



Experimental study of instrumental resolution function of texture diffractometer

EXPERIMENTÁLNE ŠTÚDIUM PRÍSTROJOVEJ ROZLIŠOVACEJ FUNKCIE TEXTÚRNEHO DIFRAKTOMETRA

D. Machajdík¹, A. Pevala¹, K. Fröhlich¹, F. Weiss², A. Figueras³

¹ Elektrotechnický ústav SAV, Dúbravská cesta 9, 842 39 Bratislava, Slovensko

² LMGP, ENSPG, BP46, 38402 Saint Martin d'Herès, France

³ Institut de Ciencia de Materials, CSIC, 08193 Bellaterra, Barcelona, Spain

Abstract

The experimental study of instrumental resolution function (IRF) of a texture diffractometer was performed. A texture tilt χ renders an IRF as a function of two parameters $IRF = f(2\theta, \chi)$. It is graphically represented as a surface area in 3-dimensional space with the 2θ , χ , FWHM coordinates. The influence of defocussation and surface roughness is discussed.

Keywords: resolution function, texture, FWHM

Prístrojová rozlišovacia funkcia difraktometra je dôležitou charakteristikou ktorú je potrebné poznať pri štúdiu viacerých oblastí reálnej štruktúry kryštalických materiálov. Analýza zbytkového mikronapätia, štúdium rozmeru koherentných oblastí v kryštalitoch, respektíve Rietveldova analýza kryštálovej štruktúry sú typické oblasti v ktorých je túto funkciu potrebné poznať. Prístrojovú rozlišovaciu funkciu je možné definovať viacerými spôsobmi. V tejto práci ňou budeme rozumieť hodnoty FWHM získané z profilov difrakcií z materiálu v ktorom sa neuplatňuje vplyv veľkosti častíc ani vplyv mikropnutí v kryštalitoch. Jedná sa teda o funkciu

