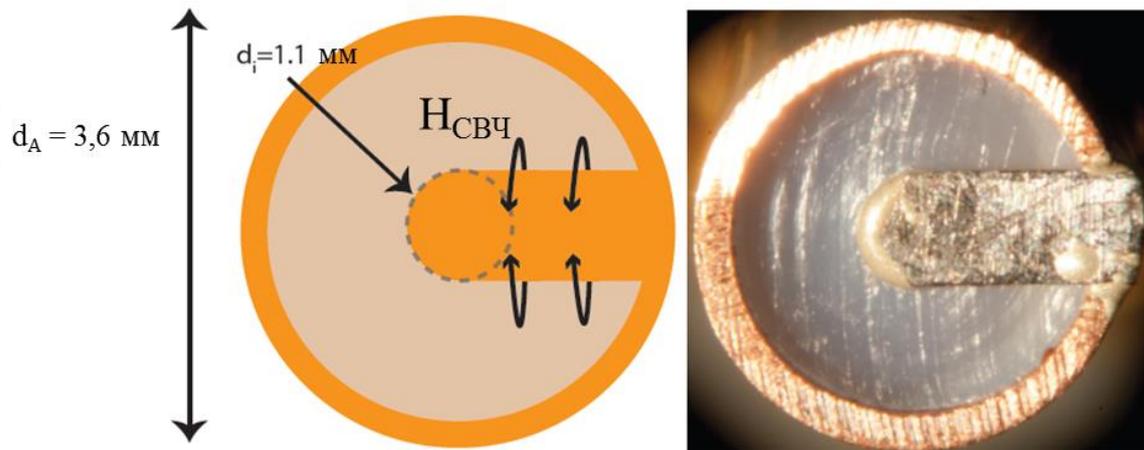


Рисунок 2.9 – Схема и фото КЗВ. Магнитное поле возникает вдоль волновода.

Внутренние и внешние проводники коаксиального кабеля закорочены полосковым проводником, который играет роль КЗВ, как показано на рисунке 2.9. Прежде всего, торец кабеля сглаживается тонкой фрезой. После этого кабель нагревают тепловой пушкой до температуры 420°K , таким образом, что диэлектрик растягивается за счет термического расширения. Еще в горячем состоянии выделившийся тефлон отделяется скальпелем. Диэлектрик опять стягивается, и на конце кабеля возникает небольшая полость вместо удаленного диэлектрика. Это предотвращает повреждение КЗВ во время нагревания. Заусенцы меди, образовавшиеся при резке фрезой, удаляются скальпелем под микроскопом.

КЗВ состоит из танталового листа толщиной 50 нм и чистотой 99,99 %, который ранее разрезан ножницами на ширину внутреннего проводника 1,1 мм. Затем разглаживается между двумя алюминиевыми пластинами как тисками. КЗВ должен создавать в поперечном направлении однородное магнитное поле, при протекании по нему тока. Для крепления данного устройства на коаксиальном кабеле проводились эксперименты с лазерной сваркой, пайкой и креплением различными токопроводящими клеями.

2.1.3 Моделирование и термография микроволнового распределения в КЗВ

С помощью программного обеспечения HFSS V.11 от Ansoft™ проведено моделирование распределения микроволнового поля на КЗВ. Моделирование проведено для частоты 12 ГГц и микроволновой мощности 1 Вт. Можно показать, что половина длины стоячей волны (считается от одного до другого узла) в кабеле для частоты 12 ГГц составляет $17,3 \pm 0,1$ мм, что значительно больше длины волновода, равной 1,2 мм. Таким образом, в установке может использоваться эффект ближнего

поля. Из частоты и длины волны рассчитывается $\epsilon=2,1$, что совпадает с параметрами моделирования. Распределение электрического поля в стоячей волне показано на рисунке 2.10, на котором представлена схема распределения электрического поля в сечении коаксиального провода. Цветовое кодирование задает напряженность электрического поля перпендикулярно плоскости листа.

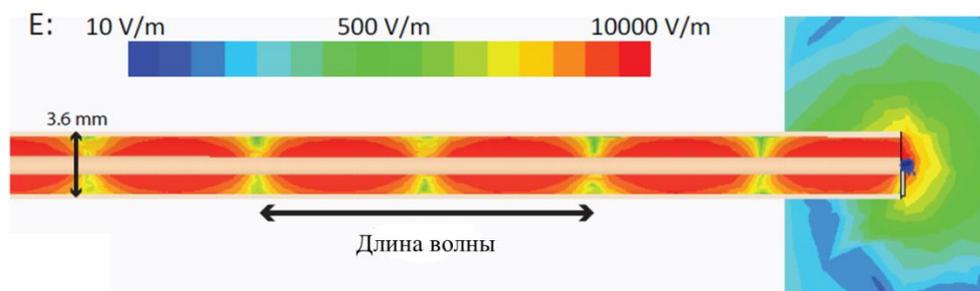


Рисунок 2.10 - Моделирование распределения электрического поля в микроволновом кабеле. По зеленым точкам можно определить длину волны в диэлектрике.

Для того чтобы подтвердить эти теоретические расчеты экспериментально, были получены тепловизионные снимки. Стоячая волна должна локально нагревать диэлектрик, при этом выделяемое тепло будет передаваться меди. Так как теплопроводность меди достаточно высока, то очевиден непрерывный нагрев с максимумом на КЗВ. Поэтому микроволновый кабель вначале расплющивается на конце противоположном КЗВ, пока не будет виден равномерный диэлектрик. Затем с помощью сверла диаметром 0,1-0,2 мм в кабеле делается глубокое отверстие, которое смачивается проводящей жидкостью Tip-Ex[®]. Эта жидкость имеет в инфракрасном диапазоне относительную константу излучения равную 1 и облегчает получение изображения, особенно в случае комбинации различных излучающих материалов, таких как медь и тефлон. Теперь микроволновая мощность повышается менее чем за секунду до 20 Вт при частоте 8,5-12,5 ГГц. Еще до того, как тепловое равновесие было достигнуто, сделаны снимки, представленные на рисунке 2.10. Там можно увидеть стоячие волны в виде желто-красных локальных максимумов и абсолютного максимума на КЗВ, где преобразуется большая часть энергии.

При отключении подачи микроволнового излучения устойчивое тепловое распределение устанавливается в течение 2 с. Стоячие волны также не видны, когда кабель находится в термическом равновесии со всеми элементами измерительной системы. Температурная шкала соответствует измерениям термопары в выбранном

месте. Таким образом, однозначно показано, что, несмотря на деформацию кабеля, все же создаются стоячие волны.

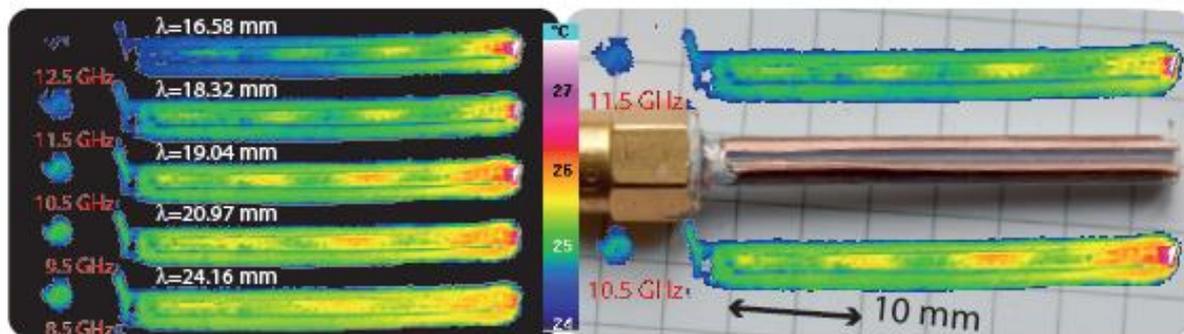


Рисунок 2.11 - Модификация кабеля КВЗ для подтверждения стоячих волн. Фото: Внешний проводник коаксиального кабеля. На левой картинке представлены исходные изображения температуры, цветовое кодирование которых находится справа. Результаты измерения представлены над фотографиями, по которым были определены соответствующие длины волн.

Длина стоячей волны в кабеле была определена по приведенным тепловым изображениям. Для этого определялось расстояние между соседними узлами, которое фиксировалось по расположению минимумов температуры.

С помощью выражения

$$f = \frac{n \cdot c_0}{\lambda} = \frac{c_0}{\sqrt{\epsilon_r \cdot \mu_r} \cdot \lambda} \Rightarrow \epsilon_r = \left(\frac{c_0}{f \cdot \lambda} \right)^2 \text{ с } \mu_r = 1 \quad (2.2)$$

получено среднее значение диэлектрической постоянной $\epsilon=2,14 \pm 0,1$, что с учетом погрешности 2% соответствует значению, полученном при моделировании $\epsilon=2,1$ (введен как параметр при моделировании и подтвержден впоследствии измерениями). По небольшим изменениям частоты в этих случаях показано, что возбуждается основной режим, и отсутствуют какие-либо гармоники сигнала.

