

Исследование двумерных и квазидвумерных инвертированных опалоподобных структур методами GISAXS и атомно-силовой микроскопии

И. С. Дубицкий, Н. А. Григорьева, А. А. Мистонов, И. С. Шишкин, С. В. Григорьев



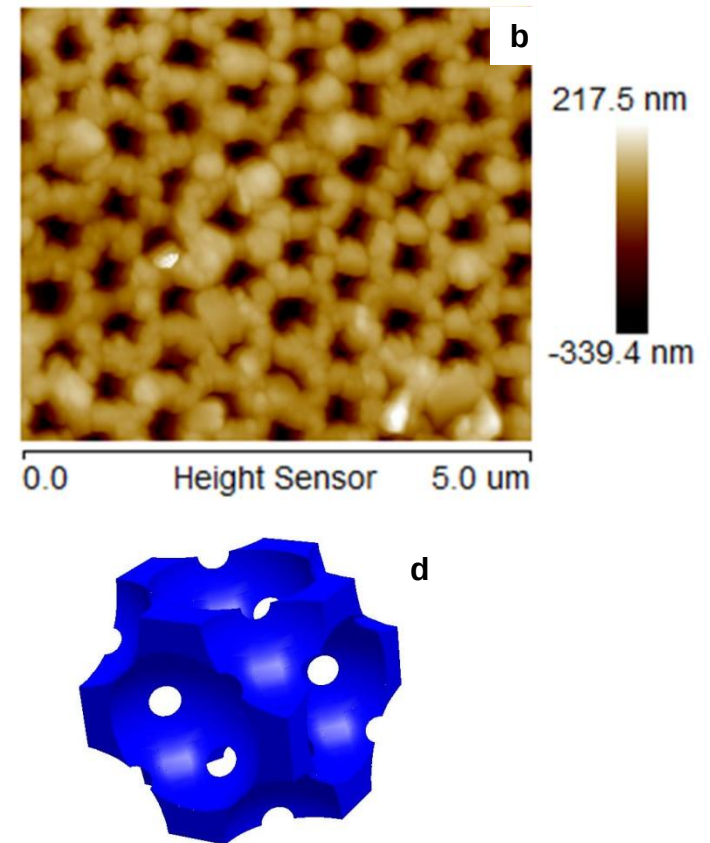
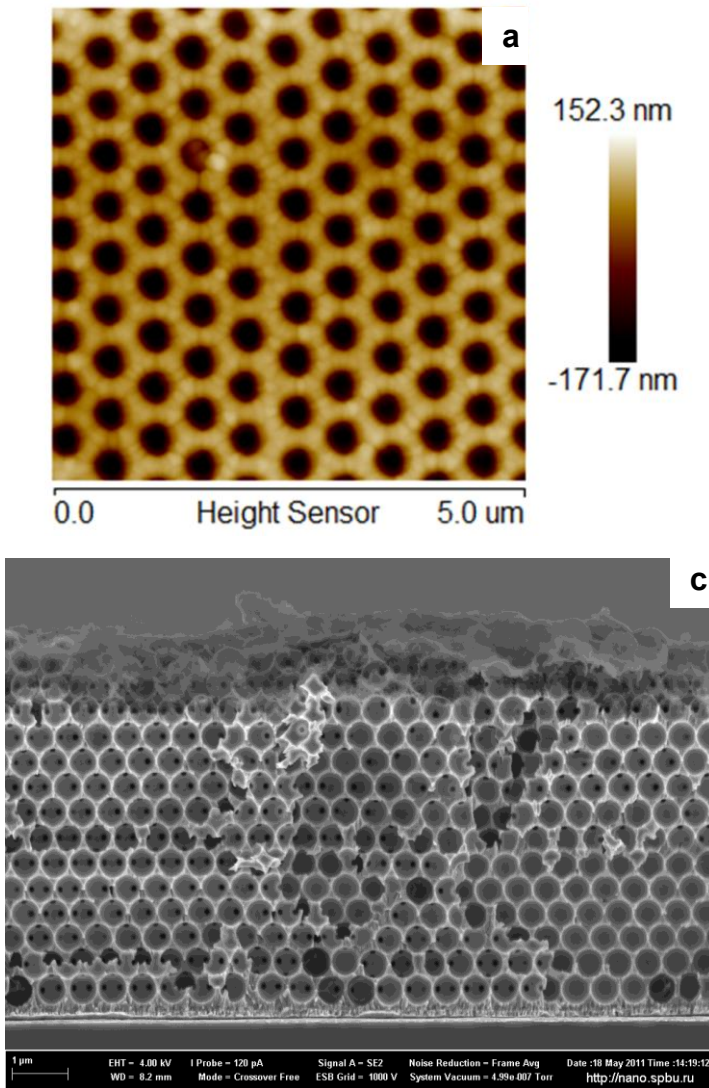
Кафедра Ядерно-Физических методов исследования, Физический факультет, СПбГУ



