

УДК 538.975

НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЕ ПРИ НАКЛОННОМ НАПЫЛЕНИИ КОБАЛЬТА

© 2022 г. О. С. Трушин¹*, А. А. Попов¹, А. Н. Пестова¹, Л. А. Мазалецкий¹,
А. А. Акулов², А. А. Ломов³

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Физико-технологический институт имени К.А. Валиева Российской академии наук, Ярославский филиал, Ярославль, Россия

²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования “Ярославский государственный университет имени П.Г. Демидова”, Ярославль, Россия

³Федеральное государственное бюджетное учреждение науки “Физико-технологический институт имени К.А. Валиева Российской академии наук”, Москва, Россия

*E-mail: otrushin@gmail.com

Поступила в редакцию 13.12.2021 г.

После доработки 24.12.2021 г.

Принята к публикации 21.01.2022 г.

Методом электронно-лучевого испарения получены тонкие пленки Со на наклонных подложках Si(001). Показано, что структура пленок сильно зависит от угла наклона подложки к направлению движения осаждаемых частиц. Установлено, что при углах падения испаряемого материала на подложку более 80° (скользящее напыление) на поверхности подложки формируются массивы отдельно стоящих наноколонн Со с сечением ~25 нм и аспектным отношением (длина/поперечный размер) не менее 15. При этом магнитная легкая ось пленки ориентируется вдоль оси наноколонн, что приводит к появлению нормальной компоненты вектора намагничивания к поверхности пленки.

DOI: 10.31857/S0367676522050283

ВВЕДЕНИЕ

Прогресс в области микроэлектроники во многом обусловлен совершенствованием технологии получения тонких пленок. Управляя параметрами текстуры пленок в процессе их роста можно направленно изменять их свойства, достигая тем самым требуемых функциональных характеристик [1]. Перспективным методом формирования пленок с особыми свойствами является их наноструктурирование в процессе роста. Формирование однородных и хорошо упорядоченных массивов наноструктур на поверхности позволяет существенно изменять электрофизические, магнитные и оптические свойства пленок. Одним из известных технологических приемов, позволяющих обеспечить рост наноструктур, является напыление под углом. Это относительно недорогая технология, которая легко реализуется в условиях массового производства. Данный метод получения пленок привлек к себе в последние годы значительный интерес и ему посвящены множество работ (см, например, [2, 3]). Известно, что этим методом можно получать наноструктуры разной формы и размера, от наклонных нанопроволок и наноспиралей до вертикальных наноколонн [2]. Установлено, что причиной наноструктурирования пленок

в условиях наклонного напыления является эффект затенения, состоящий в том, что кристаллиты, получившие случайное преимущество в росте на начальных этапах, подавляя в дальнейшем рост соседей, перехватывая поток падающих на поверхность атомов и, тем самым, формируя поры. Данный эффект убедительно воспроизводится в рамках компьютерного моделирования методами Монте-Карло [4] и молекулярной динамики [5].

Одной из важных функциональных характеристик магнитных пленок является их магнитная анизотропия. Магнитные пленки, у которых ось магнитной анизотропии направлена под углом к поверхности, представляют значительный интерес для совершенствования технологии записи информации на жесткий диск [6]. В [7–10] была продемонстрирована возможность изменения магнитной анизотропии тонких пленок кобальта, получаемых при наклонном напылении. Целью настоящей работы было нахождение оптимальных условий наноструктурирования пленок Со на кремниевой подложке в условиях наклонного напыления и формирования массивов наноколонн с высоким аспектным отношением. Такие наноколонны должны обеспечить необходимые

свойства магнитной анизотропии пленки и ориентацию легкой оси под углом к подложке.

ОПИСАНИЕ МЕТОДА

Подходящей технологией для экспериментов по наклонному напылению является электронно-лучевое испарение. Этот метод сочетает достаточно высокий рабочий вакуум и однородный поток распыляемого материала. Упрощенная схема эксперимента представлена на рис. 1. Ранее данным методом нами были получены наноструктурированные пленки Al на кремниевой подложке [11]. В настоящей работе эксперименты по напылению пленок кобальта на наклонную подложку проводили на установке электронно-лучевого испарения Оратория-9. Условия напыления были следующие: базовый вакуум – $4 \cdot 10^{-6}$ Торр; напряжение электронного луча – 8 кВ; ток – 0.5 А. В качестве подложки использовался кусок стандартной пластины монокристаллического кремния с ориентацией (001) со слоем термического окисла толщиной 300 нм прямоугольной формы, размером 20×15 мм. Чтобы обеспечить одинаковые условия напыления для разных углов наклона подложки была изготовлена специальная оснастка, позволяющая одновременно располагать 6 образцов с варьируемыми углами наклона. Расстояние от испарителя до подложки составляло около 1 м. Такое значительное удаление от источника напыляемого материала обеспечивало высокий уровень однородности потока. За одно напыление было получено 6 образцов с разными углами напыления в диапазоне от 50° до 85° . Все эксперименты проводились при комнатной температуре. Скорость роста пленок при этом варьировалась в диапазоне от 0.9 до $1.5 \text{ nm} \cdot \text{s}^{-1}$ при изменении угла наклона подложки. Получаемые в этих условиях пленки обладали хорошей адгезией и имели гладкую поверхность, характеризующуюся металлическим блеском.

