

## Optical reflection of X-rays and its use for study of structure and thermal stability of thin films

# OPTICKÁ REFLEXE RENTGENOVÉHO ZÁŘENÍ A JEJÍ POUŽITÍ PŘI STUDIU STRUKTURY A TEPLOTNÍ STABILITY VRSTEV

Zdeněk Bochníček

Katedra obecné fyziky, Přírodovědecká fakulta MU, Brno, Kotlářská 2, 611 37, Brno

### Keywords:

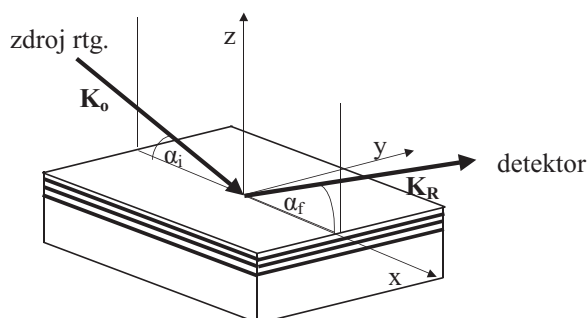
X-ray reflectivity (XRR), interdiffusion, multilayers

### Abstract

A method of optical reflection of x-rays is briefly described. An individual features of x-ray reflection are mentioned and interpreted. The role of x-ray reflection for the study of thermal stability and interdiffusion in layered systems is discussed. The experimental results on C-N/Ti-N and Nb/Si multilayers is shown and commented.

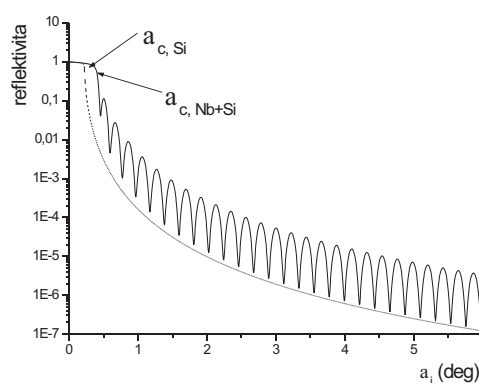
Optická reflexe rentgenového záření je experimentální metoda založená na rozptylu záření v blízkosti oblasti totálního odrazu na rozhraní, tedy při velmi malých úhlech dopadu a rozptylu. Na rozdíl od klasické difrakce na krystalických strukturách optická reflexe je na krystalickou stavbu necitlivá a odražená vlna nese informaci pouze o rozložení středované elektronové hustoty. Metoda je tedy použitelná i pro amorfni vrstvy, přitom vrstvy samotné jsou z pohledu rentgenové reflexe homogenní a odražená vlna je dána jen polohou a strukturou rozhraní elektronových hustot. Detailní popis teorie rtg. reflexe lze najít v [1].

Experimentální uspořádání metody je na obr. 1. Kolidovaný úzký svazek rtg záření vlnovým vektorem  $\mathbf{K}_0$  dopadá pod velmi malým úhlem  $\alpha_i$  (jednotky stupňů) na povrch vzorku. Odražený svazek  $\mathbf{K}_r$  dopadá do detektoru pod úhlem  $\alpha_f$ . Volba malého úhlu dopadu je podstatná ze dvou důvodů: jen při malých úhlech je odrazivost rozhraní dostatečná a současně při těchto úhlech je hloubka vniku rtg záření do materiálu velmi malá, což zajišťuje vynikající citlivost metody k ultratenkým povrchovým strukturám.

