

13,01

## Осаждение текстурированных пленок NiFe(200) и NiFe(111) на подложки Si/SiO<sub>2</sub> магнетронным распылением на постоянном токе

© А.С. Джумалиев<sup>1,2</sup>, Ю.В. Никулин<sup>1,2</sup>, Ю.А. Филимонов<sup>1-3</sup>

<sup>1</sup> Саратовский филиал Института радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, Саратов, Россия

<sup>2</sup> Саратовский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Саратов, Россия

<sup>3</sup> Саратовский государственный технический университет им. Ю.А. Гагарина, Саратов, Россия

E-mail: dzhas@yandex.ru

(Поступила в Редакцию 27 октября 2015 г.)

Исследовано влияние температуры  $T_{\text{sub}}$  и напряжения смещения  $U_{\text{bias}}$  подложки на текстуру пленок NiFe с толщиной  $d \sim 30\text{--}340\text{ nm}$ , полученных магнетронным распылением на постоянном токе на подложках Si(111)/SiO<sub>2</sub> при давлении рабочего газа  $P \sim 0.2\text{ Pa}$ . Показано, что пленки, выращенные при комнатной температуре подложки, имеют текстуру (111), которая улучшается при отрицательном напряжении смещения. Осаждение пленок на заземленную ( $U_{\text{bias}} \sim 0$ ) подложку, нагретую до температуры  $T_{\text{sub}} \sim 440\text{--}640\text{ K}$ , приводит к формированию текстурированных пленок NiFe(200).

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (гранты № 13-07-01023, 14-07-31107, 14-07-00549).

### 1. Введение

Пленки NiFe используются в различных областях микро- и нанoeлектроники благодаря их высокой антикоррозийной стойкости [1], низким величинам коэрцитивности [2] и магнитоstriction [3], высокой магнитной проницаемости [2] и наименьшим среди ферромагнитных металлических пленок потерям на СВЧ [4]. Пленки NiFe обладают высоким анизотропным магнитосопротивлением, а многослойные структуры на их основе характеризуются гигантским магнитосопротивлением и поэтому часто используются в различных устройствах хранения информации, устройствах записи и считывания информации, датчиках магнитного поля, вращения и т.д. [5–7]. Кроме того, длина пробега спиновых волн в пермалловых пленках может достигать десятков и даже сотен микрометров, что позволяет на их основе создавать устройства обработки информации, базирующиеся на принципах магноники [8]. При этом было показано [9], что использование хорошо ориентированных пленок (монокристаллических или текстурированных поликристаллических) позволяет значительно улучшать параметры устройств. По этой причине разработке методов получения ориентированных пленок NiFe на различных подложках уделяется значительное внимание [10–14].

Наиболее распространенный подход к получению монокристаллических и текстурированных пленок пермаллоя основан на использовании ориентирующих монокристаллических подложек [10–12], которые в случае большого рассогласования параметров решетки с пермаллоем покрываются буферными согласующими слоями. Так, в работе [10] методом молекулярно-лучевой эпитаксии были получены пленки NiFe(100)/MgO(100) и NiFe(110)/MgO(110). Для выращивания хорошо тексту-

рированных пленок NiFe(111) и NiFe(100) на подложках Si(111) и Si(100) соответственно в работах [11,12], использовались буферные ориентирующие слои Ag и Cu, которые улучшали согласование пленок пермаллоя и подложек кремния. При осаждении на неориентирующие подложки, например из окисленного кремния [13] или стеклянные [14], пленки пермаллоя имеют поликристаллическую структуру с текстурой NiFe(111), которая отвечает плоскости с наименьшей энергией для материалов с гранцентрированной кубической решеткой. Отжиг пленок после напыления [13,14] или имплантация ионами галлия [14] улучшали кристалличность NiFe(111). При этом о формировании на неориентирующих подложках поликристаллических пленок пермаллоя с текстурой (100) ранее не сообщалось. В настоящей работе показана возможность получения текстурированных пленок NiFe(100) и NiFe(111) на подложке Si/SiO<sub>2</sub> магнетронным распылением на постоянном токе.

