

## Свойства поликристаллических пленок магнетита $\text{Fe}_3\text{O}_4$

А. Ф. Андреева, А. М. Касумов, О. К. Двойненко

*Определены оптимальные условия роста и свойства поликристаллических пленок магнетита  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , нанесенных электронно-лучевым испарением и магнетронным распылением Fe в среде  $\text{O}_2$ . Условия роста и некоторые свойства данных пленок, такие как структура, удельное сопротивление, магнитосопротивление, оказались близкими.*

### Введение

Магнетит  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  является ферромагнитным полуметаллом, сочетающим в себе 100%-ную поляризацию спинов электронов на уровне Ферми и высокую температуру Кюри (858 К). Такие свойства делают пленки на основе магнетита перспективными для использования в качестве инжектора поляризованных спинов при комнатной температуре в устройствах спинтроники [1]. Основное внимание в настоящее время привлекают эпитаксиальные пленки  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , наносимые различными методами: лазерным испарением [2] и магнетронным распылением [3], термическим окислением железа [4], гальваническим электроосаждением [5]. Не менее интересными являются и поликристаллические пленки магнетита в связи с возможностью применения более простых условий их нанесения и эксплуатации. В настоящей работе проведено сравнение свойств поликристаллических пленок  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , полученных электронно-лучевым испарением и магнетронным распылением.

### Результаты эксперимента и их обсуждение

Были определены оптимальные условия роста пленок магнетита  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  на подложках NaCl и плавяного кварца при комнатной температуре. Для обоих методов они оказались близкими. При электронно-лучевом испарении Fe в атмосфере  $\text{O}_2$  скорость роста  $v$  пленок составляла 5–50 нм/мин, парциальное давление кислорода  $P = (5 \cdot 10^{-4}) - (2 \cdot 10^{-3})$  Па. При магнетронном распылении Fe в атмосфере Ar с добавлением  $\text{O}_2$  в соотношении 30 : 1  $v = (10 - 50)$  нм/мин,  $P = (2 - 6) \cdot 10^{-3}$  Па. За пределами оптимального режима в сторону уменьшения скорости осаждения и увеличения давления кислорода в обоих методах напыления наблюдали возникновение  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ -фазы, а в сторону увеличения скорости роста и уменьшения давления кислорода — образование Fe-фазы.

Оптимальные условия роста поликристаллических пленок  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , наносимых магнетронным испарением (скорость роста и давление газов), оказались близкими к условиям выращивания данным методом эпитаксиальных пленок [3].

По данным электронографического анализа, поликристаллические пленки  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , нанесенные обоими методами, имели кубическую структуру  $\text{O}^7_h - \text{Fd}3m$  (тип  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) с постоянной решетки  $a = 0,842$  нм (магнетронное распыление) и  $a = 0,843$  нм (электронно-лучевое испарение),

© А. Ф. Андреева, А. М. Касумов, О. К. Двойненко, 2008

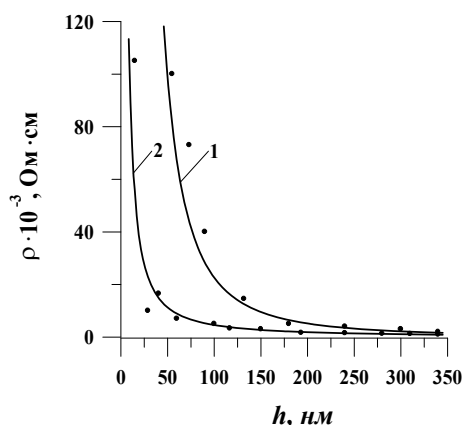


Рис. 1. Зависимость удельного электро-сопротивления  $\rho$  от толщины  $h$  пленок  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , нанесенных электронно-лучевым испарением (1) и магнетронным распылением (2).

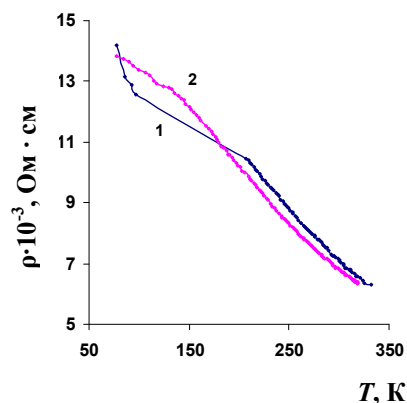


Рис. 2. Температурная зависимость удельного сопротивления  $\rho$  пленки  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ( $h = 80$  нм), полученной магнетронным напылением: 1 — охлаждение; 2 — нагрев.

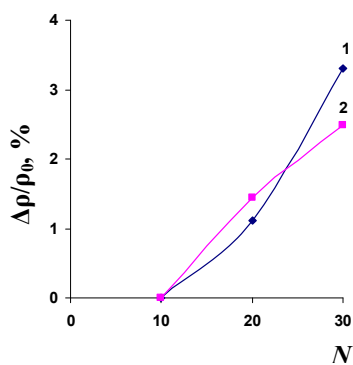


Рис. 3. Зависимость продольного магнито-сопротивления  $\Delta\rho/\rho_0$  многослойных пленок  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{—Y}_2\text{O}_3$  от количества слоев  $N$  при направлении тока, перпендикулярном (1) и параллельном (2) вектору магнитного поля.