Стоячие волны необходимы для однородного возбуждения, однако большое значение имеет и распределение микроволн в месте размещения образца. Поэтому на рис. 2.11 показан небольшой участок именно в области образца. Это моделирование проводилось с реальными значениями электропроводности $1 \cdot 10^7 \text{ Ом}^{-1} \text{ м}^{-1}$ для образца, магнитная восприимчивость пленок железа в резонансе не учитывается. Установлено, что в области над КЗВ находится однородное магнитное поле, создаваемое СВЧ током в полоске. Можно увидеть, что в области образца и над КЗВ создается однородное

поле. Хотя под КЗВ, т.е. в кабеле, амплитуда больше, распределение поля по горизонтали неоднородно.

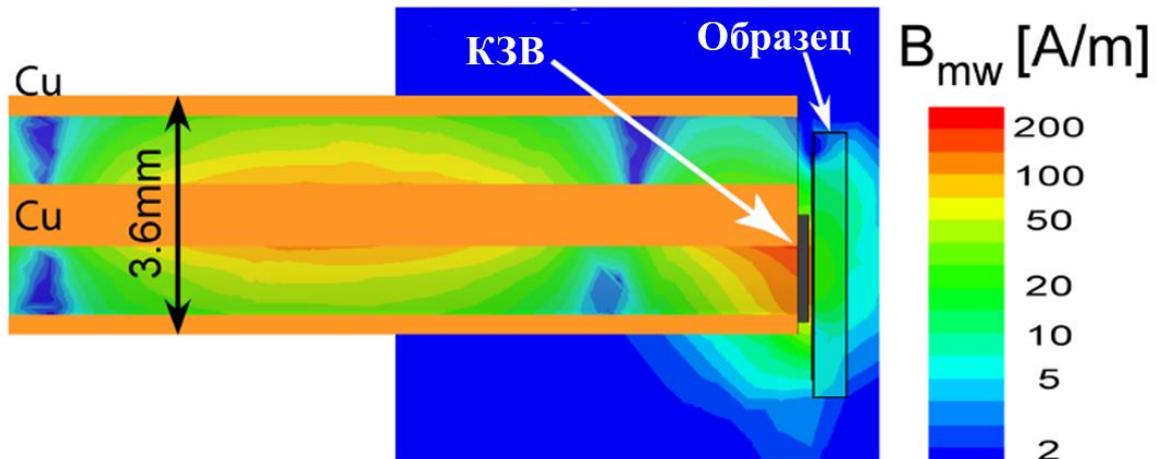


Рисунок 2.12 – Результат моделирования распределения магнитного поля вокруг КЗВ.

Для пояснения результата моделирования, показанного на рисунке 2.11, на рисунке 2.12 показаны значения компонент магнитного поля в А/м. По оси абсцисс отложено радиальное расстояние от края вдоль поперечного сечения над микроволновым КЗВ. Даже если поле постоянно на небольшой площади, то в масштабе обменное взаимодействие, доминирующее в рассматриваемом образце, однородно, и всегда есть максимум, но отсутствует точка пересечения состояния измерения и возбуждения.

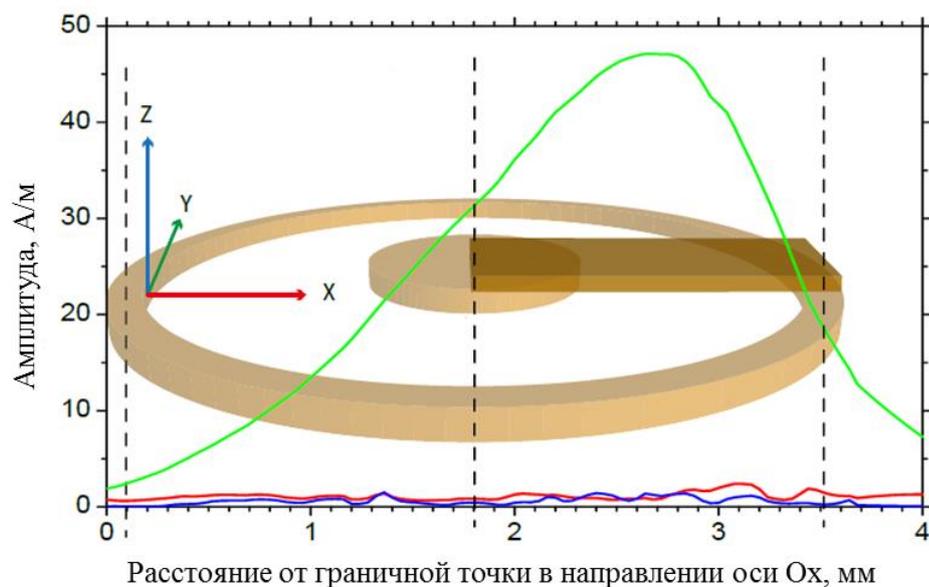


Рисунок 2.13 – Распределение компонент магнитного поля в центре волновода на

высоте 100 нм над КЗВ по радиусу (без образца). Доминирующей является у-компонента, параллельная поверхности КЗВ и перпендикулярная его оси. Данный расчет подтверждает, что на КЗВ находится узел электрического поля и максимум магнитного поля.

Резонансы в различных режимах взаимодействуют друг с другом только в СВЧ диапазоне. Наличие неоднородности высокочастотного магнитного поля не противоречит измерениям при однородном режиме. В то время как имеется преобладающая область, которая возбуждается с тем же направлением поля. Другие области будут приводить к искажению фактической линии резонанса, но не к сдвигу. Краевые области дают, тем не менее, лишь другую амплитуду сигнала и не должны таким образом влиять ни на форму, ни на положение линий спектра поглощения.

2.1.4 Сравнение цилиндрического резонатора и короткозамкнутого волновода

В цилиндрическом резонаторе может быть создано однородное высокочастотное поле в области с общей площадью несколько квадратных сантиметров. В отличие от этого однородные области у КЗВ значительно меньше. Ширина полосы пропускания КЗВ от 1,5 до 26,5 ГГц, в то время как максимальное изменение частоты цилиндрического резонатора 1 ГГц.

Чувствительность резонатора при измерениях имеет фактор чувствительности 10^5 по сравнению с техникой КЗВ. Тем не менее, чувствительности техники КЗВ может быть достаточно для измерения ФМР на эпитаксиальных ферромагнитных пленках.

2.1.5 Многочастотный генератор

В этом разделе описана аппаратная часть установки для измерения ФМР. Эскиз 2.14 иллюстрирует принципиальную схему. Между полюсами (А) магнита находится стеклянный адаптер, в середине которого находится измерительный зонд. Зонд в стеклянном адаптере позволяет измерять модулирующее магнитное поле в диапазоне от 10 до 100 кГц. Образец (D) на конце волновода с КЗВ (С) находится между полюсами электромагнита. СВЧ излучение подается на образец от генератора с помощью СВЧ кабеля, который подобран специально для диапазона волн от 1 до 20 ГГц. Тем не менее, экспериментально было показано, что можно проводить измерения до 28 ГГц с ограничениями (выше 24 ГГц для оценки можно использовать только положение производной линии поглощения, а не ее форму). Приемник СВЧ излучения находится рядом с КЗВ (частота излучения при резонансе уменьшается). Также в составе установки находится циркулятор (Е), который направляет микроволновую мощность в одном направлении из трех существующих (см. рисунок

2.14). На вход циркулятора направляется излучение от приемника (D) или от in situ установки ФМР, или от ex situ установки ФМР. Отраженная мощность не возвращается назад в приемник, а через циркулятор передается к детектирующим СВЧ диодам (F). Ток через диоды пропорционален, измеряемой СВЧ мощности. Полученный сигнал, выделяется с помощью синхронного усилителя на частоте модуляции внешнего магнитного поля, которая, как правило, равна 50 кГц. Постоянное внешнее магнитное поле обеспечивает полевую развертку производной линии поглощения.

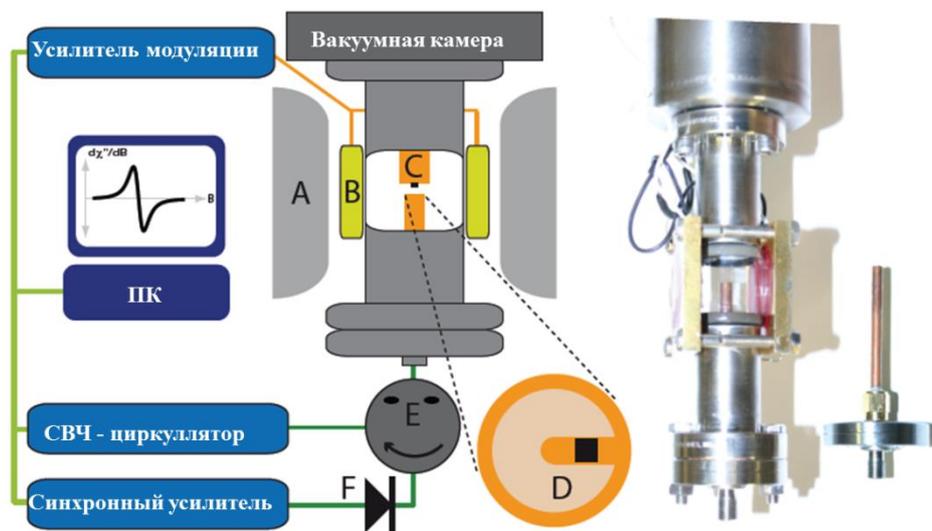


Рисунок 2.14 – Схема экспериментальной установки для измерения ФМР

Для синхронного детектирования, модуляции, управления внешним магнитным полем и записи данных используется Bruker™ EMX – спектрометр.

