

АМОРФНОЕ И ЖИДКОЕ СОСТОЯНИЯ

PACS numbers: 07.85.Fv, 61.05.cm, 61.05.J-, 68.37.Lp, 68.49.Sf, 81.15.Cd, 82.80.Ms

Взрывная кристаллизация плёнок аморфного кобальта на подслое углерода

Е. Н. Зубарев, А. Ю. Девизенко, В. В. Кондратенко, Д. В. Севрюков,
В. А. Севрюкова, А. С. Гарбуз*, Т. М. Сабов**, А. В. Дубиковский**,
А. С. Оберемок**, В. П. Мельник**

*Национальный технический университет
«Харьковский политехнический институт»,
ул. Кирпичёва, 21,*

61002 Харьков, Украина

**Физико-технический институт низких температур им. Б. И. Веркина
НАН Украины,*

просп. Науки, 47,

61103 Харьков, Украина

***Институт физики полупроводников им. В. Е. Лашкарёва НАН Украины,
просп. Науки, 41,*

03028 Киев, Украина

Методами просвечивающей электронной микроскопии, электронной дифракции, малоугловой рентгеновской дифракции и вторичной ионной масс-спектрометрии исследован механизм взрывной кристаллизации аморфных плёнок кобальта, выращенных на аморфном углероде методом магнетронного (на постоянном токе) распыления. Установлено, что работающий С-магнетрон во время осаждения слоя кобальта, а также умень-

Corresponding author: E. N. Zubarev
E-mail: enzubarev1958@gmail.com

*National Technical University 'Kharkiv Polytechnic Institute',
21 Kyrpychov Str., 61002 Kharkiv, Ukraine*

**B. I. Verkin Institute for Low Temperature Physics and Engineering, N.A.S. of Ukraine,
47 Nauky Ave., 61103 Kharkiv, Ukraine*

***V. E. Lashkaryov Institute of Semiconductor Physics, N.A.S. of Ukraine,
41 Nauky Ave., 03028 Kyiv, Ukraine*

Citation: E. N. Zubarev, O. Yu. Devizenko, V. V. Kondratenko, D. V. Sevriukov,
V. A. Sevryukova, O. S. Garbuz, T. M. Sabov, O. V. Dubikovskiy, O. S. Oberemok, and
V. P. Melnik, Explosive Crystallization of Films of Amorphous Cobalt on a Sublayer of
Carbon, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **40**, No. 3: 359–379 (2018) (in Russian),
DOI: 10.15407/mfint.40.03.0359.

шение скорости осаждения кобальта приводят к увеличению номинальной толщины кобальтового слоя $t_{\text{Co,ном}}$, при которой он находится в аморфно-кластерном состоянии с небольшой долей нанокристаллической фазы кобальта. Увеличение номинальной толщины кобальта до граничной $t_{\text{гр}} \cong 5,0$ нм приводит к возникновению кристаллических областей, характерных как для обычной кристаллизации (зёрен с дефектами упаковки), так и обширных областей с осью зоны [0001], характерных для взрывной кристаллизации (без дефектов упаковки). Увеличение номинальной толщины существования аморфно-кластерной фазы до критической $t_{\text{кр}} \cong 6,0$ нм сопровождается кристаллизацией кобальта по механизму взрывной кристаллизации, в результате которой образуется высокотекстурированная плёнка ГПУ-Со с осью [0001], перпендикулярной к подложке.

Ключевые слова: кобальт, аморфно-кластерное состояние, взрывная кристаллизация, просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ).

Методами просвітлювальної електронної мікроскопії, електронної дифракції, малокутової рентгенівської дифракції та вторинної йонної мас-спектрометрії досліджено механізм вибухової кристалізації аморфних плівок кобальту, вирощених на аморфному вуглецю методом магнетронного (на сталому струмі) розпорошування. Встановлено, що працюючий С-магнетрон під час осадження шару кобальту, а також зменшення швидкості осадження кобальту приводять до збільшення номінальної товщини кобальтового шару $t_{\text{Co,ном}}$, за якої він знаходиться в аморфно-кластерному стані з невеликою часткою нанокристалічної фази кобальту. Збільшення номінальної товщини кобальту до граничної $t_{\text{гр}} \cong 5,0$ нм приводить до виникнення кристалічних областей, характерних як для звичайної кристалізації (зерен з дефектами упаковки), так і великих областей із віссю зони [0001], характерних для вибухової кристалізації (без дефектів упаковки). Збільшення номінальної товщини існування аморфно-кластерної фази до критичної $t_{\text{кр}} \cong 6,0$ нм супроводжується кристалізацією кобальту за механізмом вибухової кристалізації, в результаті якої утворюється високотекстурована плівка ГПУ-Со з віссю [0001], що перпендикулярна до підкладинки.

Ключові слова: кобальт, аморфно-кластерний стан, вибухова кристалізація, просвітлювальна електронна мікроскопія (ПЕМ).

The mechanism of explosive crystallization of the amorphous cobalt films grown on an amorphous carbon by the DC-magnetron sputtering is studied by means of transmission electron microscopy, electron diffraction, small-angle X-ray diffraction, and secondary ion mass spectrometry. As established, the operating C-magnetron during both the deposition of the cobalt layer as well as the decrease in the cobalt-deposition rate result to an increase of the nominal thickness of the cobalt layer, $t_{\text{Co,ном}}$, at which it is in an amorphous-cluster state with a small fraction of the nanocrystalline cobalt phase. An increase of the nominal thickness of cobalt to a boundary value of $t_{\text{bd}} \cong 5.0$ nm leads to the appearance of both crystalline regions characterising the normal crystallization (stacking faults) and extensive regions with the zone axis [0001] characterising the explosive crystallization (without stacking faults). An increase in the nominal thickness of existence of an amorphous-cluster phase to a critical value of $t_{\text{cr}} \cong 6.0$

nm is accompanied with cobalt crystallization by means of the mechanism of explosive crystallization, because of which a highly textured h.c.p.-Co lattice film with an [0001] axis perpendicular to the substrate is formed.

Key words: cobalt, amorphous-cluster state, explosive crystallization, transmission electron microscopy (TEM).

(Получено 18 января 2018 г.)

1. ВВЕДЕНИЕ

Аморфные вещества являются метастабильными при нормальных условиях [1] и испытывают необратимый фазовый переход первого рода в кристаллическое состояние, например, при нагреве. Переход в кристаллическое состояние может осуществляться по двум принципиально разным механизмам. Реализация того или другого механизма зависит от соотношения величины выделяющейся на фронте кристаллизации скрытой теплоты кристаллизации и скорости отвода её с фронта. При быстром отводе тепла реализуется обычный медленный механизм объёмного зарождения и роста. В условиях плохого теплоотвода может быть реализована так называемая взрывная кристаллизация [2, 3]. При этом локально выделившаяся скрытая теплота кристаллизации вызывает кристаллизацию соседних областей образца и так далее, кристаллизация распространяется по всему аморфному образцу. Чтобы реакция не остановилась и захватила большие макроскопические области аморфного образца, а то и весь образец, необходимо замедлить отток скрытой теплоты из тонкой аморфной плёнки в массивную подложку за счёт температуропроводности. Взрывная кристаллизация относится к автокаталитическим самоподдерживающимся реакциям.

В работе [4] дана классификация взрывных автокаталитических реакций, в которых аморфно-кристаллическое фазовое превращение может проходить как в твёрдом состоянии, так и через жидкую фазу. В температурном интервале $T_{ma} < T < T_{mc}$, где T_{ma} , T_{mc} — температуры плавления вещества в аморфном и кристаллическом состоянии, соответственно, аморфная фаза разрушается путём плавления в метастабильное жидкое состояние, которое становится неустойчивым по отношению к кристаллическому состоянию. В работе [5] отмечается, что режимы взрывной кристаллизации, идущие через плавление аморфной фазы, типичны для материалов с большим отличием температур плавления и энтальпий в аморфном и кристаллическом состоянии, таких как кремний и германий. Тепло, выделяющееся при кристаллизации жидкости, индуцирует плавление примыкающей аморфной фазы. Это ведёт к самоподдерживающемуся распространению двух фронтов: кристалл-жидкость и жидкость-аморфное состояние, которые в стационарном

состоянии движутся с одинаковой скоростью и постоянным расстоянием между ними. Несмотря на большое количество сторонников такого механизма кристаллизации имеется работа [6], в которой методом *in situ* динамической ПЭМ данный механизм не подтверждается для аморфных плёнок германия.

