



První krystal má opět dvě úlohy, totiž kolimaci a monochromatizaci svazku dopadajícího na vzorek. Úhlové rozlišení se zlepší použitím monolitických monochromátorů, tzv. channel-cut krystalů, které omezí instrumentální zkreslení. Co se týče vlnového rozlišení, obvykle dostačuje odstínit záření  $K_{\alpha 2}$ , toho lze dosáhnout i jen vložením vhodné štěrbinu za kolimátor.

Podle požadovaného rozlišení lze vybrat vhodný typ analyzátoru. Pro nejmenší jen štěrbinu. Rozumným kompromisem mezi intenzitou a rozlišením může být asymetrický křemíkový nebo germaniový analyzátor. Symetrický křemíkový analyzátor se čtyřmi reflexemi 111 dává vysoké rozlišení a je optimální pro většinu analýz polovodičových vzorků. Obecně je výhodné používat detektor s širokým dynamickým rozsahem a dobrou funkční charakteristikou pro malé signály, protože jevy jako difúzní rozptyl jsou velmi slabé a rentgenoptické prvky nutně intenzitu ještě snižují. Pro rychlou analýzu bez nároku na vyšší rozlišení lze s výhodou použít plošný detektor.

Měřením intenzity v okolí bodu reciproké mříže s recipročným vektorem  $\mathbf{q}$  získáme mapu reciprokého prostoru. Souřadnice v této mapě odpovídají složkám difrakčního vektoru kolmým a rovnoběžným s reálným povrchem vzorku. Mapa reciprokého prostoru umožňuje rozlišit difrakční jevy způsobené změnou mezirovinné vzdálenosti a náklonu mříže a získat strukturní informace obsažené v difúzně rozptýleném záření. Většinou se měří tak, že se ve smyčce měří  $\theta-2\theta$  křivka pro vzorek v jedné poloze  $\theta$ . Poloha vzorku se pak změní o určitý krok a měří se další  $\theta-2\theta$  křivka. Tak se získají údaje pro čtvercovou nebo obdélníkovou síť v příslušné části reciprokého prostoru. Je samozřejmě třeba převést úhlové míry na

souřadnice reciprokého prostoru. Mapy se zobrazují obvykle v logaritmickém měřítku jako grafy vrstevnic téže difraktované intenzity v okolí daného bodu reciproké mříže.

Teorie dvoukrystalového spektrometru byla popsána Comptonem a Allisonem [3], teorii trojkrystalového difraktometru podali Bubáková, Drahokoupil a Fingerland [4]. Výklad byl v češtině shrnut např. také na minulém kolokviu věnovaném experimentálním technikám v roce 1994 v práci Šourek, Kub [5]. Rentgenové difraktometrii s vysokým rozlišením jsou mj. věnovány moderní publikace Bowen, Tanner [6] a Holý, Pietsch a Baumbach [7]. V nich lze nalézt řadu odkazů na původní práce a mnoho příkladů použití vícekrystalové difraktometrie.

1. R. W. James, *The Optical Principles of the Diffraction of X-rays*, Bell London 1948.
2. J. W. M. DuMond, *Phys. Rev.*, 52 (1937) 872.
3. A. H. Compton, S. K. Allison: *X-rays in theory and experiment*. New York 1935. Van Nostrand.
4. R. Bubáková, J. Drahokoupil, A. Fingerland, *Czech. J. Phys.*, B11 (1961) 205.
5. Z. Šourek, J. Kub, v *Experimentální techniky v rentgenové a neutronové strukturní analýze*, ed. R. Kuřel. Krystalografická společnost 1994.
6. D. K. Bowen, B. K. Tanner: *High Resolution X-ray Diffractometry and Topography*. London 1998. Taylor & Francis.
7. V. Holý, U. Pietsch a T. Baumbach: *High Resolution X-ray Scattering from Thin Films and Multilayers*. Berlin 1999. Springer.