### 2. Эксперимент

Осаждение пленок пермаллоя проводилось в установке ВУП-5М с базовым давлением  $6 \cdot 10^{-4}\text{ Pa}$ . В качестве рабочего газа использовался аргон марки ОЧ (99.998%). Для распыления использовалась мишень Ni<sub>20</sub>Fe<sub>80</sub> (99.95%). Подложка располагалась на расстоянии  $\sim 75\text{ nm}$ . Дополнительное магнитное поле в районе подложки во время напыления не прикладывалось. В качестве подложки использовались пластины монокристаллического Si(111) с термически окисленным слоем SiO<sub>2</sub> толщиной 300 nm. Перед напылением подложки подвергались ультразвуковой очистке в ацетоне при  $T \sim 315\text{ K}$ . Непосредственно перед напылением про-

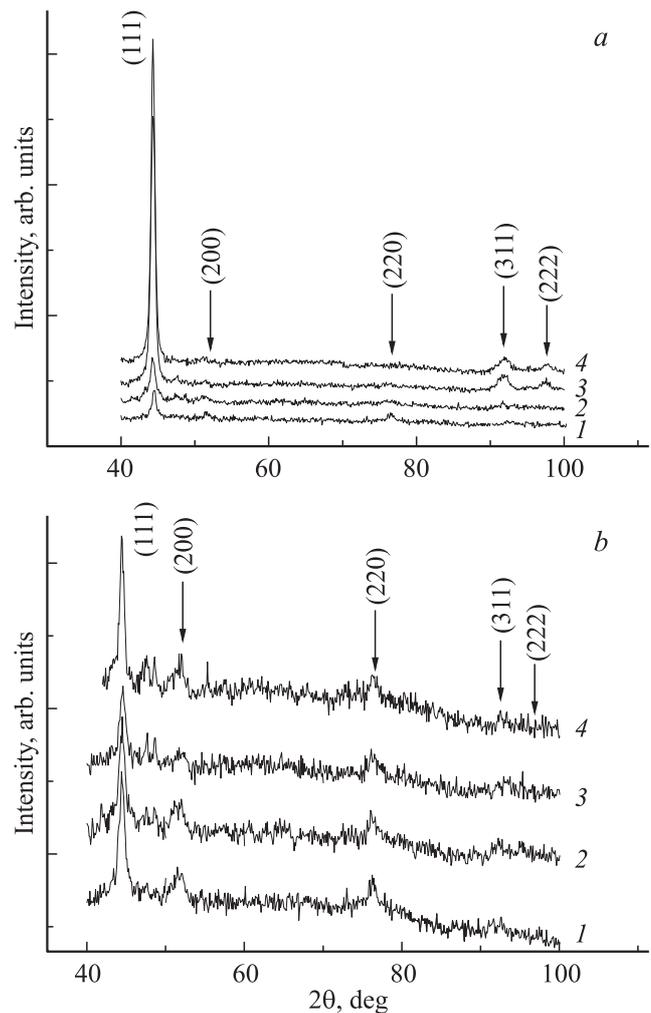
дился отжиг подложек при температуре 600–650 К в течение 30 min при давлении  $6 \cdot 10^{-4}$  Па.