Взрывная кристаллизация наблюдается в полупроводниковых [4–14], металлических [2, 3, 15, 16] и изоляторных аморфных материалах [17]. Взрывная кристаллизация может быть инициирована механическим ударом, кратковременным термическим нагревом лампой (FLA), лазерным излучением и электронным пучком. Значительная доля работ по взрывной кристаллизации посвящена плёнкам аморфного кремния и германия. Взрывная кристаллизация плёнок a-Si и a-Ge, инициированная лазерным импульсом [4–10] или кратковременным термическим нагревом лампой [11–14], сопровождается образованием поликристаллических плёнок с большими, порядка мкм, зёрнами. Такие плёнки являются перспективными в качестве базовых слоёв для изготовления тонкоплёночных транзисторов и ячеек солнечных преобразователей на неориентирующих подложках, в том числе и гибких. Взрывная кристаллизация иногда возникает спонтанно в процессе конденсации аморфных плёнок, когда достигается критическая толщина. Впервые критическая толщина аморфных плёнок Sb была определена в [18]. Обзор экспериментальных данных по кристаллизации аморфных монокристаллических плёнок Yb, Bi, V, Fe, Ga, Sb сконденсированных на стеклянную подложку при температуре $T_s \cong 4,2$ К приведён в работе [3].

Изучение устойчивости аморфных плёнок в аморфном состоянии, изменение их структурного состояния перед началом фазового перехода аморфное состояние–кристаллическое, механизмов кристаллизации представляет не только большое научное, но и важное практическое значение. Различные механизмы кристаллизации аморфных плёнок приводят к принципиально различным структурным состояниям плёнок и, соответственно, к их разным физическим свойствам, большинство из которых являются структурно чувствительными. В предыдущей нашей работе [19] приведены данные по кристаллизации плёнок кобальта, выращенных на аморфном углероде. В этом случае кристаллизация шла по обычному механизму объёмного зарождения и роста. В настоящей работе мы исследуем кристаллизацию аналогичных плёнок по взрывному механизму и причины, способствующие смене механизма кристаллизации.

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ МЕТОДИКА

Трёхслойные плёнки C/Co/C и многослойные периодические покрытия (МПП) Co/C были получены методом прямого магнетронного распыления кобальтовой и углеродной мишеней в среде

Ar. Степень чистоты кобальтовой и углеродной мишени составляла $\cong 99,95$ ат.% и $99,99$ ат.% соответственно. Объёмная доля аргона в рабочем газе составляла $99,993\%$, а объёмные доли кислорода и азота не превышали $0,0007\%$ и $0,005\%$, соответственно. Массовая концентрация водяных паров была не более $0,007$ г/м³. Давление рабочего газа поддерживалось на уровне $0,171$ Па, а исходный вакуум составлял $5 \cdot 10^{-4}$ Па. В качестве подложек для многослойных покрытий использовались стеклянные подложки (со среднеквадратичной шероховатостью менее $0,4$ нм), а для трёхслойных покрытий C/Co/C применялись монокристаллические подложки KCl. Температура подложки в процессе нанесения покрытия не превышала $T = 50^\circ\text{C}$. Толщина слоёв задавалась временем экспозиции подложки над соответствующей мишенью, которая контролировалась с точностью до 1 мс. Скорости осаждения слоёв кобальта и углерода составляли $\cong 0,3$ нм/с и $\cong 0,15$ нм/с соответственно.

Для определения скорости нанесения слоёв кобальта и углерода были изготовлены многослойные периодические покрытия Co/C. Из моделирования спектров малоугловой рентгеновской дифракции от МПП Co/C в излучении $\text{CuK}_{\alpha 1}$ ($\lambda = 0,154051$ нм) были определены толщины слоёв Co и C. Моделирование основано на формулах Френеля и включало варьирование толщины, плотности и шероховатости слоёв для достижения максимального совпадения экспериментальной и теоретической малоугловых рентгеновских дифракций. Исходя из полученных при моделировании толщин слоёв и времени их нанесения, определяли скорость нанесения Co и C. В трёхслойных покрытиях C/Co/C требуемая толщина слоёв задавалась временем нанесения материалов. Более подробно данная методика описана нами в предыдущей работе [19].

Для ЭМ-исследований структурного состояния кобальтового слоя в зависимости от его номинальной толщины была изготовлена серия трёхслойных образцов. Под номинальной толщиной мы понимаем толщину слоёв кобальта и углерода, которую они бы имели в отсутствие их взаимного перемешивания на межфазных границах раздела. Номинальная толщина слоёв углерода была постоянной во всех образцах и составляла $t_{\text{C,ном}} = 4$ нм, а номинальная толщина кобальта варьировалась от образца к образцу. Подложками для данной серии образцов служили свежие сколы KCl. Отделение образцов от подложки осуществлялось окунанием сколов KCl в дистиллированную воду при комнатной температуре. Образцы вылавливались на поддерживающие медные сеточки. Электронно-микроскопические исследования трёхслойных плёнок выполнялись на электронном микроскопе ПЭМ-У (SELM1, г. Сумы) при электронно-оптическом увеличении $\times 108000$ – 270000 и ускоряющем напряжении 100 кВ. Разрешение электронного микроскопа по линиям (атомным плоскостям) составляет $0,2$ нм.

Распределение примесных атомов по глубине плёнок кобальта изучалось методом вторичной ионной масс-спектрометрии (ВИМС). Для измерений был использован прибор АТОМІКА 4000. Распыление поверхности образцов первичным ионным пучком осуществлялось в режиме прямоугольного раstra 500×500 мкм² при нормальном падении пучка на поверхность. Энергия и ток пучка ионов кислорода составляли 5 кэВ и 100 нА соответственно. Детектирование вторичных ионов осуществлялось с площади 20×20 мкм² в центре раstra, что позволяло избавиться эффекта кратера. Для этих исследований были изготовлены однослойные плёнки кобальта с номинальной толщиной $t_{\text{Co,ном}} = 20$ нм, осаждённые на полированный Si(111). Скорость распыления образцов составляла примерно 0,5 нм/с и определялась с помощью контактного профилометра Dektak 3030 (Veeco Instruments, USA).

3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Рассмотрим особенности структурного состояния плёнок Co в зависимости от их номинальной толщины ($t_{\text{Co,ном}}$) и технологических параметров осаждения слоёв: включён или выключен магнетрон с углеродной мишенью (С-магнетрон) во время осаждения слоя кобальта, величины тока I_{Co} на магнетроне с кобальтовой мишенью (Со-магнетрон).

Режим I (С-магнетрон выключен, рабочий ток Со-магнетрона $I_{\text{Co}} = 170$ мА). На рисунке 1 представлены электронно-микроскопические (ЭМ) снимки и соответствующие микродифракционные (МД) картины трёхслойных структур С/Со/С с различной номинальной толщиной слоёв Со. При номинальной толщине кобальта $4,0 \leq t_{\text{Co,ном}} \leq 4,5$ нм МД-картина типична для аморфного вещества, на которой наблюдаются два гало (рис. 1, б), причём первое из них располагается на месте первого дифракционного отражения (100) кристаллического ГПУ-Со. На тёмнопольном ЭМ-изображении в свете первого гало МД-картины, помеченного кружочком на рис. 1, б, можно обнаружить три фазы, которые хорошо видны при достаточно большом суммарном электронно-оптическом и оптическом увеличении (рис. 1, а). На фоне серой матрицы, соответствующей аморфной металлической матрице, видны отдельные малочисленные мелкие, диаметром $d \cong 4-5$ нм в плоскости плёнки, кристаллические зерна Со. Кроме того, на фоне серой аморфной матрицы хорошо выявляются очень мелкие светящиеся области с размером ($d \cong 1-2$ нм) — кластеры. С нашей точки зрения кластеры — это частично упорядоченные области в аморфной матрице, которые являются зародышами кристаллических зёрен. Такие кластеры были обнаружены нами ранее в трёхслойных системах Si/Mo/Si [20] и С/Со/С [19]. При номинальной толщине $t_{\text{Co,ном}} = 4,5$ нм структура кобальтового слоя и соответствующая МД-картина визуально не отличаются от

образца с номинальной толщиной слоя кобальта $t_{\text{Co,ном}} = 4,0$ нм.