2.1.6 Циркулятор и циркуляционный переключатель

Циркулятор, в простом случае, состоит из трех геометрически смещенных под углом 120° волноводов с соответствующими входами 1, 2, 3. Микроволновая мощность передается только от:

$1 \rightarrow 2$ (PMW), $2 \rightarrow 3$ (P'MW) соответственно $3 \rightarrow 1$ (P''MW), см.рис.2.15 (III).

В основном это связано с наличием феррита в циркуляторе, который действует двухлучепреломляюще для электромагнитных волн, аналогично в оптике в видимом диапазоне длин волн. Благодаря низкой электропроводности 10^6 - $10^8 \text{ Ом}^{-1} \text{ см}^{-1}$ он идеально подходит для независимых друг от друга компонентов, так как могут быть уменьшены потери на вихревые токи. Левая (-) и правая (+) компоненты с круговой поляризацией имеют различные длины волн:

$$\lambda_{\pm} = \frac{c_0}{f \sqrt{\mu_{\pm}}}; c_0 - \text{скорость света в вакууме, } \mu - \text{проницаемость.}$$

Каждая волна может рассматриваться как линейная комбинация волн с правой и левой круговой поляризацией. Также для поперечных волн существует невзаимное поведение, которое на примере эффекта Фарадея – направление поляризации всегда совпадает с направлением вращения, независимо от направления распространения. В данном случае решающее различие заключается в том, что намагниченность может возбуждаться электромагнитными волнами, либо с правой, либо левой круговой поляризацией, к прецессии вектора намагниченности вокруг вектора внешнего магнитного поля.

Рассмотрим вначале циркулятор с чистым, ненамагниченным ферритом (например, удалив постоянный магнит). Как показано на рисунке 2.15 (I), в циркуляторе возбуждается стоячая волна, так же как в обычном резонаторе. Это симметрично относительно входа 1 и приводит к равномерному распределению электрического поля на входе 2 и 3. Черные линии показывают магнитные силовые линии, красные и синие символы представляют электрические поля, перпендикулярные плоскости листа. Показанная там поперечная волна разложена на рис.2.15 черными векторами на две составляющие: правая и левая круговые волны.

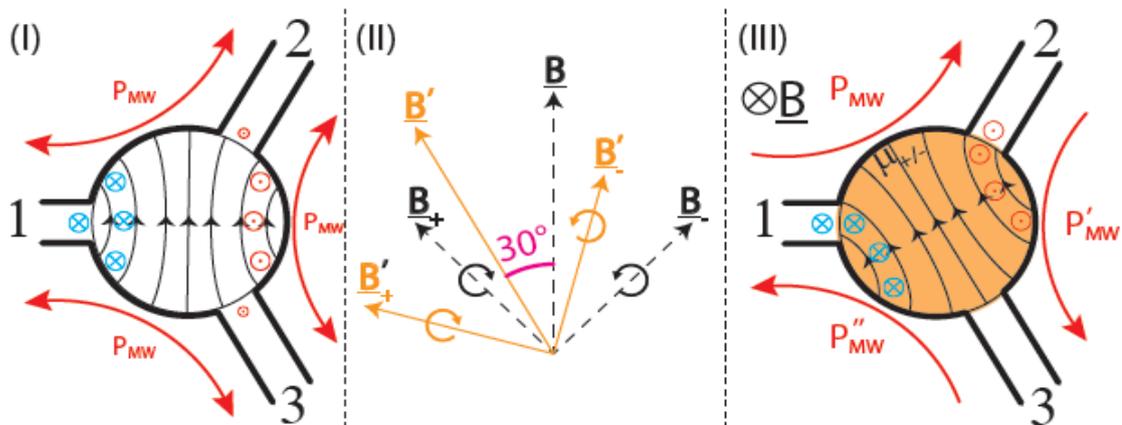


Рисунок 2.15 – Схема микроволнового циркулятора.

Рассмотрим теперь случай с намагниченным ферритом: при различных значениях проницаемости μ_{\pm} . Для левой и правой круговой поляризации существуют различные собственные частоты циркулятора f_{\pm} . Для частот значительно ниже или выше любого типа резонансной частоты f_{res} можно наблюдать, как правило, фазовый сдвиг 180° . Две резонансных частоты различной круговой поляризации устанавливают так, чтобы существовал фазовый сдвиг $\pm 30^\circ$ между частотой f_{\pm} относительно f_0 .

Отставание левой круговой (-30°) и одновременное опережение правой круговой ($+30^\circ$) поляризованной волны суммируется, из-за разных направлений вращения направление вращения высокочастотного магнитного поля составляет 30° . Это показано на рисунке 2.15 (II) оранжевым вектором. Таким образом, на входе 2 - электрическое поле, узловая точка поля - на входе 3 (см.рис. 2.15 III). Поэтому СВЧ излучение передается только в направлении $1 \rightarrow 2$, а не в направлении $1 \rightarrow 3$.

Проницаемость μ_{\pm} зависит от магнитных свойств феррита, которые можно регулировать постоянным магнитным полем и, таким образом, обеспечивать различные полосы пропускания. В таблице 2.1 представлены типичные характеристики ферритового циркулятора. Общепринятая полоса пропускания лежит в диапазоне от 2 до 8 ГГц и не перекрывает желаемый микроволновый диапазон по меньшей мере от 2 до 26 ГГц. Таким образом, использование системы циркуляторов позволяет проводить измерения для различных частотных диапазонов.

Таблица 2.1 – Типичные характеристики циркуляторов

Диапазон частот, ГГц	Модель циркулятора	Коэффициент затухания, dB Min	Коэффициент пропускания dB Max
1,0 – 2,0	D3C0102	18	0,50
2,0 – 4,0	D3C2040	18	0,50
4,0 – 8,0	D3C4080	20	0,40
6,0 – 12,4	D3C6012	17	0,60
12,0 – 18,0	D3C1218	20	0,50
18,0 – 26,5	D3C1826	18	0,80
20,0 – 30,0	D3C2030	18	0,70

Измерения на каждом диапазоне частот требуют нескольких часов. Ниже представлен переключатель, изготовленный специально для этой работы (рисунок 2.16). Шестипозиционный переключатель Hewlett Packard™ 8769К требуется для переключения излучения, подаваемого на циркулятор, образец и СВЧ диоды. Эти переключатели оснащены бистабильным реле, которое позволяет проводить

переключения, не изменяя режима измерения. Реле управляются от параллельного порта измерительного компьютера. Программа, написанная в среде Labview®, может управлять и контролировать простыми средствами восемь цифровых каналов. Для необходимого релейного переключения тока изготовлена транзисторная плата, с помощью которой все три переключателя можно контролировать параллельно. Необходимые напряжения питания для дополнительных схем подаются с внешнего импульсного источника питания.

Переключения диапазонов реализуются таким образом, чтобы СВЧ излучение проходило через минимальное количество контактных узлов. Соединительный кабель между циркулятором и переключателем сделан на заказ из полужесткого СВЧ кабеля так, обеспечивающего минимальные потери.