Осаждение пленок проводилось при подаче на магнетрон мощности  $\sim 60$  W при давлении рабочего газа (аргона)  $P \sim 0.2$  Па. При расстоянии между мишенью и подложкой  $\sim 75$  mm и выборе давления  $P \sim 0.2$  Па обеспечивался режим пролета атомов распыляемого вещества, близкий к бесстолкновительному, что увеличивает миграционную способность адатомов распыляемого вещества на подложке [15–17]. В результате адатомы распыляемого вещества приобретают достаточную подвижность, и изменением напряжения смещения  $-250 \leq U_{\text{bias}} \leq 250$  V или температуры подложки  $350 \leq T_{\text{sub}} \leq 650$  K можно управлять формированием текстуры пленки [17]. Далее приведены результаты исследования текстуры и микроструктуры четырех серий пленок пермаллоя. В первой и второй сериях исследовалось влияние напряжения смещения на кристаллографические и микроструктурные свойства пленок NiFe. При этом серия 1 отвечала пленкам с фиксированной толщиной  $d \sim 240$ –250 nm, полученным при изменении напряжения смещения в пределах  $-250 \leq U_{\text{bias}} \leq 250$  V при температуре подложки  $T_{\text{sub}} \sim 350$  K. Пленки серии 2 получены при  $U_{\text{bias}} \sim -100$  V и  $T_{\text{sub}} \sim 350$  K и исследованы с целью получения зависимости параметров решетки NiFe(111) от толщины, которая менялась в диапазоне  $30 \leq d \leq 300$  nm. Серии 3 и 4 были получены при напылении на нагретую подложку в отсутствие напряжения смещения. При этом серия 3 отвечала пленкам с фиксированной толщиной  $d \sim 240$ –250 nm, полученным в диапазоне температур подложки  $350 \leq T_{\text{sub}} \leq 640$  K, а пленки серии 4, толщина которых менялась в диапазоне  $30 \leq d \leq 300$  nm, были выращены при  $T_{\text{sub}} \sim 570$  K. Все исследуемые пленки не покрывались защитным слоем.

Толщина  $d$  выращенных пленок определялась с помощью профилометра Dektak 150. Для изучения кристаллической структуры пленок использовался метод рентгеновской дифракции (дифрактометр ДРОН-4, Cu-K $\alpha$ -излучение), а также база данных PCPDFWIN Международного центра по дифракционным данным. Величина межплоскостного расстояния  $a_{[hkl]}$  вдоль кристаллографической оси [hkl] определялась по формуле Брэгга–Вульфа  $2a_{[hkl]} \sin \Theta = n\lambda$ , где  $\Theta$  — угол падения рентгеновского излучения, отсчитываемый от плоскости пленки,  $\lambda = 0.1542$  nm и  $n = 1$ . Поверхность пленок изучалась с помощью сканирующего зондового микроскопа Solver P47 (НТ-МДТ) в режиме полуконтактной атомно-силовой микроскопии.

### 3. Результаты и обсуждение

На рис. 1 представлены дифрактограммы пленок серии 1, осажденных при отрицательном (а) и положительном (б) напряжениях смещения. Видно, что осажденные пленки имеют поликристаллическую структуру в области положительных  $U_{\text{bias}}$  (рис. 1, б). В области



**Рис. 1.** Дифрактограммы пленок толщиной  $d \sim 240$ –250 nm ( $T_{\text{sub}} \sim 350$  K), осажденных при различных напряжениях смещения (серия 1). а —  $U_{\text{bias}} = 0$  (1),  $-50$  (2),  $-150$  (3) и  $-250$  V (4); б —  $U_{\text{bias}} = 0$  (1), 50 (2), 150 (3) и 300 V (4).

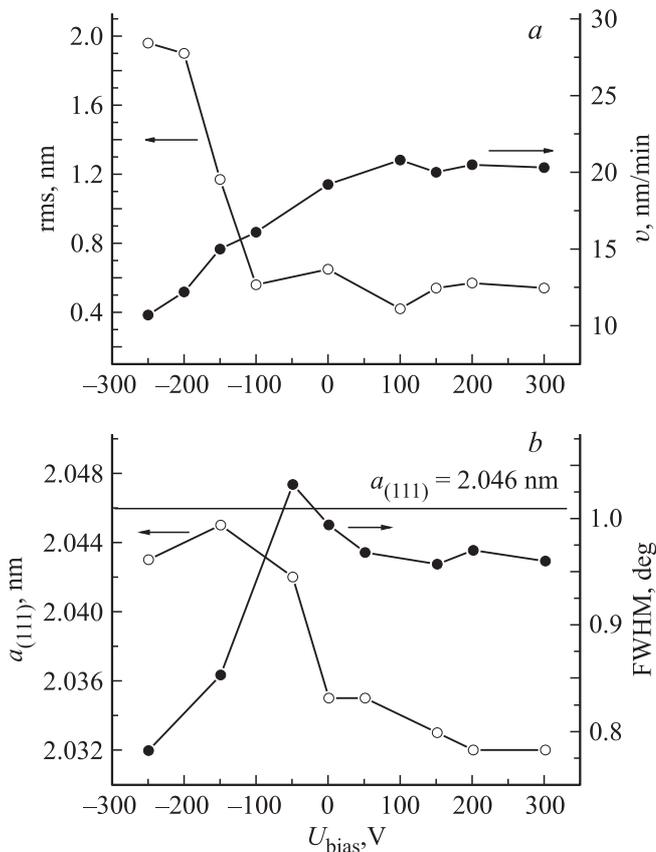
отрицательных  $U_{\text{bias}}$  происходит формирование текстуры (111), которая улучшается с ростом отрицательного напряжения смещения (рис. 1, а).