Существенные изменения структурного состояния кобальтового слоя наблюдаются при его номинальной толщине $t_{\text{Co,ном}} = 5,0$ нм, при которой он становится уже кристаллическим (рис. 1, *в*, *г* и *д*). Таким образом, процесс кристаллизации происходит в интервале но-

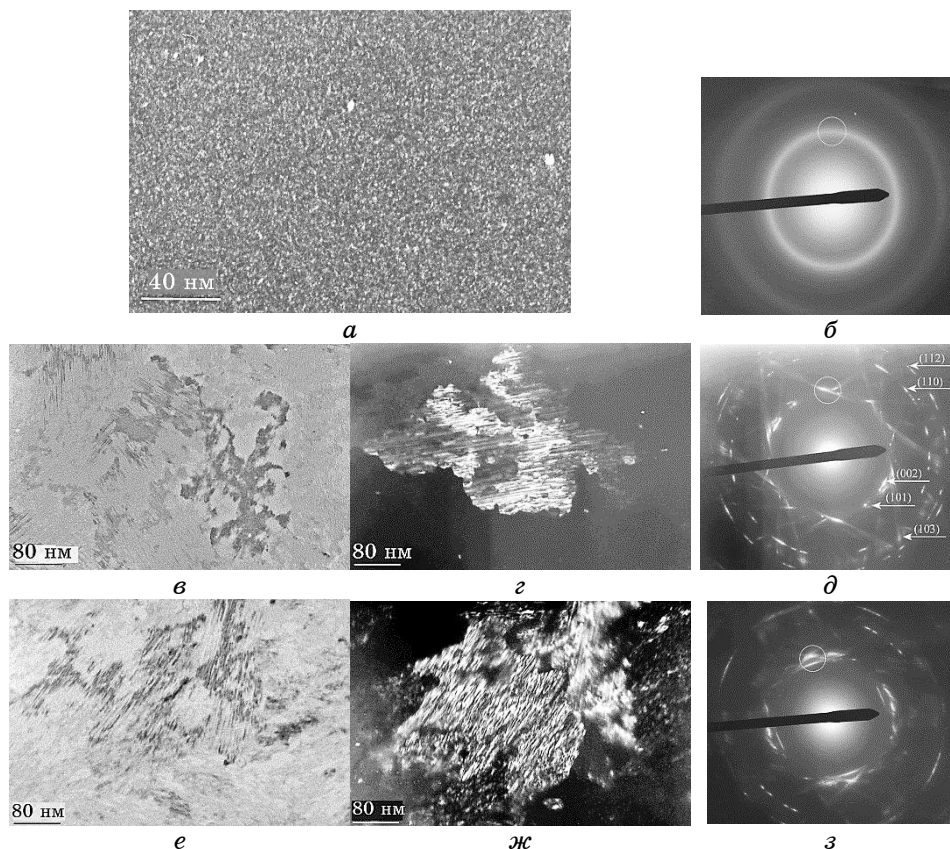


Рис. 1. Электронно-микроскопические снимки и МД-картины трёхслойных плёнок C/Co/C с различной номинальной толщиной слоёв Co: $t_{\text{Co,ном}} = 4,5$ нм (*а*, *б*); $t_{\text{Co,ном}} = 5,0$ нм (*в*, *г*, *д*); $t_{\text{Co,ном}} = 9,5$ нм (*е*, *ж*, *з*). Изображения *а*, *г* и *ж* — тёмно-польные, *в* и *е* — светлопольные. Кружочки на МД-картинах показывают места, на которые устанавливалась объективная диафрагма при получении соответствующих тёмнопольных изображений. С-магнетрон выключен.

Fig. 1. Electron microscopic images and MD patterns of three-layer C/Co/C films with different nominal layer thicknesses Co: $t_{\text{Co,ном}} = 4,5$ nm (*a*, *b*); $t_{\text{Co,ном}} = 5,0$ nm (*v*, *g*, *d*); $t_{\text{Co,ном}} = 9,5$ nm (*e*, *zh*, *z*). Images *a*, *g*, and *zh* are dark-field images, and *v* and *e* are light-field images. The circles on the MD pictures show the places on which the objective diaphragm was set when receiving the corresponding dark-field images. The C-magnetron was turned off.

минальных толщин $4,5 < t_{\text{Co,ном}} < 5,0$ нм. Размер зерна, видимого на тёмнопольном изображении (рис. 1, з), составляет 500×300 нм² вдоль наибольшего и наименьшего его размеров. В зерне присутствует большое количество дефектов упаковки (ДУ). Микродифракционная картина в нашем случае формируется с площади образца, ограниченной окружностью диаметром 0,7 мкм. Таким образом, в формировании МД-картины на рис. 1, д участвует всего несколько зёрен Со, которые находятся в отражающем положении, и их ЭМ-изображения проходят сквозь селекторную диафрагму. Из-за наличия большого количества дефектов упаковки (ДУ) в зёрнах кобальта, через рефлексы от плоскостей типа (101), (102) и (103) ГПУ-Со тянутся длинные тяжи. Протяжённость тяжей соизмерима с длиной векторов обратной решётки $g_{(101)}$, что свидетельствует об очень малой толщине ДУ, соизмеримой с межплоскостным расстоянием $d_{(101)}$.

Увеличение номинальной толщины кобальта почти в два раза ($t_{\text{Co,ном}} = 9,5$ нм) не приводит к существенному изменению структуры и микродифракционной картины по сравнению с предыдущим образцом ($t_{\text{Co,ном}} = 5,0$ нм). Светлопольное (рис. 1, е), тёмнопольное (рис. 1, ж) ЭМ-изображения и соответствующая им МД-картина (рис. 1, з) получены с одного места образца. Размер зерна, наличие ДУ на изображениях и тяжей на МД-картине очень похожи на предыдущий случай. Следует отметить, что в этих образцах кристаллические зерна с ДУ перемежаются с достаточно большими областями ГПУ-Со с осью зоны [0001], перпендикулярной подложке, в которых ДУ не видны. Это означает, что после завершения кристаллизации дальнейшее наращивание толщины слоя кобальта не приводит к разрастанию зёрен кобальта за счёт собирательной рекристаллизации роста, которое мы наблюдали в работе [19] на аналогичных трёхслойных образцах С/Со/С.

Режим II (С-магнетрон включён). При включённом С-магнетроне сценарий кристаллизации аморфного кобальта принципиально иной, чем при выключенном (рис. 2).

На рисунке 2 показаны электронно-микроскопические снимки трёхслойных структур С/Со/С с различной номинальной толщиной слоёв Со при рабочем токе Со-магнетрона $I_{\text{Со}} = 70$ мА. При номинальной толщине $t_{\text{Co,ном}} = 5,0$ нм кобальт находится в аморфно-кластерном состоянии с небольшим количеством очень мелких кристаллических зёрен (рис. 2, а). Стадия аморфно-кластерного состояния Со-слоя затягивается до большей толщины по сравнению со случаем, когда С-магнетрон выключен. Увеличение номинальной толщины до $t_{\text{Co,ном}} = 6,0$ нм сопровождается кристаллизацией кобальта, в результате которой образуется сильно текстурированная плёнка ГПУ-Со с осью [0001], перпендикулярной подложке (рис. 2, б). Такая ориентировка сохраняется во всем исследованном в элек-

тронном микроскопе образце.