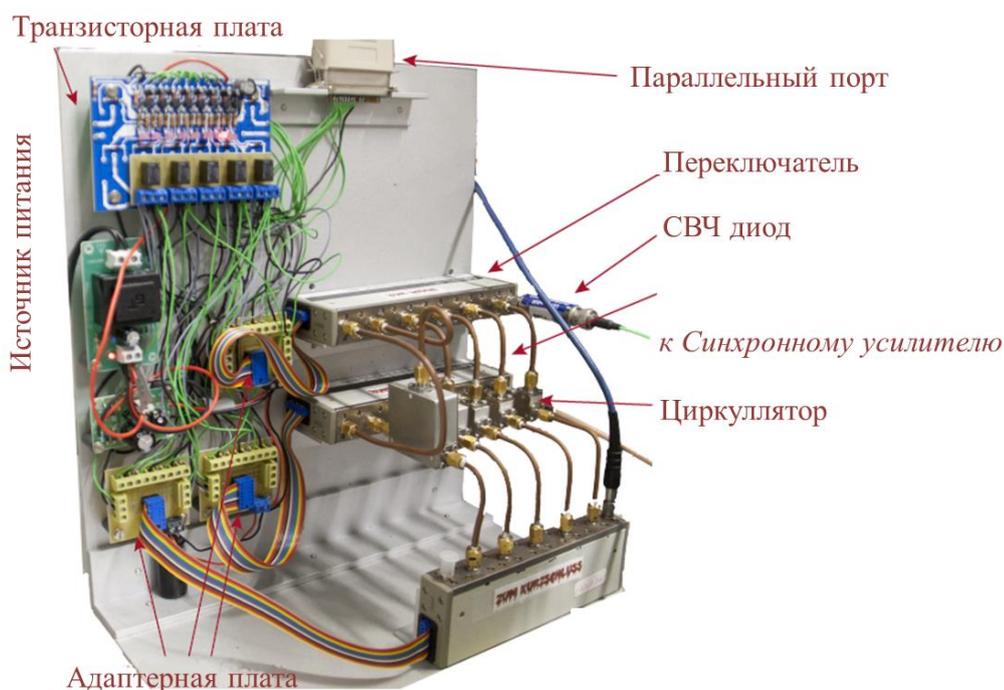


Рисунок 2.16 – Устройство циркуляторного переключателя

2.1.7 Определение частот для проведения измерений ФМР – спектров

Путь прохождения СВЧ излучения от генератора к образцу и далее к приемнику, а также потери энергии, зависят от частоты. На рисунке 2.17 представлена зависимость отраженного СВЧ сигнала от частоты. Большая СВЧ мощность означает большее отрицательное напряжение на диоде. На графике наблюдается периодичность локальных минимумов и максимумов отраженного сигнала, с периодом порядка 150 МГц. Для минимального отражения подбор диапазонов для проведения измерений на КЗВ должен быть лучше, чем в максимуме, так как мощность больше потребляется

на КЗВ, следовательно, меньше отражается. Однако оказалось, что стоячие волны, показанные на рисунке 2.17, определяются существенно больше общей структурой (циркулятором, кабелем, переключателем и пр.), чем КЗВ. Отсюда следует, что можно проводить измерения ФМР на любой частоте.

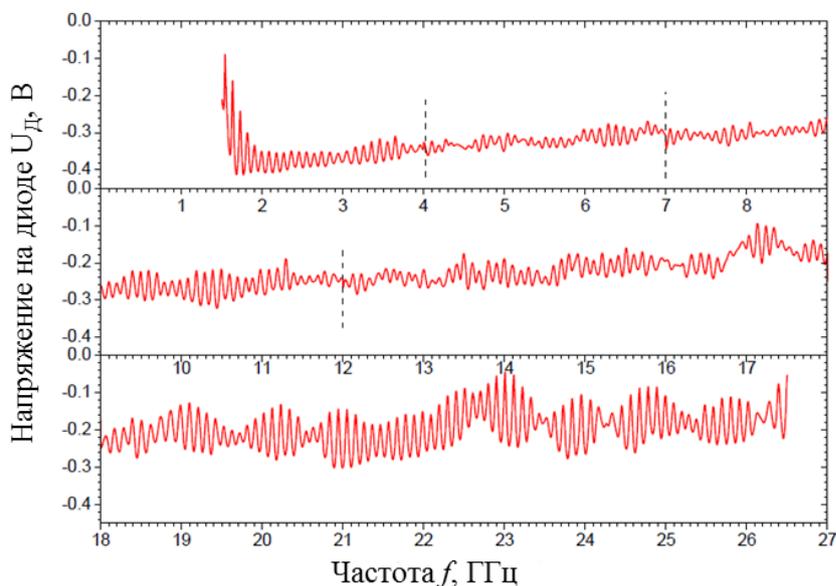


Рисунок 2.17 – Отраженная микроволновая мощность в зависимости от частоты в рабочем режиме. Возле штриховой линии и при 18ГГц включались необходимые циркуляторы

Устойчивые состояния достигаются в равной степени, как в локальных минимумах, так и в локальных максимумах. Отношение сигнал-шум в локальных максимумах лучше. При измерениях *in situ*, на частотах выше технических условий микроволнового ввода сигнал ФМР искажается. Это приводит к фазовому сдвигу или интерференционному эффекту.

Все вышеуказанные измерения проводились с использованием программы "*Find Dips Umschalter*", которая, учитывая соответствующий циркулятор, регулирует микроволновую частоту и измеряет соответствующее напряжение на диоде. Эти пары значений хранятся в файле и переносятся в программу "*Find Local Minimum*"- найди локальный минимум. В зависимости от настройки выбирается локальный минимум или максимум, и полученное значение записывается в таблицу. Информация далее передается в программу "*Find DB*", которая для каждой частоты подбирает мощность до тех пор, пока не будет достигнуто ранее заданное напряжение на диоде. Таким образом, можно получить для каждой частоты максимальную чувствительность, в то время как микроволновый диод находится в оптимальном рабочем диапазоне. Было

показано, что форма сигнала не зависит от возникающих изменений микроволновой мощности. Предварительные измерения длятся обычно два часа, проводятся полностью автоматически. Для фактических измерений необходимо переключить сигнал с выхода детектирующих диодов с мультиметра на синхронный усилитель.

2.1.8 Управление частотой

Программа, уже показанная на рис. 2.5, используется не только для регистрации основных параметров, а также для управления СВЧ измерениями. Используемая установка ФМР Bruker не может обеспечивать контроль микроволнового синтезатора. У измерительного компьютера нет интерфейса GPIB. По этой причине установка ФМР адаптирована так, что измерения порядка 150 единичных спектров, проводятся с задержкой несколько секунд. Компьютер сверхвысоковакуумной системы подключен к мультиметру Keithley™ с GPIB-картой, и может взять на себя управление микроволновым синтезатором. Однако невозможно получить информацию в тот момент, когда частота должна устанавливаться переключателем. Для этого к фотодиоду приклеивается световой диод, который извещает аппаратуру Bruker™, записывается ли в данное время спектр или нет. Пока регистрируется спектр, горит светодиод. Он гаснет при сбросе внешнего поля, и компьютер переключает следующее значение частоты из таблицы, которое определено программой "Find DB". Измерительный компьютер Bruker™ запрограммирован так, что он будет всегда проводить измерения в точках, заданных с помощью таблицы волн. Во время последнего измерения, для которого не указана частота, микроволновая мощность отключается компьютером сверхвысоковакуумной камеры. Спектрометр измеряет спектр, который показывает нулевую линию, и, таким образом, служит в качестве подтверждения для корректировки хода измерений, зависящих от частоты. Это гарантирует, что переключатель не будет запущен случайно, и, следовательно, последующее измерение не будет проведено с ошибочной частотой, которая должна быть задействована иначе в последующих позже сочетаниях частот.

2.1.9 Модификация для *ex situ* ФМР.

Для измерений *ex situ* используется та же установка, что и в измерениях *in situ*. Выполнение CDD – операций не проводится, в дальнейшем КЗВ монтируется в специально адаптированном держателе. Массивная алюминиевая шина крепится на двух пластиковых пластинах, которые прижаты четырьмя резьбовыми винтами к магнитной катушке. В этой алюминиевой шине установлен разъем для модуляционной

катушки, которая устанавливается около КЗВ. КЗВ устанавливается изолировано на алюминиевую шину прижимом.

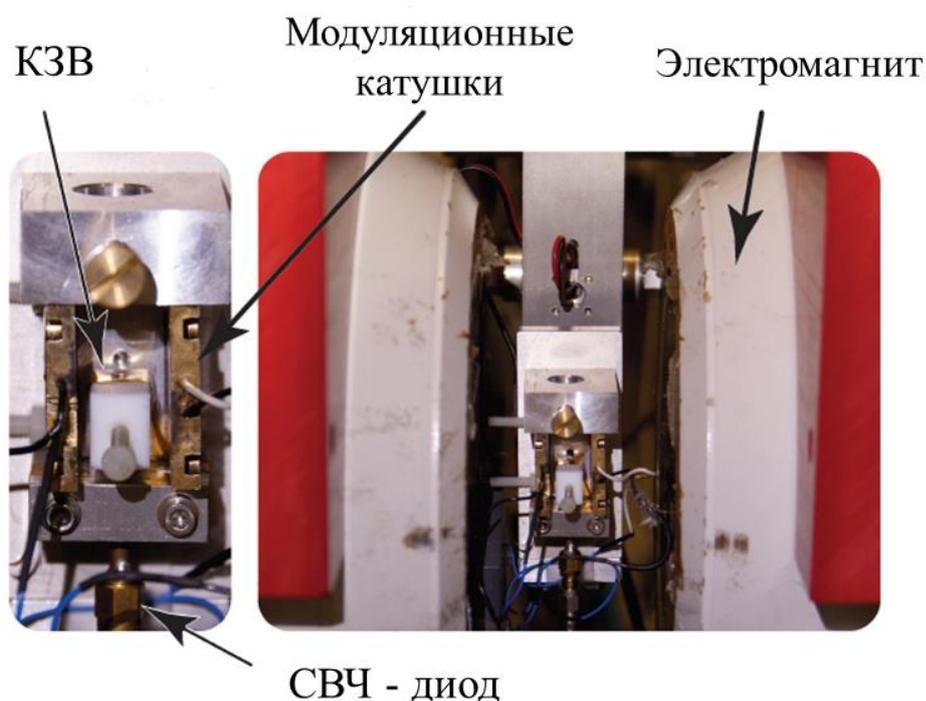


Рисунок 2.18 – Установка для измерений ФМР-спектров *ex situ*. Элементы конструкции белого цвета – это полюсные наконечники электромагнита. Элементы конструкции красного цвета – прижимное устройство, в котором установлена несущая алюминиевая шина.

