

Confronti tra misure fatte in Bragg-Brentano e in Film Sottile

Angelica Chiodoni, Giancarlo Cicero
Dipartimento di Fisica
Politecnico di Torino

Marcello Baricco
Dipartimento di Chimica IFM
Università di Torino

COME MONTARE IL CAMPIONE E COME IMPOSTARE LA MISURA?

MONTAGGIO:

- scelta opportuna del portacampioni a seconda della natura del campione (polvere, bulk, film, slab, etc...)
- controllo del montaggio “a occhio” (per film sottili)
- controllo del montaggio con manual scan / $2\theta - \theta$ scan (film sottili)

IMPOSTAZIONE DELLA MISURA:

- scelta del tipo di misura
- scelta di slitte e fenditure, a seconda del tipo di misura e a seconda delle dimensioni del campione
- scelta dello step angolare e del tempo di integrazione

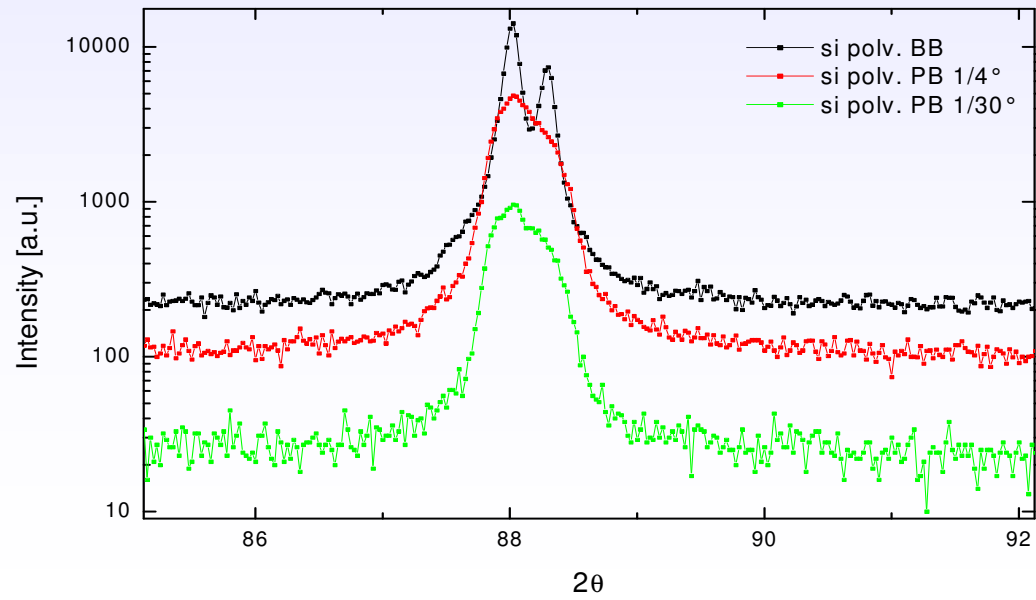
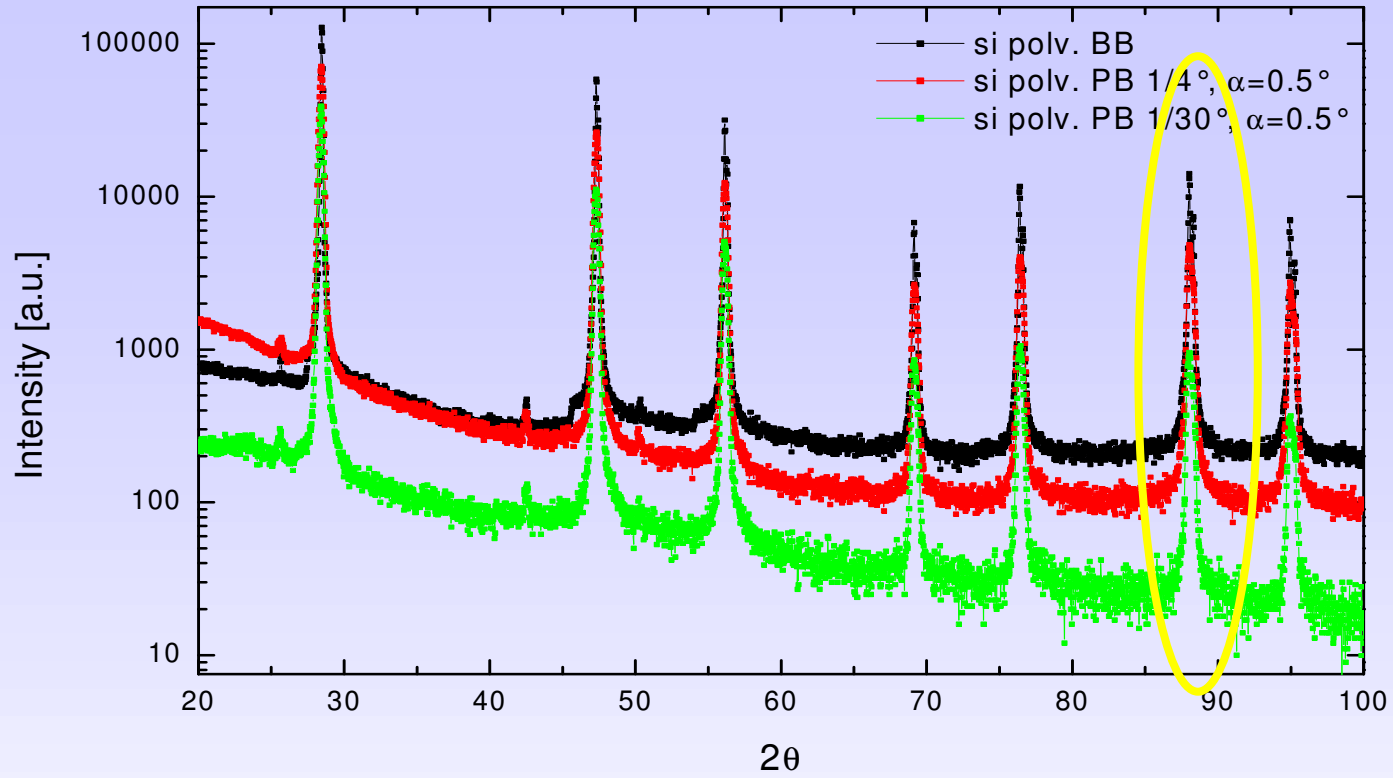
POSSIBILI PROBLEMI LEGATI AL MONTAGGIO

- **BULK**: se si tratta di un materiale **orientato random**, il montaggio è meno delicato, qualunque tipo di misura venga scelta; se si tratta di un materiale **orientato**, occorre molta cura nel posizionamento perchè la superficie del campione deve coincidere con il piano di focalizzazione
- **POLVERE**: il montaggio è meno delicato, anche se il problema della polvere non è banale nei diffrattometri con il generatore di raggi X vincolato.
- **SLAB**: si tratta di nastri sottili (da qualche centinaia di micron a pochi millimetri) di materiale. Occorre che tali nastri siano planari e montati in modo tale che la superficie sia parallela al piano di focalizzazione
- **FILM**: sono cresciuti generalmente su substrati, sia orientati che non, il cui spessore varia da pochi nanometri a qualche centinaio di micron. A seconda dello spessore e del tipo di substrato occorre impostare correttamente il tipo di misura. Il montaggio è particolarmente critico per film preferenzialmente orientati su substrati orientati. Anche in questo caso la superficie del film deve essere coplanare con il piano di focalizzazione.

