

Určování tloušťky polykrystalické tenké vrstvy metodami rtg. reflexe, difrakce a fluorescence

S. Daniš¹, Z. Matěj¹, L. Matějová², M. Krupka³

¹Katedra fyziky kondenzovaných látek, Matematicko fyzikální fakulta UK, Ke Karlovu 5, Praha

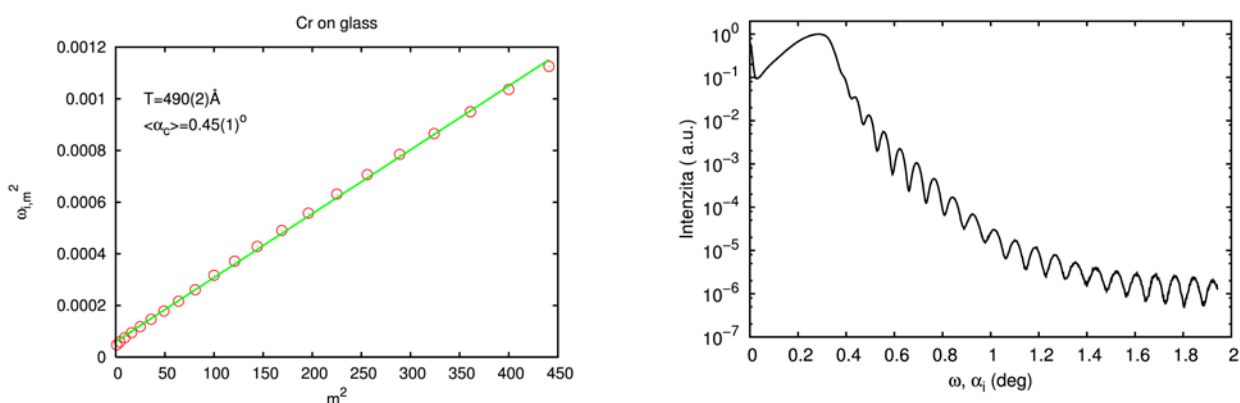
²Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava, tř. 17.listopadu, Ostrava - Poruba

³PCS s.r.o., Na Dvorcích 18, Praha

V laboratorní praxi se běžně setkáváme s problémem určení tloušťky tenké vrstvy. Metoda první volby je zde rtg. reflektivita (XRR), která v případě jedné vrstvy vede ke snadnému určení její tloušťky T (např. [1]):

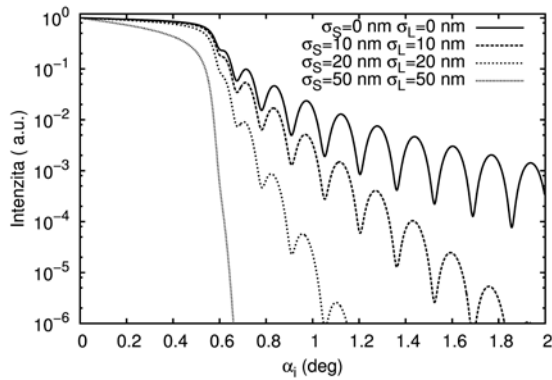
$$\alpha_{im}^2 - \alpha_c^2 = m^2 (\lambda / (2T))^2 \quad (1)$$

kde α_{im} je úhel dopadu odpovídající m -tému maximu tloušťkových oscilací, m je index oscilace, λ je vlnová délka použitého záření a T hledaná tloušťka vrstvy.

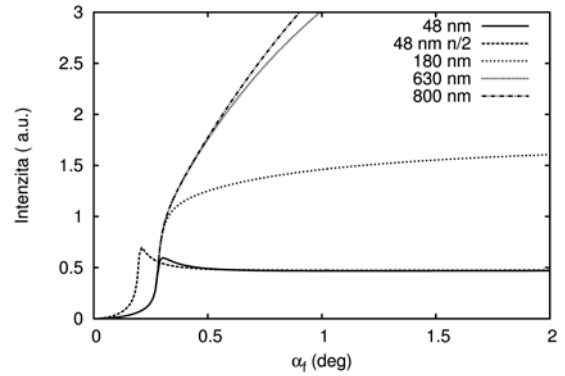


Obr.1. Záznam rtg.reflektivity pro tenkou vrstvu chromu na skle (vlevo), vpravo určení tloušťky vrstvy pomocí (1).

Je-li však povrch vrstvy drsný, je aplikace výše uvedeného postupu prakticky nemožná neboť vlivem nárůstu difuzního rozptylu strmě klesá intenzita spekulárně odraženého záření. Jsme schopni nanejvýše odhadnout hodnotu kritického úhlu α_c , viz obr.2.



Obr. 2. Pokles intenzity reflektovaného rtg.záření vlivem drsnosti vrstvy (σ_L) a substrátu a (σ_S). U polykrystalických vrstev může střední drsnost nabývat hodnot i desítek nm, což vede až k potlačení tloušťkových oscilací.

