

ТРУДЫ

ISSN 0868-7129

ФТИАН

Том

КВАНТОВЫЕ
КОМПЬЮТЕРЫ,
МИКРО-
И НАНОЭЛЕКТРОНИКА

физика, технология, диагностика
и моделирование

НАУКА

УДК 538.975; 539.23; 539.25; 539.261

Р.В. СЕЛЮКОВ

ВЛИЯНИЕ ТОЛЩИНЫ ПЛЕНКИ ПЛАТИНЫ НА СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ ПРИ ЕЕ ОТЖИГЕ

Текстурированные пленки Pt толщиной $h = 20\text{--}80$ нм, осажденные на окисленные пластины $c\text{-Si}(100)$ при комнатной температуре, подвергались отжигу в вакууме в режиме $500\text{ }^\circ\text{C}/60$ мин, в результате которого произошли рекристаллизация и рост зерен. Для всего диапазона толщин наблюдался нормальный рост зерен. Для $h = 20\text{--}40$ нм наблюдался также и аномальный рост, характеризующийся появлением фракции так называемых вторичных зерен, более крупных, чем обычные зерна. Поэтому распределение латеральных размеров зерен после отжига для $h = 20\text{--}40$ нм становится бимодальным, для $h = 60\text{--}80$ нм это распределение остается одномодальным. Найдено, что скорость аномального роста латеральных размеров зерен увеличивается с уменьшением h , тогда как скорость нормального роста не зависит от h . С помощью анализа профилей рентгенодифракционных максимумов Pt(111) и Pt(222) найдено, что в результате отжига средний размер областей когерентного рассеяния увеличивается на 40–85%. С помощью полюсных фигур и кривых качания найдены зависимости параметров кристаллической текстуры и доли кристаллической фазы δ от h для пленок, исходных и подвергнутых отжигу. Для нахождения δ в текстурированных пленках предложена оригинальная методика, основанная на анализе кривых качания. Найдено, что для всех h отжиг привел к улучшению остроты текстуры и увеличению δ , тем большим, чем меньше h : угол рассеяния текстуры уменьшается на 3–50%, а параметр δ увеличивается на 20–75%. Такие изменения объясняются появлением в результате отжига крупных вторичных зерен, чья объемная доля растет с уменьшением h .

Введение

Тонкие поликристаллические пленки Pt применяются в качестве тыльного электрода в приборах с сегнетоэлектриками [1–5], ZnO [6, 7] и AlN [8], в качестве катализатора в сенсорах различных газов [9, 10], как покрытия с низкой поглощательной способностью в ИК-диапазоне [11], а также в качестве резистивных нагревателей и сенсоров температуры в МЭМС [12]. Как правило,

тыльные Pt электроды наносят на окисленный *c*-Si или на стекла с использованием адгезионных слоев, например Ti или TiO₂. Обычно Pt в таких системах имеет аксиальную кристаллическую текстуру (111), и степень преимущественной ориентации зерен (часто называемая как острота текстуры) Pt оказывает влияние на структуру, а следовательно, на свойства осажденных на нее материалов. Микроструктура Pt также оказывает влияние на характеристики приборов и покрытий во всех вышеперечисленных областях применения. Пленки сегнетоэлектриков, ZnO, AlN, как правило, осаждают на Pt электрод при повышенной температуре или подвергают отжигу после осаждения; сенсоры, защитные покрытия и нагреватели во время работы длительное время находятся при высоких температурах. Нагрев Pt пленок меняет их текстуру и микроструктуру.

Общими для объемных материалов и пленок являются процессы рекристаллизации и последующего роста зерен во время отжига, если температура отжига превышает определенное значение. При рекристаллизации происходит релаксация напряжений и уменьшаются микродеформации. В процессе роста зерен наряду с так называемым нормальным ростом может наблюдаться аномальный рост, приводящий к формированию сравнительно крупных зерен, которые принято называть вторичными [13]. Основная фракция зерен при этом имеет меньшие размеры и формируется в результате нормального роста, такие зерна принято называть обычными. Таким образом, если в системе с исходно одномодальным распределением размеров зерен в процессе отжига имеет место аномальный их рост, то распределение становится бимодальным, в случае только нормального роста оно остается одномодальным. В общем случае нормальный рост зерен обусловлен уменьшением энергии межзеренных границ, аномальный рост зерен обусловлен уменьшением суммы поверхностной энергии (которая складывается из энергии поверхности пленки и энергии границы раздела пленки и подложки) и энергии межзеренных границ [13]. Для тонких пленок условие минимизации поверхностной энергии является более значимым, чем для объемных материалов, из-за большего отношения площади поверхности к объему, что имеет два важных следствия.

Для вторичных зерен в пленках, как правило, характерна ориентация параллельно подложке тех атомных плоскостей, которые обеспечивают минимальную поверхностную энергию [14, 15], например, для ГЦК металлов это плоскости (111). Кроме того, теория аномального роста, учитывающая влияние поверхностной энергии, предсказывает увеличение скорости роста латеральных размеров вторичных зерен с уменьшением толщины пленки [13], что было подтверждено экспериментально для пленки Au [16]. Также необходимо отметить, что рекристаллизация и рост зерен в пленках наблюдаются при температурах, заметно меньших, чем в соответствующих объемных материалах [14, 16–19]. Таким образом, одинаковая термообработка пленок разной толщины приводит к существенно разным изменениям их микроструктуры и текстуры. Аномальный рост наблюдался в пленках, в том числе ГЦК металлов: Au [14, 16], Cu [17, 18], Ag [20], Pt [21, 22]. В частности, для Au исследовалась зависимость скорости роста вторичных зерен от толщины пленки, аналогичных исследований для Pt пленок авторами найдено не было, также не исследовано влияние толщины Pt пленки на изменения ее текстуры в результате отжига.

Рост зерен при термообработке приводит к уменьшению суммарной площади межзеренных границ, а следовательно, количества материала в них. В результате уменьшается количество материала, находящегося в неупорядоченном состоянии в межзеренных границах [23], следовательно, увеличивается доля материала δ , находящегося в кристаллической фазе. Знание параметра δ важно во многих случаях из-за его влияния на физические свойства пленок [24], а также при изучении процессов их кристаллизации [25, 26]. При этом измерение δ в пленках затруднительно по нескольким причинам. Для нанокристаллических материалов существуют методики определения δ , основанные на измерении размеров зерен [27, 28], а также на измерении модуля Юнга [29]. Область применения этих методик ограничена материалами с равноосными зёрнами, тогда как пленки часто содержат большие фракции столбчатых зерен.

В рентгеновской дифрактометрии для образцов, не имеющих текстуры, δ определяется путем сравнения интегральных интенсивностей пиков на θ - 2θ -дифрактограммах для исследуемого образца и эталона из того же материала с известным значением δ [30]. При отсутствии эталона остается возможность определить таким методом значения δ относительно одного из образцов, для которого δ принимается равным 100%. Такая методика часто применяется для вычисления δ в пленках, имеющих один и тот же тип текстуры [24–26], однако, при этом пренебрегается различием в остроте текстур разных образцов. В данной работе предлагается рентгеновская методика определения относительных значений δ для текстурированных пленок с помощью кривых качания, в которой учитывается такое различие.

Цель данной работы – установить, как в диапазоне толщин пленки Pt $h = 20$ – 80 нм в зависимости от h меняется воздействие отжига в вакууме в режиме 500 °C/ 60 мин на ее микроструктуру, текстуру и δ . Для этого пленки Pt толщинами 20 , 40 , 60 , 80 нм осаждались методом магнетронного распыления на окисленные пластины Si(100). Осаждение пленки проводилось в установке SCR 651 «Tetra» (Alcatel) при комнатной температуре и давлении аргона 0.2 Па; скорость осаждения Pt составляла 0.5 нм/с. После нанесения пленки отжигались в вакууме при 500 °C в течение 60 мин. Данная температура примерно соответствует порогу рекристаллизации в объемной Pt [19]. До и после отжига с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) проводились измерения средних латеральных размеров зерен. С помощью дифрактограмм были определены размеры областей когерентного рассеяния (ОКР) в направлении нормали к поверхности пленки и микродеформации, с помощью полюсных фигур и кривых качания определялись угол рассеяния текстуры $\Delta\omega$, являющийся количественной мерой остроты текстуры [31], и δ .

1. Анализ распределений латеральных размеров зерен пленок Pt

СЭМ-изображения поверхности пленок были получены с помощью микроскопа Supra-40 (Carl Zeiss). Распределения латеральных размеров зерен были получены путем обработки СЭМ-изображений с помощью программы JMicroVision.

На рис. 1 и 2 приведены СЭМ-изображения поверхности пленок Pt, исходных и после отжига. Визуальный анализ этих изображений позволяет сделать следующие выводы. Во всех исходных пленках аномально крупных зерен не наблюдается, а распределение латеральных размеров зерен L – одномодальное.