РЕЗУЛЬТАТЫ

Полученные экспериментальные образцы далее подвергались различным видам анализа. Исследования морфологии поверхности полученных пленок проводились методами сканирующей электронной микроскопии (Surfa 40) и атомно-силовой микроскопии (СММ-2000). Проведенные исследования показали, что для углов наклона подложки выше 70° наблюдается процесс наноструктурирования пленки, сопровождаемый увеличением пористости. При этом степень пористости растет с ростом угла наклона. Кроме того, наклон нановолокон к нормали увеличивается, и толщина пленки снижается. Для обеспечения высоких функциональных характеристик наноструктурированных пленок необходимо добивать-

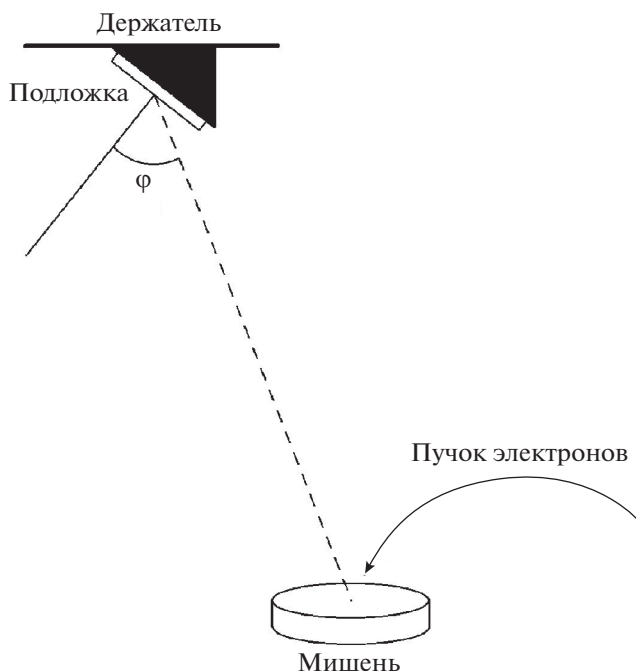


Рис. 1. Схема эксперимента для напыления пленок под углом.

ся получения хорошо разделенных нановолокон с высоким аспектным отношением. Проведенные исследования показали, что оптимальные условия для этого реализуются при максимальных используемых углах наклона подложки в процессе роста.

На рис. 2а представлен вид поперечного среза пленки, напыленной под углом $\varphi = 85^\circ$, полученный методом сканирующей электронной микроскопии. Видно, что в данных условиях формируется наклонная волокнистая структура, состоящая из наноколонн длиной несколько сотен нанометров и диаметром несколько десятков нанометров. Их наклон к нормали составляет около 60° .

Более полное представление о морфологии пленки дает вид сверху на ее поверхность, представленный на рис. 2б. Из анализа данного рисунка можно заключить, что отдельные волокна кобальта имеют форму узких плоских нанополосок шириной меньше 30 нм и толщиной до 5 нм. Эти нанополоски разделены большим объемом пор.

Данные наблюдения также подтверждают результаты атомно-силовой микроскопии, представленные на рис. 2в. Анализ этого рисунка показывает, что поверхность пленок кобальта представляет совокупность наклонных нанозерен, разделенных большим количеством пор. Из-за специфики методики атомно-силовой микроскопии (в процессе сканирования зонд может совершать только вертикальные смещения) полученное изображение поверхности образца несколько отличается от того,