## X-ray topography RENTGENOVÁ TOPOGRAFIE

Milena Polcarová

*Fyzikální ústav AV ČR, 182 21 Praha, ČR*

### Keywords:

X-ray topography, Berg-Barrett method, Schulz method, Lang method, topography with synchrotron radiation

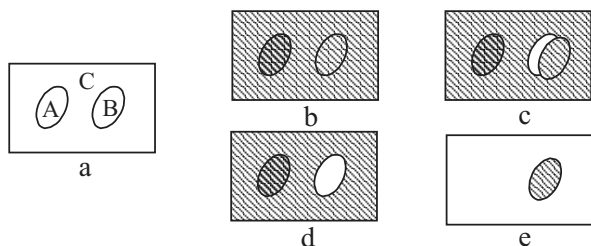
### Abstract

Principles of the topographic contrast - orientation, extinction are explained. Both laboratory (Berg-Barrett, Schulz, Lang methods, multiple crystal topography) and synchrotron radiation topographic methods are briefly described and their resolution discussed. Typical applications of individual methods are given.

Rentgenová difrakční topografie je soubor metod, které pomocí difrakce rentgenového záření umožňují zobrazit krystal tak, že místu na vzorku je jednoznačně přiřazeno místo na snímku - topogramu. Používají se ke studiu krystalových poruch o malé hustotě. Dokonalý krystal se zobrazí stejnoměrným zčernáním. Poruchy v krystalu se zobrazí odlišnou intenzitou difraktovaného svazku a tudíž

odlišným zčernáním na topogramu. Analýzou kontrastu lze identifikovat různé typy poruch a určit jejich charakteristiky. Sledovaná hustota poruch je omezena rozlišovací schopností, která je v nejlepším případě  $\cong 1 \mu\text{m}$  (např. dislokace jsou rozlišitelné do hustoty  $10^5 - 10^6 \text{ cm}^{-2}$ ). Topografické snímky dávají nezvětšený obraz krystalu, zvětšení je třeba provést dodatečně. Možnostmi zvětšení a rozlišení jsou rentgenové topografické metody v nevýhodě proti elektronové mikroskopii. Na druhé straně jsou mnohem citlivější na slabé deformace krystalu a umožňují studovat makroskopicky velké vzorky, jejichž stav není tolik ovlivněn povrchem, jako je tomu u tenkých folií v transmisní elektronové mikroskopii. Podrobný rozbor základních topografických metod včetně vzniku kontrastu a příkladů aplikací je v monografiích [1,2] nebo sbornících [3, 4].

Rozdíl mezi *orientačním a extinkčním* kontrastem je znázorněn na obr.1 [3]. Vznik extinkčního kontrastu na poruchách krystalu je možné vysvětlit pomocí dynamické teorie difrakce [5].



**Obr.1.** Orientační a extinkční kontrast. a) schéma vzorku, který v základním dokonalém krystalu C obsahuje jednak porušenou oblast A, jednak oblast B, dokonalou, ale natočenou vzhledem ke krystalu C. b), c), d) schéma topogramů, kde krystal C i oblast A jsou v reflexní poloze. Oblast A se projeví odlišným černáním, oblast B menším či větším posunem, příp. úplným vymizením obrazu. e) po vhodném natočení vzorku nejsou oblasti C a A v reflexní poloze, ale difraktuje oblast B.

*Rozlišovací schopnost* topografických metod závisí na řadě faktorů, mezi něž patří: geometrické uspořádání experimentu, divergence dopadajícího svazku a jeho spektrální šířka, šířka reflexní křivky studovaného krystalu, rozlišovací schopnost fotografického materiálu příp. kamery.

*Laboratorní metody. Bergova – Barrettova metoda* je nejstarší z topografických metod. Využívá charakteristické záření rentgenky, dopadající svazek má poměrně velkou divergenci (až  $1^\circ$ ). Nastavení vzorku je snadné, konstrukce goniometru jednoduchá a intenzita difraktovaného svazku poměrně vysoká, takže expoziční doby jsou jen minuty nebo desítky minut. Rozlišovací schopnost je obvykle 10 – 20  $\mu\text{m}$ . Metoda je velmi vhodná pro rychlé hodnocení kvality monokrystalů.

*Schulzova metoda* používá divergentní svazek spojitěho záření vystupující z malého bodového ohniska rentgenky. Podobně jako u předchozí metody je goniometr jednoduchý a nastavení vzorku snadné, lze však dosáhnout lepšího rozlišení. Výhodou je současně zobrazení vzorku v několika reflexích, nevýhodou poměrně dlouhé expoziční doby.