Петербургский Институт Ядерной Физики

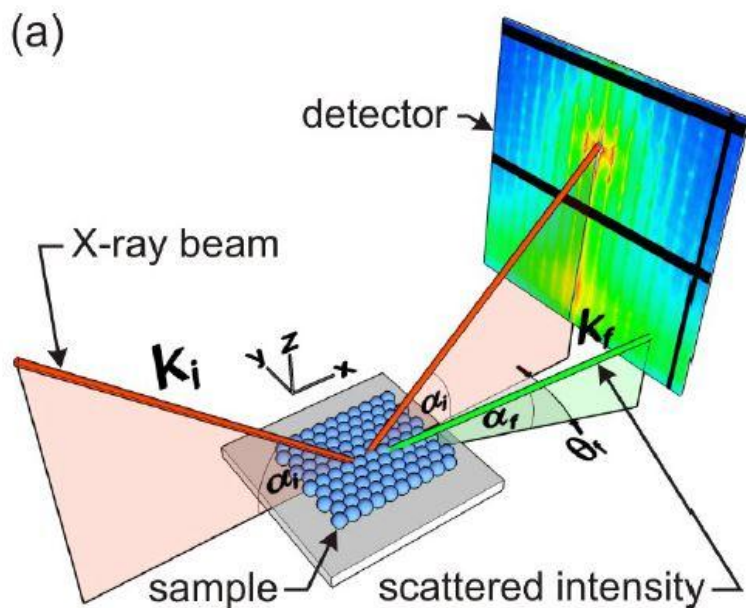
1. Инвертированные опалоподобные структуры (ИОПС)
2. Анализ GISAXS рассеяния на ИОПС : форм-фактор
3. Анализ GISAXS рассеяния на ИОПС : структурный фактор
4. Атомно-силовая микроскопия (АСМ)

Инвертированные опалоподобные структуры



АСМ изображения ИОПС на основе никеля (a) и кобальта (b) (плоскость (111)), СЭМ изображение скола (c), элементарная ячейка (модель) (d)

GISAXS (Grazing-incidence small-angle X-ray scattering)

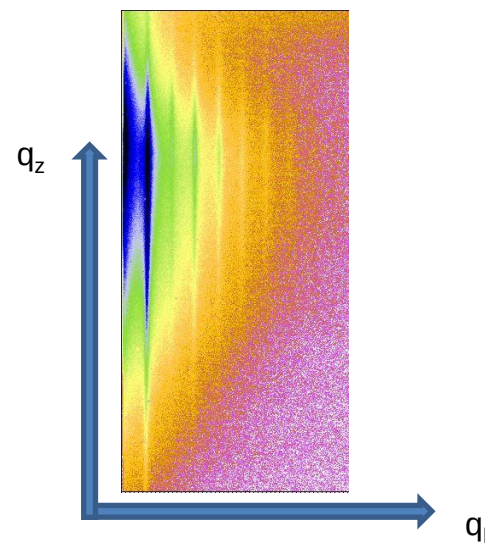


Ось OZ соответствует кристаллографическому направлению [111]

Ось OX соответствует кристаллографическому направлению [20-2]

