

- [5] N o r s k o v J.K., L u n d q v i s t B.I. - Phys. Rev., 1979, B19, N 9, p. 5661-5665.
- [6] B r a k o R., N e w n s D.M. - Surf. Sci., 1981, v. 108, N 2, p. 253-270.
- [7] L a n g N. D. - Phys. Rev., 1983, B 27, N 4, p. 2019-2029.
- [8] Ч е р е п и н В.Т. - Ионный зонд. Киев: Наукова думка, 1981. 327 с.

Поступило в Редакцию
4 декабря 1987 г.

Письма в ЖТФ, том 14, вып. 7

12 апреля 1988 г.

ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ СЛОЕВ
И ФАЗОВОГО СОСТАВА МНОГОСЛОЙНЫХ
РЕНТГЕНОВСКИХ ЗЕРКАЛ С ПОМОЩЬЮ
ТОНКОПЛЕНОЧНОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ

В.В. А р и с т о в, Л.Г. Ш а б е л ь н и к о в

1. Для развития схем получения и томографической реконструкции изображений микрообъектов значительные перспективы открывает использование рентгеновских фокусирующих элементов, в том числе на основе многослойных рентгеновских зеркал (МРЗ), способы формирования и определения основных характеристик которых рассмотрены в работах [1-3]. Необходимо отметить, что несмотря на увеличивающийся объем исследования свойств МРЗ, данные о структуре и фазовом составе входящих в МРЗ слоев весьма немногочисленны ввиду малой (несколько нм) толщины последних. Сведения об аморфном состоянии слоев, полученные при электронно-микроскопическом изучении поперечных срезов МРЗ 4, не исчерпывают, по-видимому, всех возможностей структурного состояния слоев. Для МРЗ, содержащих чередующиеся слои углерода и ряда металлов (W , Ta , Ni и др.), было высказано предположение [3], что металлические слои полностью состоят из карбидных фаз, которое не получило экспериментальных подтверждений. Следует заметить, что наблюдающаяся деградация отражательных способностей МРЗ при температурном воздействии [5] обусловлена именно ростом выделений карбидных фаз, приводящего к потере строгой периодичности слоев.

Задачи анализа структурного состояния и фазового состава слоев МРЗ требуют развития новых методов исследования, одним из которых является тонкопленочная рентгеновская дифрактометрия (ТПД). Осуществляемая в схеме скользящей геометрии падающего пучка, ТПД позволяет исследовать тонкие кристаллические слои и пленки толщиной до 100 \AA [6].

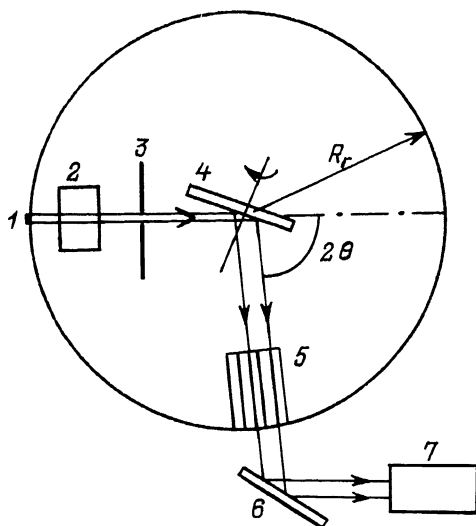


Рис. 1. Оптическая схема метода ТПД: 1 - источник, 2, 3 - щели, формирующие падающий пучок, 4 - подложка, 5 - приемная щель Соллера ($\alpha=0.3^\circ$), 6 - монохроматор, 7 - детектор.

2. Оптическая схема ТПД (рис. 1) включает в себя расположение подложки с исследуемой пленкой под небольшим углом ω к падающему пучку так, что эффективная глубина проникновения лучей $t_{эфф} = \mu^{-1} \sin \omega$, где μ - линейный коэффициент ослабления излучения, сравнима с толщиной исследуемой пленки или поверхностного слоя. Дифракционная картина анализируется при движении детектора (2θ - сканирование), при этом возможность разделения по углам дифрагированных пучков, имеющих заметную пространственную протяженность, обеспечивается введением приемной щели Соллера. Необходимо указать, что аналогичная оптическая схема была применена ранее при наблюдении фазовых переходов в сегнетоэлектриках методами рентгеновской дифрактометрии [7].