При смещении образца над селекторной диафрагмой на расстояние нескольких мкм на МД-картине наблюдается лишь незначительный азимутальный поворот дифракционных дужек от рефлексов относительно оси зоны плёнки [0001]. Такой поворот может

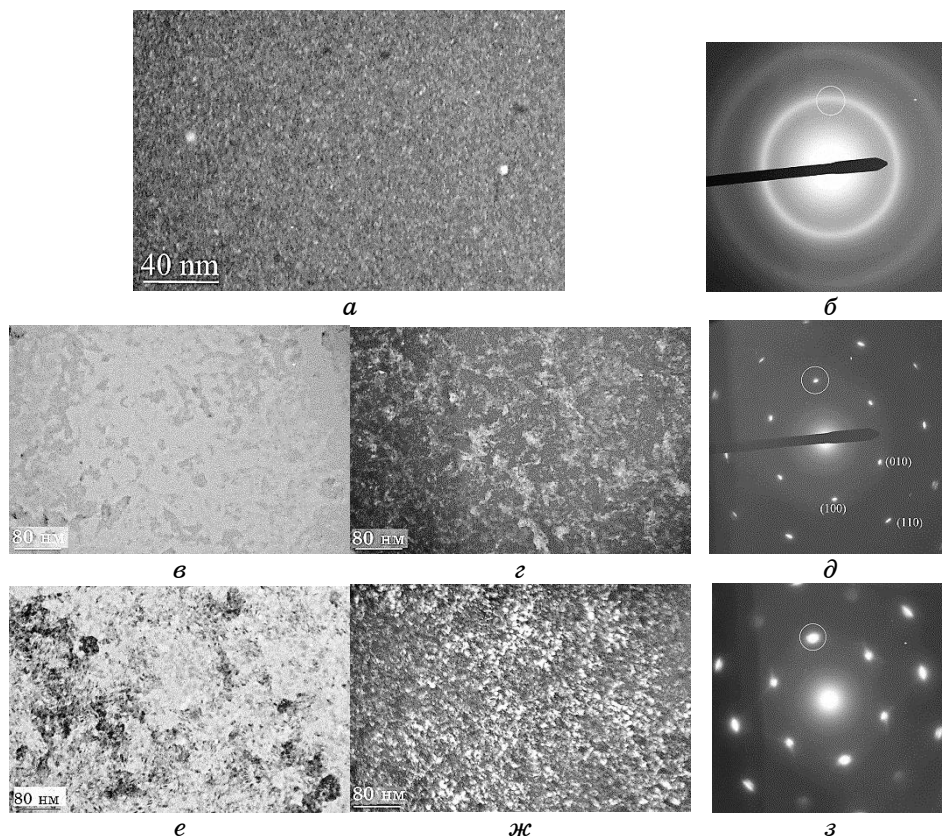


Рис. 2. Электронно-микроскопические снимки и МД-картины трёхслойных плёнок C/Co/C с различной номинальной толщиной слоёв Co: $t_{\text{Co,ном}} = 5,0$ нм (а, б); $t_{\text{Co,ном}} = 6,0$ нм (в, г, д); $t_{\text{Co,ном}} = 20,0$ нм (е, ж, з). Изображения а, г и ж — тёмно-польные, в и е — светлопольные. Кружочки на МД-картинах показывают места, на которые устанавливалась объективная диафрагма при получении соответствующих тёмнопольных изображений. С-магнетрон включён, $I_{\text{Co}} = 70$ мА.

Fig. 2. Electron microscopic images and MD patterns of three-layer C/Co/C films with different nominal layer thicknesses Co: $t_{\text{Co,ном}} = 5.0$ nm (а, б); $t_{\text{Co,ном}} = 6.0$ nm (в, г, д); $t_{\text{Co,ном}} = 20.0$ nm (е, ж, з). Images а, г, and ж are dark-field images; в and е are light-field images. The circles on the MD pictures show the places on which the objective diaphragm was set when receiving the corresponding dark-field images. The C-magnetron is turned on, $I_{\text{Co}} = 70$ mA.

также возникать из-за изгиба тонкой плёнки на поддерживающей медной сеточке. На светлопольном (рис. 2, *в*) и тёмнопольном (рис. 2, *г*) ЭМ-снимках трудно выявить кристаллические зёрна кобальта, разделённые чёткими межзёренными границами и сильно различающиеся по дифракционному контрасту. Оба снимка получены с одного места образца. Видны малые области-блоки, которые имеют слабый дифракционный контраст, более тёмный в светлом поле и обратный, более светлый, в тёмном поле. Появление такого контраста обусловлено незначительными разворотами кристаллических блоков плёнки кобальта на малые углы относительно друг друга. Характерной особенностью таких плёнок является отсутствие на ЭМ-изображении участков с наличием ДУ. Известно, что в ГПУ-кристаллах ДУ роста образуются параллельно плотноупакованным плоскостям (0001), которые в данном случае параллельны плоскости плёнки и поэтому не видны. Вследствие этого МД-картина очень похожа на сечение обратной решётки монокристалла с ГПУ-решёткой с осью зоны [0001], параллельной электронному пучку. При этом необходимо отметить, что каждый рефлекс на МД-картине состоит из многих точек, которые соответствуют отдельным блокам.

Существенное увеличение номинальной толщины плёнки кобальта вплоть до $t_{\text{Co,ном}} = 20,0$ нм приводит к уменьшению размеров блоков (рис. 2, *е* и *ж*) и, как следствие, к уширению дифракционных рефлексов, как вдоль радиус-вектора, так и по азимуту на МД-картине (рис. 2, *з*). Некоторые рефлексы раздваиваются и на них появляются тяжи. Это означает, что на плёнке кобальта с осью текстуры [0001], которая возникла в результате кристаллизации из аморфной фазы, с увеличением её толщины зарождаются кристаллические зерна с другими ориентациями. Дальнейшее наращивание плёнки после её кристаллизации из аморфного состояния идёт уже по другому механизму.

Снижение скорости осаждения кобальта за счёт уменьшения рабочего тока Со-магнетрона приводит к затягиванию аморфно-кластерной фазы до существенно большей номинальной толщины. Так, при рабочем токе кобальтового магнетрона $I_{\text{Co}} = 20$ мА кобальт имеет аморфно-кластерную структуру при номинальной толщине $t_{\text{Co,ном}} = 8,6$ нм (рис. 3, *а* и *б*) и даже при $t_{\text{Co,ном}} = 13,0$ нм (рис. 3, *в* и *г*). На тёмнопольных изображениях этих образцов (рис. 3, *а*) и (рис. 3, *в*) хорошо выявляется аморфно-кластерная структура и отдельные мелкие кристаллические зёрна, находящиеся в отражающем положении. При этом в образце с номинальной толщиной $t_{\text{Co,ном}} = 13,0$ нм кристаллические зерна немного крупнее и их больше, чем в плёнке с $t_{\text{Co,ном}} = 8,6$ нм. Причиной затягивания аморфно-кластерного состояния плёнки кобальта до столь большой номинальной толщины является её легирование атомами углерода, поступающими от рабо-

тающего углеродного магнетрона.

При номинальной толщине $t_{\text{Co,ном}} = 17,3$ нм слой кобальта находится в кристаллическом текстурированном состоянии (рис. 3, *д*, *е* и *ж*).