Образец или присоединяется сверху на КЗВ" поворотной скобой, или кладется на него. КЗВ всегда изолировано фольгой Kapton[®] толщиной 75 нм для предотвращения электрического короткого замыкания в образце. Данная установка *ex situ* позволяет проводить измерения угловых и частотных зависимостей больших образцов (более 4 см²). Также возможно выполнение измерений, перпендикулярных к плоскости пленки, используя изогнутый микроволновый кабель.

ГЛАВА 3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

В этой главе представлены результаты многочастотных измерений ФМР тонких пленках железа на арсениде галия Fe/GaAs(100) и Fe/GaAs(110), а также расчет констант анизотропии, основанный на указанных измерениях. Помимо этого в главе рассматриваются структурные и химические свойства изучаемых систем, приведены магнитостатические измерения.

3.1 Структурные и химические свойства тонких пленок железа на арсениде галлия $Fe/GaAs(110)$ и $Fe/GaAs(100)$

Качество поверхности подложки и ее кристаллографическая ориентация характеризуются с помощью LEED (Low Energy Electron Diffraction - дифракция на медленных электронах).

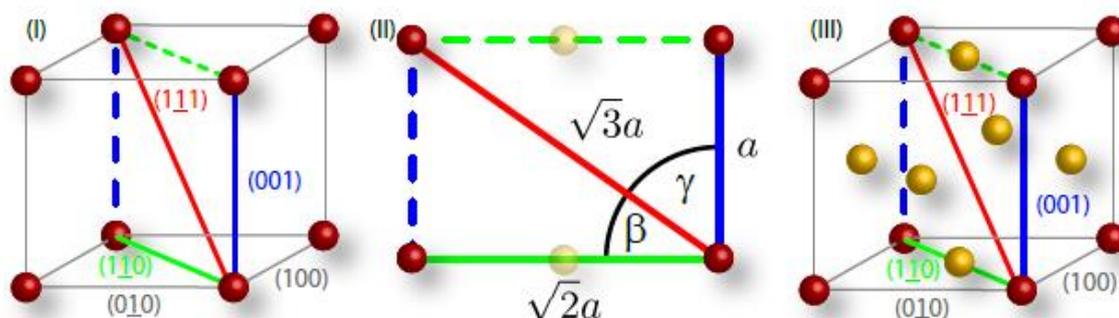


Рисунок 3.1 – Схематическое представление кристаллографических направлений в кристалле арсенида галлия GaAs.

Арсенид галлия растет в структуре цинковой обманки (сфалерита), которая состоит из двух взаимосмещенных ГЦК решеток. Соотношение расстояний между ближайшими соседями в простом кубическом случае составляет $1:\sqrt{2}$, в случае ГЦК - $1:1/\sqrt{2}$.

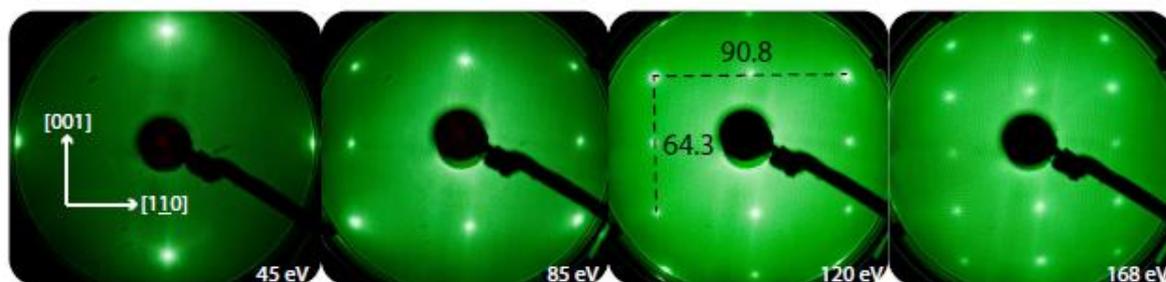


Рисунок 3.2 – Типовая серия LEED изображений арсенида галлия GaAs.

Для проверки данного соотношения была получена серия LEED изображений (рисунок 3.2). Экспериментальное значение соотношения сторон составляет $1,412 \pm 0,005$ и отличается от теоретического значения на 0,15%.

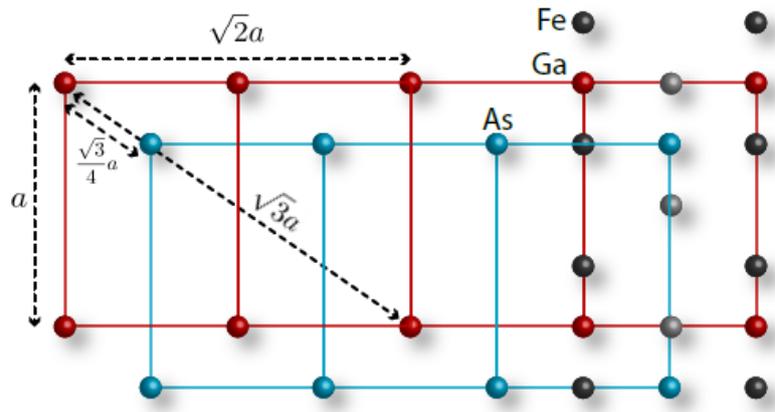


Рисунок 3.3 – Схематическое изображение подрешетки сфалерита (цинковой обманки).

Подрешетки Ga и As сдвинуты во всех трех пространственных направлениях на величину, равную $\frac{1}{4}$ постоянной решетки a . Расстояние между ближайшими соседями вдоль направления (111) составляет $\frac{\sqrt{3}}{4}a$ (рисунок 3.3). Так как это величина указанного расстояния не является целым числом или рациональным, то промежуточные пики не образуются. Вместо этого существуют модуляции интенсивности основного максимума, в то время как у каждого четверного основного максимума присутствует наложение отражения.

Химическая чистота подложек и пленок исследовалась электронной Оже-спектроскопией (AES). На рисунке 3.4 (I) показаны спектры от подложки GaAs до (черная линия) и после (красная линия) очистки. Примеси кислорода и углерода (I) после процесса очистки больше не обнаруживаются. На рисунке (II) показаны AES спектры, полученные после напыления железа. Видно, что примеси кислорода и углерода в образцах отсутствуют.

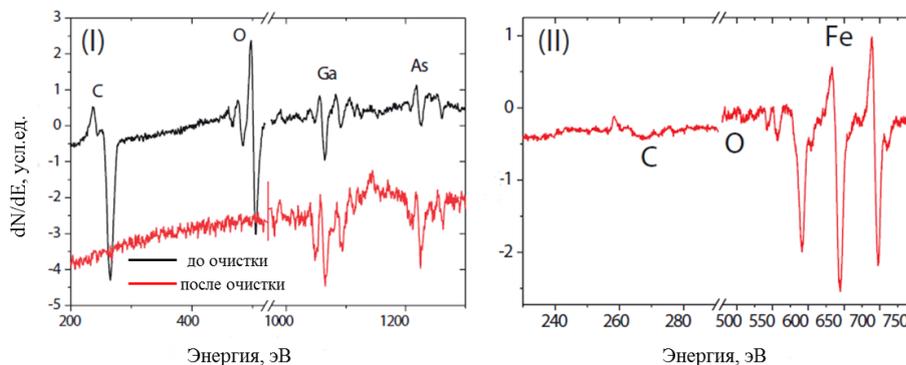


Рисунок 3.4 – AES спектры, взятые из [11], исходной (черная линия) и очищенной (красная линия) подложки GaAs, на рисунке (II) представлен спектр,

полученный после осаждения пленки железа.

3.2 Магнитостатические свойства тонких пленок железа на арсениде галлия *Fe/GaAs(110)* и *Fe/GaAs(100)*.

3.2.1 Магнитостатические свойства тонкой пленки железа *Fe/GaAs(111)*

Для тонкой пленки железа на арсениде галлия *Fe/GaAs(110)* были получены петли гистерезиса с помощью МОКЕ – микроскопа (Magneto-Optic Kerr Effect) в продольной геометрии, данные результаты представлены в работе [16]. Измерения каждой петли гистерезиса проводились в зависимости от ориентации образца относительно внешнего магнитного поля от 0° до 360° с шагом $0,5^\circ$. В данной работе рассматриваются результаты измерения вдоль главных кристаллографических осей.