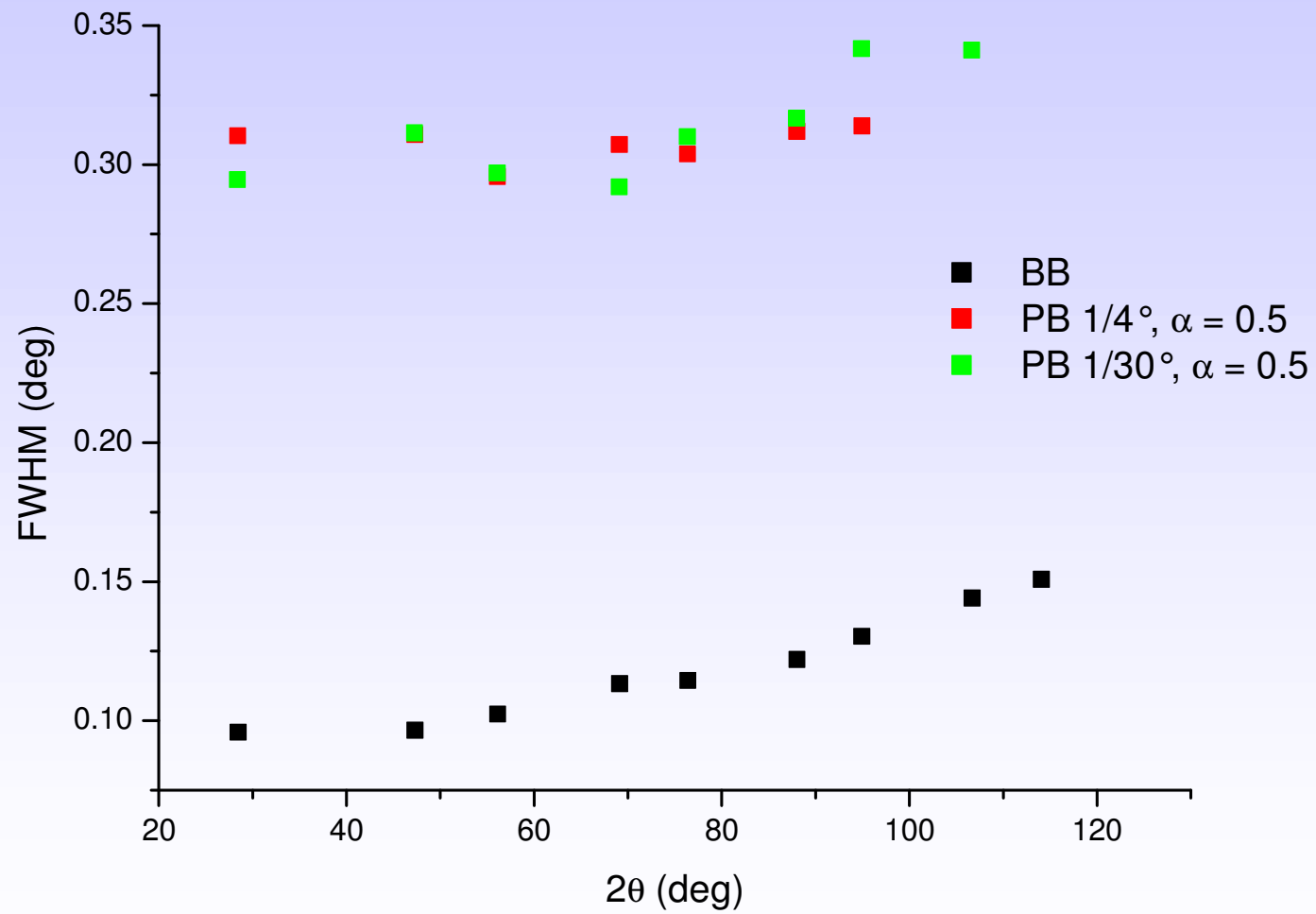
Confronto tra misura BB e misura PB:

FUNZIONE STRUMENTALE

Standard di silicio



Larghezza a metà altezza standard di silicio



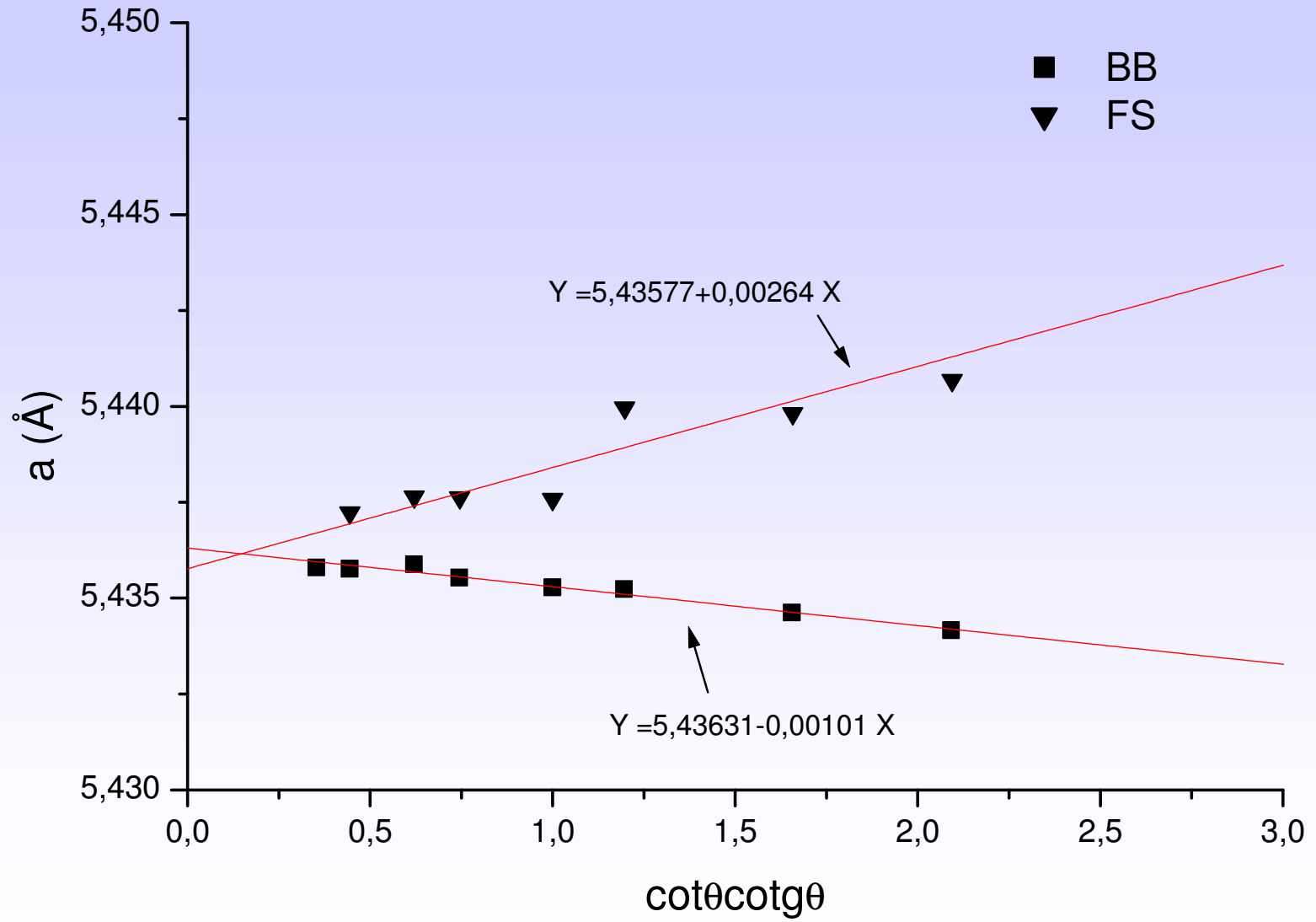
hkl	$2\theta_T$	$2\theta_{BB}$	$2\theta_{FS_{1/4}}$	$2\theta_{FS_{1/30}}$
(111)	28.455	28.457	28.405	28.384
(220)	47.324	47.312	47.279	47.252
(311)	56.149	56.129	56.092	56.070
(400)	69.164	69.129	69.091	69.061
(331)	76.415	76.375	76.347	76.336
(422)	88.078	88.023	88.009	87.980
(511)	95.006	94.936	94.941	94.896