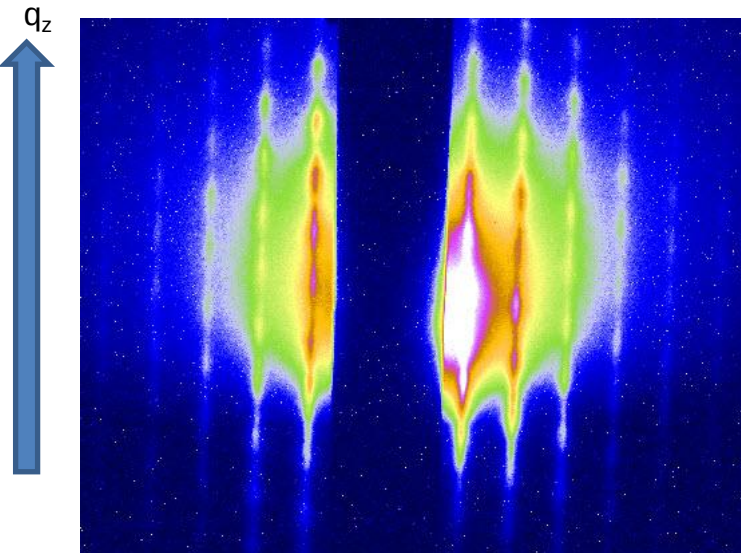
Эксперименты были проведены на станции DUBBLE BM26 в European Synchrotron radiation facility (ESRF, France).

- Длина волны $\lambda = 0.095 \text{ nm}$
- $\Delta\lambda/\lambda = 2 \cdot 10^{-4}$
- Расстояние образец-детектор: 6.5 m
- Типичное время экспозиции: 300 s
- Образцы вращались вокруг оси [111]
- Расходимость пучка: 5 микрорadian

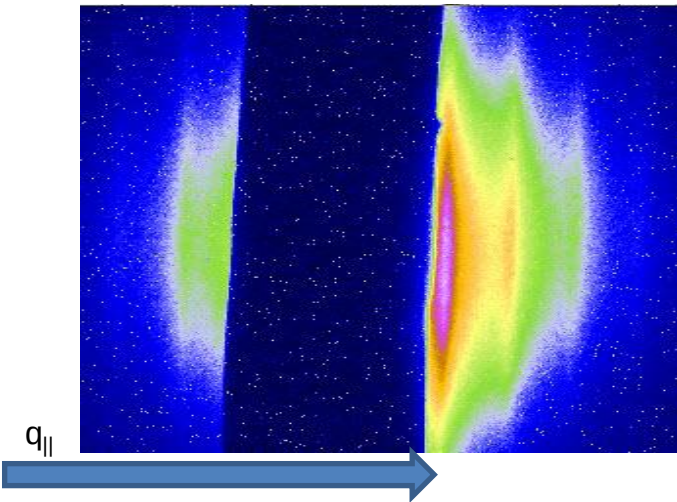


Половина картины GISAXS рассеяния на ИОПС

Возможно ли исследование трехмерной структуры ИОПС методом GISAXS?



GISAXS рассеяние. Прямой опал на основе полистирола



GISAXS рассеяние. ИОПС на основе никеля, 3.5 монослоя

Коэффициент преломления (длина волны порядка 1 ангстрема)

$$n = 1 - \delta + i\beta$$

$$\beta_{ps} \approx 3 \cdot 10^{-9}$$

$$\beta_{Co,Ni} \approx 5 \cdot 10^{-7}$$

Коэффициент поглощения Co и Ni на два порядка больше



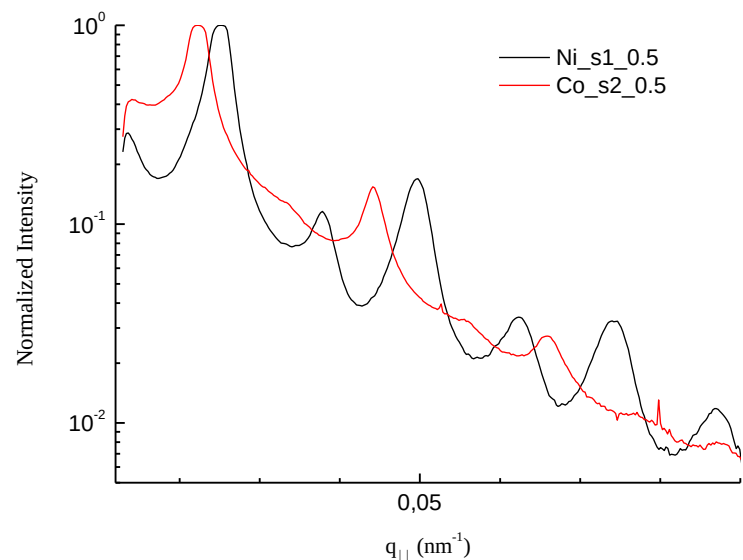
Рассеяние наблюдалось только при углах скольжения, меньших угла полного внешнего отражения (0.25° для кобальта и никеля)