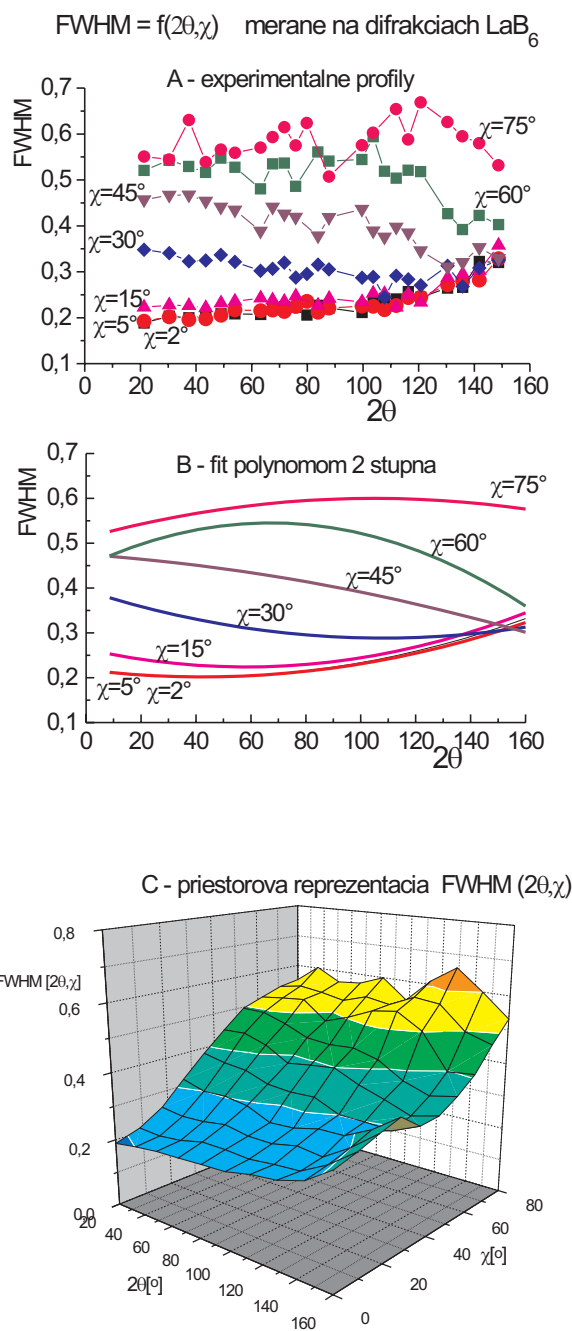
$$FWHM = f(2\theta) \quad (1)$$

Získanie prístrojovej rozlišovaciej funkcie, umožňuje z experimentálne zmeraných profilov difrakcií odseparovať prístrojové rozšírenie a získať tak čisté profily difrakcií, ktoré sú vytvárané už len vplyvom vlastností skúmaného materiálu.

V špeciálnom prípade, ak je analyzovaný profil len jednej difrakcie, stačí poznať hodnotu prístrojovej funkcie v polohe tejto difrakcie. Viaceré analytické úlohy však vyžadujú poznať priebeh tejto funkcie v širokom rozsahu uhlov 2θ . Ako štandardný referenčný materiál sa pre takýto účel bežne používa zlúčenina LaB_6 . Jej výhodou je, že má dostatočný počet difrakcií pomerne rovnomerne rozložených v rozsahu uhlov 21° až 149° .

Vo veľkej väčšine úloh riešených v práškovej röntgenovej difrakcii je poznanie takto definovanej funkcie dostatočné. Avšak k analýze profilov difrakcií pri textúrnych meraniach pri ktorých má vzorka ďalší stupeň volnosti χ , je potrebné poznať závislosť prístrojovej funkcie aj od tohoto parametra. Funkcia má potom tvar

$$FWHM = f(2\theta, \chi) \quad (2)$$



Obr. 1

Pokiaľ je autorom známe, priebeh takto definovanej funkcie nebol detailne študovaný. Táto práca je príspevkom k riešeniu formulovanej úlohy.

Priebeh funkcie (2) bol študovaný na textúrnom difraktometri Siemens D5000. Primárny lúč bol formovaný kolimátorom s priemerom 0,8 mm. Na sekundárnej strane bol inštalovaný zakrivený grafitový monochromátor. Použili sme 23 difrakcií práškoveho preparátu LaB_6 v rozsahu uhlov 2θ , $\langle 21^\circ - 149^\circ \rangle$. Každá difrakcia bola nasnímkovaná pri siedmich uhloch náklonu vzorky χ : 2° , 5° , 15° , 30° , 45° , 60° , 75° . Tým sme získali 161 bodov pre zkonštruovanie priestorovej plochy, reprezentujúcej funkciu (2). Výsledky sú znázornené na obr. 1. Body v A - časti obrázku sú získané fitovaním experimentálne zmeraných profilov difrakcií za použitia modifikovanej Lorentzovskej funkcie pomocou programu ZDS [1]. Ako parameter každej krivky vystupuje uhol náklonu χ . Za účelom zhladenia týchto kriviek sme cez body preložili polynómy druhého stupňa. Zobrazené sú v časti B. Zosieťovaním sme potom získali priestorovú plochu znázornenú v časti C.

Ako vidieť z jednotlivých grafov, hodnoty FWHM sú z intervalu $\langle 0.2^\circ \div 0.7^\circ \rangle$. Porovnanie týchto hodnôt s difrakciami meranými na tenkých vrstvách, ako aj s difrakciami získanými z monokryštálových podložiek nás vedie k záveru, že krivky získané z LaB_6 majú príliš vysoké hodnoty FWHM a nepredstavujú skutočnú prístrojovú funkciu. Predpokladáme, že okrem defokusačného vplyvu uplatňujúceho sa pri náklonoch vzorky sa prejavuje aj vplyv drsnosti povrchu práškoveho preparátu LaB_6 . Podrobné porovnanie s údajmi získanými na difrakciách z tenkých vrstiev a z monokryštálov bude publikované na inom mieste.