Tabella 4.1. Angolo di diffrazione di Bragg teorico $2\theta_T$ e ricavato sperimentalmente sia in configurazione BB ($2\theta_{BB}$) che FS ($2\theta_{FS_{1/4}}$, con fenditura di $1/4^\circ$ e $2\theta_{FS_{1/30}}$, con fenditura di $1/30^\circ$) per il campione di silicio in polvere.

hkl	BB			FS _{1/4}			FS _{1/30}		
	FWHM	n	A	FWHM	n	A	FWHM	n	A
(111)	0.096	0.399	1.725	0.310	0.852	1.073	0.295	0.761	1.036
(220)	0.097	0.369	1.481	0.311	0.928	1.003	0.311	0.913	0.911
(311)	0.102	0.320	1.358	0.296	0.837	0.934	0.297	0.798	0.834
(400)	0.113	0.259	1.266	0.307	0.787	0.852	0.292	0.678	0.750
(331)	0.114	0.295	1.331	0.304	0.785	0.877	0.310	0.733	0.838
(422)	0.122	0.201	1.271	0.312	0.744	1.035	0.317	0.724	0.937
(511)	0.130	0.165	1.194	0.314	0.587	0.972	0.342	0.692	0.730

Tabella 4.2. Parametri ricavati dal fit dei picchi del silicio in polvere. Si riporta la FWHM (in gradi), il contributo gaussiano (n) ed il parametro di asimmetria (A) del picco sia per lo spettro ricavato in configurazione strumentale BB che FS (con fenditura di $1/4^\circ$ e con fenditura di $1/30^\circ$).

Silicio standard



Problemi legati alla $K\beta$

FILE

PRIMARIO

DIFFRATTO

wafer di Silicio (100)

Beta1	nulla	filtro Ni
Beta2	nulla	nulla
Beta3	filtro Ni	nulla
Beta4	filtro Ni	filtro Ni

pastiglia di silicio Philips

Beta5	filtro Ni	filtro Ni
Beta6	filtro Ni	nulla
Beta7	nulla	nulla
Beta8	nulla	filtro Ni

FILE

wafer di silicio (100)

PRIMARIO**DIFFRATTO**

Beta1

nulla

filtro Ni

Beta2

nulla

nulla

Beta3

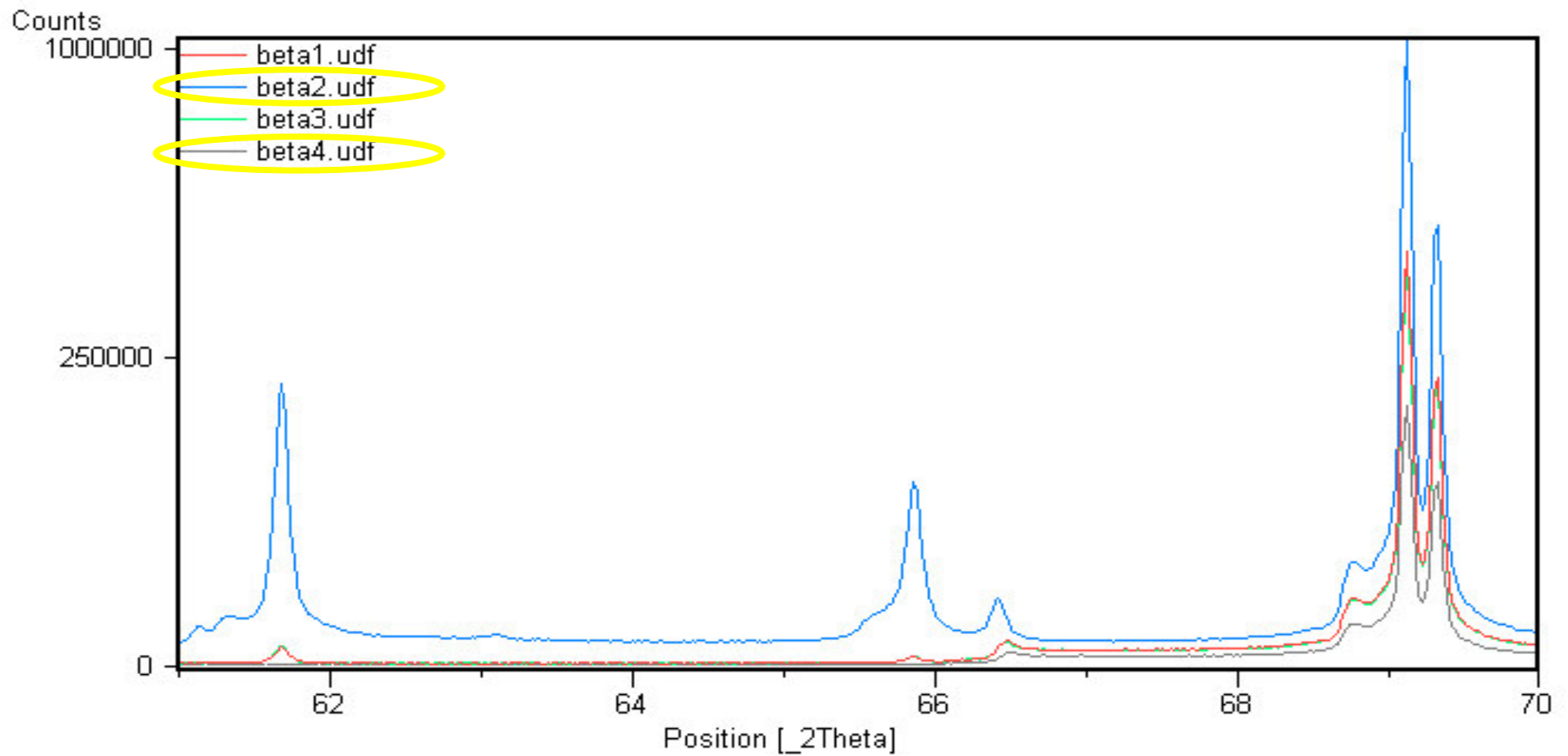
filtro Ni

nulla

Beta4

filtro Ni

filtro Ni



FILE

wafer di silicio (100)