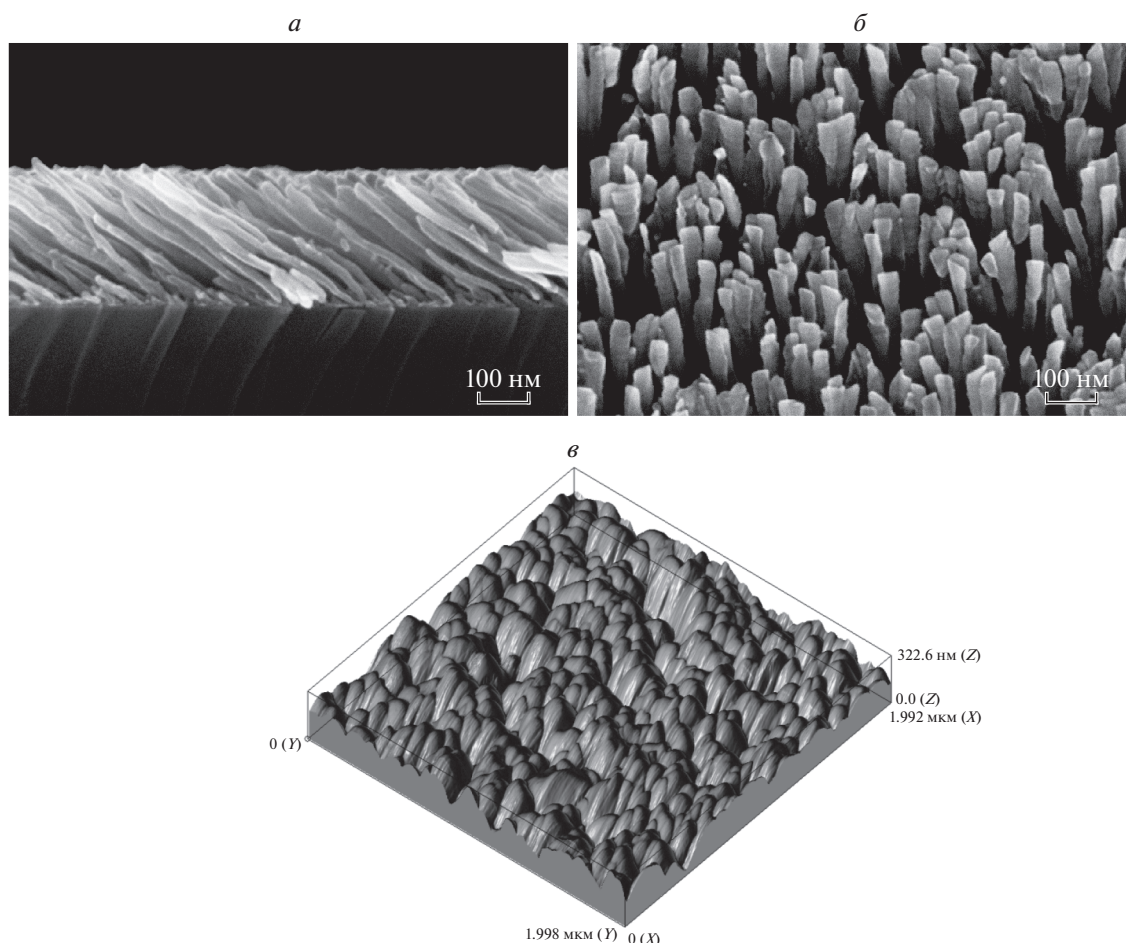


Рис. 2. Изображения поперечного среза пленки Co напыленной под углом 85° и вид сверху на ее поверхность, полученные методом сканирующей электронной микроскопии (Supra 40) (*a*). Изображение поверхности той же пленки Co, полученное методом атомно-силовой микроскопии (СММ-2000). Размер области сканирования 2×2 мкм (*б*).

что дает сканирующая электронная микроскопия. В частности, на рис. 2*б* несколько зерен сливаются в единый конгломерат и размер зерен несколько больше, чем на рис. 2*а*. Однако общий характер картины роста вполне согласуется.

Для полученных таким образом пленок были проведены измерения их магнитных характеристик с использованием вибромагнетометра Lake-Shore VSM. Соответствующие кривые перемагничивания для двух различных углов наклона (50° и 80°) представлены на рис. 3. Для определения направления легкой оси пленки измерения проводили для трех ориентаций внешнего поля по отношению к осям образца. В случае, когда внешнее поле направлено параллельно плоскости пленки имеются два варианта его ориентации по отношению к плоскости наклона пленки в процессе роста (параллельно и перпендикулярно). Таким образом, для каждого образца были получены 3 кривые, соответствующие разным вариантам ориентации внешнего поля. Анализ рис. 3*а* и

3*б* показывает, что для образца напыленного под углом 50° легкая ось лежит в плоскости пленки и направлена перпендикулярно плоскости наклона образца. С другой стороны, для образца напыленного под углом 80° (см. рис. 3*в* и 3*г*) легкая ось наклонена к поверхности образца и ориентирована практически вдоль оси нановолокон. Этот вывод подтверждается соображениями на основе учета геометрии нановолокон. Высокое аспектное отношение длина/поперечный размер обеспечивает существенный вклад в полную энергию фактора анизотропии формы. Для такой геометрии минимизации магнитостатической энергии требует ориентации намагниченности вдоль оси нановолокна.

