



Závěr

Prášková difrakce je základní metoda pro studium krystalové struktury v případě, že nejsou k dispozici dobré monokrystaly. Je jednou ze základních metod fázové analýzy. V poslední době získává stále více na významu jako jedna z prvních metod při charakterizaci nových materiálů,

zejména tenkých vrstev a to nejen složení, ale také tzv. reálné struktury (napětí, textury, defekty mřížky). K úspěchu metody výrazně napomáhá vylepšení instrumentální techniky v posledních letech.

X-ray holography with atomic resolution RENTGENOVÁ HOLOGRAFIE S ATOMÁRNÍM ROZLIŠENÍM

Miloš Kopecký, Jiří Kub

Fyzikální ústav Akademie věd České republiky,
Na Slovance 2, 182 21 Praha 8

Keywords:

X-ray holography, holography with atomic resolution, absorption holography

Abstract

Holography with atomic resolution is a new method capable to visualize local atomic structure around a selected atom (element). The hologram contains the information on both the phase and amplitude of the scattered wave and does not require translation periodicity of atoms. However, it needs very high precision of measurements and its is therefore experimentally complicated. The history and principles of the methods are briefly described and examples shown.

Úvod

Přestože strukturu většiny materiálů je možné určit pomocí difrakce, existuje řada případů, kdy difrakční metody použít nelze:

- (i) Z některých látek, zejména biologického původu, není možné vypěstovat kvalitní monokrystal a data získaná z práškové difrakce nejsou k úplnému vyřešení struktury dostatečná.
- (ii) Difrakční metody někdy selhávají i v případě monokrystalů díky existenci tzv. „fázového problému“.
- (iii) Klasické krystalografické metody často neposkytují dostatečnou informaci o struktuře neperiodických systémů (jako jsou například amorfni materiály nebo kvazikrystaly), o uspořádání atomů v okolí nečistot a implantovaných iontů, okolí atomů nacházejících se ve velmi tenkých vrstvách, případně adsorbovaných na povrchu vzorku atd.

Proto se hledají stále nové alternativní metody, které by dokázaly rozšířit poznatky o struktuře látek. Jejich příkladem jsou holografické metody s atomárním rozlišením.

Holografické zobrazování

Metoda holografie je známá od roku 1948, kdy ji rozpracoval britský fyzik maďarského původu Dennis Gabor [1] při snaze zlepšit rozlišovací schopnost elektronového mikroskopu. Jeho myšlenka se ale začala uplatňovat v praxi až v šedesátých letech dvacátého století v souvislosti s objevem koherentních zdrojů světla, laserů.

V případě Gaborovy holografie je předmět ozářen rovinnou vlnou. Vlna rozptýlená od předmětu, (*předmě-*

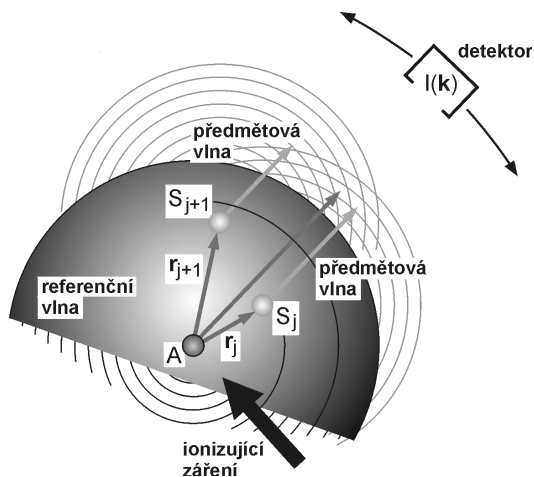
tová vlna), interferuje s částí dopadající vlny, která projde předmětem neporušena (*referenční vlna*). Tímto způsobem se převede informace o fázi, kterou nese předmětová vlna, na změny intenzity. Ty je již možno zaznamenat na fotografickou desku nebo jiné záznamové prostředí jako tzv. *hologram*. K uchování fázové informace je nutné, aby referenční i předmětová vlna byly koherentní, přesnější, aby jejich koherenční délka byla větší než rozměry předmětu. Přestože hologram vlastní předmět nijak nepřipomíná, obsahuje veškerou informaci potřebnou k rekonstrukci jeho třírozměrného obrazu. Pokud je hologram ozářen rovinnou vlnou, funguje jako difrakční mřížka, která díky svému sinusovému profilu difraktuje pouze do prvního řádu. Výsledkem jsou dva obrazy, *reálný obraz* na místě původního předmětu a *virtuální obraz* na opačné straně fotografické desky. Lze ukázat, že prostorové rozlišení holografie s rovinnou referenční vlnou nemůže být lepší než rozlišení záznamového média [2]. Proto nelze v uspořádání s rovinnou referenční vlnou očekávat dosažení atomárního rozlišení.

