Pokiaľ je autorom známe, priebeh takto definovanej funkcie nebol detailne študovaný. Táto práca je príspevkom k riešeniu formulovanej úlohy.

Priebeh funkcie (2) bol študovaný na textúrnom difraktometri Siemens D5000. Primárny lúč bol formovaný kolimátorom s priemerom 0,8 mm. Na sekundárnej strane bol inštalovaný zakrivený grafitový monochromátor. Použili sme 23 difrakcií práškového preparátu LaB₆ v rozsahu uhlov 20, <21° - 149°>. Každá difrakcia bola nasnímkovaná pri siedmich uhloch náklonu vzorky χ: 2°, 5°, 15°, 30°, 45°, 60°, 75°. Tým sme získali 161 bodov pre zkonštruovanie priestorovej plochy, reprezentujúcej funkciu (2). Výsledky sú znázornené na obr. 1. Body v A - časti obrázku sú získané fitovaním experimentálne zmeraných profilov difrakcií za použitia modifikovanej Lorentzovskej funkcie pomocou programu ZDS [1]. Ako parameter každej krivky vystupuje uhol náklonu χ. Za účelom zhladenia týchto kriviek sme cez body preložili polynómy druhého stupňa. Zobrazené sú v časti B. Zosieťovaním sme potom získali priestorovú plochu znázornenú v časti С.

Ako vidieť z jednotlivých grafov, hodnoty FWHM sú z intervalu <0.2° \div 0.7°>. Porovnanie týchto hodnôt s difrakciami meranými na tenkých vrstvách, ako aj s difrakciami získanými z monokryštálových podložiek nás vedie k záveru, že krivky získané z LaB₆ majú príliš vysoké hodnoty FWHM a nepredstavujú skutočnú prístrojovú funkciu. Predpokladáme, že okrem defokusačného vplyvu uplatňujúceho sa pri náklonoch vzorky sa prejavuje aj vplyv drsnosti povrchu práškového preparátu LaB₆. Podrobné porovnanie s údajmi získanými na difrakciách z tenkých vrstiev a z monokryštálov bude publikované na inom mieste.

Táto práca bola podporovaná grantovou agentúrou VEGA (project No. 2/6057/99) a grantom Európskej komisie (project INCO COPERNICUS IC15-CT96-0735).

Citácie

1. P. Ondruš, ZDS: Software pro analýzu rtg práškových difrakčních záznamu (1993)

Microstructural study of epitaxial CeO₂ film deposited on saphire single crystal substrate

ŠTÚDIUM MIKROŠTRUKTÚRY EPITAXNEJ CEO₂ VRSTVY DEPONOVANEJ NA ZAFÍROVEJ MONOKRYŠTÁLOVEJ PODLOŽKE

D. Machajdík¹, K. Fröhlich¹, A. Pevala¹, F. Weiss², A. Figueras³

¹Elektrotechnický ústav SAV, Dúbravská cesta 9, 842 39 Bratislava, Slovensko ²LMGP, ENSPG, BP46, 38402 Saint Martin d'Heres, France ³Institut de Ciencia de Materials, CSIC, 08193 Bellaterra, Barcelona, Spain

Abstract

The thin epitaxial CeO₂ layer deposited on R-plane cut sapphire monocrystal was studied using ω - scans at selected diffractions. The extremely narrow peak superimposed onto the standard ω - scan has been observed. The nature of this peak is analysed, and conclusions regarding to the microstructure and morphology of CeO₂ layer are drawn.

Keywords: epitaxial layer, ω-scan, preferred orientation, R-plane, mosaicity

V období uplynulých niekoľkých rokov sa na oxid céričitý sústredila pozornosť z hľadiska jeho využitia v katalýze, ale najmä v technológii prípravy tenkých vrstiev. Tenké epitaxné CeO₂ vrstvy sa využívajú ako bufferové vrstvy medzi zafírovou monokryštálovou podložkou, ktorej povrch je tvorený R rovinou a tenkou supravodivou vrstvou YBa₂Cu₃O_{7-x}. CeO₂ vrstva zastavuje difúziu medzi zafírom a supravodivou vrstvičkou a tiež umožňuje rast vysoko kvalitnej epitaxnej supravodivej vrstvy.

Jeden z dôležitých parametrov pri posudzovaní mikroštruktúry tenkých epitaxných vrstiev je stupeň

prednostnej orientácie kryštalitov. Pre posúdenie tohoto parametra sa využívajú ω scany. Na ω scanoch zmeraných na vybranej difrakcii CeO₂ sa pomerne často objavuje extrémne úzke maximum, ktoré je naložené na štandardný tvar ω scanu. Tento experimentalny fakt je možné interpretovať ako mimoriadne vysokú kvalitu prednostnej orientácie v časti tenkej CeO₂ vrstvy - bez mozaičnosti [1], [2].

Prítomnosť úzkeho maxima môže byť spôsobená aj nedostatočnou monochromatičnosťou rtg lúča. Úzke maximum je v takom prípade príspevkom, ktorý je generovaný monokryštálovou podložkou. Vzniká difrakciou časti žiarenia s inou vlnovou dĺžkou ako je charakteristická vlnová dĺžka anódy, na systéme kryštalografických rovín podložky rovnobežných s povrchom vzorky. V takom prípade treba o scan interpretovať ako vzájomné naloženie dvoch ω scanov - jednoho od vrstvy a jednoho od monokryštálovej podložky. Problém rozlíšenia medzi prípadom, keď je úzke maximum generované z monokryštálovej podložky a prípadom, keď je príspevkom z tenkej vrstvy je riešený v práci [3]. Na obr.1 je zobrazený typický tvar takého ω scanu - krivka a; veľkosť príspevku od monokryštálovej podložky - b; difrakcia 002 na ktorej bol ω scan meraný - vložený obrázok.