Таким образом, результаты этих измерений подтвердили обнаруженную ранее [7–10] тенденцию изменения ориентации легкой оси намагничивания с ростом угла наклона подложки. При больших углах наклона она ориентируется вдоль оси наново-

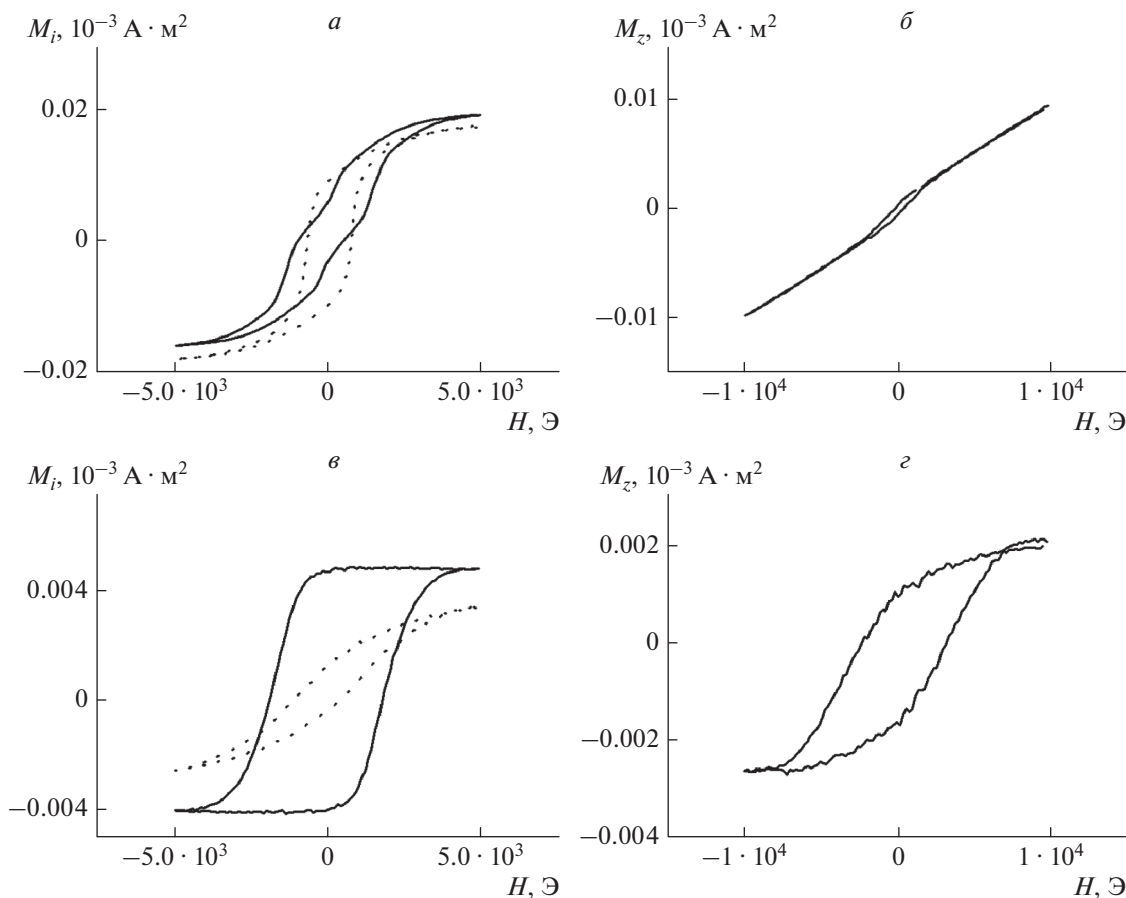


Рис. 3. Кривые перемагничивания во внешнем поле пленок Co, напыленных под разными углами: угол наклона при напылении 50°, внешнее поле в плоскости пленки, сплошная кривая — поле направлено вдоль плоскости наклона; точечная кривая — поле направлено перпендикулярно плоскости наклона (а); угол наклона при напылении 50°, внешнее поле по нормали к плоскости пленки (б); угол наклона при напылении 80°, внешнее поле в плоскости пленки, сплошная кривая — поле направлено вдоль плоскости наклона (в); точечная кривая — поле направлено перпендикулярно плоскости наклона; угол наклона при напылении 80°, внешнее поле по нормали к плоскости пленки (г).

