

F7030 Rentgenová strukturní analýza tenkých vrstev

O. Caha
PřF MU

Prezentace k přednášce

Syllabus

1. Experimentální technika: zdroje, vznik rtg záření, goniometry, optické prvky (monochromátory, kolimátory, zrcadla, fokusační optika), detektory. Základní experimenty: polykrystalové a monokrystalové metody, mapování reciprokého prostoru
2. Kinematická teorie rozptylu: úvod do teorie rozptylu, rozptyl na elektronu, izolovaném atomu, krystal, strukturní a geometrický faktor, omezená velikost krystalu
3. Difrakce na polykrystalech I: strukturní faktor, velikost krystalitu (Scherrerova formule), vliv deformace na polohy a šířky difrakčních maxim, zbytková napětí, kvantifikace fázového složení (vnitřní normál)
4. Polykrystaly II: Full profile fitting; Texture, ODF (orientation distribution function); Debyeův vztah, PDF (pair distribution function).
5. SAXS: teoretický popis, řídké roztoky – Guinierův a Porodův vztah, uspořádané částice – long range a short-range order
6. Dokonalé, téměř dokonalé krystaly, epitaxní vrstvy: Kinematická teorie na monokrystalu a epitaxní vrstvě – polohy difrakcí, truncation rod, deformace v epitaxní vrstvě, relaxace. Mozaikový krystal
7. Dynamická teorie rtg reflexe: Jednovlnná aproximace – hloubka vniku, reflexe na hladkém rozhraní, multivrstvy (formalismus přenosové matice), TRXRF
8. Dynamická teorie rtg difrakce: Dvojevlnná aproximace: případ Bragg a Laue, Borrmannův jev, stojatá vlna, GID, epitaxní vrstvy
9. Semikinematická teorie I: DWBA, Rozptyl na drsných rozhraních – popis drsného rozhraní, příklady: fraktálové rozhraní, dvouúrovňové, vicinální, spekulární odraz a nespekulární rozptyl, drsné multivrstvy
10. Semikinematická teorie II: GISAXS na částicích na povrchu a uvnitř vzorku, Difuzní rozptyl na defektech v krystalu v okolí difrakce
11. Experimentální rozlišení Experimentální rozlišení v reciprokém prostoru: analyzer streak, detector streak, monochromator streak, DuMondovy grafy, disperzní a nedisperzní uspořádání, koherenční šířka a délka
12. Další rentgenové metody: Fluorescenční spektroskopie, absorpční spektroskopie – XAFS, XMCD.

Literatura

1. ALS-NIELSEN, Jens a Des MCMORROW. Elements of modern X-ray physics. 2nd ed. Chichester: Wiley, 2011. xii, 419. ISBN 9780470973943.
2. HOLÝ, Václav, U. PIETSCH a T. BAUMBACH. High-resolution x-ray scattering from thin films and multilayers. Germany Berlin: High-resolution x-ray scattering from thin films and multilayers, 1998. 256 s. Springer Tracts in Modern Physics. ISBN 3-540-62029-X.
3. BIRKHOLZ, Mario. Thin film analysis by X-ray scattering. Edited by Paul F. Fewster - Christoph Genzel. Weinheim: Wiley-VCH, 2006. xxii, 356. ISBN 3527310525.
4. VALVODA, Václav, Milena POLCAROVÁ a Pavel LUKÁČ. Základy strukturní analýzy. 1. vyd. Praha: Univerzita Karlova, 1992. 489 s. ISBN 807066648X.
5. AUTHIER, André. Dynamical theory of X-ray diffraction. 1st pub. Oxford: Oxford University Press, 2004. xviii, 674. ISBN 0198528922.