Pri vhodných technologických parametroch depozície časť CeO₂ vrstvy má vlastnosti porovnateľné s monokryštálom. Na ω scane sa to prejavuje v tom, že FWHM úzkeho maxima je totožná s ω scanom získaným meraním na kvalitnom monokryštáli. Predstavuje teda prístrojovú rozlišovaciu funkciu.

Kvalita prednostnej orientácie časti vrstvy prekonáva kvalitu prednostnej orientácie v polovodičových vrstvách. Na obr. 2 je vzájomné porovnanie ω scanov meraných na monokryštáli GaAs (prístrojová rozlišovacia funkcia), na vrstve CeO₂ a na troch tenkých epitaxných vrstvách InGaAs deponovaných na podložke GaAs. Tri polovodičové vrstvy sa navzájom líšia veľkosťou misfitu $\Delta a/a$, kde *a* je mriežkový parameter. Číselné údaje sú uvedené v legende obrázku. Z týchto údajov, ako aj z ich grafického zobrazenia je zrejmé, že hodnoty FWHM všetkých troch polovodičových vrstiev majú vzrastajúci trend v závislosti od narastania misfitu a sú vo všetkých troch prípadoch váčšie, ako je prístrojová funkcia. Hodnota FWHM pre CeO₂ vrstvu je identická s rozlišovacou prístrojovou funkciou zmeranou na kryštáli GaAs a je teda výrazne menšia, ako hodnoty pre tri polovodičové vrstvy. Tento jav je prekvapujúci, pretože na rozdiel od polovodičových vrstiev, ktoré sú typické nízkou hodnotou misfitu, misfit CeO₂ vrstvy oproti R-rovine zafiru má veľmi vysokú hodnotu.

V percentuálnom vyjadrení, dokonalá časť vrstvy obyčajne predstavuje 10-80% z celkového objemu tenkej vrstvy. Tento pomer sa dá zistiť zo vzájomného pomeru plôch širokého a úzkeho maxima na ω scane. Dá sa vysledovať závislosť poklesu objemu dokonalej časti vrstvy so vzrastom celkovej hrúbky vrstvy. Táto závislosť môže byť silne modifikovaná zmenou kvality podložky. Výraznejší pokles percentuálneho zastúpenia dokonalej časti vrstvy, ktorá je reprezentovaná úzkym maximom je zretelný najmä pri hrúbkach vrstvičky nad 100 nm.

Pri analýze tvarov ω scanov sme pozorovali dva rôzne typy. Znázornené sú na obr.3. Jeden je charakteristický superpozíciou dvoch diskrétnych maxím úzkeho a širokého- krivka a na obr.3., zatiaľ čo druhý plynule prechádzal zo širokej do úzkej časti - krivka b na obr.3. Podrobnejší rozbor ukázal, že tieto rozdiely sú kontrolované mozaičnosťou monokryštálovej podložky. Na kvalitnejších podložkách ktoré boli bez mozaicity sme z vrstiev získavali
 ω scany typu a. Ak sa v podložkách zistila výraznejšia mozaicita ω scan bol typu **b**. Je zrejmé, že vysoká kvalita monokryštálu použitého ako podložka je jedným z kľúčových parametrov kontrolujúcich rozorientovanie kryštalitov v tenkej vrstve. Tenká vrstva napriek svojmu veľkému misfitu voči R rovine zafíru zrejme kopíruje smer rastu a mozaičnosť monokryštálovej podložky.



Obr. 2

Na základe analýzy Laueho satelitných maxím difrakcie 002 z vrstiev rôznej hrúbky sme urobili záver že hrúbka dokonalej časti vrstvy a štandartnej časti je rovnaká. Z toho vyplynul dôsledok, že vrstva má pravdepodobne stĺpikovú morfológiu. Neočakávané potvrdenie tohoto záveru sme získali z AFM snímkov týchto vrstiev. Typická morfológia je zobrazená na obr.4. Veľmi zretelne sa potvrdila stĺpiková morfológia. Granule viditeľné na povrchu vrstvy môžu byť vrcholy stĺpikov. Predpokladáme, že časť týchto stĺpikov by potom bola čiastočne rozorientovaná a tvorila by štandardnú širšiu časť ω scanu a časť stĺpikov je priestorove identicky zorientovaná a na ω scane generuje úzke maximum.

Táto práca bola podporovaná grantovou agentúrou VEGA (project No. 2/6057/99) a grantom Europskej komisie (project INCO COPERNICUS IC15-CT96-0735).

Citácie

- A.G. Zaitsev, G. Ockenfuss, D. Guggi & R. Wördenweber, J.Appl.Phys. 81 (1997) 3069-3072.
- X. Castel, M. Guilloux-Viry, A. Perrin, J. Lesueur & F. Lalu, J. Cryst. Growth 187 (1998), 211-220.
- D. Machajdík, A. Pevala, A. Rosová, K. Fröhlich, J. Šouc, F. Weiss & A. Figueras, J. Appl. Cryst. 32 (1999) 736-743.





Obr. 4