PRIMARIO**DIFFRATTO**

Beta1

nulla

filtro Ni

Beta2

nulla

nulla

Beta3

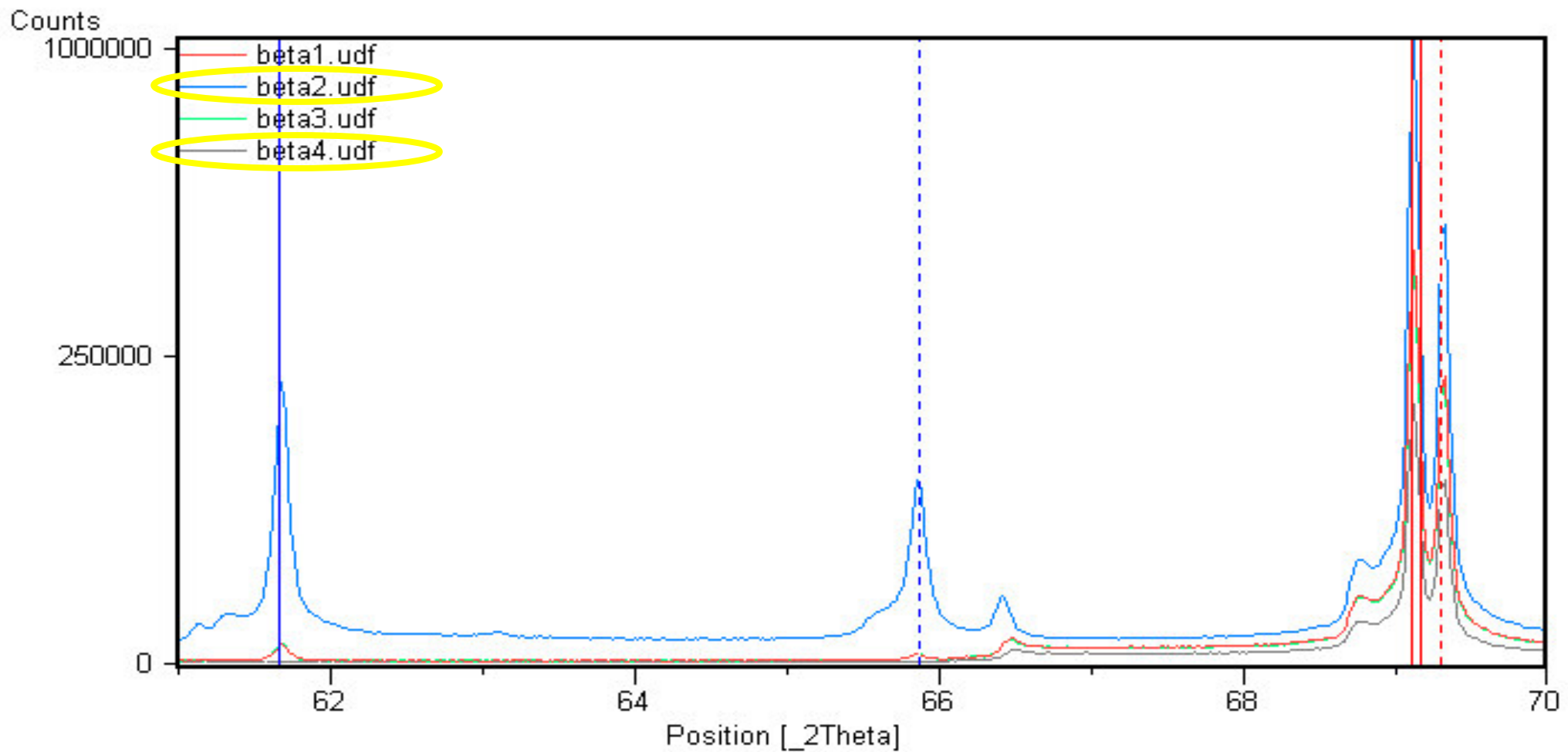
filtro Ni

nulla

Beta4

filtro Ni

filtro Ni



FILE

wafer di silicio (100)