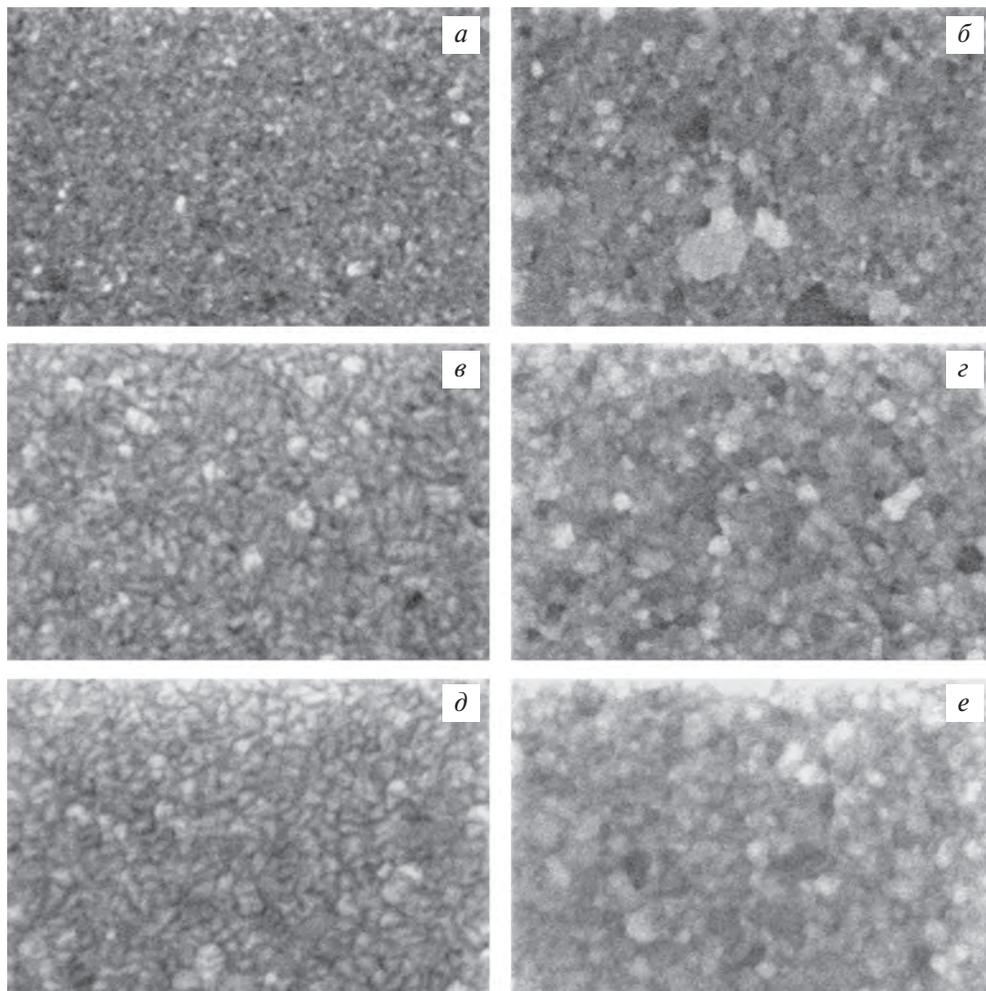


Рис. 1. СЭМ-изображения пленок Pt, исходных (*a, в, д*) и после отжига 500 °C/60 мин (*б, г, е*). Толщина пленки: 20 нм (*a, б*), 60 нм (*в, г*), 80 нм (*д, е*). Размер изображения по горизонтали – 580 нм

В пленках толщиной $h = 60\text{--}80$ нм, подвергнутых отжигу, отсутствуют вторичные зерна и распределение L также одномодальное.

На рис. 2 видно, что при уменьшении h до 20–40 нм в пленках после отжига появляются вторичные зерна, заметно более крупные, чем зерна основной фракции, таким образом, в этом случае распределение L является бимодальным. Эти результаты согласуются с данными работы [21], где наблюдался аномальный рост зерен в пленке Pt, осажденной на Si_3N_4 , после ее отжига при температурах 500–830 °C.

Таким образом, для пленок, подвергнутых отжигу, необходимо ввести разделение зерен на фракции обычных зерен с латеральными размерами L_N и вторичных зерен с латеральными размерами L_S . Так как в 60–80 нм пленках после отжига крупных зерен не наблюдается, поэтому все зерна этих пленок будут

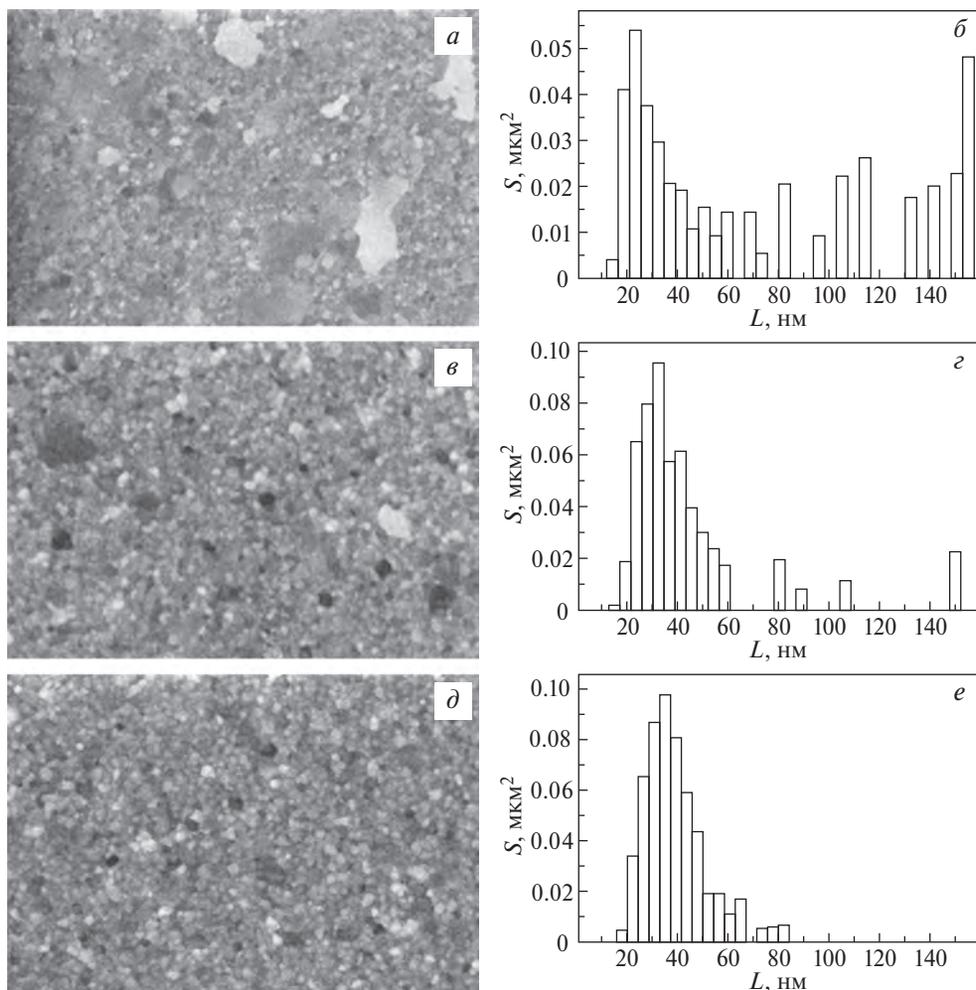


Рис. 2. СЭМ-изображения пленок Pt после отжига (*a*, *в*, *д*) и соответствующие гистограммы распределения площадей S , которые занимают фракции зерен с латеральным размером L (*б*, *з*, *е*). Толщина пленки: 20 нм (*a*, *б*), 40 нм (*в*, *з*), 60 нм (*д*, *е*). Размер изображения по горизонтали – 1.17 мкм

рассматриваться как обычные. Зерна исходной пленки будут именоваться исходными с латеральными размерами L_I .

На рис. 2 показано, что с уменьшением h происходит увеличение среднего латерального размера вторичных зерен $\langle L_S \rangle$, а доля поверхности, занимаемая вторичными зернами, для 20 нм пленки больше, чем для 40 нм пленки. На рис. 1 видно, что для пленок до и после отжига $\langle L_I \rangle$ и $\langle L_N \rangle$ увеличиваются с ростом h . Наконец, для каждой h $\langle L_N \rangle$ для пленки после отжига больше, чем $\langle L_I \rangle$ для исходной пленки.