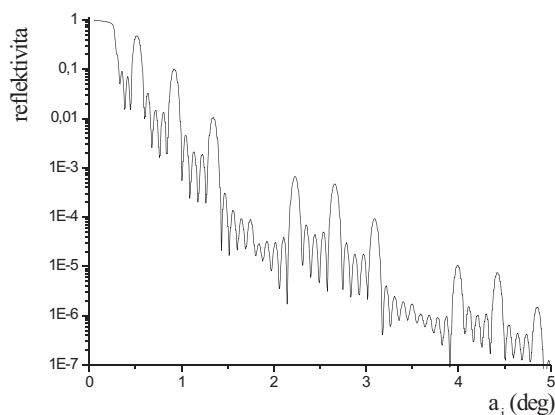


Obr 1. Geometrické uspořádání optické reflexe rtg záření

Je zřejmé, že intenzita odraženého svazku je nejvyšší ve směru zrcadlového, tzv. spekulárního odrazu, kdy  $\alpha_f = \alpha_i$ . Díky nehomogenitám struktury, typicky drsnosti rozhraní, se však rtg záření po odrazu difúzně rozptýluje a šíří se i do jiných směrů. Zvláštní význam má rozptyl záření



(a)

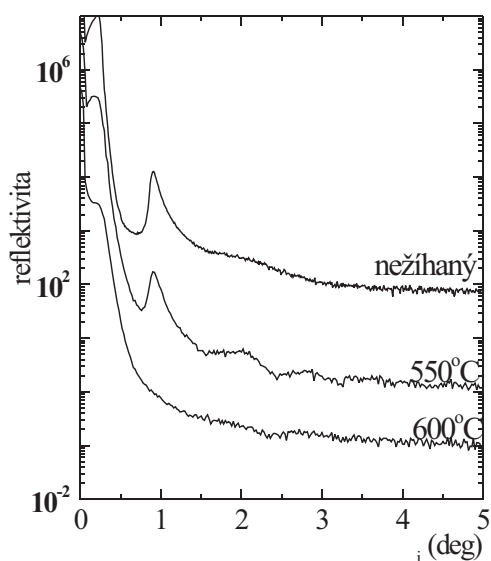


(b)

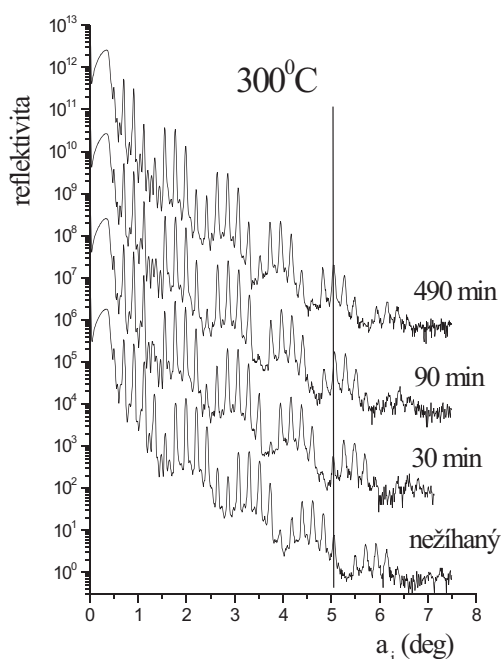
Obr. 2. (a) Závislost spekulární reflektivity pro čistý povrch Si (čárkovaná čára) resp. 20 nm vrstvu Nb na Si (plná čára). (b) Reflektivita multivrstvy Nb/Si.

mimo rovinu dopadu. Ten je využíván metodou zvanou GISAXS (Grazing Incidence Small Angle Scattering), která slouží zejména pro studium laterálních struktur v povrchové oblasti, například kvantových teček. Intenzita záření rozptýleného mimo roviny dopadu však bývá velmi malá, takže tyto experimenty jsou prakticky omezeny pouze na synchrotronové zdroje rtg záření.