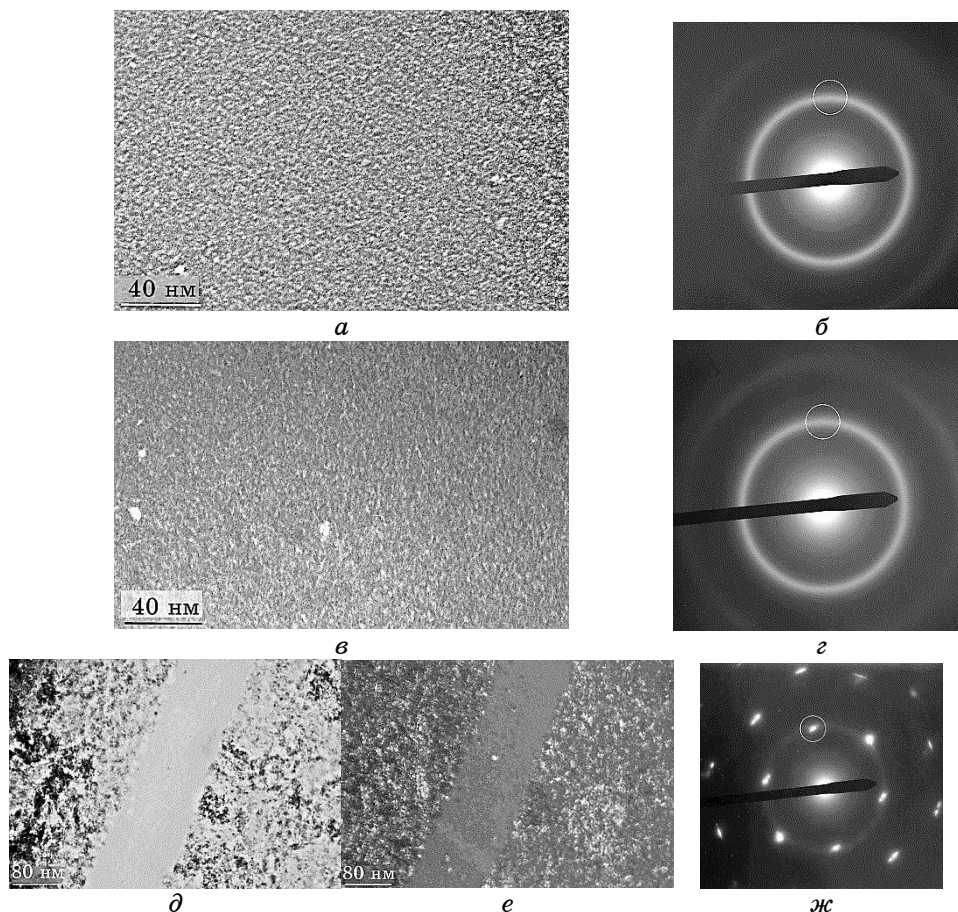


Рис. 3. Электронно-микроскопические снимки и МД-картины трёхслойных плёнок C/Co/C с различной номинальной толщиной слоёв Co: $t_{\text{Co,ном}} = 8,6$ нм (*а*, *б*); $t_{\text{Co,ном}} = 13,0$ нм (*в*, *з*); $t_{\text{Co,ном}} = 17,3$ нм (*д*, *е*, *ж*). Изображения *а*, *в*, и *е* — тёмно-польные, *д* — светлопольное. Кружочки на МД-картинах показывают места, на которые устанавливалась объективная диафрагма при получении соответствующих тёмнопольных изображений. С-магнетрон включён, $I_{\text{Co}} = 20$ мА.

Fig. 3. Electron microscopic images and MD patterns of three-layer C/Co/C films with different nominal layer thicknesses Co: $t_{\text{Co,ном}} = 8.6$ nm (*a*, *b*); $t_{\text{Co,ном}} = 13.0$ nm (*v*, *z*); $t_{\text{Co,ном}} = 17.3$ nm (*d*, *e*, *zh*). The images *a*, *v*, and *e* are dark-field ones, and *d*—light-field one. The circles on the MD pictures show the places on which the objective diaphragm was set when receiving the corresponding dark-field images. The C-magnetron is turned on, $I_{\text{Co}} = 20$ mA.

Необходимо обратить внимание на одну особенность этих снимков. На светлопольном (рис. 3, *e*) и тёмнопольном (рис. 3, *e*) ЭМ-изображениях, которые были получены с одного и того же места образца, видна полоса шириной порядка 120 нм. На средней части тёмнопольного изображения хорошо проявляется аморфно-кластерная структура с отдельными очень мелкими кристаллами, т.е. кристаллизация внутри полосы не прошла. На микродифракционной картине наблюдается слабое гало, которое проходит вблизи отражений типа (100) ГПУ-Со. Если апертурной диафрагмой вырезать участок гало, расположенный между соседними рефлексами типа (100) ГПУ-Со, то в его свете эта полоса светится. Это означает, что аморфно-кластерная структура полосы даёт существенный вклад в формирование гало на МД-картине от данного участка образца. Протяжённость полосы составляет примерно 10–20 мкм. На всем своём протяжении ширина полосы примерно одинаковая, а её края параллельны друг другу. Из этого можно заключить, что данная полоса была сформирована на одной из многих ступенек, которые образуются на поверхности кристалла КСl при его сколе при подготовке подложки к эксперименту.

В более ранних наших работах [21] удалось зафиксировать остановившийся фронт кристаллизации при его распространении в аморфный кобальт (рис. 4). Стрелкой указано направление распространения фронта кристаллизации. Никаких особых структурных особенностей на границе фронта кристаллизации не выявляется. Фронт кристаллизации резкий и разделяет высокоориентированный кристаллический кобальт слева от фронта (рис. 4, *e*) и аморф-

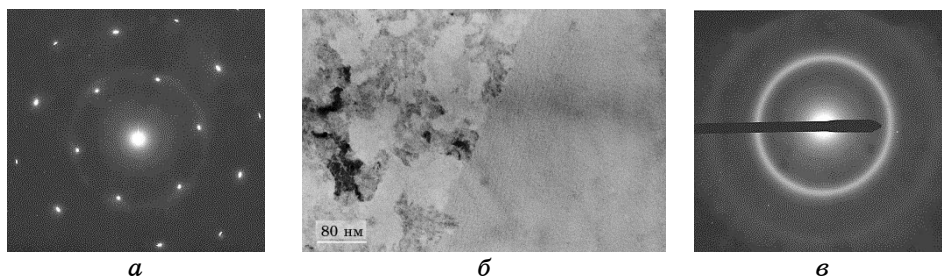


Рис. 4. Электронно-микроскопический снимок границы раздела кристаллического и аморфного кобальта в трёхслойной плёнке C/Co/C с номинальной толщиной $t_{\text{Co,ном}} = 10,5$ нм (*a*) и МД-картины, полученные от участков плёнки кристаллического (*b*) и аморфного (*c*) кобальта.

Fig. 4. Electron microscopic image of the interface between crystalline and amorphous cobalt in a three-layer C/Co/C film with a nominal thickness $t_{\text{Co,ном}} = 10.5$ nm (*a*) and MD patterns obtained from sections of the crystalline (*b*) and amorphous (*c*) of cobalt.

но-кластерный кобальт справа от фронта (рис. 4, *в*). Аморфно-кластерная структура выявляется вблизи границы фронта на тёмнопольном ЭМ-изображении. Остановка фронта кристаллизации, очевидно, произошла из-за уменьшения номинальной толщины кобальта в данном месте образца ниже критической.

ВИМС-профили распределения примесей по глубине Co/Si(111) структур, полученных при выключенном или включённом С-магнетроне, приведены на рис. 5, *а, б* соответственно. В первом случае, на поверхности образца находится тонкая субоксидная плёнка кобальта, толщиной в несколько нанометров, с повышенным содержанием С, Al и К. Под этой плёнкой расположен слой неоднородного оксида кобальта с максимумом окисления на глубине 5 нм и почти однородным распределением К. Суммарная толщина обеих плёнок составляет 8 нм. Под оксидом расположен ≈ 15 нм неоднородный слой кобальта с повышенным содержанием С, Al и К. Максимумы распределения Co и Al находятся на глубине 18 нм. На границах раздела оксид кобальта/Co и Co/Si наблюдается накопление К. Кроме того, на границе раздела оксид кобальта/Co, со стороны слоя Co, формируется слой с повышенным содержанием С, Al и того же Co (в виде плеча на профилях). Со стороны оксида на границе раздела можно наблюдать небольшое накопление алюминия и кремния, а также пониженное содержание углерода. Резкое увеличение содержания кремния от границы раздела оксид кобальта/Co и его нарастание в глубину свидетельствуют о форсировании силицида кобальта или большой пористости плёнки кобальта.

Во втором случае также наблюдается накопление углерода, калия и алюминия на поверхности. Однако К собирается в более узкий слой, а Al — в более широкий по глубине. В тоже время наблюдается увеличенное количество углерода, распределённого по более однородной плёнке оксида кобальта. Также наблюдается формирование более резкой границы раздела оксид кобальта/Co с увеличенным содержанием С, Al, К, Co со стороны плёнки Co. При этом в плёнке Co формируется однородное распределение алюминия с глубины 10 нм до 20 нм, а количество углерода «симметрично» уменьшается с увеличением количества кобальта. Толщины измеренных в ВИМС слоёв определялись по методике, описанной в [32].

Таким образом, если при выключенном С-магнетроне формы распределения С и Co в плёнке Co совпадают, то при включённом — наблюдается увеличенная концентрация углерода, градиентно спадающая от оксидной границы раздела до границы раздела Co/Si.