С помощью СЭМ-изображений для каждой пленки путем измерения L всех четко наблюдаемых зерен были рассчитаны распределения L_I , L_N и L_S , а также вычислены средние значения $\langle L_I \rangle$, $\langle L_N \rangle$ и $\langle L_S \rangle$. Для каждого образца проводилась обработка суммарно $\sim 10^3$ зерен на 2–4 изображениях. Концентрация

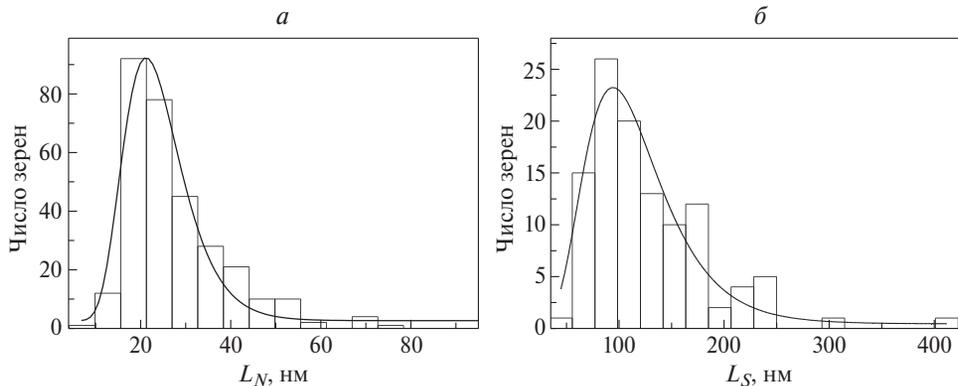


Рис. 3. Распределения латеральных размеров обычных зерен L_N (а) и вторичных зерен L_S (б) для пленки толщиной 20 нм после отжига (гистограммы) и их аппроксимации логнормальной зависимостью

обычных зерен много больше, чем вторичных, по этой причине распределение L_S трудно выделить из общего бимодального распределения L . Поэтому для нахождения распределений L_S и L_N использовались СЭМ-изображения с меньшим и большим увеличением соответственно. В первом случае можно было четко наблюдать границы только вторичных зерен, следовательно, обычные зерна не измерялись. Во втором случае в кадр, как правило, попадало несколько вторичных зерен (см. рис. 1), которые в расчетах не учитывались. Было найдено, что во всех случаях распределения L_I , L_N и L_S удовлетворительно описываются логнормальной зависимостью, имеющей следующий вид [16]:

$$N \propto \frac{1}{wL} \exp \left[-\frac{\ln^2(L/L_0)}{2w^2} \right], \quad (1)$$

где w — дисперсия величины $\ln(L)$.

На рис. 3 представлены распределения L_N и L_S для пленки 20 нм после отжига. На рис. 2 для пленок, подвергнутых отжигу, представлены гистограммы

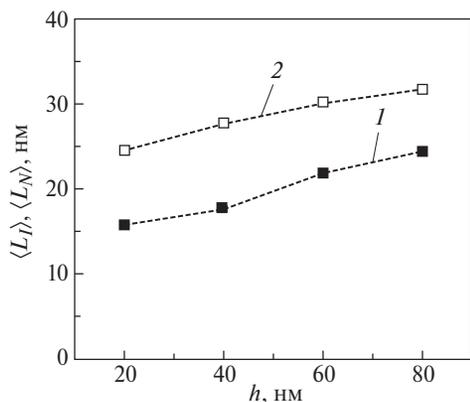


Рис. 4. Зависимости среднего латерального размера исходных зерен $\langle L_I \rangle$ (1) и обычных зерен $\langle L_N \rangle$ (2) от толщины пленки h

распределения площадей S , которые занимают фракции зерен с латеральным размером L . Видно, что для $h = 60$ нм вторичные зерна отсутствуют, при $h = 40$ нм они занимают незначительную долю площади, наконец, для $h = 20$ нм вторичные зерна занимают площадь, сопоставимую с таковой для обычных зерен, что согласуется со сделанными выше качественными выводами. Было найдено, что для $h = 20$ нм $\langle L_S \rangle$ равен 116 нм, для $h = 40$ нм $\langle L_S \rangle$ равен 87 нм. Визуально представляется, что для 20 нм пленки $\langle L_S \rangle$ равен ~ 150 –200 нм, но это обусловлено наличием несколь-

ких больших (200–400 нм) зерен из хвоста распределения, основная же масса вторичных зерен заметно меньше. Рост $\langle L_S \rangle$ с уменьшением h согласуется с теорией [13], а также с результатами работы [22], где 150–250 нм пленка Pt на подслое Ti подвергалась отжигу при 750 °С, и работы [16], где наблюдался аномальный рост зерен в пленке Au при комнатной температуре.

На рис. 4 представлены зависимости $\langle L_I \rangle$ и $\langle L_N \rangle$ от h для исходных и подвергнутых отжигу пленок соответственно, которые подтверждают сделанные выше качественные выводы относительно исходных и обычных зерен. Рост $\langle L_I \rangle$ и $\langle L_N \rangle$ с увеличением h в обоих случаях можно охарактеризовать как линейный. Линейный рост в случае исходной пленки согласуется с результатами для пленки Ni [32], также рост $\langle L_I \rangle$ с увеличением h для пленки Pt наблюдался в [33–35]. В случае пленки, подвергнутой отжигу, линейное увеличение $\langle L_N \rangle$ согласуется с результатами для пленки Au [14]. Можно видеть, что разность $\langle L_N \rangle - \langle L_I \rangle$ примерно одинакова для всех h , это позволяет утверждать, что скорость нормального роста зерен не зависит от h .

2. Определение размеров областей когерентного рассеяния и микродеформаций в пленках Pt

Знание размеров ОКР в направлении нормали к поверхности пленки позволяет судить о средней высоте зерен. Данный параметр может быть определен методами рентгеноструктурного анализа, точное его определение требует учета микродеформаций решетки. Величина микродеформаций, в свою очередь, позволяет судить о степени дефектности зерен. Для определения двух данных параметров на дифрактометре ARL X'tra (Thermo Fisher Scientific) проводилась съемка θ - 2θ -дифрактограмм пленок Pt. При съемке шаг сканирования был равен 0.02°, скорость сканирования составляла 0.15°/мин. Использовалась рентгеновская трубка с медным анодом. Линия CuK_β устранялась выбором порогов дискриминатора амплитуды импульсов, поступающих с детектора. Профили дифракционных максимумов исходно представляли собой сумму $\text{CuK}_{\alpha 1}$ и $\text{CuK}_{\alpha 2}$ компонент, $\text{CuK}_{\alpha 2}$ компонента удалялась методом Речингера. Аппаратная функция определялась методом аппроксимации профилей дифракционных максимумов эталона NIST SRM 1976a.

До и после отжига на θ - 2θ -дифрактограммах образцов присутствуют пики Pt(111) и (222), а также слабые пики Pt(200) и (311), что свидетельствует о наличии (111) текстуры. Для всех исходных образцов межплоскостное расстояние $d_{(111)}$, измеренное вдоль нормали к поверхности пленки, было больше, чем значение $d_{(111)}$, измеренное для фрагмента мишени Pt, в котором с помощью отжига в вакууме были устранены механические напряжения. Таким образом, деформация растяжения пленки вдоль нормали к поверхности свидетельствует о сжимающих напряжениях, действующих в плоскости пленки. После отжига образцов $d_{(111)}$ во всех случаях становится меньше, чем $d_{(111)}$ фрагмента мишени Pt, следовательно, напряжения, действующие в плоскости пленки, становятся растягивающими. Таким образом, в результате отжига напряжения сжатия устраняются, а напряжения растяжения возникают при охлаждении образца из-за того, что температурный коэффициент линейного расширения (ТКЛР) Pt больше, чем ТКЛР SiO_2 [15]. Релаксация напряжений является свидетельством прошедшей во всех пленках рекристаллизации.

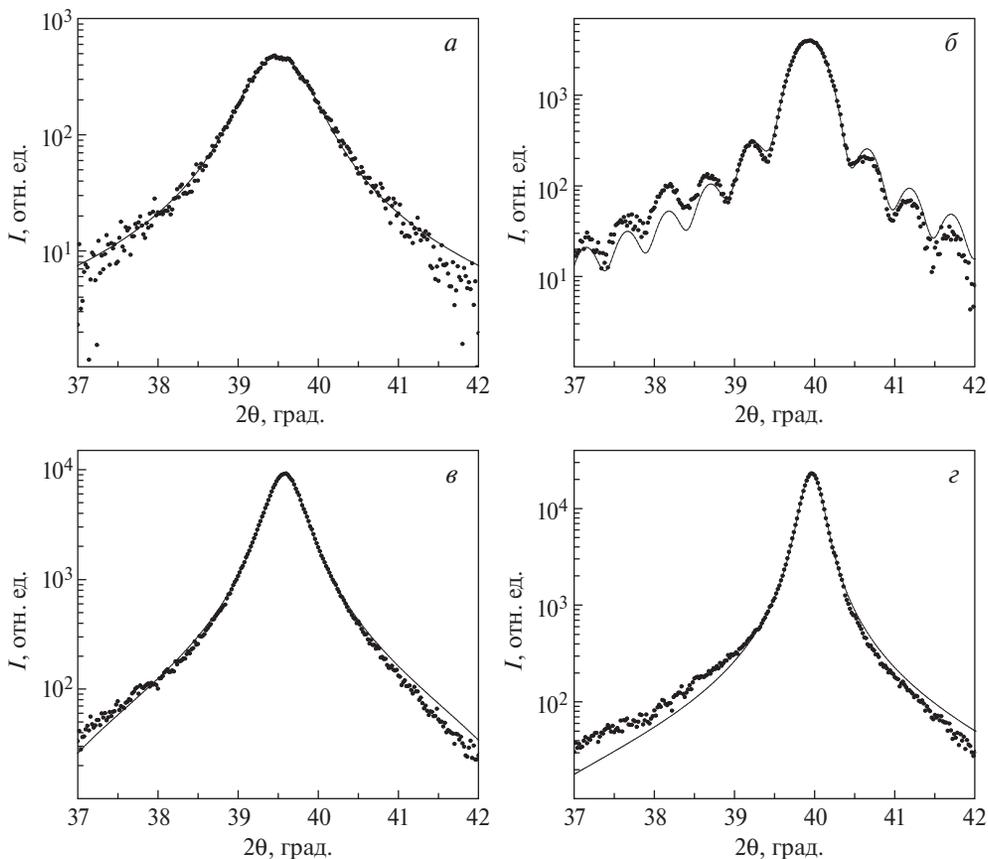


Рис. 5. $K_{\alpha 1}$ компоненты дифракционных профилей Pt(111) пленок 20 нм (*а, б*) и 80 нм (*в, г*), исходных (*а, в*) и после отжига (*б, г*). Точки – экспериментальные данные, сплошные линии – их аппроксимация функцией Фогта (*а, в, г*) или суммой функций Лауэ и Коши (*б*)