Táto práca bola podporovaná grantovou agentúrou VEGA (project No. 2/6057/99) a grantom Európskej komisie (project INCO COPERNICUS IC15-CT96-0735).

Citácie

1. P. Ondruš, ZDS: Software pro analýzu rtg práškových difrakčných záznamu (1993)

Microstructural study of epitaxial CeO_2 film deposited on sapphire single crystal substrate

ŠTÚDIUM MIKROŠTRUKTÚRY EPITAXNEJ CeO_2 VRSTVY DEPONOVANEJ NA ZAFÍROVEJ MONOKRYŠTÁLOVEJ PODLOŽKE

D. Machajdík¹, K. Fröhlich¹, A. Pevala¹, F. Weiss², A. Figueras³

¹Elektrotechnický ústav SAV, Dúbravská cesta 9, 842 39 Bratislava, Slovensko

²LMGP, ENSPG, BP46, 38402 Saint Martin d'Herès, France

³Institut de Ciencia de Materials, CSIC, 08193 Bellaterra, Barcelona, Spain

Abstract

The thin epitaxial CeO_2 layer deposited on R-plane cut sapphire monocrystal was studied using ω - scans at selected diffractions. The extremely narrow peak superimposed onto the standard ω - scan has been observed. The nature of this peak is analysed, and conclusions regarding to the microstructure and morphology of CeO_2 layer are drawn.

Keywords: epitaxial layer, ω -scan, preferred orientation, R-plane, mosaicity

V období uplynulých niekoľkých rokov sa na oxid céricitý sústredila pozornosť z hľadiska jeho využitia v katalýze, ale najmä v technológii prípravy tenkých vrstiev. Tenké epitaxné CeO_2 vrstvy sa využívajú ako bufferové vrstvy medzi zafírovou monokryštálovou podložkou, ktorej povrch je tvorený R rovinou a tenkou supravodivou vrstvou $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$. CeO_2 vrstva zastavuje difúziu medzi zafírom a supravodivou vrstvičkou a tiež umožňuje rast vysoko kvalitnej epitaxnej supravodivej vrstvy.

Jeden z dôležitých parametrov pri posudzovaní mikroštruktúry tenkých epitaxných vrstiev je stupeň

prednostnej orientácie kryštálov. Pre posúdenie tohoto parametra sa využívajú ω scany. Na ω scanoch zmeraných na vybranej difrakcii CeO_2 sa pomerne často objavuje extrémne úzke maximum, ktoré je naložené na štandardný tvar ω scanu. Tento experimentálny fakt je možné interpretovať ako mimoriadne vysokú kvalitu prednostnej orientácie v časti tenkej CeO_2 vrstvy - bez mozaičnosti [1], [2].

Prítomnosť úzkeho maxima môže byť spôsobená aj nedostatočnou monochromatickosťou rtg lúča. Úzke maximum je v takom prípade príspevkom, ktorý je generovaný monokryštálovou podložkou. Vzniká difrakciou časti žiarenia s inou vlnovou dĺžkou ako je charakteristická vlnová dĺžka anódy, na systéme kryštalografických rovín podložky rovnobežných s povrchom vzorky. V takom prípade treba ω scan interpretovať ako vzájomné naloženie dvoch ω scanov - jedného od vrstvy a jedného od monokryštálovej podložky. Problém rozlíšenia medzi prípadom, keď je úzke maximum generované z monokryštálovej podložky a prípadom, keď je príspevkom z tenkej vrstvy je riešený v práci [3]. Na obr.1 je zobrazený typický tvar takého ω scanu - krivka a; veľkosť príspevku od monokryštálovej podložky - b; difrakcia 002 na ktorej bol ω scan meraný - vložený obrázok.