В настоящей работе оптическая схема рис. 1 реализована на базе отечественного дифрактометра АДП-1. При этом замена монохроматора на селективный фильтр обеспечивала достаточно эффективное выделение характеристических $K\alpha$ - компонент падающего излучения. Проведенное изучение свойств схемы рис. 1 [8] показало, что в данной схеме ТПД достигается существенное повышение интенсивности дифракционных линий с углами 2θ , вплоть до значений $110-120^\circ$, чем обеспечивается возможность однозначной идентификации посторонних фаз в пленке. Полученные оценки размеров кристаллитов находятся в согласии с электронно-микроскопическими данными; измерения угловой разориентации аксиальной текстуры пленок Co и $Co-Cr$ в схеме ТПД дают значения, близкие к полученным ранее [9].

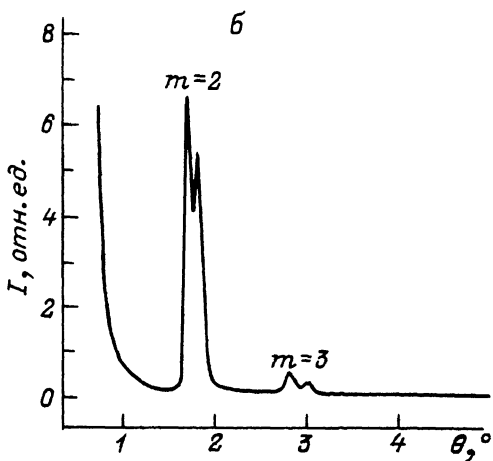
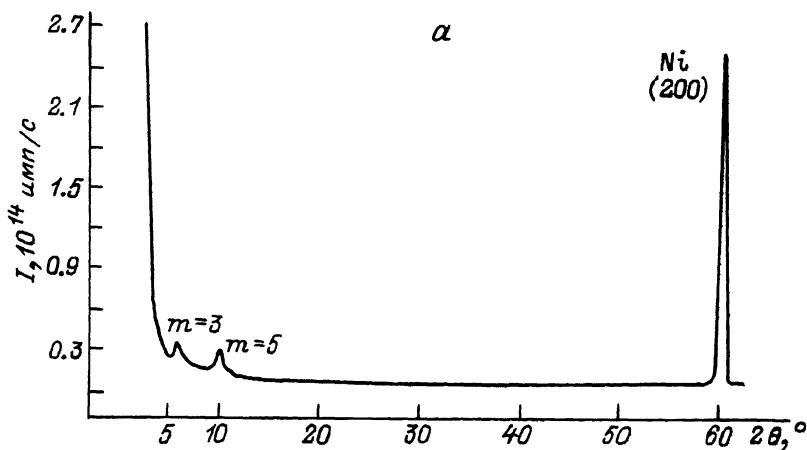


Рис. 2. Дифрактограммы образцов МРЗ, Ni/c : а - полученная по схеме ТПД, период $a=51.4 \text{ \AA}$; б - профили отражений от МРЗ, содержащего области с двумя различающимися периодами.

3. Использувавшиеся в данной работе МРЗ Ni/c на подложке Si (Ш) были изготовлены в ИПФ АН СССР методом лазерного напыления [2]. На дифрактограмме МРЗ, полученной методом ТПД (рис. 2, а), кроме отражений от МРЗ на малых углах с порядковыми номерами $m=3$ и $m=5$ наблюдается интенсивная дебаевская линия никеля (200), что свидетельствует о кристаллическом строении слоев металла в МРЗ. В то же время отсутствуют линии, соответствующие какой-либо кристаллической модификации углерода, что находится в согласии с данными [4]. Не обнаружены также дебаевские линии карбидов никеля, что не исключает возможности нахождения их в МРЗ в аморфном состоянии.

Проведенные оценки среднего размера кристаллитов L , задающего физическое уширение дебаевской линии, по суммарной полуширине линии (200) $\Delta\theta = 0.36^\circ$ с использованием известного соотношения Дебая дают значения $L \geq 320$ нм. Наличие линии (200), существенно превосходящей по интенсивности остальные, является следствием наличия текстуры в слоях никеля. Полученный профиль пика (200) при качании по углу ω позволяет характеризовать текстуру как аксиальную с осью, соответствующей направлению [100] г.ц.к. решетки никеля, и разориентацией кристаллитов, измеренной по ширине профиля на уровне 50%, $\Delta\omega = 0.25^\circ$, что ниже значений, достигающихся при напылении металлических пленок с г.п.у. структурой [8, 9].