Расчет средних значений микродеформаций ϵ и размеров ОКР D проводился с помощью анализа профилей дифракционных максимумов Pt(111) и (222), проведенного по методу аппроксимаций [31]. Известно, что форма и ширина наблюдаемых на рентгенограммах профилей дифракционных максимумов определяются как инструментальными причинами, так и микроструктурой исследуемых объектов. Для описания физического уширения профилей тонких пленок необходимо учитывать как конечность размеров ОКР (дисперсность), так и микродеформации кристаллической решетки. В рамках метода аппроксимаций каждая инструментальная и физическая причина, влияющая на форму профиля, описывается некоторой известной функцией, а наблюдаемый профиль является сверткой всех этих функций [36]. Было найдено, что $K_{\alpha 1}$ компоненты профилей Pt(111) и (222) удовлетворительно аппроксимируются функцией Фогта $V(2\theta)$ (рис. 5), представляющей собой свертку функций Гаусса и Коши:

$$V(2\theta, \beta_G, \beta_C) = \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\exp(-\pi x^2/\beta_G^2)}{1 + \pi^2(2\theta - x)^2/\beta_C^2} dx, \quad (2)$$

где β_G и β_C – интегральная ширина профиля, описываемого функцией Гаусса и Коши соответственно. Исключение составляет 20 нм пленка после отжига, чей профиль Pt(111) потребовал отдельного анализа, приведенного ниже. Было найдено, что аппаратная функция дифрактометра удовлетворительно описывается функцией $V(2\theta)$. Так как свертка двух функций Фогта есть функция Фогта, то в качестве аппроксимации наблюдаемого и физического профиля, а также аппаратной функции была использована $V(2\theta)$, а β_G и β_C наблюдаемого профиля определяются выражениями [36]

$$\beta_C = B_C + b_C, \quad (3)$$

$$\beta_G^2 = B_G^2 + b_G^2, \quad (4)$$

где B_G и B_C – интегральная ширина компонент Гаусса и Коши физического профиля соответственно, b_G и b_C – интегральная ширина компонент Гаусса и Коши аппаратной функции. Принято считать, что функция Коши физического профиля описывает вклад дисперсности [36, 37]; таким образом, B_C и D связаны формулой Шеррера [31]

$$B_C^{(hkl)} = \frac{\lambda}{D \cos \theta_{(hkl)}}, \quad (5)$$

где λ – длина волны рентгеновского излучения (в данном случае $K_{\alpha 1}$ линии Cu), $\theta_{(hkl)}$ – половинный угол дифракции на семействе плоскостей (hkl) .

Также принято считать, что функция Гаусса физического профиля описывает вклад микродеформаций [36, 37], поэтому B_G и ϵ связаны известным соотношением [31]

$$B_G^{(hkl)} = 4\epsilon \tan \theta_{(hkl)}. \quad (6)$$

Интегральная ширина профиля по определению равна

$$\beta = \frac{\int_{-\infty}^{+\infty} V(2\theta, \beta_G, \beta_C) d2\theta}{V(0, \beta_G, \beta_C)} = \frac{\beta_G \beta_C}{V(0, \beta_G, \beta_C)}. \quad (7)$$

Выражение (7) является уравнением, связывающим D и ϵ . Для нахождения D и ϵ необходимо решить систему из двух таких уравнений, взятых для двух порядков отражения от одного и того же семейства атомных плоскостей, в данном случае для профилей Pt(111) и (222) [31, 37]:

$$\begin{cases} \beta^{(111)} = \beta_G^{(111)} \beta_C^{(111)} / V(0, \beta_G^{(111)}, \beta_C^{(111)}) \\ \beta^{(222)} = \beta_G^{(222)} \beta_C^{(222)} / V(0, \beta_G^{(222)}, \beta_C^{(222)}) \end{cases}, \quad (8)$$

где $\beta^{(111)}$ и $\beta^{(222)}$ – интегральная ширина профиля (111) и (222) соответственно.

На профиле Pt(111) 20 нм пленки, подвергнутой отжигу, наблюдаются осцилляции. Такие осцилляции наблюдаются, обычно, когда распределение ОКР по размерам становится узким [15, 36], вклад дисперсности в данном случае принято описывать функцией Лауэ [36]. Аппроксимация $K_{\alpha 1}$ компоненты

профиля 20 нм пленки одной функцией Лауэ неудовлетворительна, лучший результат дает аппроксимация суммой функций Коши и Лауэ (см. рис. 5, б):

$$I(2\theta) = \frac{A_C}{1 + [\pi(2\theta - 2\theta_C)/\beta_C]^2} + A_L \left[\frac{\sin[\pi(2\theta - 2\theta_L)/\beta_L]}{\pi(2\theta - 2\theta_L)/\beta_L} \right]^2 \quad (9)$$

со следующими значениями параметров: $2\theta_C = 39.86^\circ$, $2\theta_L = 39.94^\circ$, $\beta_C = 0.99^\circ$, $\beta_L = 0.51^\circ$, $A_C = 721$, $A_L = 3366$. Из-за пренебрежения вкладами микродеформаций и аппаратной функции данные значения носят оценочный характер. Исключением является β_L , так как этот параметр определяет период осцилляций и поэтому может быть вычислен с высокой точностью. Описание профиля суммой двух функций можно объяснить присутствием в Pt зерен двух типов. Если, пользуясь формулой Шеррера, вычислить D для обоих профилей, то получим $D_L = 19$ нм, $D_C = 10$ нм. Можно утверждать, что вклад в виде функции Лауэ дают вторичные зерна, а вклад в виде функции Коши – обычные зерна. Как указывалось выше, наблюдение осцилляций возможно только в случае малого разброса значений D_L , который достигается в случае низкой шероховатости пленки, подвергнутой отжигу. Известно, что шероховатость пленок увеличивается с ростом их толщины, таким образом, можно считать, что шероховатость 20 нм пленки будет наименьшей в исследуемой серии. СЭМ-измерения показывают, что шероховатость 20 нм пленки до отжига много меньше ее толщины и не меняется заметно в результате отжига. Таким образом, не наблюдается заметного роста высот вторичных зерен, а среднее значение высоты зерна оказывается равным D_L , что говорит о высокой степени их структурного совершенства. То, что осцилляции не наблюдаются на более толстых пленках, подвергнутых отжигу, можно объяснить меньшей долей материала во вторичных зернах. Таким образом, согласно данным рентгеноструктурного анализа, долю материала во вторичных зернах 20 нм пленки можно считать значительной, что соответствует данным СЭМ.

D и ϵ остальных пленок были вычислены путем решения системы уравнений (8), результаты представлены на рис. 6. При решении системы (8) для пика Pt(111) были использованы значения параметров аппаратной функции $b_C = 0.03^\circ$ и $b_G = 0.07^\circ$. Для пика Pt(222) использовались значения $b_C = 0.07^\circ$ и $b_G = 0.07^\circ$. Данные значения были получены в результате аппроксимации пиков эталона в окрестности углов $2\theta = 40^\circ$ (для пика Pt(111)) и $2\theta = 85^\circ$ (для пика Pt(222)) функциями Фогта.