Na obr. 2a je příklad typické závislosti spekulární reflektivity (intenzity odraženého záření dělené intenzitou dopadajícího svazku) na úhlu dopadu  $\alpha_i$  čistého dokonale hladkého povrchu Si (čárkovaná čára) a vrstvy niobu tloušťky 20 nm (plná čára). Pro velmi malé úhly je reflektivita rovna jedné, což odpovídá totálnímu odrazu na



(a)



(b)

**Obr. 3.** (a) Reflektivita multivrstvy C-N/Ti-N po žihání 30 min na uvedených teplotách. (b) Žihání multivrstvy Nb/Si při teplotě 300°C.

povrchu. Od mezního úhlu pak reflektivita prudce klesá, v případě Nb vrstvy je pokles modulován oscilacemi, které jsou důsledkem interference na vrstvě. Pro úhlovou polohu  $m$ -tého interferenčního maxima  $\alpha_m$  platí vztah

$$2t \sqrt{\sin^2 \alpha_m - \sin^2 \alpha_c} = m \lambda$$

kde  $\alpha_c$  je mezní úhel totálního odrazu a  $t$  tloušťka vrstvy.

Obr. 2b pak znázorňuje spekulární reflektivitu na periodické multivrstvě Nb/Si. Zde můžeme vidět všechny typické rysy, vypovídající o struktuře multivrstvy.

1. Vysoká úzká maxima tzv. Braggovská maxima, jejichž poloha je dána periodou multivrstvy.
2. Malé oscilace, tzv. Kiessigovy proužky, jejichž perioda souvisí s celkovou tloušťkou struktury. Protože celková tloušťka multivrstvy je  $n$  násobkem periody (kde  $n$  je počet period), je perioda malých oscilací  $N$ -krát menší. Mezi dvěma Braggovskými maximy je tak vždy  $N-2$  Kiessigových proužků.
3. Modulace výšek Braggovských maxim (na obr. 2b každé 4. maximum vyhasíná). Tato modulace souvisí s vnitřní strukturou v rámci každé periody, odpovídá tedy strukturnímu faktoru, jak jej známe z teorie difrakce. Platí jednoduché pravidlo: je-li poměr tloušťek vrstev v periodě  $n/m$ , pak vyhasíná právě každé  $m+n$ -té Braggovské maximum. Multivrstva z obr. 2b tedy má poměr tloušťek  $d_{\text{Nb}}/d_{\text{Si}}$  v poměru

1/3.

Tvar reflexní křivky je také podstatně ovlivněn drsností rozhraní a jejich „ostrotí“, tj. strmostí změny elektronové hustoty na rozhraní. Oba efekty ovlivní rychlost poklesu reflektivitu pro větší úhly dopadu.

Rentgenová reflexe má výsadní postavení při studiu difúze s extrémně malými difúzními koeficienty. Při měření na vrstevnatých systémech je možné určit efektivní difúzní koeficient v řádu  $10^{-27} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ , což je hodnota o několik řádů nižší než v pro jiné experimentální metody [2].

Na obr. 3a je ukázka vývoje reflexní křivky při žihání krátkoperiodické vrstvy C-N/Ti-N na vzduchu při postupně se zvyšující teplotě vždy po dobu 30 min. Je zcela zřetelné, že struktura zůstává zachována až do teploty 550°C. Při žihání na vyšší teplotě však dochází k její úplné destrukci.

Zajímavější výsledky poskytl žihání amorfni multivrstvy NbSi při teplotách do 350°C (viz obr 3b) [3]. Zde při žihání nedochází k rozdifundování rozhraní, protože intenzita Braggovských maxim ani při vyšších úhlech dopadu neklesá. Interdifuzí se pouze mění poměr tloušťek složek Nb a Si ovšem tak, že celková perioda zůstává zachována.

1. V. Holý, U. Pietsch, T. Baubach: High-Resolution X-Ray Scattering from Thin Films and Multilayers. Berlin, Heidelberg, New York 1999. Springer-Verlag.
2. A. L. Greer: Diffusion in Artificially Modulated Thin Films. In Diffusion Phenomena. In Thin Films and Microelectronic Materials, Edited. by D. Gupta and P. S. Hoy, New Jersey 1988.
3. Z. Bochníček, I. Vávra, *Materials Letters*, 45 (2000) 120-124.