

Малокутове рентгенівське розсіювання при ковзному падінні пучка (GISAXS)

Наноструктуровані тонкі плівки та поверхні пригортають все більше уваги впродовж останніх років, адже мають широкий спектр застосувань – починаючи з пористих матеріалів, металів, напівпровідників й аж до (біо-) полімерів і м'яких речовин. Класичні методи досліджень на нанорівні, такі як атомно-силова мікроскопія ([atomic force microscopy \(AFM\)](#)) та трансмісійна електронна мікроскопія, забезпечують хорошу точність локальної інформації про структуру таких об'єктів. Однак ці методи мають недолік у тому, що хороші усередненні результати щодо структури всього зразка майже ніколи не можна отримати. Результати, отримані за допомогою GISAXS (метод малокутового рентгенівського розсіювання при ковзному падінні пучка - англ. Grazing-incidence small-angle X-ray scattering), характеризують велику частину поверхні зразка, тому є ідеальним доповненням до методів мікроскопії, бо легко надає репрезентативну структурну інформацію для великої площі зразка.

Основні принципи, застосування та додаткові методи

Метод GISAXS було введено у 1989 році Джоаною Левін та Джері Коен. Відтоді у зв'язку з великим інтересом до вивчення структури поверхонь та тонких плівок, метод розсіювання став використовуватися дуже часто. Застосовується він для опису мезопор у тонких плівках, наночастинок, які були осажені на поверхні, наночастинок металів на поверхні оксидів, а останнім часом – для дослідження м'якої речовини – полімерних/блок-сополімерних тонких плівок, біологічних матеріалів, які були приєднані до поверхонь. Більш детальну інформацію про основні принципи та сфери застосування методу GISAXS можна отримати у статтях [1] та [2].

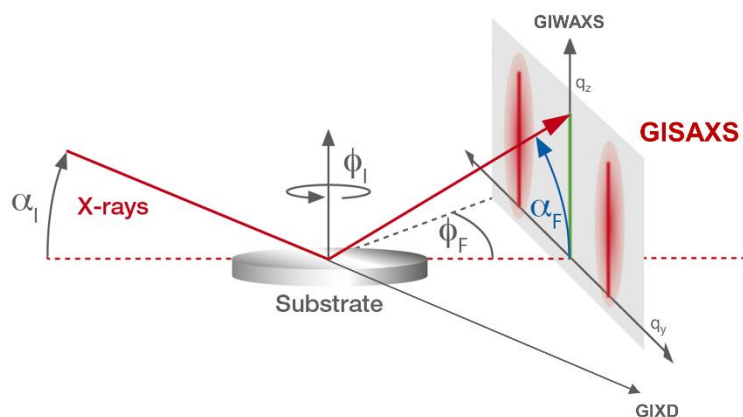
За допомогою методу GISAXS аналізують кореляцію густини та форму наноструктурованих об'єктів на поверхні або на близьких до поверхні відстанях. Даний метод комбінує в собі функції малокутового рентгенівського розсіювання та дифузійного рентгенівського відбивання.

Кути, при яких аналізується розсіювання у методі GISAXS, зазвичай становлять не більше 5° (2θ). Метод GIWAXS (великокутового розсіювання рентгенівських променів при ковзному падінні пучка (GIWAXS від англ. Grazing-incidence wide-angle X-ray scattering) базується на таких самих фізичних основах аналізу та розрахунків, як і GISAXS, але детектуються рентгенівські промені, які розсіялися на великі кути. GIXD (дифракція рентгенівських променів при при

ковзному падінні пучка від англ. Grazing-incidence X-ray diffraction) – ще один споріднений метод, який використовується для характеристики структури кристалічних тонких плівок. Він аналізує брегівське відбивання при великих кутах розсіяння, які відповідають відстаням на атомному рівні.