Наличие чётко выраженного фронта кристаллизации, образование при такой кристаллизации высоко-ориентированных плёнок кобальта как вдоль, так и перпендикулярно к подложке, остановка кристаллизации на ступеньке скола на поверхности подложки KCl свидетельствует о том, что в нашем случае при определённых усло-

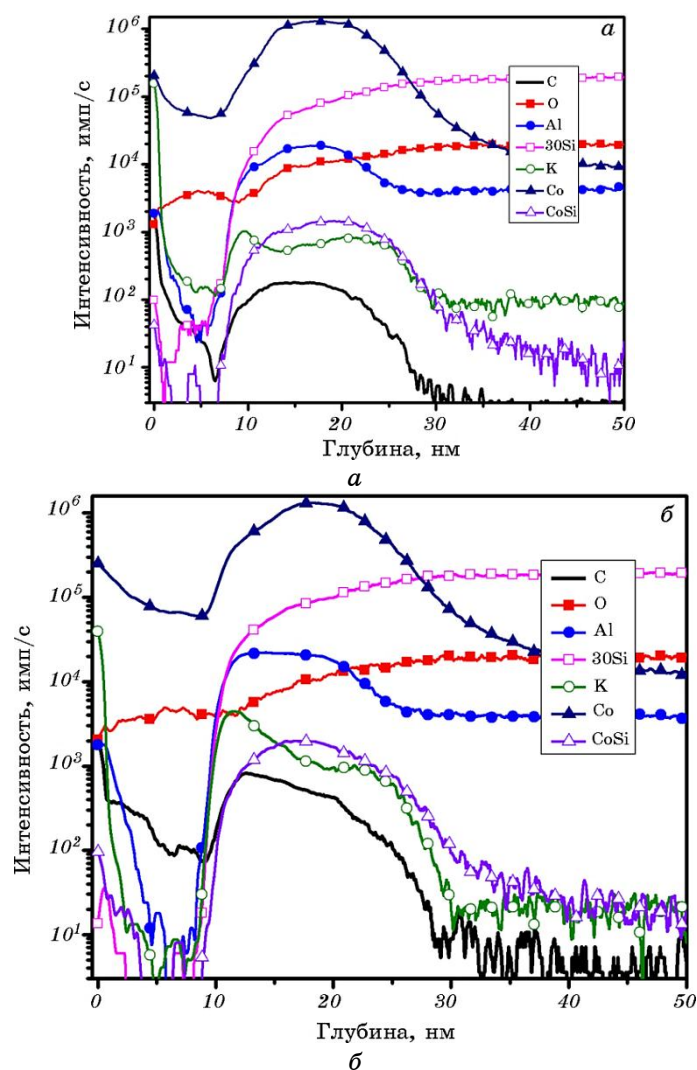


Рис. 5. ВИС-профили распределения примесей в плёнках Co на Si, полученных при выключенном (а) и включённом (б) С-магнетроне. Рабочий ток Co-магнетрона $I_{Co} = 70$ мА.

Fig. 5. SIMS profiles of impurity distribution in Co films on Si obtained with switched-off (a) and switched-on (b) C magnetron. The operating current of the Co magnetron is $I_{Co} = 70$ mA.

виях синтеза плёнок кобальта реализуется механизм взрывной кристаллизации. Взрывная кристаллизация относится к автокаталитическим самоподдерживающимся реакциям.

В работах [2, 3] показано, что получить чистую, без примесей мо-

ноатомную металлическую плёнку в аморфном состоянии, синтезированную методом вакуумной конденсации в сверхвысоком вакууме, можно только при очень низких, криогенных температурах подложки $T_s = 4,2$ К, когда реализуются очень высокие скорости переохлаждения металлического пара. Температура перехода таких плёнок из аморфного состояния в кристаллическое при их изотермическом отогреве составляет, например, для плёнок ванадия $T_{a \rightarrow c} = 35-40$ К, а для плёнок висмута $T_{a \rightarrow c} = 13-15$ К. Стабильность аморфных металлических плёнок характеризуется кинетической температурой их кристаллизации при отогреве ($T_{a \rightarrow c}$) и критической толщиной ($t_{кр}$), которые определены экспериментально. При достижении критической толщины в процессе конденсации некоторых металлов спонтанно возникает самоподдерживающаяся (Yb, Bi, V) или затухающая (Ga, Fe, Sb) взрывная кристаллизация.

За последние 30 лет было выполнено большое количество работ по синтезу и детальному исследованию многослойных периодических покрытий, предназначенных для работы в качестве диспергирующих и фокусирующих элементов в мягком рентгеновском диапазоне 1–60 нм. Одним из наилучших методов синтеза высокоотражающих многослойных периодических покрытий оказался метод магнетронного распыления. Установлено, что при формировании многослойных композиций для большинства пар материалов наблюдается межслоевое взаимодействие компонентов, в результате которого на межфазных границах раздела формируются аморфные перемешанные зоны (АПЗ). АПЗ имеют различную толщину для различных пар материалов, например, МПП таких как Mo/Si [22–24], W/Si [25], Ti/Si [26], Sc/Si [27], Co/C [28–30] и др.

В работах [19, 20] описаны причины аморфизации металлических слоёв при их осаждении методом магнетронного напыления на аморфных подслоях кремния и углерода. Показано, что на начальной стадии роста металла на аморфном кремнии и углероде атомы металлоида (Si и C) проникают в металлический слой и аморфизуют его. При этом на межфазной границе раздела Mo-на-Si образуется тонкий слой (порядка 1 нм) аморфного сплава, по составу близкому к одному из силицидов. Условием аморфизации металлических слоёв является наличие хотя бы небольшой растворимости атомов металлоида в металле в твёрдом состоянии. С увеличением номинальной толщины концентрация атомов металлоида вблизи растущей металлической поверхности уменьшается и начинается процесс образования зародышей будущих кристаллических зёрен-кластеров.

Очень важным технологическим параметром, влияющим на механизм кристаллизации аморфного кобальта, является работающий С-магнетрон во время осаждения кобальтового слоя и величина тока Со-магнетрона I_{Co} (режим II). При рабочем токе Со-маг-

нетрона $I_{Co} = 70$ мА кристаллизация кобальта из аморфно-кластерного состояния в кристаллическое происходит в интервале толщин $5,0 < t_{Co,ном} < 6,0$. Уменьшение рабочего тока Со-магнетрона $I_{Co} = 20$ мА, а, следовательно, уменьшение скорости осаждения Со, позволяет увеличить толщину существования кобальта в аморфно-кластерном состоянии до толщины $t_{Co,ном} > 13,0$ нм. Как уже отмечалось в разд. 3, в экспериментах, выполненных в режиме II, образуются высоко-ориентированные плёнки ГПУ-Со с осью [0001], перпендикулярной подложке, при этом во всем ЭМ-образце не выявляются области с другими ориентациями, например, те, в которых видны ДУ. Микродифракционная картина от таких плёнок схожа на сечение обратной решётки от ГПУ-кристалла с осью зоны [0001]. При этом на ЭМ-снимках проявляется вялый дифракционный контраст, соответственно, обратный (тёмный–светлый) на светлопольных и тёмнопольных снимках от кристаллических блоков, развёрнутых друг относительно друга на малые азимутальные углы относительно оси зоны [0001]. Это также подтверждается тем, что дифракционные рефлексы на МД-картинах состоят из отдельных точек, смещённых друг относительно друга, как по азимуту, так и по радиус-вектору.

Исходя из приведённых экспериментальных фактов, можно заключить, что в данном исследовании мы наблюдаем взрывную кристаллизацию аморфно-кластерного кобальта. Взрывной центр кристаллизации (ВЦК) возникает на поверхности аморфно-кластерного кобальта, при достижении номинальной толщины $t_{Co,ном}$ больше граничной толщины $t_{гр}$, когда скорость теплоотвода через металлическую плёнку к массивной подложке уменьшается, например, обратно пропорционально толщине плёнки для плоского фронта кристаллизации [2]. ВЦК образуется на поверхности растущей плёнки кобальта в результате агрегации «вмороженных» [3] центров кристаллизации, кластеров и мелких кристаллов, наблюдаемых на тёмнопольных ЭМ-изображениях при меньших номинальных толщинах. Способствует этому повышенная температура растущей плёнки из-за выделения скрытой теплоты конденсации, которая составляет 3–9 эВ/атом, кинетической энергии расплывшихся атомов, которая зависит от распыляемого материала и составляет от 5 эВ/атом для Al до 20 эВ/атом для W, и излучение плазмы магнетронного разряда 2–10 эВ/атом [31].