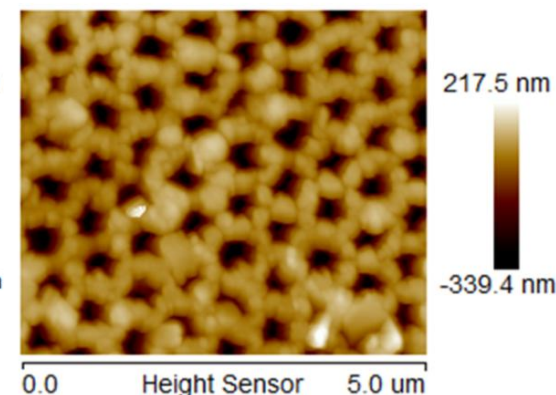
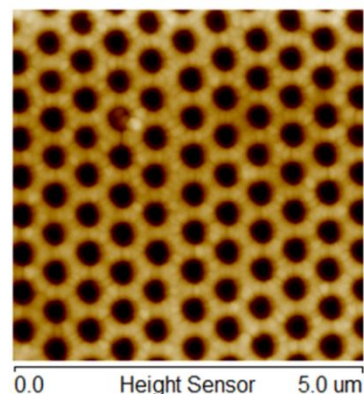
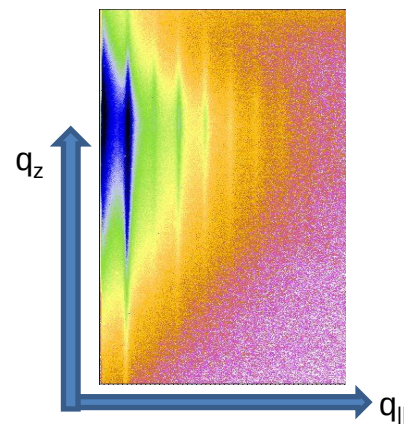
С помощью метода GISAXS возможно изучение **только поверхности ИОПС**. Но шероховатость поверхности растет с числом слоев → возможно исследование поверхности только двумерных и квазидвумерных ИОПС (до 3.5 монослоев)

Форм-фактор

Интенсивность рассеяния определяется форм-фактором и структурным фактором. Можно ли разделить данные вклады?



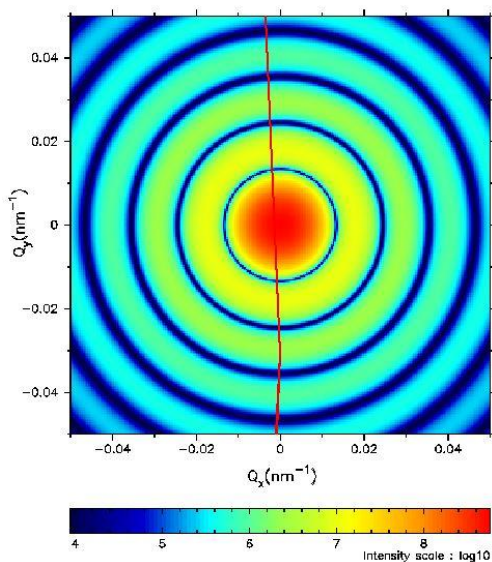
Зависимость интенсивности рассеяния от величины переданного импульса вдоль плоскости образца



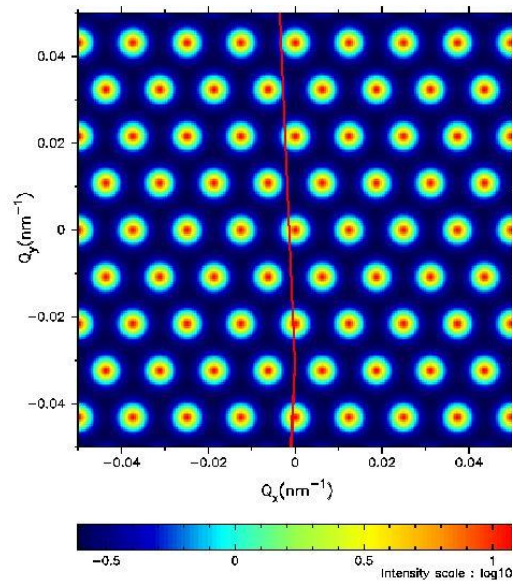
АСМ изображения ИОПС на основе Ni и Co толщиной 0.5 монослоя

На кривой рассеяния ИОПС на основе никеля наблюдаются промежуточные слабые максимумы. Влияние форм-фактора?