Druhým základním typem holografie je Fourierova holografie, kde se jako referenční vlna používá sférická vlna emitovaná kvazibodovým zdrojem. V tomto případě se obraz rekonstruuje pomocí divergentní sférické vlny. V tomto případě není požadavek na rozlišovací schopnost záznamového prostředí tak přísný. Rozlišení Fourierovy holografie je limitováno zejména rozměry zdroje referenční vlny [2].

Hlavní výhodou holografie proti ostatním zobrazovacím metodám je skutečnost, že zaznamenává informaci o třírozměrném předmětu na dvojrozměrnou plochu bez použití optických prvků, tzn. bez aberací. Vzniklý obraz přitom nese informaci nejen o amplitudě ale i o fázi předmětové vlny, což umožňuje prostorovou rekonstrukci předmětu.

Rentgenová holografie s atomárním rozlišením

V roce 1986 přišel Abraham Szöke s myšlenkou, že interferenční obrazce charakteristického rentgenového záření, fotoelektronů či Augerových elektronů vyzářených atomy v pevných látkách jsou v podstatě hologramy, které mohou být využity k prostorovému zobrazení okolí vyzářujících atomů [3]. Jedná se v podstatě o Fourierovu holografii s velmi vysokým rozlišením daným atomárními rozměry zdroje.

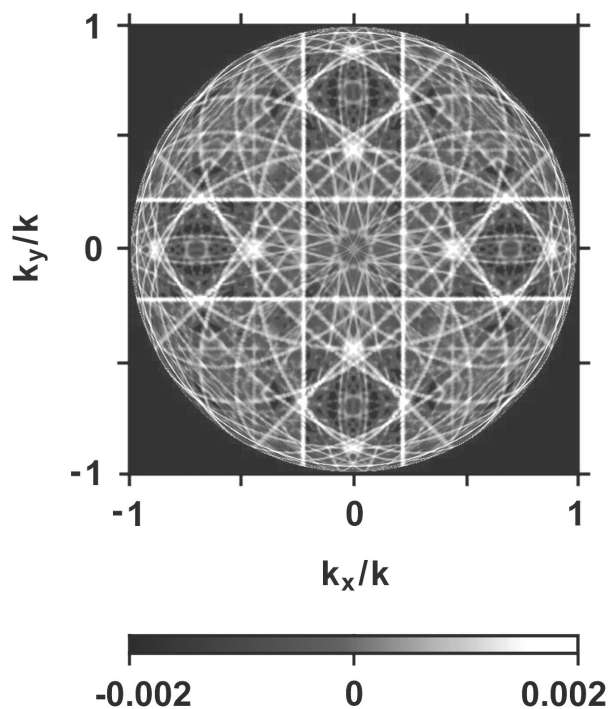


Obr. 1. Holografie s atomárním rozlišením.

Uvažujme atom A , který vyzařuje buď spontánně nebo díky excitaci ionizujícím zářením z vnějšího zdroje (Obr. 1). Neporušená vlna, která dopadne do vzdáleného detektoru, aniž by došlo k jejímu rozptylu, slouží jako referenční vlna. Zároveň dochází k rozptylu emitovaného záření na ostatních atomech S_j s polohovými vektory r_j , ke vzniku předmětových vln a k jejich interferenci s referenční vlnou. Ze změřené závislosti intenzity na směr vyzařování $I(\mathbf{k})$, kde \mathbf{k} je vlnový vektor, je pak možné zrekonstruovat okolí atomu A . Rekonstrukce reálného obrazu (přesněji rekonstrukce rozptýleného vlnového pole) se zde na rozdíl od klasických holografických metod provádí výhradně numericky na základě Helmholtzova-Kirchhoffova integrálního teorému [4]. Tato teorie byla experimentálně potvrzena nejprve pro případ elektronové holografie [5], později bylo úspěšně využito k holografickému zobrazení atomů i rentgenové záření [6]. V roce 1996 bylo navrženo a experimentálně ověřeno inverzní schéma rentgenové holografie [7]. Hlavní výhoda této metody spočívá v tom, že dovoluje měřit hologramy nejen pro několik jeho charakteristických energií, jako je tomu v případě klasické rentgenové holografie popsané výše, ale pro libovolnou energii fotonů nad absorpční hranou vybraného atomu. Přitom rekonstrukce hologramů naměřených při více energiích umožňuje lepší potlačení virtuálních obrazů atomů [8].