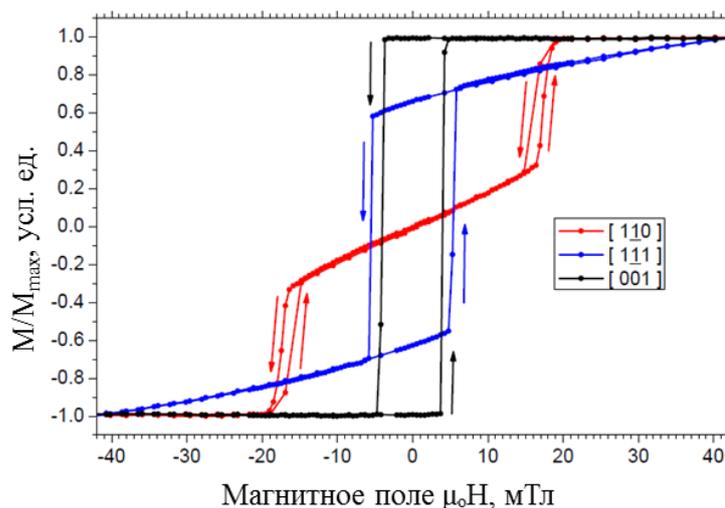


Рисунок 3.5 – Петли гистерезиса вдоль главных кристаллографических осей тонкой пленки железа на арсениде галлия *Fe/GaAs(110)*.

Синим цветом обозначено измерение вдоль трудной оси намагничивания, которой соответствует кристаллографическая ось $[111]$. Вдоль этого направления значение коэрцитивной силы составляет $H_c = 550 \pm 20$ Э, в то время как величина поля насыщения равна $H_s = 4$ кЭ.

Черным цветом обозначено измерение вдоль легкой оси (ЛО) намагничивания $[001]$. Значение коэрцитивной силы в данном случае составляет $H_c = 390 \pm 20$ Э. Когда значение внешнего магнитного поля достигает значения, соответствующего значению коэрцитивной силы, происходит скачкообразный разворот вектора намагниченности на

угол 180° , поэтому можно сказать, что значение поля насыщения соответствует значению коэрцитивной силы.

Для сопоставления предыдущим двум результатам приведен красный график, соответствующий измерениям вдоль кристаллографической оси $[1\bar{1}0]$. В отличие от двух предыдущих измерений, вектор намагниченности меняет свое направление еще до переключения знака внешнего магнитного поля. Это направление не параллельно вектору направления внешнего магнитного поля.

Следует отметить, что рассматриваемая методика измерений, основанная на магнито-оптическом эффекте Керра, позволяет определять только составляющую вектора намагниченности вдоль направления измерений. Регистрируемый сигнал соответствует состоянию, когда вектор намагниченности ориентирован не параллельно вектору прилагаемого поля.

3.2.2 Магнито статические свойства тонкой пленки железа Fe/GaAs(100)

Для тонкой пленки железа, напыленной на арсенид галлия Fe/GaAs(110) были получены петли гистерезиса с помощью VSM (вибрационный магнитометр) на базе PPMS (Physical Property Measurement System). Измерения петель гистерезиса проводились при трех ориентациях внешнего магнитного поля относительно кристаллографических осей Fe $[111]$, $[1\bar{1}0]$, $[001]$. Полученные петли гистерезиса показаны на рисунке 3.6. Для всех ориентаций коэрцитивные поля не превышают 10 Э.

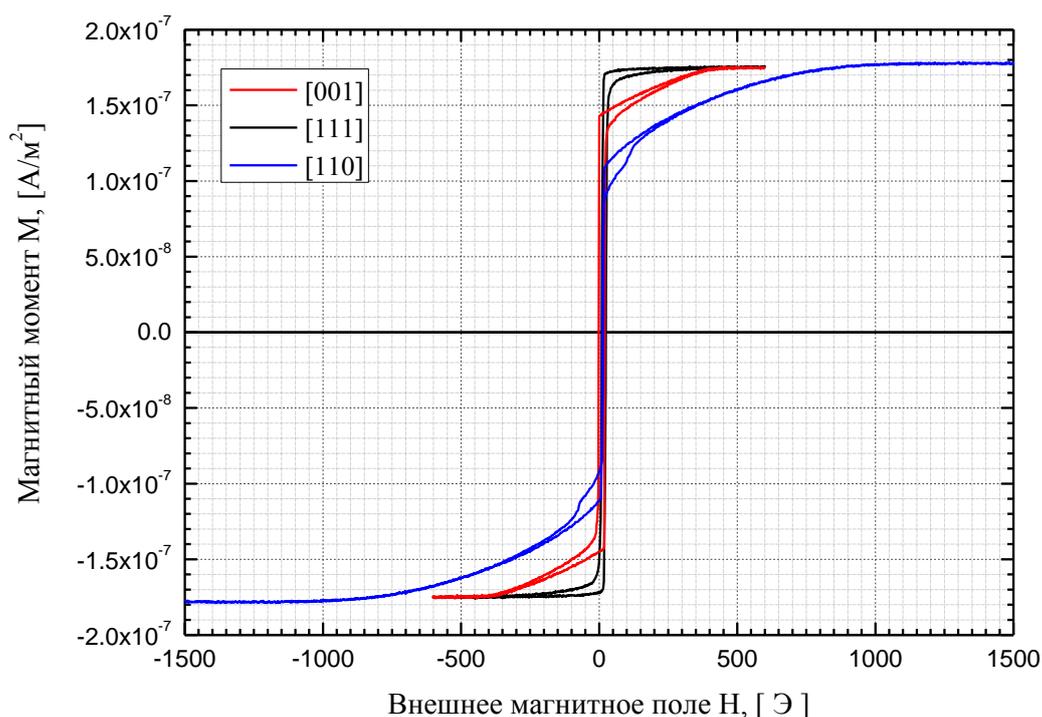


Рисунок 3.6 - Петли гистерезиса вдоль главных кристаллографических осей тонкой пленки железа на арсениде галлия Fe/GaAs(100).

Синим цветом на рисунке 3.6 показана петля гистерезиса, измеренная вдоль трудной оси намагничивания, которой соответствует кристаллографическая ось [110]. Вдоль этого направления величина поля насыщения равна $H_s = 400 \pm 20$ Э. Черным цветом обозначено измерение вдоль легкой оси (ЛО) намагничивания [111], величина поля насыщения примерно равна $H_s = 20$ Э. Красным цветом, соответственно, показана петля гистерезиса, измеренная вдоль промежуточной оси намагничивания [001].

Полученные результаты, характеризующие положения легких и трудных осей намагничивания в рассматриваемом образце полностью соответствуют результатам, полученных из анализа спектров ФМР для разных ориентаций образца в продольной геометрии.

3.3 Анализ ФМР-спектров тонких пленок железа на арсениде галлия Fe/GaAs(110) и Fe/GaAs(100)

Дальнейшее определение констант анизотропии исследуемых образцов проводилось на основании угловых зависимостей ФМР. Каждая такая зависимость была получена на фиксированной частоте в диапазоне от 12 ГГц до 26 ГГц для тонкой пленки Fe/GaAs(100). Для тонкой пленки Fe/GaAs(100) угловые зависимости были получены для частот в диапазоне от 7 ГГц до 19 ГГц.

Типичный вид угловой зависимости тонкой пленки Fe/GaAs(100) представлен на рисунке 3.7. Каждая полоса на графике соответствует спектру, полученному в магнитном поле, изменявшемся от 0 до 2 кЭ. Равномерно серая часть полосы соответствует той части спектра, где сигнал не наблюдается. Белому цвету соответствует максимальное значение производной линии поглощения, черному цвету – минимальное значение.

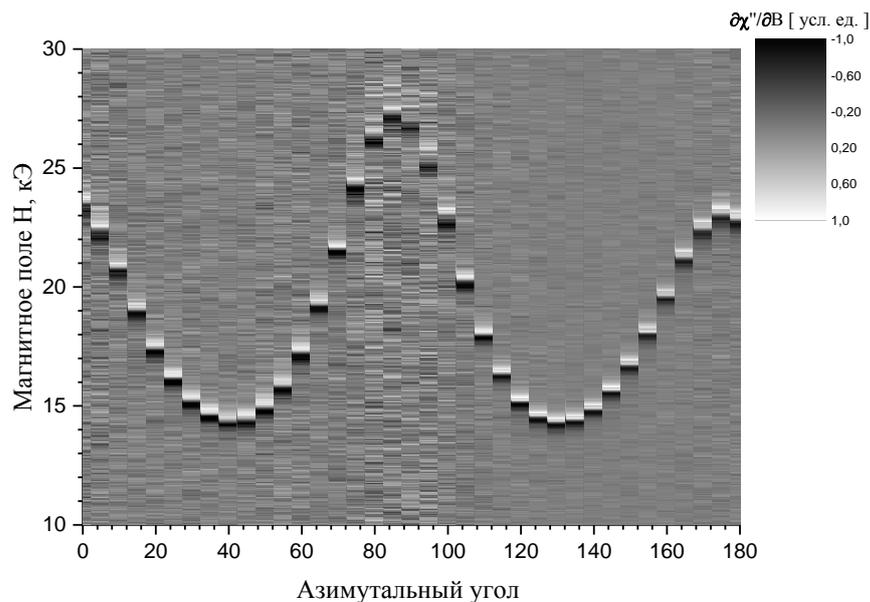


Рисунок 3.7 – Результаты измерений угловой зависимости тонкой пленки Fe/GaAs(100)

Минимум резонансного поля располагается при углах $\varphi=45^\circ$ и $\varphi=135^\circ$, что соответствует наличию в образце четырехосной симметрии. Направление ЛО анизотропии параллельно направлению внешнего магнитного поля при этих углах.