локон, обеспечивая, тем самым, наклон вектора намагничивания к поверхности пленки.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, в результате проведенных экспериментов, установлено, что при больших углах наклона подложки (более 70°) происходит наноструктурирование пленки кобальта. Оптимальные условия наноструктурирования достигаются при угле наклона подложки 85°. В этих условиях формируется наклонная волокнистая структура с поперечными размерами волокон до 30 нм. При этом легкая ось ориентируется вдоль оси нановолокон, обеспечивая, тем самым, наклон вектора намагничивания к поверхности пленки. Данная морфология может быть перспективной для применения в области наносенсорики и нанокатализа, а также для создания оптически активных поверхностей и в качестве среды высокоплотной магнитной записи информации.

Данная работа была выполнена на оборудовании центра коллективного пользования научным оборудованием “Диагностика микро- и наноструктур” в рамках темы государственного задания ФТИАН им. К.А. Валиева РАН Минобрнауки РФ № FFNN-2022-0018 “Фундаментальные и поисковые исследования в области создания приборных структур и активных сред для хранения информации на основе элементов спинтроники и мемристорного эффекта”.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Амиров И.И., Селюков Р.В., Наумов В.В., Горлачев Е.С.* // Микроэлектроника. 2021. Т. 50. № 1. С. 3; *Amirov I.I., Selyukov R.V., Naumov V.V., Gorlachev E.S.* // Russ. Microelectr. 2021. V. 50. No. 1. P. 1.
2. *Barranco A., Borrás A., González-Elipé A.R., Palmero A.* // Progr. Mater. Sci. 2016. V. 76. P. 59.

3. *Hawkeye M.M., Taschuk M.T., Brett M.J.* Glancing angle deposition of thin films. London: John Wiley & Sons Ltd, 2014. 299 p.
4. *Bouaouina B., Mastail C., Besnard A. et al.* // Mater. Des. 2018. V. 160. P. 338.
5. *Hubartt B.C., Liu X., Amar J.G.* // J. Appl. Phys. 2013. V. 114. Art. No. 083517.
6. *Piramanayagam S.N.* // J. Appl. Phys. 2007. V. 102. Art. No. 011301.
7. *Bubendorff J.L., Zabrocki S., Garreau G. et al.* // Europhys. Lett. 2006. V. 75. No. 1. P. 119.
8. *Kondorsky E. I., Denisov P.P.* // IEEE Trans. Magn. 1970. V. mag-6. No. 2. P. 167.
9. *Lisfi A., Lodder J.C., Wormeester H., Poelsema B.* // Phys. Rev. B. 2002. V. 66. Art. No. 174420.
10. *Tang F., Liu D.-L., Ye D.-X. et al.* // J. Appl. Phys. 2003. V. 93. No. 7. P. 4194.
11. *Трушин О.С., Попов А.А., Пестова А.Н. и др.* // Письма в ЖТФ. 2021. Т. 47. № 12. С. 31; *Trushin O.S., Popov A.A., Pestova A.N. et al.* // Tech. Phys. Lett. 2021. V. 47. P. 613.

Nanostructuring at oblique angle deposition of cobalt

O. S. Trushin^{a, *}, A. A. Popov^a, A. N. Pestova^a, L. A. Mazaletsky^a, A. A. Akulov^b, A. A. Lomov^c

^a *Valiev Institute of Physics and Technology of the Russian Academy of Sciences, Yaroslavl Branch, Yaroslavl, 150007 Russia*

^b *Demidov Yaroslavl State University, Yaroslavl, 150007 Russia*

^c *Valiev Institute of Physics and Technology of the Russian Academy of Sciences, Moscow, 117218 Russia*

*e-mail: otrushin@gmail.com

Thin Co films have been deposited on inclined Si (001) substrates by electron beam evaporation. It is shown that the structure of the films strongly depends on the angle of inclination of the substrate to the direction of motion of the deposited particles. It was found that at angles of incidence of the evaporated material of more than 80 degrees (grazing deposition), arrays of free-standing Co nanocolumns with a cross section of 25 nm and an aspect ratio (length/transverse size) of at least 15 are formed on the substrate surface. In this case, the magnetic easy axis of the film is oriented along the axis of the nanocolumns, which leads to the appearance of a normal component of the magnetization vector to the film surface.