PRIMARIO**DIFFRATTO**

Beta1

nulla

filtro Ni

Beta2

nulla

nulla

Beta3

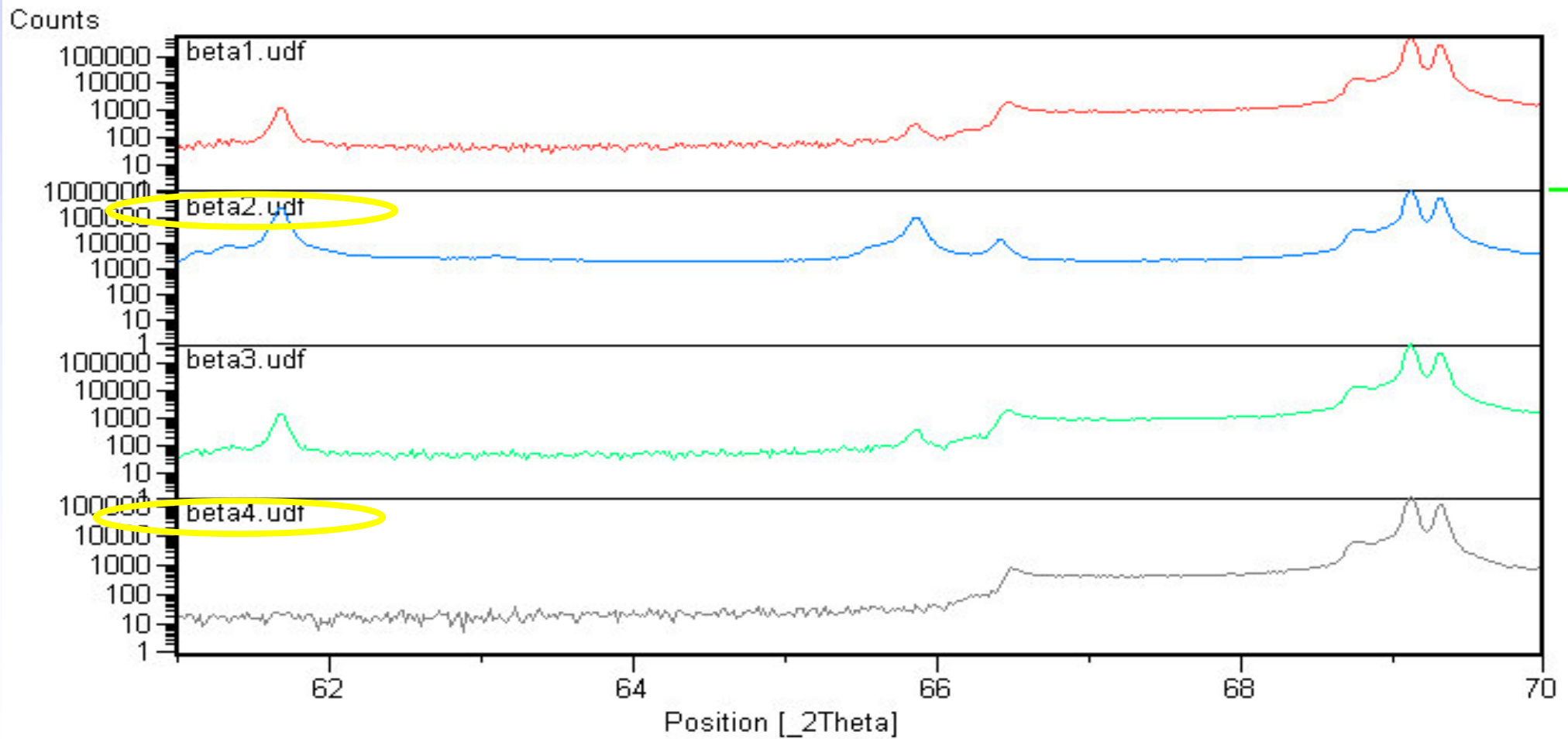
filtro Ni

nulla

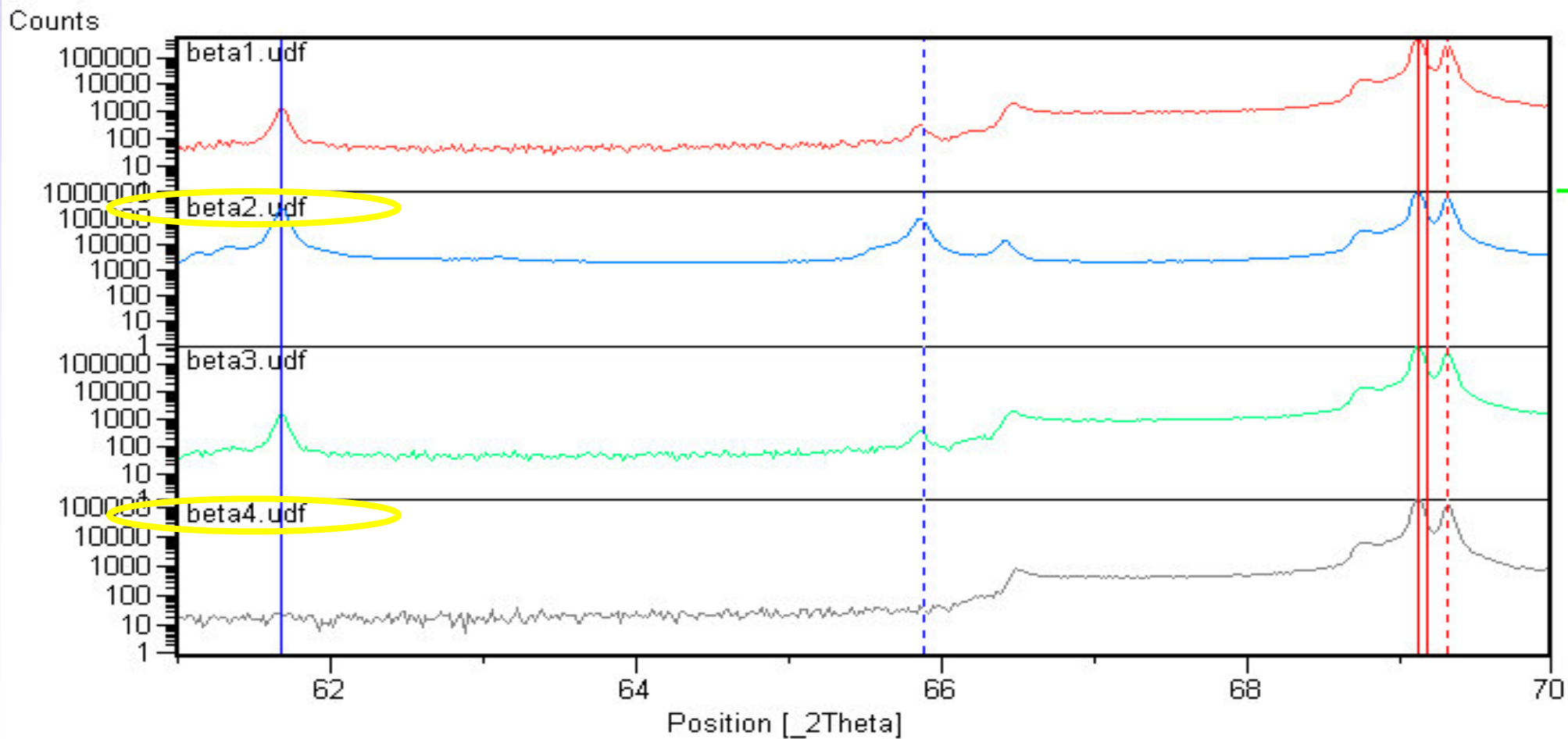
Beta4

filtro Ni

filtro Ni



FILE	PRIMARIO	DIFFRATTO
wafer di silicio (100)		
Beta1	nulla	filtro Ni
Beta2	nulla	nulla
Beta3	filtro Ni	nulla
Beta4	filtro Ni	filtro Ni



Confronto tra misura BB e misura PB:

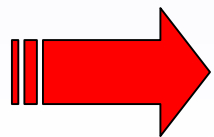
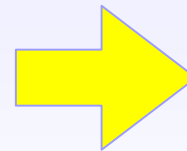
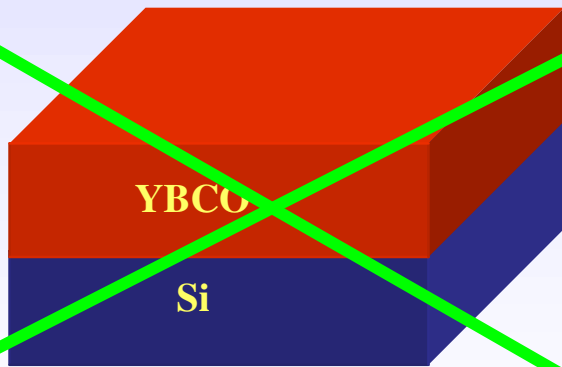
ESEMPI

Problems connected with integration

- **chemical reaction** and **interdiffusion** of chemical species at YBCO/Si interface