Локальные максимумы при углах $\varphi=0^\circ$ и $\varphi=180^\circ$ указывают на наличие одноосной анизотропии в рассматриваемом образце. Максимум при $\varphi=90^\circ$ определяет направление трудной оси анизотропии. Направления осей анизотропии полностью совпадают с направлениями, измеренными с помощью VSM магнитометра.

Аналогичные измерения были проведены для пленки Fe/GaAs(110). Характерный вид угловой зависимости для этого образца представлен на рисунке 3.8. Красным цветом показан результат моделирования, который хорошо согласуется с экспериментальными данными. На вкладке к рисунку 3.8 приведен пример ФМР спектра, измеренного при угле $\varphi=144^\circ$.

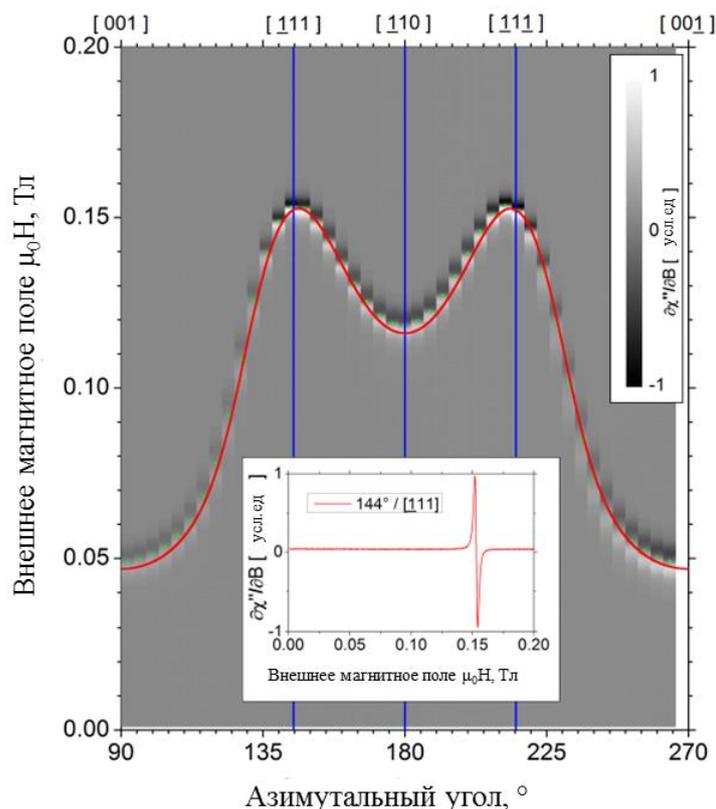


Рисунок 3.8 – Результаты измерений и моделирования угловой зависимости пленки Fe/GaAs(110). На вкладке показан пример ФМР спектра

Минимум резонансного поля, как видно из Рис. 3.8, располагается вдоль направлений [001] и [001], что указывает на наличие 180° симметрии (так же как и для пленки Fe/GaAs(100)). Локальный минимум вдоль направления [110] указывает на наличие промежуточной оси анизотропии. Таким образом, ЛО одноосной анизотропии параллельно направлению [001] или [110]. Максимальное значение резонансного поля достигается вдоль направлений [111] и [111], которые определяют положение трудной оси анизотропии.

3.4 Вычисление констант анизотропии в тонких пленках железа на арсениде галлия Fe/GaAs(100) и Fe/GaAs(110).

Определение значений констант одноосной и кубической анизотропии для изучаемых образцов проводилось с помощью моделирования. Исходный код программы для моделирования написан Флорианом Ромером на языке, адаптированном для программной среды "LabView". Моделирование базировалось на следующих выражениях для величины свободной энергии F и связи свободной энергии с резонансной частотой

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = \frac{1}{M^2 \sin^2 \theta} \left[\frac{\partial^2 F}{\partial \theta^2} \frac{\partial^2 F}{\partial \varphi^2} - \left(\frac{\partial^2 F}{\partial \theta \partial \varphi} \right)^2 \right], \quad (3.1)$$

$$F = -MH(\sin \theta \sin \theta_B \cos(\varphi - \varphi_H) + \cos \theta \cos \theta_B) + \left(\frac{\mu_0}{2} M^2 - K_{2\perp}\right) \cos^2 \theta + K_{2\parallel} \sin^2 \theta \cos^2(\varphi - \delta) + K_4 \sin^2 \theta - \frac{K_4}{8} (7 + \cos 4\varphi) \sin^4 \theta, \quad (3.2)$$

где $K_{2\perp}$ и $K_{2\parallel}$ - константы одноосной анизотропии перпендикулярной и параллельной плоскости пленки соответственно, K_4 - константа кубической анизотропии. θ - угол между осью перпендикулярной плоскости пленки и магнитным полем, в нашем случае угол был зафиксирован 90° . φ_H - угол между магнитным полем и направлением Fe [100], φ - угол между направлением магнитного момента (M) и внешним магнитным полем, которому соответствует минимум свободной энергии в уравнении 3.2 ($\frac{\partial F}{\partial \varphi} = 0$).

На рисунке 3.9 представлены результаты моделирования угловой зависимости резонансного поля для образца тонкой пленки железа Fe/GaAs(110). В таблице 3.1 приведены значения соответствующих параметров моделирования и их сравнение с литературными данными. Намагниченность насыщения образца была определена из VSM измерений. Частота, на которой проводились измерения, была неизменной и задавалась в начале процесса моделирования.

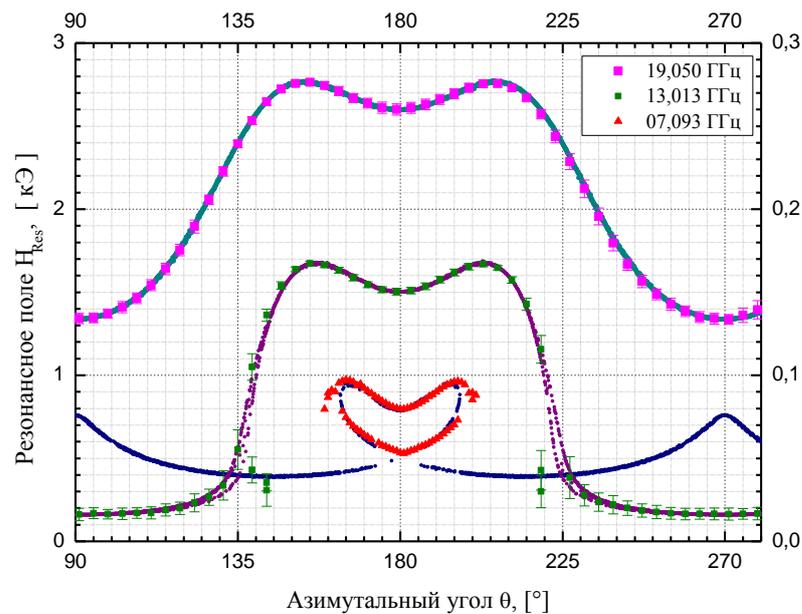


Рисунок 3.9 – Результат моделирования угловой зависимости положения резонансного

поля для образца Fe/GaAs(110) при различных частотах

Таблица 3.1 – Величины параметров магнитокристаллической анизотропии для образца Fe/GaAs(110), измеренные при различных частотах (7, 13 и 19 ГГц) СВЧ поля.

f , ГГц	K_U , кЭрг·см ⁻³	K_4 , кЭрг·см ⁻³
7,093	56,0	40,0
13,013	46,9	38,6
19,05	43,0	38,2

Из таблицы 3.1 видно, что в исследуемых образцах константа одноосной анизотропии различная при различных частотах измерения. Значения константы кубической анизотропии (K_4) изменяются незначительно и меньше значения для массивного образца, которое равно $49,5 \cdot 10^3$.

Аналогичное моделирование было проведено для резонансных кривых образца Fe/GaAs(100). Полученные результаты, приведены на рисунке 3.10, выходные параметры – в таблице 3.2.