что близко к литературным данным для массивного материала ( $a = 0,838$  нм) [6].

Удельное электро-сопротивление  $\rho$  постоянному току, измеренное в плоскости пленок  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  при толщине  $h > 200$  нм (рис. 1), было близким значению  $\rho = 4 \cdot 10^{-3}$  Ом·см, известному для объемных образцов магнетита [7]. Температурная зависимость электро-сопротивления пленок магнетита, нанесенных магнетронным распылением, соответствовала возрастанию  $\rho$  при снижении температуры (рис. 2). Такой ход зависимости наблюдался и в работах по магнетронному напылению эпитаксиальных пленок магнетита [3]. Однако четкого проявления перехода Вервье в нашем случае не было отмечено, что обусловлено сильным рассеянием зарядов на межкусталлитных границах при движении в плоскости пленки. Таким образом, более четкого проявления перехода Вервье следует ожидать при поперечном направлении движения зарядов в пленках толщиной, близкой к размеру одного кристаллита. При электронно-лучевом напылении пленки магнетита также не проявляли четкого перехода Вервье.

Магнитосопротивление пленок  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , нанесенных как электронно-лучевым, так и магнетронным напылением, было близко к нулю, что также вызвано поликристалличностью. Повысить магнитосопротивление до 0,1—0,2% в поле индуктивности 1,6 Т удалось при увеличении толщины пленок до  $h > 80$  нм. Толщина  $h = 80$  нм являлась граничной и для других характеристик: удельного сопротивления  $\rho$  (см. рис. 1) и коэффициента оптического поглощения, что свидетельствует о начале

коалесценции островков  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Дальнейшее повышение магнитосопротивления наблюдалось при переходе от одно- к многослойным пленкам  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , разделенным слоями диэлектрика. На рис. 3 показано, что в 30-слойных пленках  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{—Y}_2\text{O}_3$  ( $h$  каждого слоя  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  — 5 нм,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  — 10 нм), нанесенных электронно-лучевым испарением, магнитосопротивление в поле с индукцией 1,6 Т достигает 3%.

С ростом числа слоев удельное электросопротивление  $\rho$  многослойных пленок линейно спадает. Наблюдаемое изменение магнито- и электросопротивления с ростом числа слоев  $N$  вызвано возрастающей возможностью зарядов двигаться не только по своему, но и по соседним слоям  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

Оптические спектры пропускания поликристаллических пленок  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , нанесенных электронно-лучевым испарением, имели слабовыраженные экстремумы, характерные для объемных образцов магнетита [7] в области энергии фотонов  $h\nu$  падающего света 2, 3 и 5 эВ. В спектрах пленок, нанесенных магнетронным распылением, такие экстремумы не выявлены.

### Выводы

Оптимальные условия роста однофазных поликристаллических пленок  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , наносимых электронно-лучевым и магнетронным распылением Fe в среде  $\text{O}_2$ , близки друг другу: скорость роста пленок  $v = 10\text{—}50$  нм/мин, парциальное давление кислорода  $P = (2\text{—}3)\cdot 10^{-3}$  Па.

Структурные, электрические и оптические свойства поликристаллических пленок  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  в основном близки к таковым объемных образцов магнетита. Однако магнитные свойства, зависящие от поляризации магнитных моментов (эффект Вервье, магнитосопротивление) и измеренные в продольном направлении, проявляются слабо. Более четкого проявления данных свойств можно ожидать в пленках толщиной, близкой к размеру одного кристаллита, при поперечном направлении движения зарядов.

1. *Zutic I., Fabian I. S.* // Rev. of Modern Phys. — 2004. — **75**, No. 2. — P. 323—410.
2. *Preisler E. I., Brooke I., Oldham N. C., Mo Gill T. C.* // J. Vac. Sci. Technol. — 2003. — **B 21** (4). — P. 1745—1748 (Jul/Aug).
3. *Sluziene K.* Growth and investigation of magnetite thin films and heterostructures: Summary of doctoral dissertation. — Vilnius: Semiconductor physics institute, 2006.
4. *Farrow R. F. C.* Nanoscale phase separation in  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (111) films on sapphire (0001) and phase stability of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (001) films on MgO (001) grown by oxygen-plasma-assisted molecular beam epitaxy, (SLAC-PUB-10009) (Stanford Linear Accelerator Center, Stanford Univ., Stanford, CA94309: June 2003).
5. *Switzer J. A., Sorenson T. A., Morton S. A.* Magnetic properties of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  films grown by epitaxial electrodeposition on the low index planes of gold, (Dan Waddill: Department of Physics and Graduate Center for Materials Research: Univ. of Missouri-Rolla: 2002).
6. *Физико-химические свойства окислов: (Справ.)* / Под ред. Г. В. Самсонова. — М.: Металлургия, 1978.
7. *Leonov I., Yaresko A. N., Antonov V. N., Anisimov V. I.* Electronic structure of chargeordered  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  form calculated optical, magneto-optical Kerr effect and OK-edge x-ray absorption spectra (Arxive: cond-mat/0607107). — 2006. — **2**, 13 (Nov). — P. 1—32.