Для исходных пленок D примерно линейно увеличивается с ростом h , для пленок после отжига D также увеличивается, но сублинейно (см. рис. 6, а). Отжиг всех исходных пленок приводит к увеличению D . Можно предположить, что обычные зерна, образовавшиеся, как и вторичные, в результате рекристаллизации, имеют низкую концентрацию дефектов, следовательно, их размер вдоль нормали к поверхности будет приближенно равен D . Таким образом, можно считать, что средняя высота обычных зерен будет, как и D , сублинейно расти с ростом h . В случае 40 нм пленки большинство зерен – обычные, поэтому D приближенно равно средней высоте обычного зерна. Увеличение D с ростом h для исходных пленок можно объяснить уменьшением средней концентрации дефектов в них при увеличении толщины пленки. Однако, так как исходные зерна могут содержать большое количество дефектов, высоту зерна

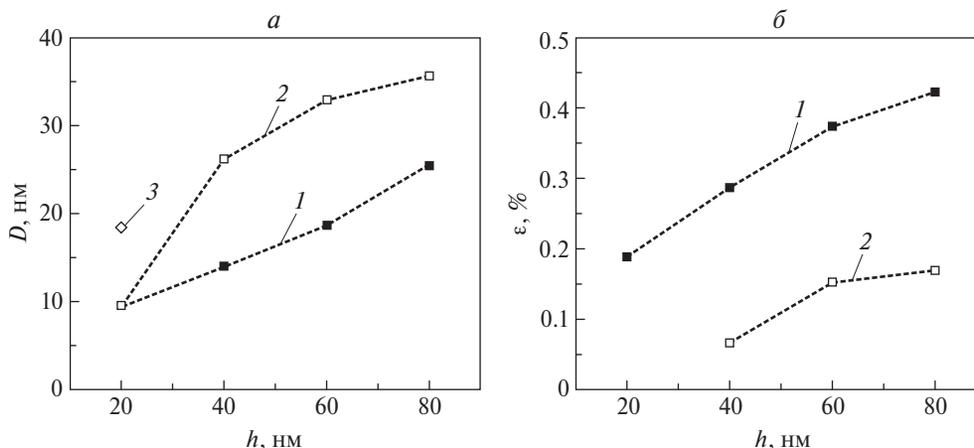


Рис. 6. Зависимости: *a* – среднего размера ОКР (D) и *б* – среднего значения микродеформаций (ϵ) от толщины пленки h : 1 – исходная пленка; 2 – пленка после отжига; 3 – D вторичных зерен для пленки 20 нм

в этом случае нельзя приравнять к D . Поэтому наблюдаемое увеличение D в результате отжига может происходить как на стадии рекристаллизации, так и на стадии роста зерен. Также во всех случаях отжиг приводит к значительному уменьшению ϵ , причем изменение ϵ в результате отжига слабо зависит от h . Значение данного параметра определяется концентрацией различных дефектов, поэтому можно предположить, что уменьшение микродеформаций решетки произошло, главным образом, на стадии рекристаллизации, однако дальнейшее их уменьшение на стадии роста зерен также нельзя исключить.

3. Влияние толщины пленки Pt на изменение качества текстуры и относительной доли кристаллической фазы в результате отжига

Съемки полюсных фигур [31] Pt(111) и Pt(200), а также кривых качания пиков Pt(111) проводились с помощью дифрактометра ДРОН-3М, оснащенного гониометрической приставкой ГП-14. Использовалась трубка с медным анодом, линия CuK_β устранялась с помощью кристалл-монохроматора. Падающее на образец излучение представляло собой сумму линий $\text{CuK}_{\alpha 1} + \text{CuK}_{\alpha 2}$, дублетность излучения в расчетах не учитывалась. При съемке полюсных фигур шаг сканирования по углу наклона α был равен 2° , шаг сканирования по углу вращения β был равен 2.4° . Кривые качания были сняты с шагом угла поворота образца ω , равным 0.05° . Схемы съемки полюсных фигур и кривых качания приведены на рис. 7. С помощью полюсных фигур было найдено, что во всех случаях пленки обладают аксиальной (111) текстурой, также был определен угол наклона оси текстуры.

С помощью кривых качания Pt(111) вычислялись $\Delta\omega$ и δ . Угол рассеяния текстуры определялся как полуширина соответствующей кривой качания после ее коррекции с учетом фона, поглощения излучения в пленке и изменения облучаемого объема Pt, обусловленного поворотом образца во время съемки. Параметр δ вычислялся с помощью кривой качания, что позволяет

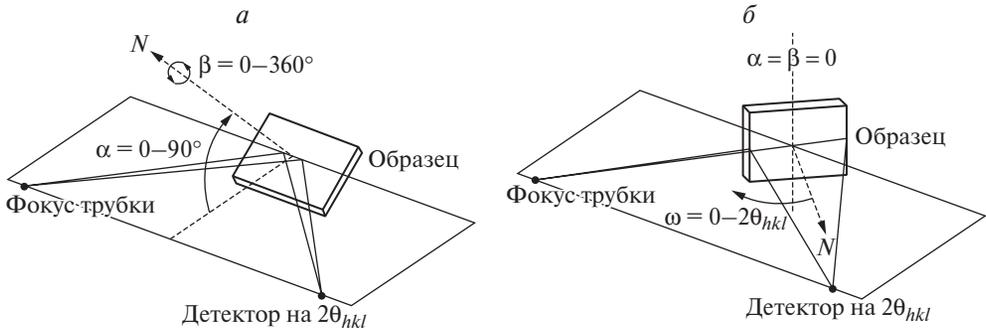


Рис. 7. Схема съемки полюсной фигуры (а) и кривой качания (б)

учесть кристаллическую фазу в зернах всех имеющихся ориентировок плоскостей (111). В пленках распределение $\Delta\omega$ и δ по глубине t неоднородно, поэтому, строго говоря, пленку необходимо характеризовать зависимостями $\Delta\omega(t)$ и $\delta(t)$. Однако получить такие распределения без дополнительных предположений затруднительно, поэтому при расчетах пренебрегали зависимостью $\Delta\omega$ и δ от t и вычисляли эффективные значения $\Delta\omega_{\text{эф}}$ и $\delta_{\text{эф}}$.

На рис. 8 показаны центральные части полюсных фигур (ПФ) Pt(111) и Pt(200) для исходной и подвергнутой отжигу пленки толщиной 80 нм. Видно, что исходная пленка имеет аксиальную (111) текстуру, причем ось текстуры отклонена от нормали к поверхности на $1-2^\circ$. Отжиг не меняет тип и угол наклона оси текстуры, увеличивается только острота текстуры (см. рис. 8, а и в), что проявляется в сужении и увеличении текстурного максимума на ПФ Pt(111). Эти утверждения справедливы и для пленок других толщин. Так как для всех образцов наблюдается наклон оси текстуры от нормали к поверхности, то для правильного определения $\Delta\omega$ съемка кривой качания всегда проводилась при таком значении угла вращения β образца, при котором ось текстуры все время съемки находится в плоскости дифракции. При этом кривая качания представляет собой сечение центральной части ПФ Pt(111), проходящее через начало координат и текстурный максимум. Следуя подходу, предложенному в работе [38] для анализа полюсных фигур, найдем выражение для кривой качания RC , в котором учтены поглощение излучения в пленке, а также изменение облучаемого объема Pt, обусловленное поворотом образца в процессе съемки. Рассмотрим элемент объема пленки dV (рис. 9), на который падает расходящийся пучок излучения интенсивностью I :

$$I = I_0 \exp[-(h-t)\mu/\sin\omega], \quad (10)$$

где I_0 – интенсивность падающего на поверхность образца излучения; h – толщина пленки; μ – коэффициент поглощения рентгеновского излучения для Pt, $\mu = 4290 \text{ см}^{-1}$ [39]; ω – угол поворота образца при съемке кривой качания, ω изменяется в пределах от 0 до 2θ . В направлении детектора распространяется дифрагированное излучение интенсивностью dI' :

$$dI' = I_0 F(t, \omega) \exp[-(h-t)/L(\omega)] dV = \frac{I_0 S_0 F(t, \omega)}{\sin\omega} \exp[-(h-t)/L(\omega)] dt, \quad (11)$$

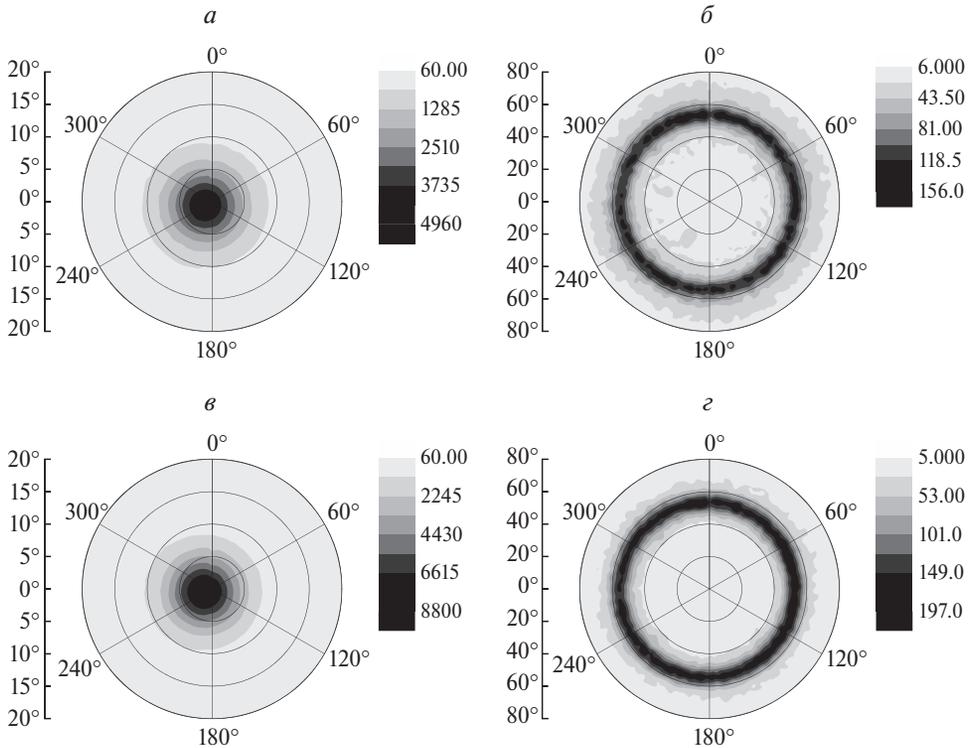


Рис. 8. Центральные части полюсных фигур Pt(111) (а, в) и Pt(200) (б, г) для пленки толщиной 80 нм, исходной (а, б) и подвергнутой отжигу 500 °С/60 мин (в, г)