Полученные результаты не противоречат известным моделям формирования текстуры [18,19]. Согласно этим моделям, на начальном этапе осаждения образуются зародыши из трех атомов. Атомы, располагаясь в вершинах треугольников с разными сторонами, с двумя равными сторонами или в углах равностороннего треугольника, формируют зародыши, различающиеся степенью связи между атомами. Наиболее устойчивыми являются зародыши из трех атомов с равным расстоянием между атомами, в которых на каждый атом приходится две одинаковые связи. Подача отрицательного напряжения смещения  $U_{\text{bias}}$  на подложку приводит к бомбардировке зарождающейся пленки ионами аргона. В этих условиях „выживают“ зародыши с наиболее сильными связями между атомами. Такими являются прежде всего зародыши

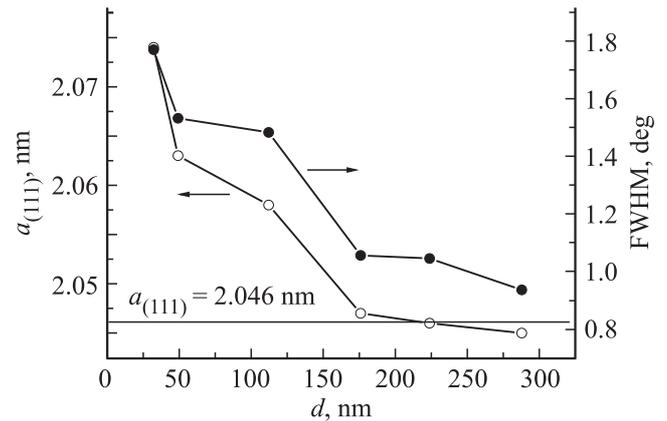
дыши из трех атомов с равным расстоянием между атомами, из которых впоследствии и формируется плоскость (111).

Вместе с тем при  $U_{\text{bias}} < 0$  ионная бомбардировка оказывает деструктивное влияние на микроструктуру пленки, и в частности способствует увеличению шероховатости поверхности пленки. На рис. 2, *a* показаны зависимости среднеквадратичной шероховатости  $r_{\text{ms}}$  и скорости роста пленок  $v$  от величины и полярности приложенного напряжения смещения. Видно, что увеличение отрицательного напряжения смещения приводит к росту  $r_{\text{ms}}$  от 0.6 до 1.95 nm и снижению скорости роста пленки от 20 до 10 nm/min в результате ее переспыления ионами аргона.

Особенностью пленок серии 1 является уменьшенное межплоскостное расстояние  $a_{(111)}$  относительно его табличного значения (2.046 nm), приведенного в базе данных PCPDFWIN, карточка N 38-419 (рис. 2, *b*), что свидетельствует о наличии деформаций растяжения в плоскости пленки. В области положительных  $U_{\text{bias}}$  растяжение пленки увеличивается незначительно, при этом параметр  $a_{(111)}$  уменьшается от 2.035 до 2.032 nm. Пленки, выращенные при  $U_{\text{bias}} < 0$ , оказываются менее



**Рис. 2.** Зависимости от напряжения смещения  $U_{\text{bias}}$  среднеквадратичной шероховатости  $r_{\text{ms}}$  и скорости роста пленок  $v$  (*a*), а также величины межплоскостного расстояния  $a_{(111)}$  и ширины дифракционной линии FWHM (*b*) для пленок толщиной  $d \sim 240\text{--}250$  nm,  $T_{\text{sub}} \sim 350$  K (серия 1).