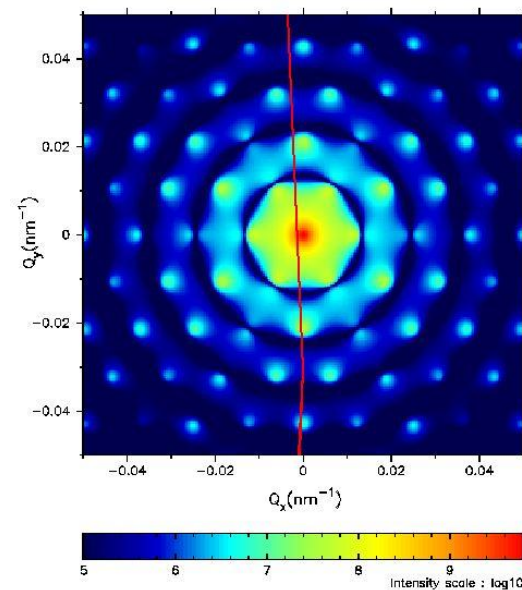
Моделирование GISAXS рассеяния



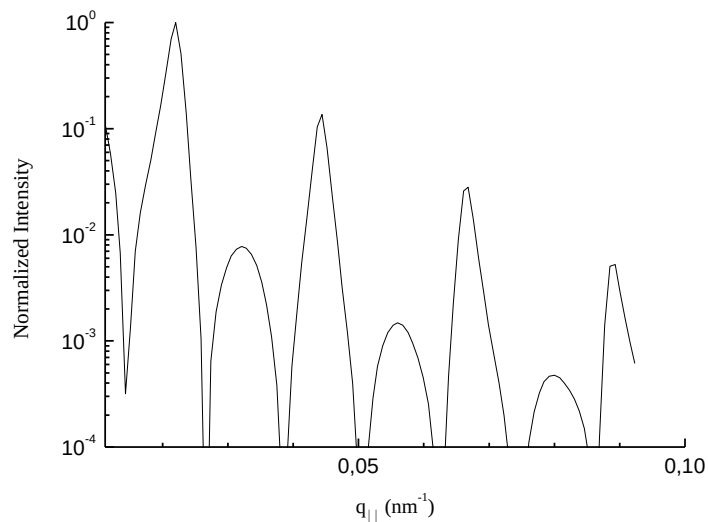
Форм-фактор полусферы



Структурный фактор гексагональной решетки



Обратное пространство 2D ИОПС



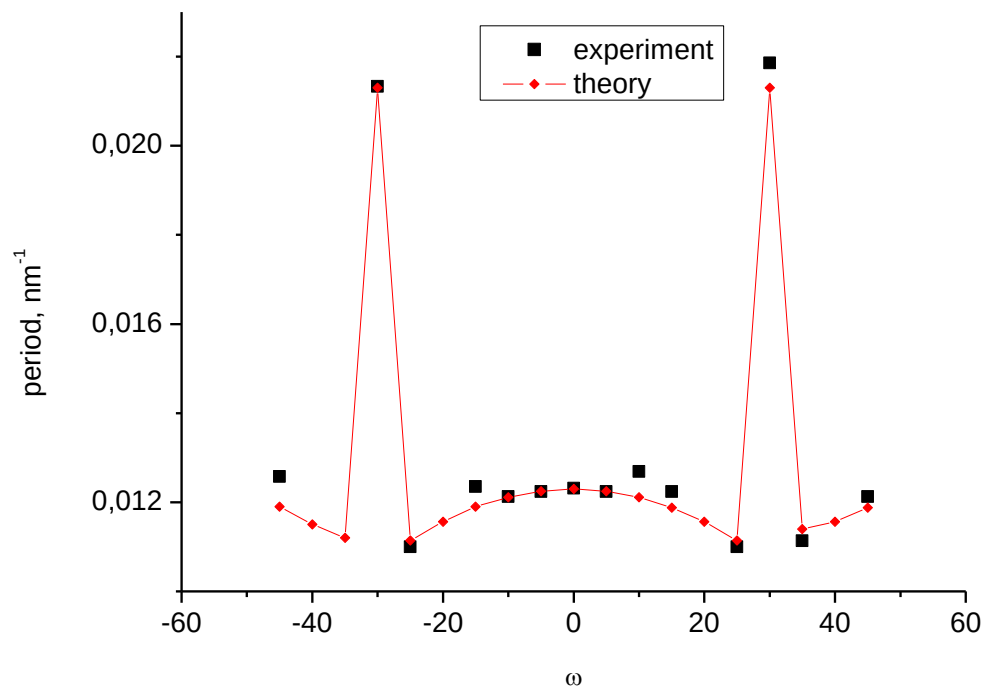
Моделирование было проведено в пакете ISGISAXS[1]