где $1/L(\omega) = \mu/\sin(\omega) + \mu/\sin(2\theta - \omega)$; S_0 – площадь поперечного сечения пучка перед образцом; dt – толщина элементарного слоя; F – отношение интенсивности дифрагированного в dV излучения к интенсивности излучения, падающего на dV . $F(t, \omega)$ прямо пропорционально количеству кристаллической фазы в dV , содержащемуся в кристаллитах, плоскости (111) которых отклонены от плоскости пленки на угол $|\theta - \omega|$ [31, 38]. Интегрирование по всему облучаемому объему пленки дает выражение для RC :

$$RC(h, \omega) - RC_{bg}(h, \omega) = \frac{I_0 S_0}{\sin \omega} \int_0^h F(t, \omega) \exp[-(h-t)/L(\omega)] dt, \quad (12)$$

где $RC_{bg}(h, \omega)$ – фон, измеренный как кривая качания при положении детектора под углом $2\theta = 2\theta_{111} + 3^\circ$. В формуле (12) интегрирование по dt проводится от границы раздела пленки и подложки до поверхности пленки. Функция $F(t, \omega)$ представляет собой распределение отклонений нормалей атомных плоскостей (111) от оси текстуры в слое dt на расстоянии от поверхности пленки $h - t$. В общем случае F зависит от t , однако без постановки специальных экспериментов невозможно определить эту зависимость, поэтому, как правило, предполагается, что F не зависит от t , и $F(t, \omega)$ заменяется эффективным значением $F_{\text{eff}}(\omega)$:

$$F_{\text{eff}}(h, \omega) = \frac{\sin \omega}{I_0 S_0 L} \frac{RC(h, \omega) - RC_{bg}(h, \omega)}{1 - \exp(-h/L)}. \quad (13)$$

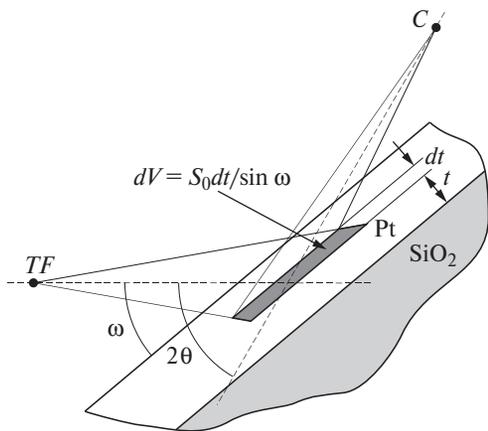


Рис. 9. Схема съемки кривой качания: *TF* – фокус рентгеновской трубки; *C* – детектор. Пояснения см. в тексте

осажденной на SiO_2 [40] и AlN на Pt [41]. Улучшение качества текстуры с ростом h может быть объяснено следующим образом. На начальной стадии роста на неориентирующей подложке формируются островки с разными кристаллографическими ориентациями, однако при данных условиях нанесения пленки энергетически выгоден рост кристаллитов с наименьшей поверхностной энергией [42]. Как было указано выше, для ГЦК металлов это будут кристаллиты с атомными плоскостями (111), параллельными поверхности подложки. По этой причине в процессе роста островков доля материала в зернах с такой ориентацией увеличивается, таким образом, пленка приобретает преимущественную ориентацию. Дальнейший рост происходит на сформировавшихся зернах и является ориентированным. В результате происходит улучшение качества текстуры пленки с увеличением ее толщины [42, 43].

На рис. 10, б видно, что для всех h отжиг привел к улучшению качества текстуры, причем степень этого улучшения возрастает с уменьшением h . Выше было показано, что в процессе отжига в исследуемой пленке Pt происходит рост обычных и вторичных зерен, причем латеральные размеры и суммарная площадь вторичных зерен тем больше, чем меньше h [44]. Также ранее указывалось, что, согласно модели, предложенной в [13], атомные плоскости во вторичных зернах ориентированы так, чтобы обеспечить минимальную поверхностную энергию, и скорость роста таких зерен будет тем выше, чем меньше толщина пленки. Для зерен с другими ориентациями атомных плоскостей модель не предусматривает такого эффекта. Очевидным следствием из этой модели будет то, что текстура пленки должна при отжиге улучшаться тем сильнее, чем меньше ее толщина, что и находит экспериментальное подтверждение в нашей работе.

Как указывалось во Введении, применение стандартных рентгеновских методик определения δ в текстурированных материалах дает неверный результат из-за неучета зависимости F_{eff} от угла ω . В нашей работе предлагается методика оценки δ с помощью кривых качания, позволяющая учесть такую зависимость. Из-за отсутствия эталона с известным значением δ в рамках предлагаемой

$F_{\text{eff}}(\omega)$ представляет собой кривую качания, исправленную с учетом фона, поглощения в пленке и изменения облучаемого объема. Зависимости $F_{\text{eff}}(\omega)$ для исходных пленок приведены на рис. 10, а. Углы рассеяния текстуры $\Delta\omega_{\text{eff}}$ вычислялись как полуширины соответствующих профилей $F_{\text{eff}}(\omega)$, результаты вычисления $\Delta\omega_{\text{eff}}(h)$ для исходных и подвергнутых отжигу пленок приведены на рис. 10, б.

Зависимость $\Delta\omega_{\text{eff}}(h)$ для исходной Pt является убывающей, что типично для поликристаллических пленок на неориентирующих подложках: такие же результаты были получены, например, для пленки Ti ,

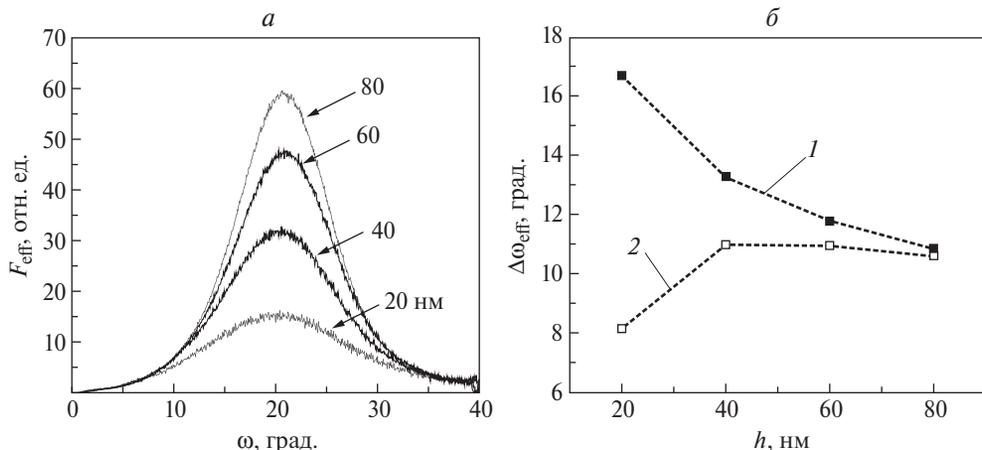


Рис. 10. Исправленные кривые качания $F_{\text{eff}}(\omega)$ для исходных пленок Pt (*a*); зависимости угла рассеяния текстуры $\Delta\omega_{\text{eff}}$ от толщины пленки h (*б*) для исходной (1) и подвергнутой отжигу 500 °C/60 мин (2) пленки Pt

методики есть возможность оценить только относительную долю кристаллической фазы, когда для образца с наибольшим значением δ принимается, что $\delta = 100\%$. Чтобы вычислить δ , необходимо провести суммирование интегральных интенсивностей от всех существующих в пленке ориентировок плоскостей (hkl). Для пленки Pt с сильной аксиальной текстурой (111) это можно сделать с помощью ПФ (111).

С учетом необходимых поправок доля кристаллической фазы будет прямо пропорциональна сумме $\sum_{\alpha, \beta} b(h, \alpha) F_{\text{eff}}(h, \alpha, \beta) \sin \alpha$, где суммирование по α ведется так, чтобы захватить область текстурного максимума в центре ПФ (см. рис. 8, *a* и *в*); суммирование по β ведется в диапазоне 0–360°; $b(h, \alpha)$ – интегральная ширина пика Pt(111) на θ -2 θ -дифрактограмме, снятой при наклоне образца с пленкой толщиной h на угол α . Как указывалось выше, кривая качания Pt(111) представляет собой сечение центральной части полюсной фигуры Pt(111), которое в нашем эксперименте проведено через центр ПФ и текстурный максимум. В случае аксиальной симметрии ПФ суммирование $\sum_{\alpha, \beta} b(h, \alpha) F_{\text{eff}}(h, \alpha, \beta) \sin \alpha$ сводится к суммированию по α , а следовательно, будет эквивалентно интегрированию функции $b(h, \omega) F_{\text{eff}}(h, \omega) \sin|\theta - \omega|$ по ω , поэтому с точностью до постоянного множителя, пренебрегая зависимостью b от ω , можно записать

$$\delta_{\text{eff}}(h) = b(h) \int_0^{2\theta} F_{\text{eff}}(h, \omega) \sin|\theta - \omega| d\omega. \quad (14)$$

В формуле (14) $b(h)$ определяется с помощью дифрактограммы, снятой при $\omega = \theta$ с использованием тех же щелей источника и детектора, что использовались для съемки кривой качания. Так как ω при съемке кривой качания не может выходить за пределы диапазона 0–2 θ_{111} , то интегрирование в (14) захватывает ПФ только в диапазоне углов наклона $\alpha = 0$ – θ_{111} .