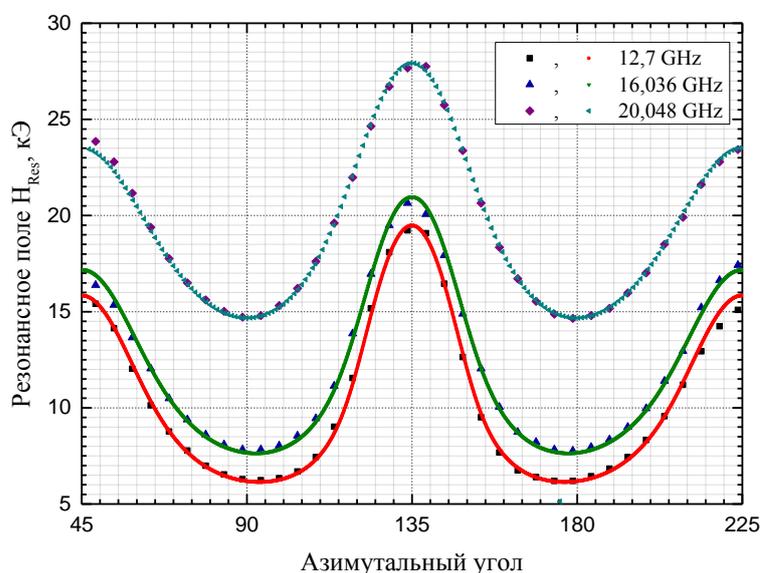


Рисунок 3.10 - Результат моделирования резонансных кривых для образца Fe/GaAs(100).

Таблица 3.2 – Параметры моделирования резонансных кривых для образца Fe/GaAs(100).

f , ГГц	$K_{2\parallel}$, кЭрг·см ⁻³	K_4 , кЭрг·см ⁻³
12,7	16,0	51,5
16,036	16,5	50,5
17,998	17,0	50,0
20,048	19,5	49,55

В данном образце зависимость от частоты наблюдается и для константы одноосной анизотропии, и для константы кубической анизотропии. Значение константы кубической анизотропии близко к значению константы для массивного образца. В то же время значение константы одноосной анизотропии практически в 3 раза меньше значения константы одноосной анизотропии для образца Fe/GaAs(110). Подобное различие можно объяснить тем фактом, что для подложек GaAs(110) и GaAs(100) рост первого монослоя железа происходит по-разному (рис. 3.11). Как результат, наведенная на интерфейсе Fe/GaAs поверхностная анизотропия, которая и является причиной высокой одноосной анизотропии в наших образцах (в массивных образцах величины $K_{2\parallel}$ на два порядка меньше, чем значения K_4) оказывается различной. При эпитаксиальном росте кристаллическая решетка железа должна адаптироваться к структуре галлия арсенида, это приводит к искажению решетки железа и, как результат, изменению магнитокристаллической анизотропии. Однако, предшествующие исследования [6] показывают, что искажение решетки железа может быть не основной причиной наведенной высокой анизотропии, наиболее важной может оказаться связь (гибридизация) 3d электронов железа с электронами галлия на поверхности подложки. Для получения подложки GaAs(110) кристалл арсенида галлия разрезают по плоскости (110). В таком случае на поверхности рассматриваемой подложки атомы галлия Ga образуют цепочки (рис. 3.11-а), вдоль которых происходит дальнейший рост железной пленки (Рис. 3.1 (а)). Такой рост способствует образованию выделенного направления в пленке, что в дальнейшем приводит к появлению большой одноосной анизотропии в указанном образце.

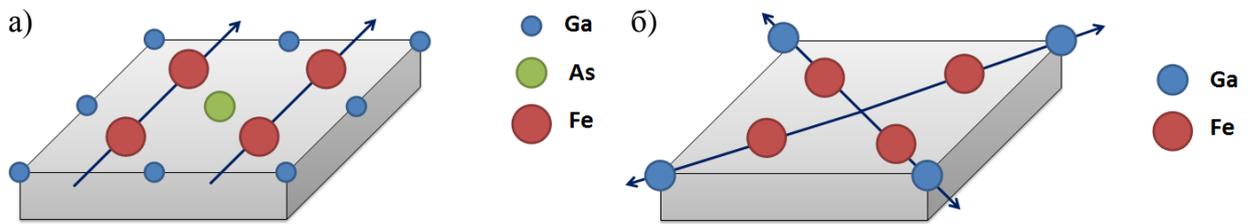


Рисунок 3.11 – схематическое изображение роста первого монослоя железа на подложке GaAs(110) (а) и GaAs(100) (б)

Подложка GaAs(100) получается при разрезании кристалла арсенида галлия по плоскости (100). При этом на поверхности образуются четыре эквивалентных димера галлия (рис 3.11-б). Рост железной пленки будет происходить в четырех эквивалентных направлениях, что подтверждается значением константы кубической анизотропии большим, чем при использовании подложки GaAs(110). Наличие одноосной анизотропии можно связать с тем, что одно из направлений является преимущественным по сравнению с остальными.

Полученные зависимости констант анизотропии от частоты переменного СВЧ магнитного поля предположительно связаны с явлениями, возникающими на интерфейсе Fe-GaAs. При увеличении частоты СВЧ поля, резонансные поля увеличиваются, как видно из Рис. 3.10. На интерфейсе Fe/GaAs возможно образование соединения железо-галлий Fe-Ga. Сплав FeGa обладает гигантской магнитострикцией с насыщением в полях до 5 кЭ. Наведенная поверхностная магнитострикция может приводить к большей деформации приповерхностной кристаллической структуры железа в больших магнитных полях и, как результат, увеличению индуцированной интерфейсом одноосной магнитокристаллической анизотропии.

ГЛАВА 4. ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

В ходе выполнения дипломной работы методом вакуумного термического осаждения был изготовлен образец тонкой пленки железа ($d = 10$ нм) на арсениде галлия Fe/GaAs(100).

Получены многочастотные зависимости параметров ферромагнитного резонанса от ориентации образцов тонких пленок железа на арсениде галлия Fe/GaAs(100) и Fe/GaAs(110) в продольной геометрии относительно внешнего магнитного поля.

Рассчитаны зависимости констант анизотропии от частоты для образцов тонкой пленки железа на арсениде галлия Fe/GaAs(100) и Fe/GaAs(110).

Полученные результаты проанализированы с учетом особенностей интерфейса для каждой кристаллографической ориентации подложки.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. T. Kebe "SQUID-Magnetometry on Fe monolayers on GaAs(001) in UHV". Der Fakultät Physik der Universität Duisburg-Essen zur Erlangung des akademischen Grades eines Doktors der Naturwissenschaften, Duisburg, 2006
2. K. Zakery "magnetic monolayers on semiconducting substrates: an in situ FMR study of Fe-based heterostructures". Der Fakultät Physik der Universität Duisburg-Essen zur Erlangung des akademischen Grades eines Doktors der Naturwissenschaften, Duisburg, 2007
3. "Химическая энциклопедия", изд. "Советская энциклопедия", М., 1988
4. Faraday M., Phil. Trans., 147(1857)
5. Kundt A., Ann. Physik, 31(1887)
6. Л. Майселл, Р. Гленг "Технология тонких пленок", Советское радио, 1977
7. Г. С. Кринчик, "Физика магнитных явлений", Издательство Московского университета, 1976
8. C. Carbone, B. T. Jonker, K. -H. Walker, G. A. Prinz "The epitaxial growth of the Fe on GaAs(110): development of the electronic structures and interface formation". Solid States Communications, 61(1987) 297-301
9. M. W. Ruckman, J. J. Joyce, J. H. Weaver "Interdiffusion and reaction at the Fe/GaAs(110) interface". Physical Review, 33(1986) 7029-7035
10. G. A. Prinz, J. J. Krebs "Molecular beam epitaxial growth of single-crystal Fe films on GaAs". Appl. Phys. Lett., 39(1981) 397-399
11. G. A. Prinz, G. T. Rado, J. J. Krebs "Magnetic properties of single-crystal [110] iron films grown on GaAs by molecular beam epitaxy". J. Appl. Phys., 53(1982) 2087-2091
12. Kh. Zakeri, Th. Kebe, J. Linder, M. Farle "Magnetic anisotropy of Fe/GaAs(001) ultrathin films investigated by in situ ferromagnetic resonance". Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 299 (2006) 1-10
13. W. Wetling, R. S. Smith, W. Jantz, P. M. Ganser "Single crystal Fe films grown on GaAs substrates". Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 28(1982) 299-304
14. S. McPhail, F. Montaigne, Y. B. Xu "Interface bonding versus strain-induced magnetic anisotropy in epitaxial Fe/semiconductor structures". Physical Review, 67 (2003)

15. F.M. Romer, C. Hassel, Kh. Zakeri, I. Barsukov, J. Linder, M. Farle "Fe monolayers on InAs(001): An *in situ* study of surface, interface and volume magnetic anisotropy". Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 321 (2009) 2232-2238
16. F.M. Romer " Breitbandige in situ Ferromagnetische Resonanz und niederfrequente Suszeptibilitätsmessungen an Eisen auf III-V Halbleitern". Der Fakultät Physik der Universität Duisburg-Essen zur Erlangung des akademischen Grades eines Doktors der Naturwissenschaften, Duisburg, 2012
17. C. Hassel, S. Stienen, F. M. Römer, R. Meckenstock, G. Dumpich, J. Lindner "Resistance of domain walls created by means of a magnetic force microscope in transversally magnetized epitaxial Fe wires". Applied Physics Letters 95(3):032504 (2009)