Геометрія експерименту GISAXS

Падаючий рентгенівський промінь потрапляє на зразок (тонку плівку) під дуже малим кутом α_i , який зазвичай менший 1° . Перевагою, особливо для тонких плівок, є обмежена глибина проникнення рентгенівських променів у зразок, оскільки тоді фонове розсіяння від підкладки є малим. При зміні кута падіння, змінюється і глибина проникнення падаючого випромінювання (діапазон зміни від декількох нанометрів до 100 нм). Розсіяні під малими кутами рентгенівські промені реєструються двовимірним детектором. В залежності від форми, розміру і упорядкованості об'єктів на поверхні зразка, на діаграма розсіяння GISAXS містить вертикальні (позаплощинні, q_z) та горизонтальні (ті, які лежать в площині, q_y) інтенсивності розсіяння (див. рис.1).



*Пояснення до рисунку:
X-rays – рентгенівське
випромінювання;
Substrate – підложка.*

Рис. 1 Геометрія методу.

Метод GISAXS має наступні унікальні переваги:

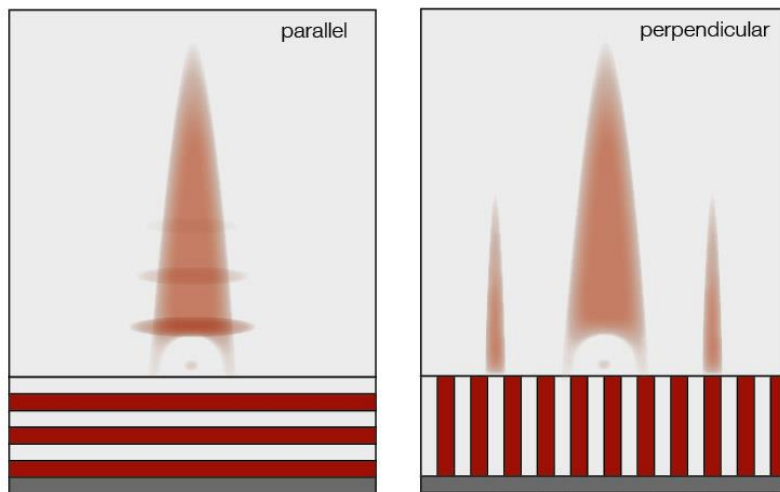
- Забезпечує усередненими результатами, які характеризують велику площу зразка
- Не потребує складної підготовки зразків для експерименту

- Вимірювання можна проводити у вакуумі або у заданому середовищі та у широкому діапазоні зовнішніх умов.

GISAXS сигнатура

Отриманий характеристичний спектр залежить від розміру, форми та упорядкованості наноструктурованої поверхні.

Упорядковані нормальні та бічні флуктуації густини



*Пояснення до рисунку:
Parallel – паралельно
perpendicular –
перпендикулярно.*

Рис.2. Сигнатура

упорядкованих флуктуацій густини.

Якщо зразок виявився упорядкованою пластинчатою структурою, то на діаграмі розсіяння будуть показані чіткі смуги інтенсивності, або піки (рис.2). Класичним прикладом є PS-PMMA (полістерен поліметил метилкрилат) у кремнієвій пластинці, покритій природним оксидом. Якщо зразок має пластинки, паралельні до підложки, то характеристична діаграма інтенсивності має смуги, які розташовані на регулярних відстанях вздовж *перпендикулярної до площини осі*. Зразки із пластинами, які є перпендикулярними до підложки, призводять до корельованих піків (зазвичай, стержневоподібної форми), які лежать у *площині*.

Неупорядковані поверхневі шари

У товстих плівках упорядкованість на поверхні не може існувати у переважній частині всього зразка і в середині плівки можна спостерігати неупорядковану структуру. На характеристичній діаграмі це зображується кільцем, або

частковим кільцем (рис. 3), які вказують, наприклад, який розподіл кутів нахилу неупорядкованих пластинок по відношенню до поверхні.