В случае режима I взрывная кристаллизация начинается из ВЦК и останавливается, оставляя за собой область ГПУ-Со с осью [0001]. Остановка происходит из-за того, что плёнка достигла только граничной толщины $t_{гр}$, но не критической $t_{кр}$. При этом в соседних участках плёнки происходит зарождение и рост по обычному механизму, в результате чего образуются области с другими ориентациями, в которых видны ДУ. Таким образом, в этом режиме кри-

сталлизация идёт из многих центров.

В случае режима II за счёт дополнительного легирования плёнки кобальта атомами углерода, которые поставляются работающим С-магнетроном, стадия аморфно-кластерного состояния затягивается до большей номинальной толщины $t_{Co,ном}$, которая превосходит критическую толщину $t_{кр}$. В этом случае взрывная кристаллизация идёт из одного или малого количества ВЦК, и фронт кристаллизации с большой скоростью (порядка 1–50 м/с) [2] проходит через весь образец. Если на пути фронта кристаллизации встречается участок плёнки с толщиной меньше $t_{гр}$, фронт останавливается и обходит этот участок. Прекрасной демонстрацией этого является ступенька скола на рис. 3, *д*, *е*. Из-за эффекта затенения потока расплывённого вещества, толщина плёнки кобальта на ступеньке оказывается меньше $t_{гр}$, вследствие чего теплоотвод увеличивается, и самоподдерживающаяся реакция взрывной кристаллизации останавливается.

В нашем случае в результате взрывной кристаллизации получается высоко-ориентированная плёнка ГПУ-Co с осью [0001], перпендикулярной поверхности плёнки. Взрывной центр кристаллизации флуктуационно возникает из зерна ГПУ-Co с осью [0001], перпендикулярной поверхности плёнки. Данный факт объясняется тем, что плоскость (0001) в ГПУ-решётке является плотноупакованной и обладает минимальной поверхностной энергией. Как отмечалось выше, плёнка кобальта состоит из отдельных блоков, развёрнутых друг относительно друга на малые азимутальные углы и МД-картина схожа с сечением (0001) обратной решётки ГПУ-решётки. Исходя из этого, можно заключить, что в нашем случае взрывная кристаллизация идёт по механизму взрывной твёрдофазной эпитаксии (ESPE) [4].

В результате фазового превращения первого рода аморфное вещество–кристаллическое на фронте кристаллизации выделяется скрытая теплота кристаллизации (ΔQ), равная половине теплоты плавления (ΔH) [3]. При наличии условий для плохого теплоотвода с фронта кристаллизации в подложку ($t > t_{кр}$) на границе раздела кристаллический кобальт-аморфный кобальт происходит эпитаксиальное наращивание атомов Co из аморфной фазы на кристаллическую. Реализация в нашем случае механизма взрывной жидкофазной эпитаксии (ELPE) [4] маловероятно, поскольку критические толщины в нашем случае малы, а кобальт достаточно тугоплавкий металл.

4 ВЫВОДЫ

В данной работе мы исследовали влияние режимов работы Co-магнетрона при включённом С-магнетроне на возникновение взрывной

кристаллизации в слоях кобальта. Работающий С-магнетрон при осаждении слоя кобальта, уменьшении скорости осаждения кобальта за счёт уменьшения рабочего тока Со-магнетрона приводит к увеличению номинальной толщины существования кобальтового слоя в аморфно-кластерном состоянии с небольшой долей нанокристаллической фазы. Увеличение толщины существования кобальта в аморфно-кластерном состоянии приводит к кардинальной смене механизма кристаллизации от обычного (объёмное зарождение и рост), наблюдаемого нами в работе [19], до взрывного, самоподдерживающегося. Следует отметить, что структура кобальтовых слоёв, предшествующая как обычной [19], так и взрывной кристаллизации совершенно идентична. Это аморфно-кластерная фаза с небольшой долей нанокристаллической фазы. Следовательно, для реализации взрывного механизма кристаллизации важна не структура предшествующего кристаллизации разупорядоченного слоя кобальта, а его толщина. Увеличение номинальной толщины кобальтового слоя существования в аморфно-кластерном состоянии до $t_{\text{Со,ном}} = 5,0$ нм приводит к возникновению кристаллических областей, характерных как для обычной кристаллизации (зёрен с ДУ), так и областей осью зоны [0001], перпендикулярной подложке, в которых ДУ не видны, характерных для взрывной кристаллизации. Таким образом, эту толщину можно считать, как $t_{\text{гр}}$, при которой наряду с обычной кристаллизацией возникают взрывные центры кристаллизации, которых много, и они затухающие. При увеличении номинальной толщины до $t_{\text{Со,ном}} = 6,0$ нм возникает взрывная кристаллизация кобальта, в результате которой образуется плёнка ГПУ-Со с осью [0001], перпендикулярной подложке. Следовательно, эту толщину следует считать как $t_{\text{кр}}$, больше которой превращение из аморфно-кластерного состояния в кристаллическое происходит по механизму взрывной кристаллизации. При этом кристаллизация идёт из одного или малого количества взрывных центров кристаллизации.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. К. Судзуки, Х. Фудзимори, К. Хасимото, *Аморфные металлы* (Москва: Металлургия: 1987) (пер. с япон.).
2. В. А. Шкловский, В. М. Кузьменко, *Успехи физических наук*, **157**, вып. 2: 311 (1989).
3. В. М. Кузьменко, *Успехи современной радиоэлектроники*, № 5: 17 (2002).
4. H.-D. Geiler, E. Glaser, G. Götz, and M. Wagner, *J. Appl. Phys.*, **59**, No. 9: 3091 (1986).
5. C. Grigoropoulos, M. Rogers, S. H. Ko, A. A. Golovin, and B. J. Matkowsky, *Phys. Rev. B*, **731**, No. 15: 84125 (2006).
6. L. Nikolova, M. J. Stern, J. M. MacLeod, B. W. Reed, H. Ibrahim, G. H. Campbell, F. Rosei, T. LaGrange, and B. J. Siwick, *J. Appl. Phys.*, **116**,