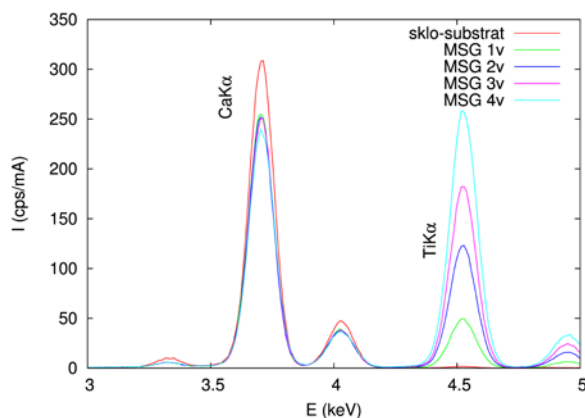


Obr. 3. Simulovaná integrální intenzita difrakční linie 101 anatasu pro různé tloušťky v GE geometrii. Pro tloušťku 48nm jsou spočtené dvě křivky, druhá s poloviční hodnotou indexu lomu, resp. hustotou.

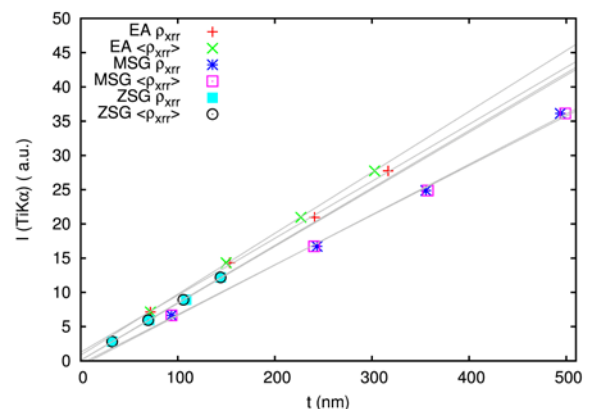
Další metodou, která nám může pomoci určit tloušťku tenké vrstvy je rtg.difrakce. Je nutné mít materiál tenké vrstvy krystalický, což je oproti metodě rentgenové reflexe jisté omezení. Podobně jako v případě rtg.reflektivity i zde musíme použít malé úhly dopadu nebo odrazu abychom ozářili co největší objem vrstvy.

V literatuře se metody používající tečný dopad rtg.záření (grazing incidence, GI) popisují například v [2] a [3], ikdyž nejsou primárně určeny ke zjištění tloušťky vrstvy. Intenzity difraktovaného záření jsou počítány pomocí teorie DBWA. V případě použití synchrotronového záření je možné například určit velikosti nanočástic v tenké vrstvě, popřípadě zjistit drsnosti rozhraní [2]. Metoda GI má určitou nevýhodu – vlivem tečného dopadu je primární svazek “rozmažán” na velké ploše a může se stát, že pro určité úhly dopadu je ozářená plocha větší, než plocha zkoumaného vzorku.

Tuto nevýhodu odstraňuje metoda využívající tečný odchod difraktovaného záření (grazing exit, GE), popsána autory v [4]. Tato metoda umožňuje určit tloušťku tenké vrstvy a také index lomu, z něhož lze odhadnout hustotu (“porozitu”) materiálu vrstvy. Vliv tloušťky tenké vrstvy a její hustoty (porozity) je ukázán na obrázku 3, kde lze pozorovat zřetelný posun intenzity difrakční linie v závislosti na úhlu výstupu



Obr. 4. Změna intenzit spektrálních linií CaKa (skleněný substrát) a TiKa (vrstva) v závislosti na tloušťce tenké vrstvy (1v je nejtenčí, 4v nejtlustší).



Obr. 5. Porovnání tloušťek tenkých vrstev metodou XRR a XRF. Z XRR byla určena hustota vrstvy (z indexu lomu) a z XRF pak určena tloušťka. Vlivem různé porozity (hustoty) třech různých typů vrstev je pro každou sérii tloušťková závislost intenzity spektrální linie TiKa různá.

vlivem změny hustoty.

Třetí metodou, kterou lze použít ke zjištění tloušťky tenké vrstvy (nebo její hustoty) je metoda rtg. fluorescence (XRF). Pro určení tloušťky lze použít zeslabení intenzity vybuzené spektrální linie prvku substrátu nebo naopak nárůst intenzity spektrálních linií prvků tenké vrstvy. Pokud není známa tloušťka tenké vrstvy, je možné určit z intenzit spektrálních čar její plošnou hustotu (například v mg/cm^2) a poté, ze znalosti skutečné hustoty (například z rtg.reflektivity), zjistit tloušťku.

Na obrázku 4 jsou uvedeny spektrální záznamy pro substrát (Na-Ca sklo) a čtyři vzorky tenké vrstvy TiO_2 různé tloušťky. Nejmenší tloušťka odpovídá vzorku označenému 1v, největší v4. Je patrný pokles intenzity spektrální linie $\text{CaK}\alpha$ (substrát) vlivem absorpce v tenké vrstvě a nárůst intenzity spektrální linie $\text{TiK}\alpha$ (vrstva).

Pro stanovení tloušťky je potřeba zjistit skutečnou hustotu, například metodou rtg.reflektivity (z hodnoty kritického úhlu) nebo difrakce (z posunu polohy difrakční linie vlivem refrakce).

[1] U.Pietsch, V.Holý, T.Baubach, High-Resolution X-Ray Scattering, Springer 2004

[2] P.F.Fewster, N.L.Andrew, V.Holý, K.Barmak, Phys.Rev. **B72** (2005), 174105

[3] D.Simeone, G.Baldinozzi, D.Gosset, G.Zalczer, J.-F.Béarar, J.Appl. Cryst. (2011).**44**, 1205-1210,

[4] Z.Matěj, L.Nichtová, R.Kužel, Z.Kristalogr.Suppl. **30** (2009) 157-162