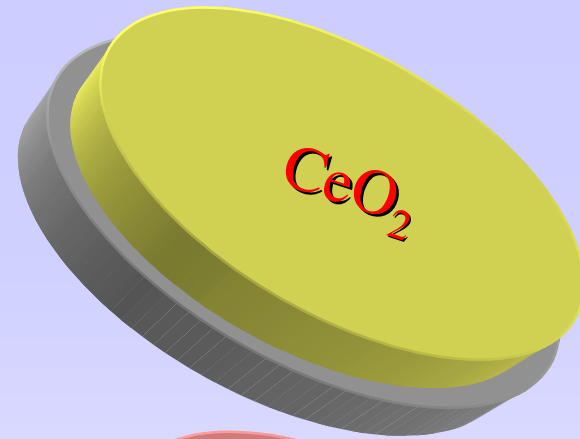
- **lattice mismatch:** lattice constant for Si = 5.43 Å,
lattice constant for YBCO = 3.81 Å

- **thermal expansion mismatch:** α for Si = $2.6 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$
 α for YBCO = $12.9 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$



Introduction of a buffer layer between the silicon and the YBCO layers

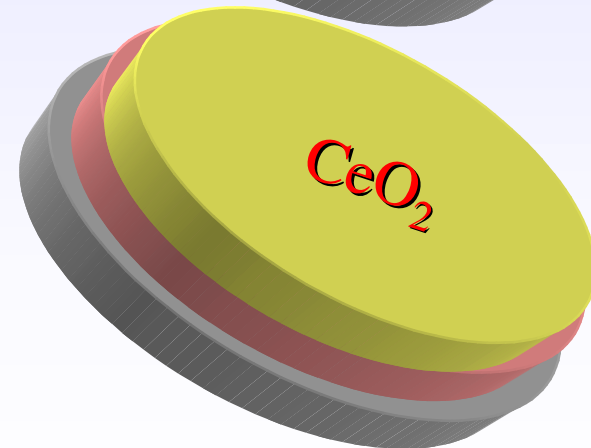
**First solution:
CeO₂ on Si (100)**

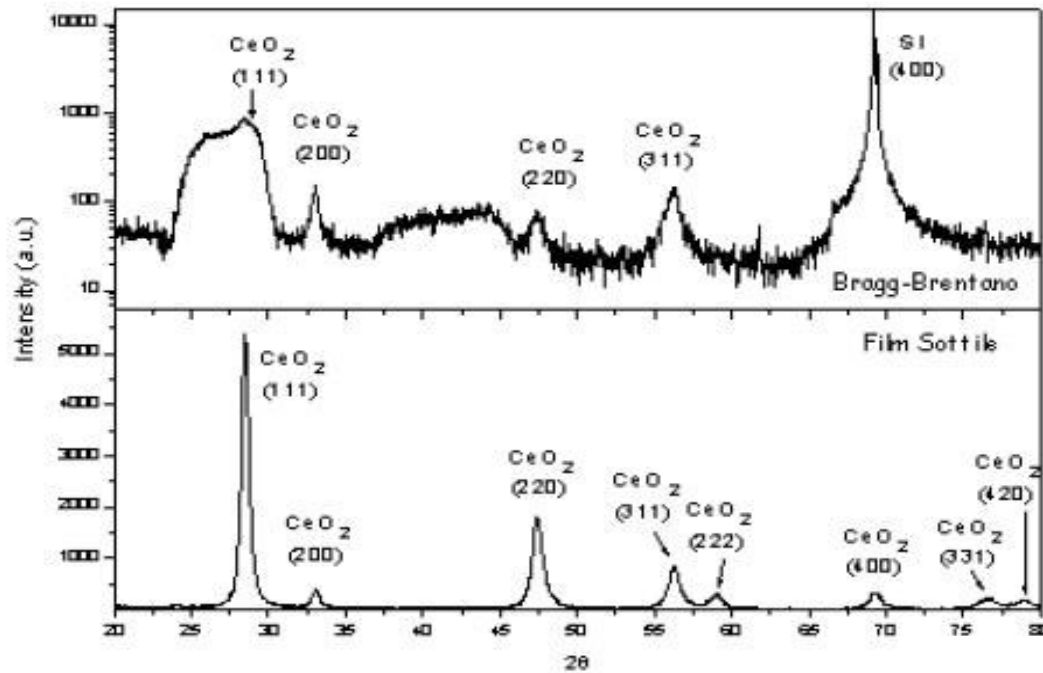


**Second solution:
YSZ on Si (100)**



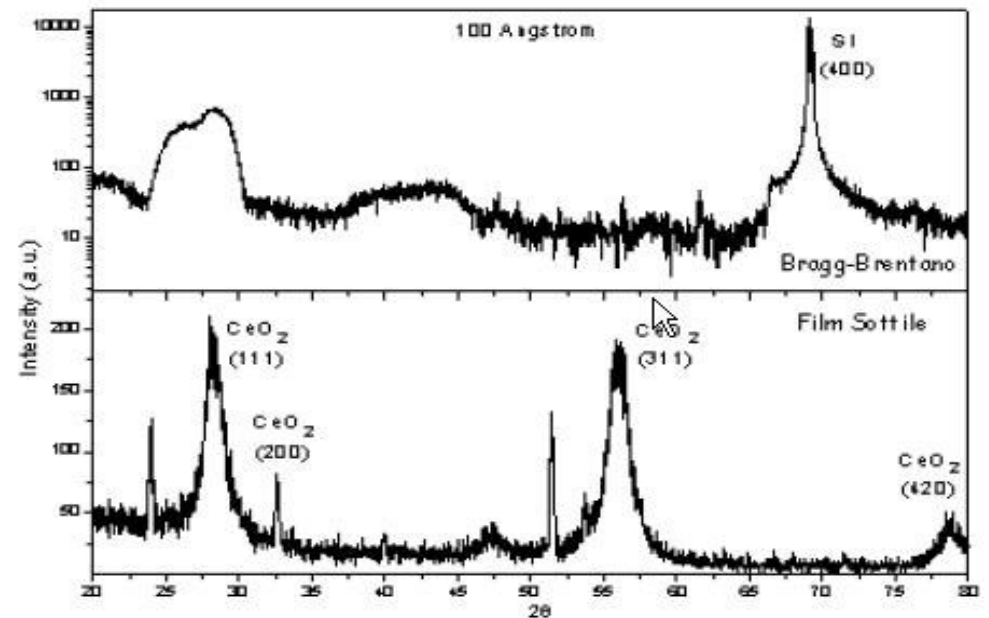
**Third solution:
CeO₂ on YSZ/Si (100)**