*Langova metoda* má lepší rozlišovací schopnost, za optimálních podmínek 1-2  $\mu\text{m}$ , běžně 3-5  $\mu\text{m}$ . Toho se dosáhne omezením divergence primárního svazku na hodnotu menší, než je rozdíl Braggových úhlů pro dublet  $K\alpha$  pro danou reflexi. Pokud je vzorek při expozici nepohyblivý, zobrazí se při malé absorpci na topogramu řez vzorkem o tloušťce dané šířkou svazku (sekční topografie v uspořádání na průchod). Jestliže se vzorek pohybuje napříč svazkem současně s fotografickou deskou, vznikne na topogramu průmět vzorku do roviny snímku (projekční topografie). Langovou metodou je možno rozlišit jednotlivé poruchy krystalu, jako dislokace, precipitáty, růstové pásy apod., pokud jejich hustota není příliš velká, a určit některé jejich charakteristiky. Je proto i přes poměrnou složitost goniometru a dlouhé expozice často používána ke studiu téměř dokonalých krystalů.

*Vícekrystalové uspořádání* se pro topografii používá často v kombinaci s měřením reflexních křivek. Konstrukce goniometru i nastavení vzorku jsou velmi náročné na přesnost, expozice mohou být v případě slabých reflexí

dosti dlouhé. Tyto nevýhody jsou kompenzovány velmi vysokou citlivostí na slabé distorze krystalu. V závislosti na konkrétních podmínkách je možno měřit a lokalizovat distorze o velikosti  $10^{-6}$  i menší. Metoda je proto vhodná ke studiu velmi dokonalých krystalů.

*Topografie se synchrotronovým zářením (SR)* je v posledních letech stále více využívána. Vlastnosti SR totiž umožňují provést experimenty, které v laboratorních podmínkách nejsou vůbec možné. Pro topografii jsou důležité zejména: vysoká intenzita spojitěho záření v rozmezí vlnových délek cca 0.01 – 0.2 nm, malá divergence svazku vycházejícího z velmi malého ohniska (0.2 – 0.5 mm), vysoká koherence svazku. Tyto vlastnosti jsou význačné zvláště u nejmodernějších zařízení, jako je ESRF v Grenoblu. Kromě vlastního SR jsou pro úspěšná měření důležité další pomocné přístroje a zařízení, jako monochromátory, goniometry, detektory, kamery, štěrby a spouště (vše dálkově ovládané), počítačové programy a další. Kromě těchto zařízení, která jsou u zdroje SR uživatelům k dispozici, byly v různých laboratořích vyvinuty speciální aparatury pro konkrétní projekty.

Princip topografických metod pro SR je stejný jako metod laboratorních. Běžně je používána topografie s „bílým“ svazkem, která je nejsnazší. Současná registrace různých reflexí umožňuje určit některé parametry pozorovaných poruch. Vzhledem k velmi malé divergenci svazku mohou být vzdálenosti mezi vzorkem a filmem několik cm až desítky cm bez ztráty rozlišení. Tím se zvýší citlivost na malá vzájemná natočení různých oblastí krystalu. Nevýhodou bílého svazku je poměrně silné pozadí snímku způsobené rozptylem záření.

Nastavitelné monochromátory umožňují získat záření o zvolené vlnové délce s malou divergencí a malou spektrální šířkou. Nastavení vzorku je náročnější a méně dokonalé vzorky je třeba během expozice otáčet, výsledné topogramy jsou však lepší než v případě spojitěho záření. Vysoké energie záření dovolují prozářit i tlusté vzorky s velkou absorpcí a získat topogramy na průchod. Rovněž umožňují použít speciální komory, které udržují odlišné prostředí v okolí vzorku, např. vysoké teploty nebo snížené tlaky. Je tak možno provádět experimenty *in situ*. Pro tato měření jsou velmi užitečné nově vyvinuté kamery citlivé na rentgenové záření, které mají sice zatím horší rozlišení než fotografické materiály, ale zato velmi urychlují experimenty.

1. B.K. Tanner: X-Ray Diffraction Topography. Oxford 1976. Nakl. Pergamon Press.
2. D.K. Bowen & B.K. Tanner: High Resolution X-Ray Diffractometry and Topography. London 1998. Nakl. Taylor & Francis Ltd.
3. Modern Diffraction and Imaging Techniques. Ed. S. Amelinckx. Amsterdam 1970. Nakl. North Holland Publishing Company.
4. Characterization of Crystal Growth Defects by X-Ray Methods. Eds. B.K. Tanner & D.K. Bowen. New York 1980. Nakl. Plenum Press.
5. A. Authier: Dynamical theory of X-ray diffraction. Oxford 2001. Nakl. Oxford University Press.