[1] R. Lazzari, Journal of Applied Crystallography, **35**(4), p. 406-421,(2002)

Допущения:

- Рассматриваются только прямой и отраженный пучки
- Для простоты форма пика предполагается квадратной

Результат:



Угол $\omega = 0$ соответствует ориентации образца, при которой один из периодов решетки перпендикулярен плоскости детектора

Для двух особых углов 0 и 30 градусов период может быть определен с помощью простых соотношений $a = 4\pi / (\sqrt{3}\Delta)$ и $a = 4\pi / (\Delta)$ где, Δ - период чередования полос

Период чередования полос в зависимости от угла поворота образца вокруг оси [111]

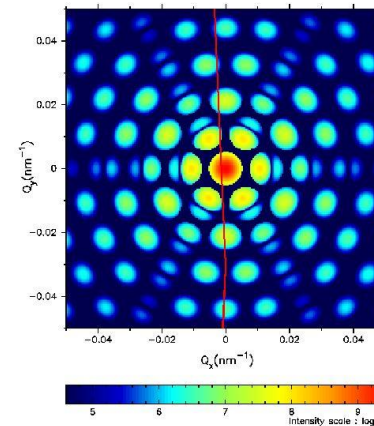
Несовершенства структуры

Классификация дефектов по Гинье [2]:

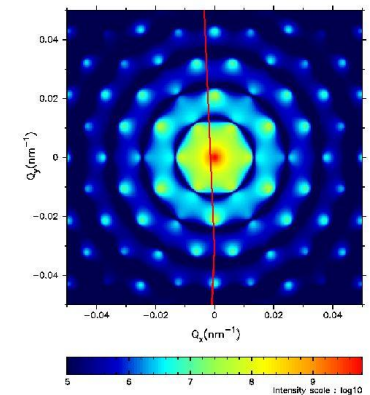
- ● Несовершенства 1-го рода, связанные с корреляцией форм-факторов структурных элементов при сохранении дальнего порядка. Описание: корреляционная функция
- Несовершенства 2-го рода, связанные с нарушением дальнего порядка (разрешение установки слишком мало)
- Мозаичность (полидоменность) (не согласуется с АСМ измерениями)

Форма пиков и вид корреляционной функции:

Значение приведенной χ^2 в 2 раза меньше при аппроксимации пиков распределением Лоренца, чем в случае распределения Гаусса