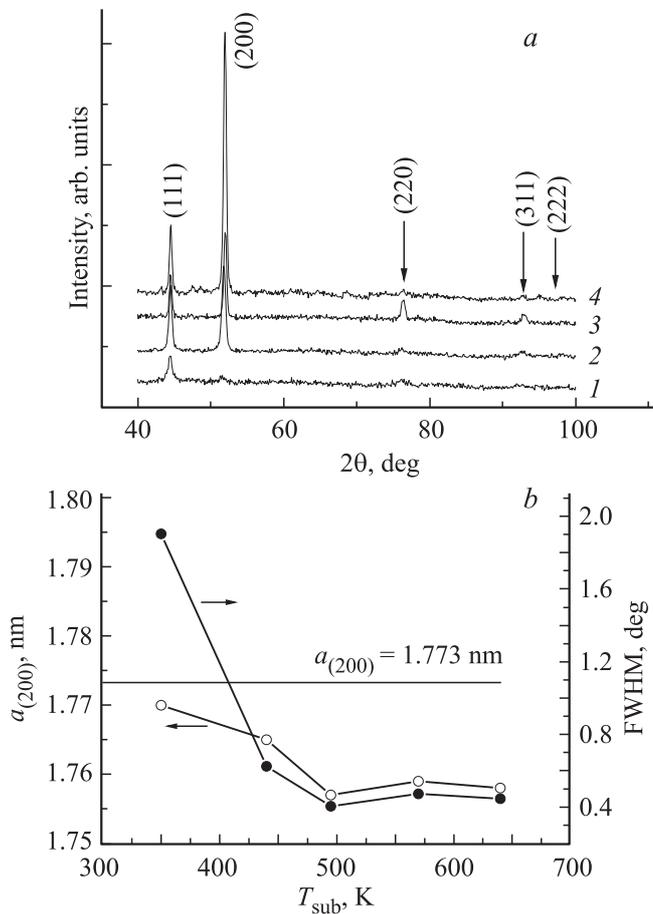
**Рис. 3.** Зависимости межплоскостного расстояния  $a_{(111)}$  и ширины дифракционной линии FWHM от толщины пленок NiFe(111), выращенных при  $U_{\text{bias}} \sim -100$  V и  $T_{\text{sub}} \sim 350$  K (серия 2).

напряженными, при этом происходит увеличение значений параметра  $a_{(111)}$  от 2.035 до 2.042 nm.

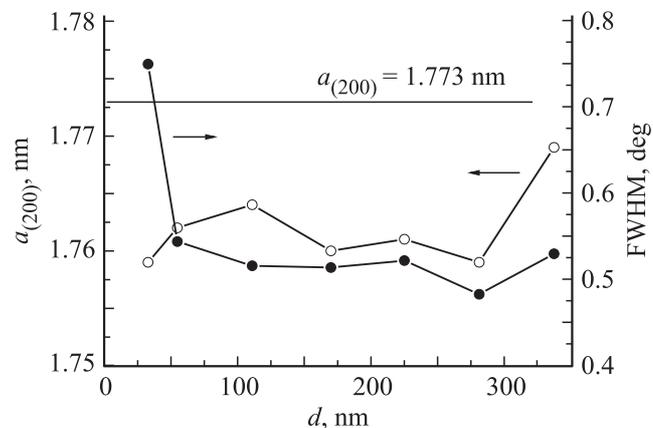
Следует отметить, что ширина дифракционной линии FWHM резко уменьшается от 1.03 до 0.78° при изменении  $U_{\text{bias}}$  от  $-50$  до  $-250$  V (рис. 2, *b*), что при малой величине деформаций можно связать с увеличением размера кристаллитов в пленке [20]. В области положительных  $U_{\text{bias}}$  размер кристаллитов в пленке меньше, чем в области отрицательных  $U_{\text{bias}}$ . Характер поведения кривой FWHM в области положительных  $U_{\text{bias}}$  повторяет изменение кривой  $a_{(111)}$ , что позволяет связать ее изменение с деформацией в пленке без изменения размера кристаллитов. На рис. 3 показаны зависимости межплоскостного расстояния и ширины дифракционной линии от толщины пленок NiFe(111), выращенных при  $U_{\text{bias}} \sim -100$  V и  $T_{\text{sub}} \sim 350$  K (серия 2). Особенностью полученных пленок NiFe(111) является сильная зависимость параметров постоянной решетки  $a_{(111)}$  и ширины линии FWHM от толщины  $d$ . По мере уменьшения толщины пленок параметр  $a_{(111)}$  растет и для пленок NiFe(111) толщиной  $d < 220$  nm начинает превышать значение  $a_{(111)} = 2.046$  nm, отвечающее табличному значению базы данных PCPDFWIN. При этом меняется характер деформации решетки в плоскости пленки с растяжением на сжатие. Одновременно с ростом значений постоянной решетки  $a_{(111)}$  наблюдается рост ширины линии дифракционного максимума (111), что можно связать как с нарастанием деформацией в пленке, так и с уменьшением размера кристаллитов.