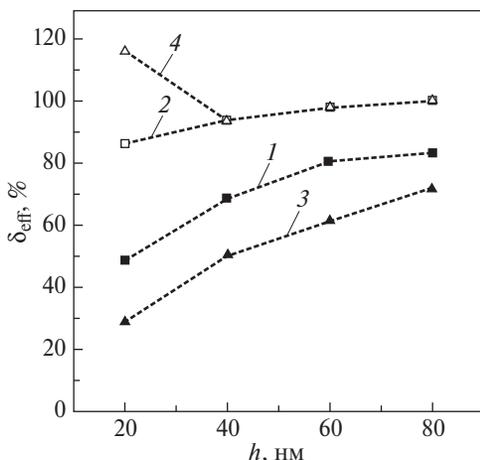


Рис. 11. Относительная доля кристаллической фазы $\delta_{\text{эфф}}$ для пленок Pt, исходной (1, 3) и подвергнутой отжигу 500 °C/60 мин (2, 4) в зависимости от толщины пленки h . Значение $\delta_{\text{эфф}}$ для 80 нм пленки, подвергнутой отжигу, принято равным 100%. Значения $\delta_{\text{эфф}}$ определены с помощью кривых качания (1, 2) и путем вычисления интегральной интенсивности пика Pt(111) на θ -2 θ -дифрактограмме (3, 4)

Таким образом, данная методика применима только для пленок с однокомпонентной аксиальной текстурой, при этом хотя бы один текстурный максимум должен находиться в данном диапазоне углов α . Так как для Pt $2\theta_{111} \approx 40^\circ$, то для полученных в нашем эксперименте ПФ Pt(111) это требование выполняется для всех образцов (см. рис. 8, а и в). Необходимо заметить, что в случае пленки Pt с аксиальной текстурой (111) происходит суммирование по тем зернам, чьи плоскости (111) отклонены от плоскости подложки на углы 0–20° и 50–90°. Второй диапазон углов обусловлен учетом дифракции на тех плоскостях из совокупности {111}, которые дают на ПФ (111) текстурный максимум в виде кольца в области $\alpha \approx 70.5^\circ$ (на рис. 8, а и в не показан). Количество материала в неучтенных зернах представляется пренебрежимо малым, так как интенсивность на ПФ в диапазоне $\alpha = 20$ –50° не превышает уровень фона.

Значения $\delta_{\text{эфф}}$ были вычислены как по описанной выше методике, так и путем измерения интегральной интенсивности пика Pt(111) на θ –2 θ -дифрактограмме (см. Введение). Результаты для исходной и подвергнутой отжигу пленки Pt представлены на рис. 11. Видно, что значение $\delta_{\text{эфф}}(h)$, определенное с помощью традиционной методики для 20 нм пленки, подвергнутой отжигу, существенно завышено, что можно объяснить наилучшим среди всех образцов качеством текстуры этой пленки. В случае лучшей текстуры при стандартной геометрии съемки θ -2 θ -дифрактограммы условию Брэгга удовлетворяет большая доля объема пленки, чем в случае худшей текстуры, следовательно, интегральная интенсивность пика на дифрактограмме будет выше, что и приведет к завышению значения $\delta_{\text{эфф}}$. В случае исходной пленки значения $\delta_{\text{эфф}}$, полученные с помощью традиционной методики, несколько занижены, это можно объяснить худшим качеством текстуры по сравнению с пленками, подвергнутыми отжигу. Таким образом, показано преимущество метода вычисления $\delta_{\text{эфф}}(h)$, основанного на анализе кривых качания, позволяющее учитывать различие качества текстуры разных образцов.

Анализ зависимостей $\delta_{\text{эфф}}(h)$, вычисленных с помощью кривых качания, позволяет сделать два утверждения. Для исходной пленки $\delta_{\text{эфф}}$ сублинейно увеличивается с ростом h . Также для всех толщин $\delta_{\text{эфф}}$ в результате отжига увеличивается, причем увеличение это тем больше, чем меньше h . Первый факт можно

объяснить уменьшением площади межзеренных границ, обусловленным увеличением латеральных размеров зерен с ростом h . По той же причине рост обычных и вторичных зерен в процессе отжига приводит для всех h к увеличению $\delta_{\text{эф}}$. Рост разности значений $\delta_{\text{эф}}$ до и после отжига с уменьшением h может быть объяснен теми же причинами, что и аналогичное улучшение текстуры. Выше уже указывалось, что средний латеральный размер и суммарная занимаемая площадь вторичных зерен увеличиваются с уменьшением h . При $h = 20$ нм площадь, занимаемая вторичными зернами, примерно равна площади, занимаемой обычными зернами, а средний латеральный размер вторичных зерен примерно на порядок больше такового для обычных зерен. При этом средний латеральный размер обычных зерен, как и до отжига, уменьшается с уменьшением h . Несмотря на последний факт, можно предположить, что из-за увеличения размеров вторичных зерен при уменьшении h суммарная площадь межзеренных границ уменьшается в результате отжига тем больше, чем меньше h , что приведет к увеличению разности значений $\delta_{\text{эф}}$ до и после отжига с уменьшением h .

Обращает на себя внимание факт значительного (десятьки процентов) увеличения $\delta_{\text{эф}}$ с ростом h или в результате отжига. Существенные изменения δ при небольших изменениях размеров зерен являются, однако, типичными для нанокристаллических материалов [26, 27, 45].

Заключение

Таким образом, в данной работе было определено влияние толщины h пленки Pt на изменение параметров ее микроструктуры и кристаллической текстуры в результате отжига в вакууме в режиме 500 °С/60 мин. Для диапазона $h = 20\text{--}80$ нм были найдены следующие закономерности. Скорость нормального роста зерен не зависит от h , а средний латеральный размер обычных зерен, так же как и исходных зерен, увеличивается с ростом h линейно. Скорость аномального роста, в согласии с теорией, увеличивается с уменьшением h и начинает заметно превосходить скорость нормального роста при $h \sim 40$ нм. В результате распределение латеральных размеров зерен при $h = 20\text{--}40$ нм становится бимодальным, а средний латеральный размер вторичных зерен увеличивается с уменьшением h .

Найдено, что распределения латеральных размеров исходных, обычных и вторичных зерен являются логнормальными. Для всех исходных пленок отжиг приводит к увеличению размеров ОКР и уменьшению микродеформаций. Также было найдено, что отжиг приводит к уменьшению параметра остроты текстуры $\Delta\omega_{\text{эф}}$ и увеличению $\delta_{\text{эф}}$ для всех h , причем улучшение качества текстуры и увеличение доли кристаллической фазы тем сильнее, чем меньше h . Эти результаты объяснены увеличением скорости роста вторичных зерен при уменьшении толщины пленки. Параметр $\delta_{\text{эф}}$ вычислялся с помощью кривых качания по предложенной в данной работе методике, применимой к текстурированным пленкам.