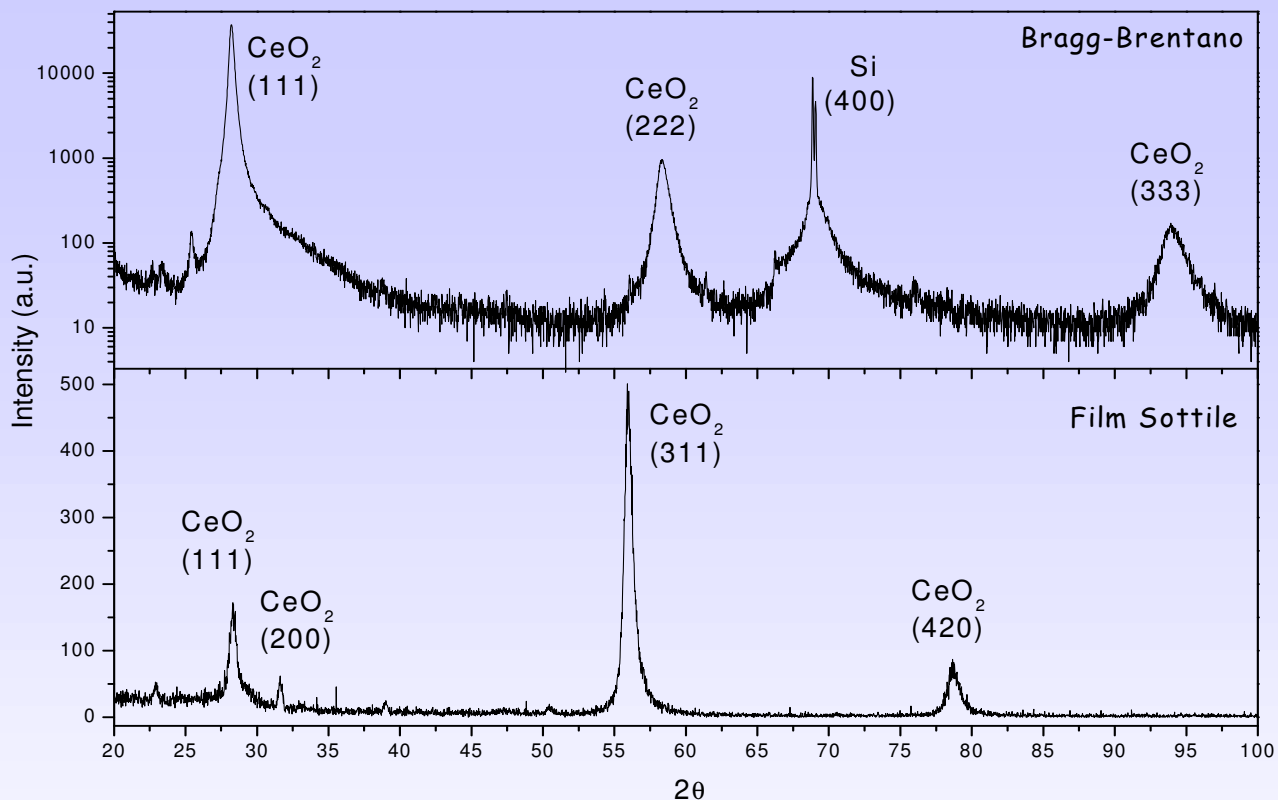


CeO₂/Si(100)
Spessore del film
circa 200 nm

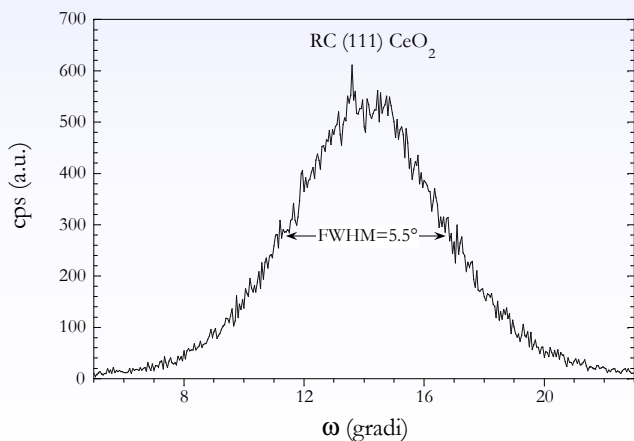
CeO₂/Si(100)
Spessore del film
circa 10 nm



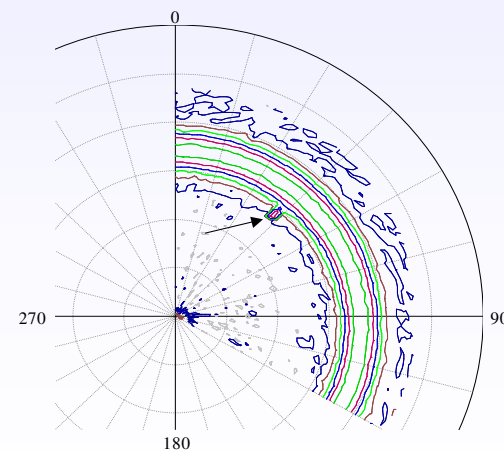
Optimized CeO₂ (111) on Si (100)



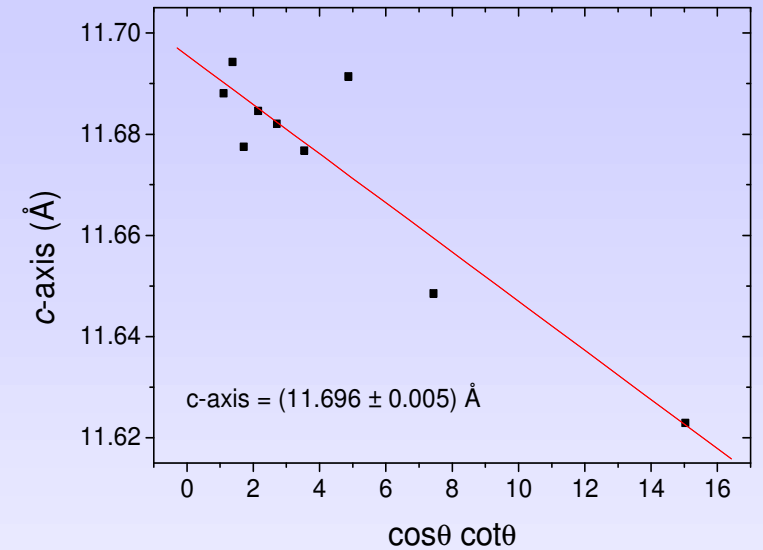
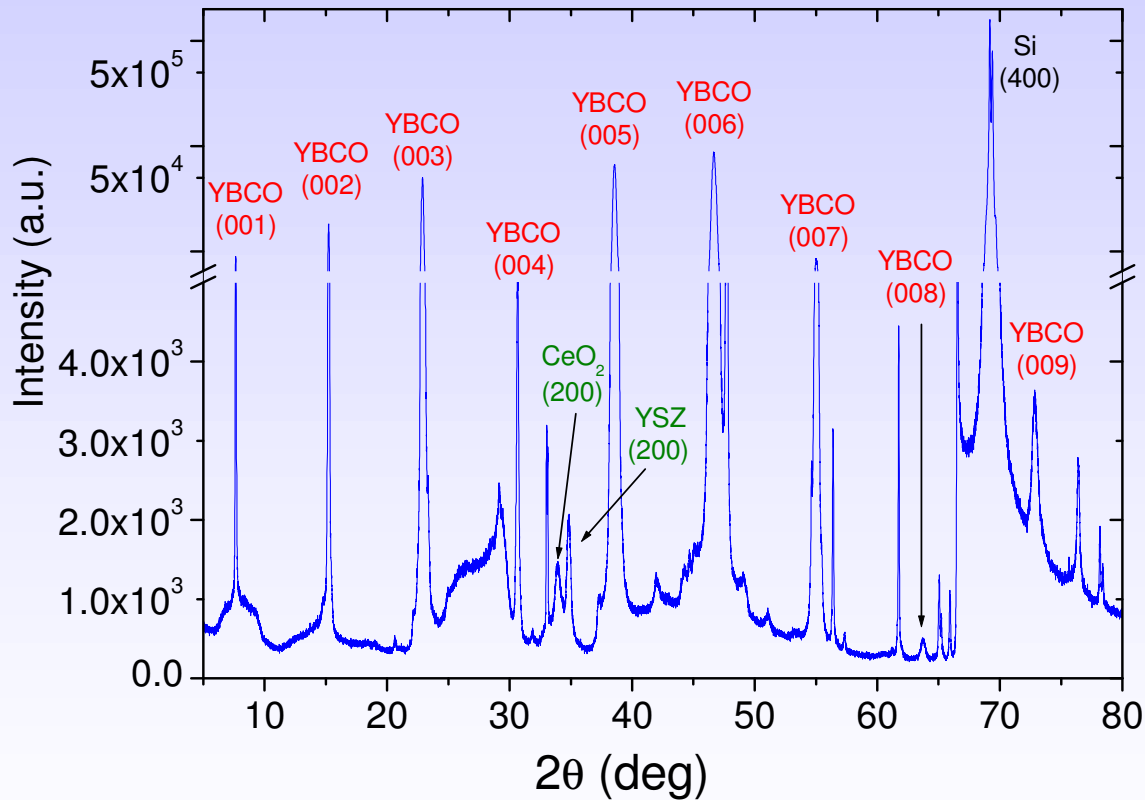
θ-2θ and thin film X-ray diffraction patterns of the optimized CeO₂. The film results to have a preferential orientation in the (111) direction.