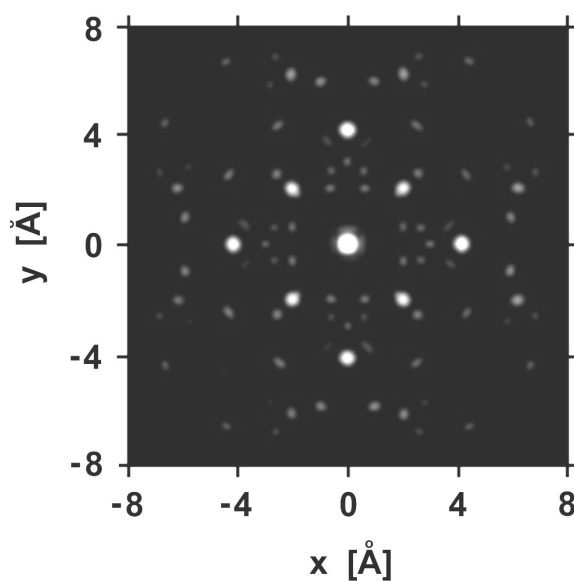
Rentgenová holografie poskytuje ve srovnání s elektronovou holografií řadu výhod, ale zároveň přináší i řadu praktických problémů při realizaci experimentu. Rozptyl rentgenového záření na atomech je mnohem slabší a více izotropní než rozptyl elektronů, což umožňuje získat kvalitnější obrazy atomů. Na druhé straně holografický signál od nejbližších středně těžkých atomů tvoří v případě rentgenového záření přibližně jen 0,1 % celkové intenzity, což klade vysoké nároky na přesnost měření.

Jako příklad uvedeme využití absorpční holografie [9] k zobrazení okolí atomů kobaltu monokrystalu CoO. Experiment byl proveden v difrakční sekci synchrotronu Elettra v Terstu při energii svazku 13 keV. Změny lineárního absorpčního koeficientu $\mu(\mathbf{k})$ v závislosti na směru dopadu synchrotronového svazku znázorňuje Obr. 2.



Obr. 2. Závislost lineárního absorpčního koeficientu $\mu(\mathbf{k})$ změněná na planparalelní destičce krystalu CoO při energii svazku 13 keV.

Kromě ostrých čar ve směrech, ve kterých dochází k difrakci, jsou zde vidět i pomalejší oscilace. Tyto oscilace v rozsahu $\pm 0,2 \%$ tvoří vlastně hologram [9], který lze využít k rekonstrukci okolí atomů kobaltu. Na Obr. 3 je uveden příklad obrazu atomů kobaltu v krystalografické rovině (001). Atomy kyslíku nejsou vidět v důsledku jejich malé hmotnosti.



Obr. 3. Holografická rekonstrukce atomů kobaltu v krystalografické rovině (001).

Závěr

Holografie s atomárním rozlišením je nová metoda, která umožňuje zobrazit okolí atomů vybraného prvku. Přestože se pomocí holografie doposud nepodařilo vyřešit žádnou neznámou strukturu, jeví se tato technika jako velice perspektivní hned z několika důvodů. Na rozdíl od difrakčního obrazu obsahuje holografický záznam informaci jak o amplitudě rozptýlené vlny, tak i o její fázi. Odpadá tak nutnost řešit fázový problém vlastní difrakčními metodám. Holografie nevyžaduje translační periodicitu atomární struktury, čímž se otevírá možnost určovat struktury i organických látek, které nelze zkrystalizovat, či kvazikrystalů, studovat lokální okolí nečistot, implantovaných iontů o malých koncentracích, okolí atomů adsorbovaných na povrchu materiálů atd.