Гаусс



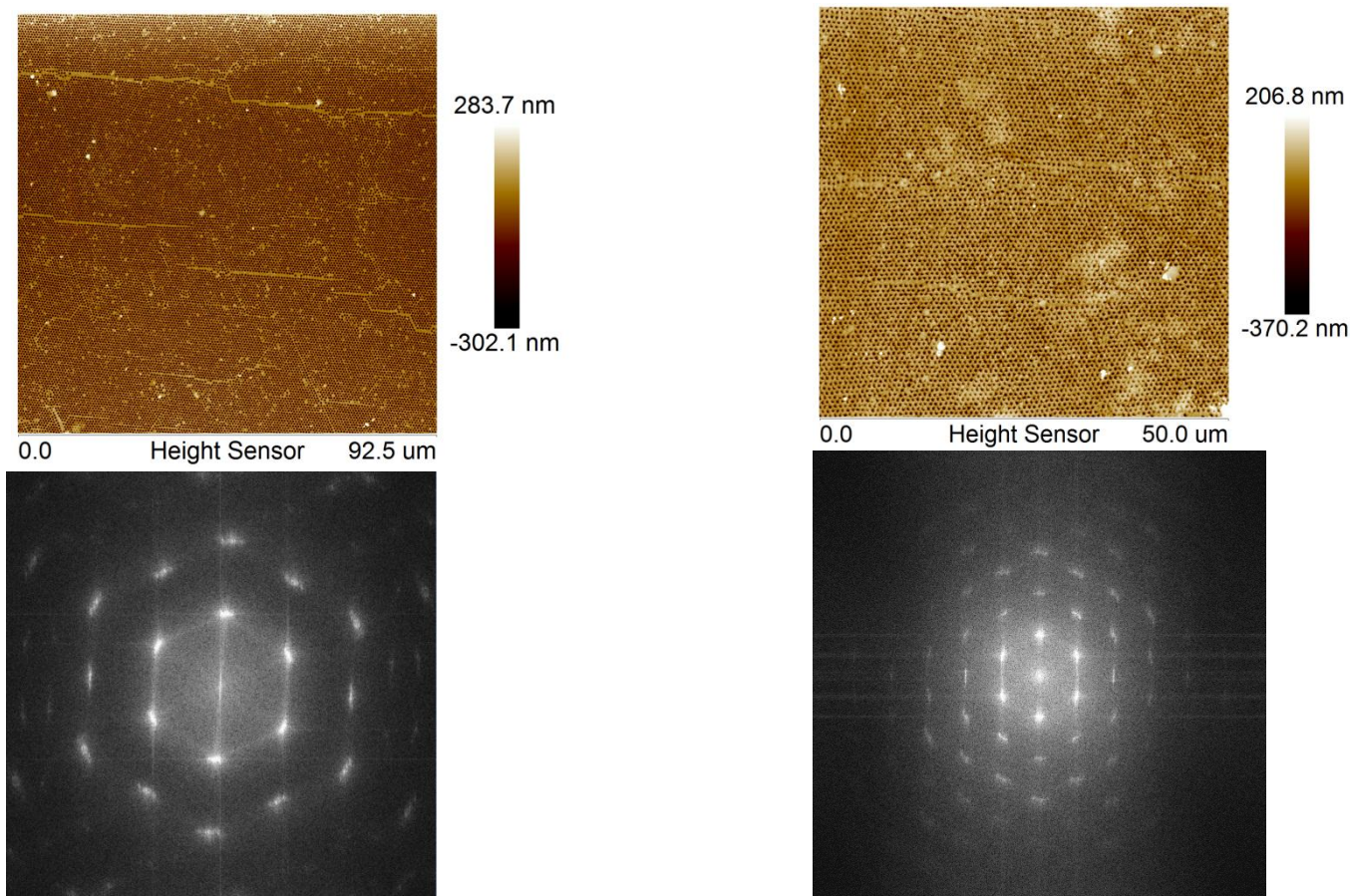
Лоренц

Вид корреляционной функции: $y(l) \propto \exp(-l / \Lambda)$ $\Lambda \approx 6 \mu\text{m}$

АСМ: Bruker Dimension Icon AFM; максимальное разрешение (N) is 992*992 пикселя, максимальный размер области сканирования (L) 100 микрон

Метод анализа: Переход в обратное пространство (FFT) (анализ в прямом пространстве затруднен [3])

Ограничения метода: разрешение Фурье-образа не может превышать разрешения изображения в прямом пространстве ; доступный диапазон волновых векторов $2\pi[1/L; N/(2L)]$



АСМ изображение и его Фурье-образ. ИОПС на основе кобальта, толщина 0.5 монослоя.

- С помощью метода GISAXS возможно исследование только **поверхности**, только **тонких** образцов ИОПС (до 4 слоев) на основе никеля и кобальта
- **Разделены вклады** форм-фактора и структурного фактора в картину рассеяния на поверхности ИОПС
- Дефекты поверхности относятся к несовершенствам первого рода по Гинье. Корреляционная функция имеет **экспоненциальную форму**
- Период ИОПС на основе **никеля 490 нм**, на основе **кобальта 560 нм**.
Корреляционная длина **6 микрон**
- **АСМ данные согласуются** с результатами GISAXS измерений в пределах погрешности