Наблюдающиеся для некоторых образцов МРЗ Ni/C расщепление пиков отражений (рис. 2, б) указывает на наличие в образце участков с двумя различающимися значениями периодов слоев d_1 и d_2 . Подсчет их разности дает для приводимого на рис. 2, б пика значение $d_1 - d_2 = 4.09$ Å, близкое к сумме толщин монослоев никеля (2.48 Å) и углерода (1.54 Å). Отсюда вытекает необходимость учета в отражательных характеристиках МРЗ эффектов, связанных с кратностью толщины слоев атомным радиусом используемых материалов. Отмеченные эффекты, на которые указывается так же в обзоре [1], могут проявляться в условиях, когда снижено влияние ряда факторов, таких как сглаживание переходов между материалами слоев, неровностей границ и подложки, что является характерным для технологии лазерного напыления.

В заключение необходимо отметить, что наличие в МРЗ слоев с кристаллической структурой открывает возможности создания новых фокусирующих рентгенооптических элементов, теоретически рассмотренных в работе [10].

Авторы считают своим приятным долгом выразить благодарность С.В. Гапонову и Н.Н. Салашенко за предоставление образцов для исследований и полезное обсуждение результатов данной работы.

Л и т е р а т у р а

- [1] В а р б е е Т.В. - Opt. Engineering, 1986, v. 25, N 8, p. 898-915.
- [2] Гапонов С.В., Гусев С.А., Платонов Ю.Я., Салашенко Н.Н. - ЖТФ, 1984, т. 54, № 4, с. 747-754.
- [3] Underwood J.H., В а р б е е Т.В. - Appl. Opt. 1981, v. 20, N 17, p. 3027-3034.
- [4] L e p e t r e Y., S c h u l l e r I.K., R a s i g n i G., R i v o i r a R., P h i l i p R., D h e z P. - Opt. Engineering, 1986, v. 25, N 8, p. 948-953.
- [5] S p i l l e r E., S c h u l l e r I.K. - Appl. Phys. Lett. 1986, v. 49, N 15, p. 914-917.
- [6] Проспект фирмы Rigaku "TFD-system", CED 185C/86011 ОКО, Tokyo, 1987, 4 с.

- [7] Ш а б е л ь н и к о в Л.Г. – Автореферат канд. дисс., Черно-
голова, 1976. 18 с.
- [8] А р и с т о в В.В., Ш а б е л ь н и к о в Л.Г. В сб.: Тези-
сы докладов П-го Всесоюзного совещания по программе „Рент-
ген“, Черновцы, 1987, с. 215-216.
- [9] К о п е ц к и й Ч.В., С т о л я р о в В.Л., Ш а б е л ь н и
к о в Л.Г., Ж о р и н П.В., С и м о н и ш в и л и Н.Т. –
Электронная техника, 1984, сер. 6, в. 11, с. 3-6.
- [10] А р и с т о в В.В., Ш у л а к о в Е.В. – Препринт ИПТМ
АН СССР, Черноглова, 1987. 14 с.

Институт проблем технологии
микроэлектроники
и особочистых материалов
АН СССР

Поступило в Редакцию
12 ноября 1987 г.

Письма в ЖТФ, том 14, вып. 7

12 апреля 1988 г.

ВЛИЯНИЕ КИСЛОРОДА И ВОДЫ НА ХАРАКТЕРИСТИКИ
ЭФФЕКТА МЕЙСНЕРА В ОКСИДНОМ
СВЕРХПРОВОДНИКЕ $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-x}$

В.Н. А н д р е е в, Ю.М. Б а й к о в,
Ю.М. Г е р б ш т е й н, С.Е. Н и к и т и н,
Ф.А. Ч у д н о в с к и й, Е.К. Ш а л к о в а, Э.М. Ш е р

Оксиды со сверхпроводимостью (ОС) в области температур выше 35 К – сложные химические соединения, где роль каждой компоненты в формировании свойства сверхпроводимости не вполне ясна. Экспериментальный путь решения вопроса состоит в изучении корреляций состав-свойство. Наиболее подвижной в физическом и химическом аспектах компонентой ОС является, по сложившемуся к настоящему времени мнению, кислород. Это позволяет изменять состав оксида путем химической реакции газ – твердое тело, сохраняя постоянство соотношений металлических компонент в образце и исключая возможные эффекты от неконтролируемых примесей. В отличие от известных по литературе работ подобного типа [1] мы поставили целью не ограничиваться только физико-химическими исследованиями, а провести серию экспериментов с постоянным сопоставлением эволюций как в физико-химических, так и сверхпроводящих свойствах оксида $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-x}$.

Однофазные по рентгеноструктурным данным таблетки ОС были получены по керамической технологии из оксидов иттрия и меди и карбоната бария. Необходимые для магнитных измерений образцы весом около 75 мг вырезали из керамического образца большего размера. Они имели форму параллелепипеда с размерами 2.5х1х6 мм. В некоторых опытах эти образцы растирали в порошок в