1. D. Gabor, *Nature* **161**, 777 (1948).
2. G. Faigel a M. Tegze, *Rep. Prog. Phys.* **62**, 355 (1999).
3. A. Szöke, v *Short Wavelength Coherent Radiation: Generation and Application*, editoři D. T. Attwood a J. Bokor, AIP Conf. Proc. č. 147 (AIP, New York, 1986).
4. např. M. Born a E. Wolf, *Principles of Optics* (Pergamon, Oxford, 1980).
5. G. R. Harp, D. K. Saldin, B. P. Tonner, *Phys. Rev. Lett.* **65**, 1012 (1990).
6. M. Tegze a G. Faigel, *Nature (London)* **380**, 49 (1996).
7. T. Gog, P. M. Len, G. Materlik, D. Bahr, C. S. Fadley, C. Sanchez-Hanke, *Phys. Rev. Lett.* **76**, 3132 (1996).
8. J. J. Barton, *Phys. Rev. Lett.* **61**, 1356 (1988).
9. M. Kopecký, A. Lausi, E. Busetto, J. Kub, A. Savoia, *Phys. Rev. Lett.* **88**, 185503 (2002).

Multiple crystal diffractometry VÍCEKRystalOVÁ DIFRAKTOMETRIE

Zbyněk Šourek

Fyzikální ústav, Akademie věd ČR, Na Slovance 2, 182 21 Praha 8

Keywords:

X-ray diffraction, high resolution X-ray diffraction techniques, reciprocal space mapping.

Abstract

Industrial requirement for rapid, non-destructive analysis of defects in highly perfect materials for electronics industry stimulated the explosive growth of many crystal X-ray diffractometers. We define the geometry and instrumental parameter common to the double-axis and triple-axis diffractometers. We also mention the DuMond diagram for visualization of X-ray optics. The reciprocal space representation of many crystal diffraction maps is discussed.

Dlouhá desetiletí po objevu rentgenového záření dominovaly ve studiu materiálů difrakčními metodami v podstatě metody dví. Strukturní analýza vyřešila krystalovou strukturu bezpočtu monokrystalů a dnes je např. neocenitelným nástrojem v pochopení složitých biologických procesů. Prášková difrakce polykrystalickými materiály se stala neocenitelnou metodou pro praktický výzkum vlastností široké škály vzorků.

V posledních zhruba třech desetiletích vzrostla potřeba metody nazývané rentgenová difrakce s vysokým rozlišením, která využívá zásadně vícekrystalové diffraktometry. Důvodem byly především požadavky průmyslu na rychlou nedestruktivní analýzu poruch ve vysoce dokonalých materiálech pro elektroniku a optoelektroniku, a tato analýza byla mimo možnosti zmiňovaných metod pro jejich nedostatečné rozlišení. K prudkému rozvoji metody rentgenové difrakce s vysokým rozlišením přispěla jednak možnost použití intenzivních zdrojů rentgenového záření, jednak i dostupnost velmi dokonalých velkých krystalů pro prvky rentgenové optiky.

Interakci záření s téměř dokonalými krystaly úspěšně popisuje dynamická teorie difrakce rentgenového záření. Jedním z jejích základních pojmů je krystalová funkce C . V případě dopadající rovinné monochromatické vlny jí rozumíme závislost intenzity difraktované krystalem na úhlu jeho natočení vůči směru této vlny normovanou na intenzitu dopadající. Krystalová funkce v sobě nese většinu základních informací o zkoumaném vzorku. Typické hodnoty její úhlové šířky W v polovině maxima jsou zhruba mezi 0,5" a 15".

Divergence synchrotronového svazku může být 1", jde ale o bílé záření, divergence svazku z konvenční rentgenové lampy ve vzdálenosti 1 m je asi 80". U synchrotronu jedнокrystalová difrakční křivka charakterizuje spektrum zdroje a i ve všech ostatních případech jedнокrystalových metod je difrakční křivka dána především spektrálními vlastnostmi zdroje a je jen málo ovlivněna vzorkem. Instrumentální funkce zkreslení pro jedнокrystalové diffraktometry je příliš široká na to, aby se s nimi mohli měřit jemné změny difrakční křivky téměř dokonalých krystalů.

Řešením je použití dalšího difrakčního systému před vzorkem, který funguje jako kolimátor i monochromátor. A to je vlastně klasický dvoukrystalový diffraktometr. Existuje mnoho variací tohoto uspořádání, základní schéma je na obr. 1. Měřená difrakční křivka, tzv. rocking curve, je, jak dále zmíníme podrobněji, konvolucí krystalových funkcí C_1 kolimátoru a C_2 vzorku. Z ní už lze odvodit většinu charakteristik vzorku, je mimořádně citlivá na velmi jemné změny napětí a deformace. Velkou výhodou je i to, že její teoretický průběh lze s vysokou přesností spočítat základě dynamické teorie difrakce rentgenového záření [1].