- № 9: 093512 (2014).
7. E. J. Albenze and P. Clancy, *Molecular Simulation*, **31**, No. 1: 11 (2005).
 8. F. Falk and G. Andrä, *J. Crystal Growth*, **287**, No. 2: 397 (2006).
 9. Ch.-Ch. Kuo, W.-Ch. Yeh, J.-B. Chen, and J.-Y. Jeng, *Thin Solid Films*, **515**, No. 4: 1651(2006).
 10. Ch.-Ch. Kuo, *J. Mater. Process. Technol.*, **209**, No. 6: 2978 (2009).
 11. K. Ohdaira, N. Tomura, Sh. Ishii, and H. Matsumura, *Electrochemical and Solid-State Letters*, **14**, No. 9: H372 (2011).
 12. K. Ohdaira, K. Sawada, N. Usami, S. Varlamov, and H. Matsumura, *Jap. J. Appl. Phys.*, **51**, No. 4: 10NB15 (2012).
 13. K. Ohdaira and H. Matsumura, *Thin Solid Films*, **524**: 161 (2012).
 14. K. Ohdaira and H. Matsumura, *J. Crystal Growth*, **362**: 149 (2013).
 15. V. Ya. Kogai, A. V. Vakhrushev, and A. Yu. Fedotov, *JETP Letters*, **95**, No. 9: 454 (2012).
 16. L. I. Kveglis, V. A. Seregin, and A. V. Kuzovnikov, *JETP Letters*, **82**, No. 1: 23 (2005).
 17. V. Pore, M. Ritala, M. Leskelä, T. Saukkonen, and M. Järn, *Crystal Growth & Design*, **9**, No. 7: 2974 (2009).
 18. С. А. Векшинский, *Новый метод металлографического исследования сплавов* (Москва–Ленинград: ОГИЗ: 1944).
 19. E. N. Zubarev, A. Yu. Devizenko, O. V. Penkov, V. V. Kondratenko, D. V. Sevriukov, V. A. Sevryukova, and I. A. Kopylets, *Thin Solid Films*, **622**: 84 (2017).
 20. E. N. Zubarev, V. V. Kondratenko, Y. P. Pershyn, and V. A. Sevryukova, *Thin Solid Films*, **520**: 314 (2011).
 21. A. Zolotaryov, Y. Bugayev, V. Samofalov, O. Devizenko, E. Zubarev, S. Martens, O. Albrecht, D. Gorlitz, and K. Nielsch, *phys. status solidi (a)*, **208**, No. 7: 1698 (2011).
 22. A. K. Petford-Long, M. B. Stearns, C. H. Chang, S. R. Nutt, D. G. Stearns, N. M. Ceglie, and A. M. Hawryluk, *J. Appl. Phys.*, **61**, No. 4: 1422 (1987).
 23. K. Holloway, K. B. Do, and R. Sinclair, *J. Appl. Phys.*, **65**, No. 2: 474 (1989).
 24. S. Yulin, T. Feigl, T. Kuhlmann, N. Keiser, A. I. Fedorenko, V. V. Kondratenko, O. V. Poltseva, V. A. Sevryukova, A. Y. Zolotaryov, and E. N. Zubarev, *J. Appl. Phys.*, **92**: 1216 (2002).
 25. W. C. Shih and W. M. Stobbs, *Ultramicroscopy*, **32**: 219 (1990).
 26. K. Holloway and R. Sinclair, *J. Less-Common Met.*, **140**: 139 (1988).
 27. D. L. Voronov, E. N. Zubarev, V. V. Kondratenko, Y. P. Pershin, V. A. Sevryukova, and Y. A. Bugayev, *Thin Solid Films*, **513**: 152 (2006).
 28. V. A. Chernov, N. I. Chkhalo, M. V. Fedorchenko, E. P. Kruglyakov, S. V. Mytnichenko, and S. G. Nikitenko, *J. X-Ray Sci. Technol.*, **5**: 65 (1995).
 29. Е. А. Бугаев, А. Ю. Девизенко, Е. Н. Зубарев, В. А. Севрюкова, В. В. Кондратенко, *Металлофиз. новейшие технол.*, **30**, № 11: 1533 (2008).
 30. V. A. Chernov, N. I. Chkhalov, M. V. Fedorchenko, E. P. Kruglya, S. V. Mytnichenko, and S. G. Nikitenko, *J. X-Ray Sci. Technol.*, **5**: 389 (1995).
 31. Б. С. Данилин, В. К. Сарычев, *Магнетронные распылительные системы* (Москва: Радио и связь: 1982).
 32. Ю. П. Першин, В. А. Севрюкова, Е. Н. Зубарев, А. С. Оберемок, В. П. Мельник, Б. Н. Романюк, В. Г. Попов, П. М. Литвин, *Металлофиз. новейшие технол.*, **35**, № 12: 1617 (2013).

REFERENCES

1. K. Sudzuki, Kh. Fudzimori, and K. Khasimoto, *Amorfnye Metally* (Moscow: Metallurgiya: 1987) (Russian translation).
2. V. A. Shklovskii and V. M. Kuz'menko, *Sov. Phys. Usp.*, **32**: 163 (1989).
3. V. M. Kuz'menko, *Uspekhi Sovremennoy Radioelektroniki*, No. 5: 17 (2002) (in Russian).
4. H.-D. Geiler, E. Glaser, G. Götz, and M. Wagner, *J. Appl. Phys.*, **59**, No. 9: 3091 (1986).
5. C. Grigoropoulos, M. Rogers, S. H. Ko, A. A. Golovin, and B. J. Matkowsky, *Phys. Rev. B*, **731**, No. 15: 84125 (2006).
6. L. Nikolova, M. J. Stern, J. M. MacLeod, B. W. Reed, H. Ibrahim, G. H. Campbell, F. Rosei, T. LaGrange, and B. J. Siwick, *J. Appl. Phys.*, **116**, No. 9: 093512 (2014).
7. E. J. Albenze and P. Clancy, *Molecular Simulation*, **31**, No. 1: 11 (2005).
8. F. Falk and G. Andrä, *J. Crystal Growth*, **287**, No. 2: 397 (2006).
9. Ch.-Ch. Kuo, W.-Ch. Yeh, J.-B. Chen, and J.-Y. Jeng, *Thin Solid Films*, **515**, No. 4: 1651(2006).
10. Ch.-Ch. Kuo, *J. Mater. Process. Technol.*, **209**, No. 6: 2978 (2009).
11. K. Ohdaira, N. Tomura, Sh. Ishii, and H. Matsumuraa, *Electrochemical and Solid-State Letters*, **14**, No. 9: H372 (2011).
12. K. Ohdaira, K. Sawada, N. Usami, S. Varlamov, and H. Matsumura, *Jap. J. Appl. Phys.*, **51**, No. 4: 10NB15 (2012).
13. K. Ohdaira and H. Matsumura, *Thin Solid Films*, **524**: 161 (2012).
14. K. Ohdaira and H. Matsumura, *J. Crystal Growth*, **362**: 149 (2013).
15. V. Ya. Kogai, A. V. Vakhrushev, and A. Yu. Fedotov, *JETP Letters*, **95**, No. 9: 454 (2012).
16. L. I. Kveglis, V. A. Seredkin, and A. V. Kuzovnikov, *JETP Letters*, **82**, No. 1: 23 (2005).
17. V. Pore, M. Ritala, M. Leskelä, T. Saukkonen, and M. Järn, *Crystal Growth & Design*, **9**, No. 7: 2974 (2009).
18. S. A. Vekshinskii, *Novyy Metod Metallograficheskogo Issledovaniya Splavov* (Moscow–Leningrad: OGIZ: 1944) (in Russian).
19. E. N. Zubarev, A. Yu. Devizenko, O. V. Penkov, V. V. Kondratenko, D. V. Sevriukov, V. A. Sevryukova, and I. A. Kopylets, *Thin Solid Films*, **622**: 84 (2017).
20. E. N. Zubarev, V. V. Kondratenko, Y. P. Pershyn, and V. A. Sevryukova, *Thin Solid Films*, **520**: 314 (2011).
21. A. Zolotaryov, Y. Bugayev, V. Samofalov, O. Devizenko, E. Zubarev, S. Martens, O. Albrecht, D. Gorlitz, and K. Nielsch, *phys. status solidi (a)*, **208**, No. 7: 1698 (2011).
22. A. K. Petford-Long, M. B. Stearns, C. H. Chang, S. R. Nutt, D. G. Stearns, N. M. Ceglie, and A. M. Hawryluk, *J. Appl. Phys.*, **61**, No. 4: 1422 (1987).
23. K. Holloway, K. B. Do, and R. Sinclair, *J. Appl. Phys.*, **65**, No. 2: 474 (1989).
24. S. Yulin, T. Feigl, T. Kuhlmann, N. Keiser, A. I. Fedorenko, V. V. Kondratenko, O. V. Poltseva, V. A. Sevryukova, A. Y. Zolotaryov, and E. N. Zubarev, *J. Appl. Phys.*, **92**: 1216 (2002).
25. W. C. Shih and W. M. Stobbs, *Ultramicroscopy*, **32**: 219 (1990).
26. K. Holloway and R. Sinclair, *J. Less-Common Met.*, **140**: 139 (1988).

27. D. L. Voronov, E. N. Zubarev, V. V. Kondratenko, Y. P. Pershin, V. A. Sevryukova, and Y. A. Bugayev, *Thin Solid Films*, **513**: 152 (2006).
28. V. A. Chernov, N. I. Chkhalo, M. V. Fedorchenko, E. P. Kruglyakov, S. V. Mytnichenko, and S. G. Nikitenko, *J. X-Ray Sci. Technol.*, **5**: 65 (1995).
29. Y. Bugayev, O. Devizenko, E. Zubarev, V. Sevryukova, and V. Kondratenko, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **30**, No. 11: 1533 (2008) (in Russian).
30. V. A. Chernov, N. I. Chkhalov, M. V. Fedorchenko, E. P. Kruglya, S. V. Mytnichenko, and S. G. Nikitenko, *J. X-Ray Sci. Technol.*, **5**: 389 (1995).
31. B. S. Danilin and V. K. Sarychev, *Magnetronnye Raspylitel'nye Sistemy* (Moscow: Radio i Svyaz: 1982) (in Russian).
32. Yu. P. Pershin, V. A. Sevryukova, E. N. Zubarev, A. S. Oberemok, V. P. Melnik, B. N. Romanyuk, V. G. Popov, and P. M. Litvin, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **35**, No. 12: 1617 (2013) (in Russian).