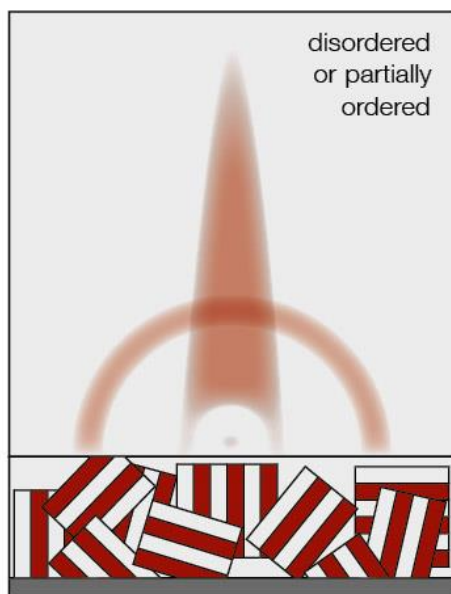


Рис. 3. Сигнатура неупорядкованих, або частково упорядкованих (disordered or partially ordered) поверхневих шарів.

Упорядковані тонкі плівки

Упорядковані (напр., пористі) тонкі плівки, такі як мезоструктурні тонкі плівки кремнезему чи інших оксидів, призводять до більш складних дифракційних картин (рис. 4).

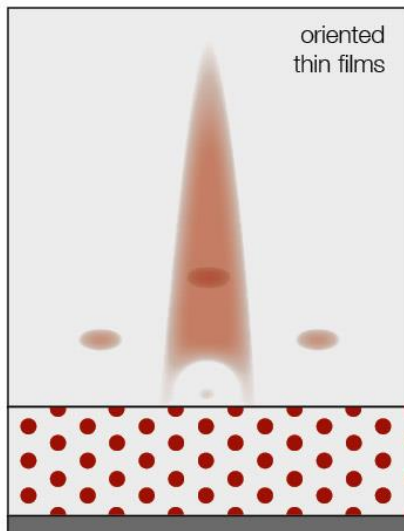


Рис. 4. Сигнатура для упорядкованих тонких плівок (*oriented thin films*).

Висновки

Порівняно із традиційними методами розсіювання (малокутове рентгенівське розсіювання, розсіювання світла, розсіювання нейтронів та рентгенівська дифракція), малокутове рентгенівське розсіювання при ковзному падінні пучка GISAXS є відносно новою дисципліною, яка може давати розуміння про структуру тонких плівок. На сьогодні цей метод є одним із найважливіших інструментів, який надає характерну інформацію, що ідеально доповнює інформацію, отриману за допомогою мікроскопії.

Застосування: дослідження пористих матеріалів, металів, полімерів, м'якої речовини та багато іншого. Вимірювання відбуваються за допомогою великих пучків синхротронного випромінювання, або спеціально створених лабораторних систем ([laboratory GISAXS systems](#)).

Список літератури

1. Levine, J. Cohen, J. Chung, Y. Georgopoulos, P. (1989). Grazing-incidence small-angle X-ray scattering: new tool for studying thin film growth. *J. Appl. Cryst.* (22), pp. 528–532.
2. Smilgies, D. (2017). GISAXS – grazing-incidence small-angle scattering. In: *The SAXS Guide*, 4th ed. Graz: Anton Paar, pp. 109–123.
3. Buschbaum, P. (2009). A basic introduction to Grazing-Incidence Small-Angle X-ray Scattering, *Lect. Notes Phys.* (776), pp 61–89.

Данна стаття є перекладом на українську оригінальної **статті** (<https://wiki.anton-paar.com/en/grazing-incidence-small-angle-x-ray-scattering-gisaxs/>)

Anton Paar GmbH <https://www.anton-paar.com>

Переклад виконаний співробітниками Донау ЛАБ УКРАЇНА <http://dlu.com.ua> - ексклюзивного дистриб'ютора продукції Anton Paar GmbH в Україні та Молдові



03028 Україна, м. Київ,
вул. Стратегічне шосе, 16

<http://dlu.com.ua>

Тел: +38 (044) 229-15-31

Факс: +38 (044) 229-15-30

e-mail: sale@dlu.com.ua