Известно [19], что осаждение пленок на нагретую подложку увеличивает миграционную способность атомов, что может приводить к формированию текстуры (200). На рис. 4, *a* приведены дифрактограммы пленок, выращенных на нагретой подложке (серия 3). Видно, что при температуре подложки  $T_{\text{sub}} > 440$  K пленки имеют текстуру (200), при этом повышение температуры до 640 K улучшает текстуру пленок. В выра-

щенных пленках наблюдаются деформации растяжения (рис. 4, *b*), величина которых растет с увеличением температуры подложки. Уменьшение величины FWHM от 1.901 до 0.628° с ростом температуры подложки



**Рис. 4.** *a*) Дифрактограммы пленок толщиной  $d \sim 240\text{--}250$  nm, выращенных при  $U_{\text{bias}} = 0$ .  $T_{\text{sub}}$ , К: 1 — 80, 2 — 440, 3 — 570, 4 — 640 (серия 3). *b*) Зависимости межплоскостного расстояния и ширины дифракционной линии FWHM от  $T_{\text{sub}}$  (серия 3).



**Рис. 5.** Параметры  $a_{(200)}$  и FWHM для пленок NiFe(200) толщиной от 33 до 340 nm, выращенных при  $U_{\text{bias}} = 0$  и  $T_{\text{sub}} \sim 570$  К (серия 4).

от 350 до 440 К указывает на увеличение размера зерен в пленке [20]. Дальнейшее увеличение температуры подложки до 640 К приводит к незначительному уменьшению величины FWHM и соответственно незначительному росту размера кристаллитов. Полученный результат совпадает с результатами работы [21], в которой увеличение размеров кристаллитов NiFe с ростом температуры подложки наблюдалось с помощью просвечивающего электронного микроскопа. Особенностью полученных пленок NiFe(200) по сравнению с пленками NiFe(111) является менее выраженная зависимость параметра межплоскостного расстояния  $a_{(200)}$  от толщины пленки. В качестве примера на рис. 5 приведены зависимости параметров  $a_{(200)}$  и FWHM для пленок толщиной от 33 до 340 nm, выращенных при  $U_{\text{bias}} = 0$  и  $T_{\text{sub}} \sim 570$  К (серия 4). Видно, что значения параметра  $a_{(200)}$  претерпевают изменения в пределах 5% и не превышают при этом значения  $a_{(200)}$ , указанного на карточке N 38-419. Значения FWHM в выбранном диапазоне толщин пленок NiFe(200) меняются в пределах 7–10%, что, с одной стороны, согласуется с поведением зависимости  $a_{(200)}$  (*d*), а с другой — указывает на постоянство размеров кристаллитов в исследованных пленках.