Работа выполнена в рамках Государственного задания ФТИАН им. К.А. Валиева Минобрнауки России.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Izyumskaya N., Alivov Y.-I., Cho S.-J., Morcos H., Lee H., Kang Y.-S.* Processing, structure, properties, and applications of PZT thin films // *Crit. Rev. Solid State.* 2007. Vol. 32. P. 111–202.
2. *Воротилов К.А., Жигалина О.М., Васильев В.А., Сигов А.С.* Особенности формирования кристаллической структуры цирконата-титаната свинца в системах Si–SiO₂–Ti(TiO₂)–Pt–Pb(Zr_xTi_{1-x})O₃ // *ФТТ.* 2009. Т. 51. № 7. С. 1268–1271.
3. *Chateigner D., Wenk H.-R., Patel A., Todd M., Barber D.J.* Analysis of preferred orientations in PST and PZT thin films on various substrates // *Int. Ferroelect.* 1998. Vol. 19. P. 121–140.
4. *Potrepka D.M., Fox G.R., Sanchez L.M., Polcawich R.G.* Pt/SiO₂ growth templates for enhanced PZT films and MEMS Devices // *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* 2011. Vol. 1299. P. 67–72.
5. *Silva J.P.B., Sekhar K.C., Almeida A., Agostinho Moreira J., Martin-Sanchez J.* et al. Effect of Pt bottom electrode texture selection on the tetragonality and physical properties of Ba_{0.8}Sr_{0.2}TiO₃ thin films produced by pulsed laser deposition // *J. Appl. Phys.* 2012. Vol. 112. P. 044105.
6. *Mirica E., Kowach G., Evans P., Du H.* Morphological evolution of ZnO thin films deposited by reactive sputtering // *Cryst. Growth. Design.* 2004. Vol. 4. P. 147–156.
7. *Lin R.-C., Kao K.-S., Cheng C.-C., Chen Y.-C.* Deposition and structural properties of RF magnetron-sputtered ZnO thin films on Pt/Ti/SiN_x/Si substrate for FBAR device // *Thin Solid Films.* 2008. Vol. 516. P. 5262–5265.
8. *Caliendo C., Massimiliano Latino P.* Characterization of Pt/AlN/Pt-based structures for high temperature, microwave electroacoustic devices applications // *Thin Solid Films.* 2011. Vol. 519. P. 6326–6329.
9. *Matsumiya M., Shin W., Izu N., Murayama N.* Nano-structured thin-film Pt catalyst for thermoelectric hydrogen gas sensor // *Sens. Act. B.* 2003. Vol. 93. P. 309–315.
10. *Ali M., Cimalla V., Lebedev V., Romanusa H., Tilak V.* et al. Pt/GaN Schottky diodes for hydrogen gas sensors // *Sens. Act. B.* 2006. Vol. 113. P. 797–804.
11. *Huang Z., Zhou W., Tang X.* Effects of annealing time on infrared emissivity of the Pt film grown on Ni alloy // *Appl. Surf. Sci.* 2010. Vol. 256. P. 2025–2030.
12. *Resnik D., Vrtacnik D., Mozek M., Pecar B., Amon S.* Experimental study of heat-treated thin film Ti/Pt heater and temperature sensor properties on a Si microfluidic platform // *J. Micromech. Microeng.* 2011. Vol. 21. P. 025025.
13. *Thompson C.V.* Secondary grain growth in thin films of semiconductors: Theoretical aspects // *J. Appl. Phys.* 1985. Vol. 58. P. 763–772.
14. *Wong C.C., Smith H.I., Thompson C.V.* Surface-energy-driven secondary grain growth in thin Au films // *Appl. Phys. Lett.* 1986. Vol. 48. P. 335–337.
15. *Gruber W., Baetz C., Horisberger M., Ratschinski I., Schmidt H.* Microstructure and strain relaxation in thin nanocrystalline platinum films produced via different sputtering techniques // *Appl. Surf. Sci.* 2016. Vol. 368. P. 341–347.
16. *Ruffino F., Grimaldi M.G., Bongiorno C., Giannazzo F., Roccaforte F., Raineri V., Spinella C.* Normal and abnormal grain growth in nanostructured gold film // *J. Appl. Phys.* 2009. Vol. 105. P. 054311.
17. *Brongersma S.H., Richard E., Vervoort I., Bender H., Vandervorst W.* et al. Two-step room temperature grain growth in electroplated copper // *J. Appl. Phys.* 1999. Vol. 86. P. 3642–3645.
18. *Ling C., Gross M.E., Brown W.L.* Texture development of blanket electroplated copper films // *J. Appl. Phys.* 2000. Vol. 87. P. 2232–2236.
19. Платина, ее сплавы и композиционные материалы / Под ред. Е.В. Васильевой. М.: Металлургия, 1980. 296 с.
20. *Dannenbergh R., Stach E.A., Groza J.R., Dresser B.J.* In-situ TEM observations of abnormal grain growth, coarsening, and substrate de-wetting in nanocrystalline Ag thin films // *Thin Solid Films.* 2000. Vol. 370. P. 54–62.
21. *Briand D., Heimgartner S., Leboeuf M., Dadras M., de Rooij N.F.* Processing influence on the reliability of platinum thin films for MEMS applications // *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 2002. Vol. 729. U2.5.

22. *Dai C.-L., Xiao F.-Y., Lee C.-Y., Cheng Y.-C., Chang P.-Z., Chang S.-H.* Thermal effects in PZT: diffusion of titanium and recrystallization of platinum // *Mater. Sci. Eng. A.* 2004. Vol. 384. P. 57–63.
23. *Keblinski P., Wolf D., Phillpot S.R., Gleiter H.* Structure of grain boundaries in nanocrystalline palladium by molecular dynamics simulation // *Scripta Mater.* 1999. Vol. 41. P. 631–636.
24. *Malek M.F., Mamat M.H., Khusaimi Z., Sahdan M.Z., Musa M.Z.* et al. Sonicated sol-gel preparation of nanoparticulate ZnO films with various deposition speeds: The highly preferred c-axis (002) orientation enhances the final properties // *J. Alloys and Compounds.* 2014. Vol. 582. P. 12–21.
25. *Ho M.-Y., Gong H., Wilk G.D., Busch B.W., Green M.L.* et al. Morphology and crystallization kinetics in HfO₂ thin films grown by atomic layer deposition // *J. Appl. Phys.* 2003. Vol. 93. P. 1477–1481.
26. *Heiroth S., Frison R., Rupp J.L.M., Lippert T., Meier E.J.B.* et al. Crystallization and grain growth characteristics of yttria-stabilized zirconia thin films grown by pulsed laser deposition // *Solid State Ionics.* 2011. Vol. 191. P. 12–23.
27. *Palumbo G., Thorne S.J., Aust K.T.* On the contribution of triple junctions the structure and properties of nanocrystalline materials // *Scr. Metall. Mater.* 1990. Vol. 24. P. 1347–1350.
28. *Yamasaki T.* High strength nanocrystalline Ni-W alloys produced by electrodeposition and their embrittlement behaviors during grain growth // *Scripta Mater.* 2001. Vol. 44. P. 1497–1502.
29. *Roebben G., Sarbu C., Lubec T., van der Biest O.* Quantitative determination of the volume fraction of intergranular amorphous phase in sintered silicon nitride // *Mat. Sci. Eng. A.* 2004. Vol. 370. P. 453–458.
30. *Cullity B.D.* Elements of X-ray diffraction. Addison-Wesley Publishing Company, Inc., 1956. 525 p.
31. *Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Распоргуев Л.Н.* Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. М.: Металлургия, 1982. 632 с.
32. *Yu H.Z., Thompson C.V.* Grain growth and complex stress evolution during Volmer–Weber growth of polycrystalline thin films // *Acta Materialia.* 2014. Vol. 67. P. 189–198.
33. *Jeffries J.H., Zuo J.-K., Craig M.M.* Instability of kinetic roughening in sputter-deposition growth of Pt on glass // *Phys. Rev. Lett.* 1996. Vol. 76. P. 4931–4934.
34. *Salvadori M.C., Melo L.L., Cattani M., Monteiro O.R., Brown I.G.* Measurement of critical exponents of platinum thin films // *Surf. Rev. Lett.* 2003. Vol. 10. P. 1–5.
35. *Salvadori M.C., Brown I.G., Vaz A.R., Melo L.L., Cattani M.* Measurement of the elastic modulus of nanostructured gold and platinum thin films // *Phys. Rev. B.* 2003. Vol. 67. P. 153404.
36. *Ruland W.* The separation of line broadening effects by means of line-width relations // *J. Appl. Cryst.* 1968. Vol. 1. P. 90–101.
37. *Schoening F.R.L.* Strain and particle size values from X-ray line breadths // *Acta Cryst.* 1965. Vol. 18. P. 975–976.
38. *Schulz L.G.* Determination of preferred orientation in flat transmission samples using a Geiger counter X-ray spectrometer // *J. Appl. Phys.* 1949. Vol. 20. P. 1030–1033.
39. *Физические величины. Справочник / Под ред. И.С. Григорьева, Е.З. Мейлихова.* М.: Энергоатомиздат, 1991. 1232 с.
40. *Fox A.J., Drawl B., Fox G.R., Gibbons B.J., Trolrier-McKinstry S.* Control of crystallographic texture and surface morphology of Pt/TiO₂ templates for enhanced PZT thin film texture // *IEEE Trans. on UFFC.* 2015. Vol. 62. P. 56–61.
41. *Martin F., Muralt P., Dubois M.-A., Pezous A.* Thickness dependence of the properties of highly c-axis textured AlN thin films // *J. Vac. Sci. Technol. A.* 2004. Vol. 22. N 2. P. 361–365.
42. *Petrov I., Barna P.B., Hultman L., Greene J.E.* Microstructural evolution during film growth // *J. Vac. Sci. Technol. A.* 2003. Vol. 21. P. S117–S128.
43. *Kuru Y., Welzel U., Mittemeijer E.J.* Coexistence of colossal stress and texture gradients in sputter deposited nanocrystalline ultra-thin metal films // *Appl. Phys. Lett.* 2014. Vol. 105. P. 221902.
44. *Селюков Р.В., Наумов В.В., Васильев С.В.* Влияние толщины пленки Pt на процессы роста зерен при ее отжиге // *ЖТФ.* 2018. Т. 88, вып. 6. С. 926–933.
45. *Wei Y., Su C., Anand L.* A computational study of the mechanical behavior of nanocrystalline fcc metals // *Acta Mater.* 2006. Vol. 54. P. 3177–3190.