Rocking curve (left side) of the (111) peak of the CeO₂ film. The Full Width at Half Maximum is 5.5°, indicating an out of plane angular spread along this direction. **Polar map** (right side) along the (200) direction showing that the film is not oriented in plane. The arrow shows the substrate signal.



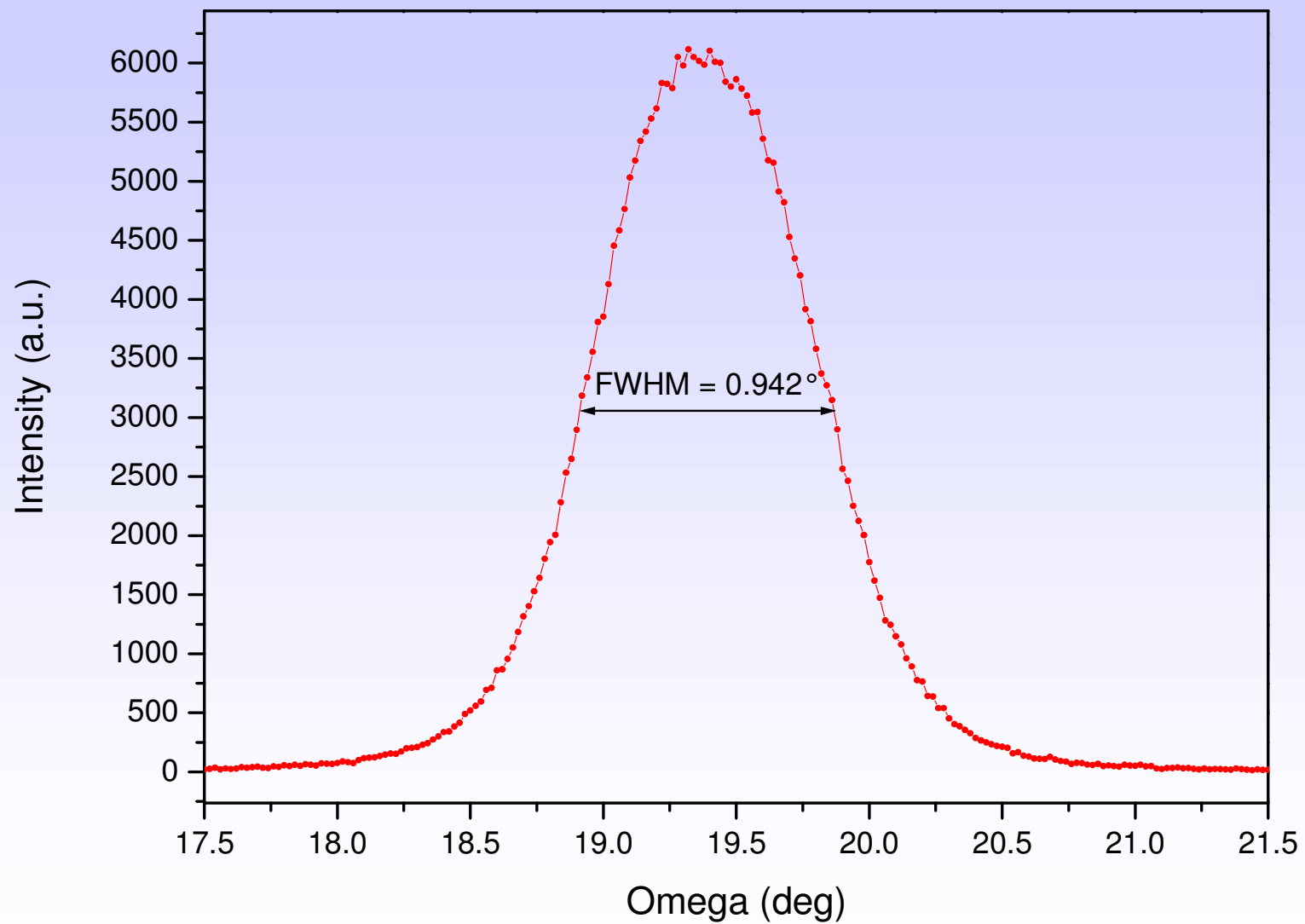
YBCO/CeO₂/YSZ/Si



θ -2 θ X-ray diffraction pattern of the YBCO/CeO₂/YSZ/Si(100) multilayer. The YBCO film results to be *c*-axis oriented (left side).

***c*-axis vs. $\cos\theta\cot\theta$ plot. The *c*-axis value is obtained by the linear fit of the experimental data ($c = 11.696 \text{ \AA}$) (right side). This value corresponds approximately to an oxygen stoichiometry of about 6,98.**

Rocking curve (005) YBCO



FILE

pastiglia di silicio Philips

Beta5

Beta6

Beta7

Beta8

PRIMARIO

filtro Ni

filtro Ni

nulla

nulla

DIFFRATTO

filtro Ni

nulla

nulla

filtro Ni