#### 4. Заключение

Показана возможность получения пленок NiFe с текстурой (200) и (111) на подложках Si(111)/SiO<sub>2</sub> магнетронным распылением на постоянном токе без осаждения дополнительного ориентирующего подслоя. Подача отрицательного напряжения смещения до  $-250$  V на подложку во время напыления приводит к росту хорошо текстурированных пленок NiFe(111). При этом изменение  $U_{\text{bias}}$  от  $-100$  до  $-250$  V ведет к увеличению шероховатости пленок и снижению скорости их роста. Осаждение на нагретую до температуры от 440 до 640 К подложку приводит к получению текстурированных пленок NiFe(200). Пленки NiFe с текстурой (111) характеризуются увеличенным межплоскостным расстоянием  $a_{(111)}$ , в то время как для пленок с текстурой (200) характерно уменьшение величины  $a_{(200)}$ .

#### Список литературы

- [1] Electrochemical nanotechnologies / Eds T. Ōsaka, M. Datta, Y. Shacham-Diamand. Springer (2009). 279 p.
- [2] Б.Г. Лившиц, В.С. Крапошин, Я.Л. Линецкий. Физические свойства металлов и сплавов. Металлургия, М. (1980). 318 с.
- [3] E. Klokholm, J.A. Aboaf. J. Appl. Phys. **52**, 2474 (1981).
- [4] V.V. Kruglyak, S.O. Demokritov, D. Grundler. J. Phys. D **43**, 264001 (2010).
- [5] T.L. Hylton, K.R. Coffey, M.A. Parker, J.K. Howard. Science **261**, 1021 (1993).
- [6] G.A. Prinz. Science **282**, 1660 (1998).

- [7] L. Haifeng, M. Jidong, Y. Guanghua, L. Shibin, Z. Hongchen, Z. Fengwu. *Chin. Sci. Bull.* **48**, 1087 (2003).
- [8] K. Yamanoi, S. Yakata, T. Kimura, T. Manago. *Jpn. J. Appl. Phys.* **52**, 083 001 (2013).
- [9] H. Funaki, S. Okamoto, O. Kitakami, Y. Shimada. *Jpn. J. Appl. Phys.* **33**, L1304 (1994).
- [10] J.C.A. Huang, T.E. Wang, C.C. Yu, Y.M. Hu, P.B. Lee, M.S. Yang. *J. Cryst. Growth* **171**, 442 (1997).
- [11] H. Gong, M. Rao, D.E. Laughlin, D.N. Lambeth. *J. Appl. Phys.* **85**, 5750 (1999).
- [12] I. Hashim, H.A. Atwater. *J. Appl. Phys.* **75**, 6516 (1994).
- [13] O.D. Roshchupkina, T. Strache, J. McCord, A. Mucklich, C. Nahtz, J. Grenzer. *Acta Mater.* **74**, 278 (2014).
- [14] Y.-Y. Chen, C.-W. Chen, T.-H. Wu. *Appl. Surf. Sci.* **351**, 946 (2015).
- [15] А.С. Джумалиев, Ю.В. Никулин, Ю.А. Филимонов. *Наноинженерия* **2**, 24 (2013).
- [16] А.С. Джумалиев, Ю.В. Никулин, Ю.А. Филимонов. *Письма в ЖТФ* **39**, 21, 10 (2013).
- [17] Ю.В. Никулин. Автореф. канд. дис. Саратов. филиал Ин-та радиотехники и электроники РАН, Саратов (2014). 21 с.
- [18] Y.C. Feng, D.E. Laughlin, D.N. Lambeth. *J. Appl. Phys.* **76**, 7311 (1994).
- [19] Z. Li, H. Xu, S. Gong. *J. Phys. Chem. B* **108**, 15 165 (2004).
- [20] Л.М. Ковба, В.К. Трунов. *Рентгенофазовый анализ*. Изд-во МГУ, М. (1976). 183 с.
- [21] G. Nahrwold, J.M. Scholtyssek, S. Motl-Ziegler, O. Albrecht, U. Merkt, G. Meier. *J. Appl. Phys.* **108**, 013 907 (2010).