Vznik rtg záření

Přechody mezi hlubokými elektronovými hladinami ($Z > 3$)

Výběrová pravidla: $\Delta n \neq 0$, $\Delta l = \pm 1$, $\Delta j = 0, \pm 1$

Energie přechodu: $\epsilon_{fi} = \hbar\omega = R_y(Z - \sigma_f)^2 \left(\frac{1}{n_f^2} - \frac{1}{n_i^2} \right)$

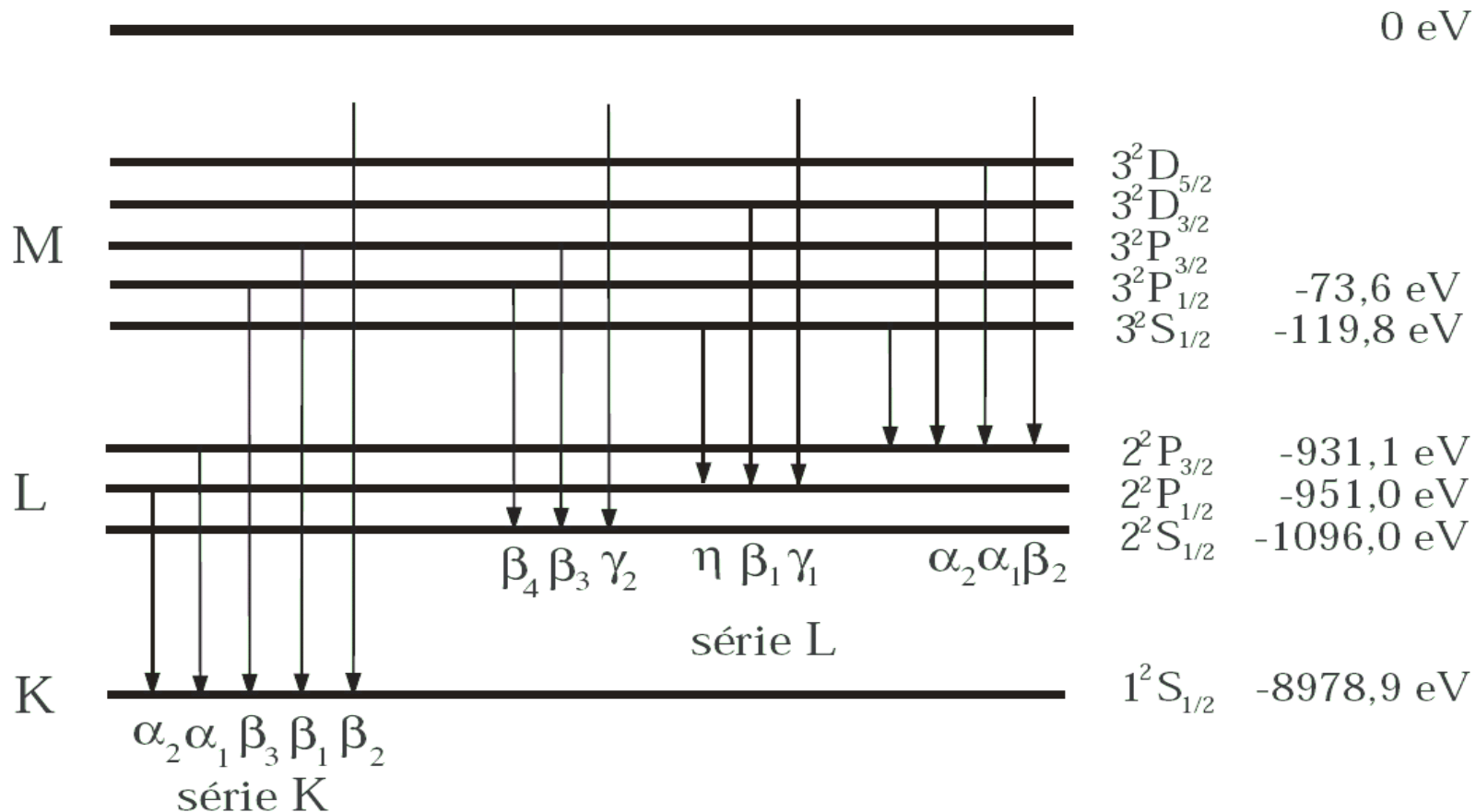
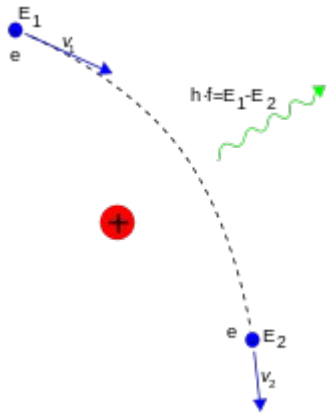


Schéma přechodů pro měď ($Z=29$).

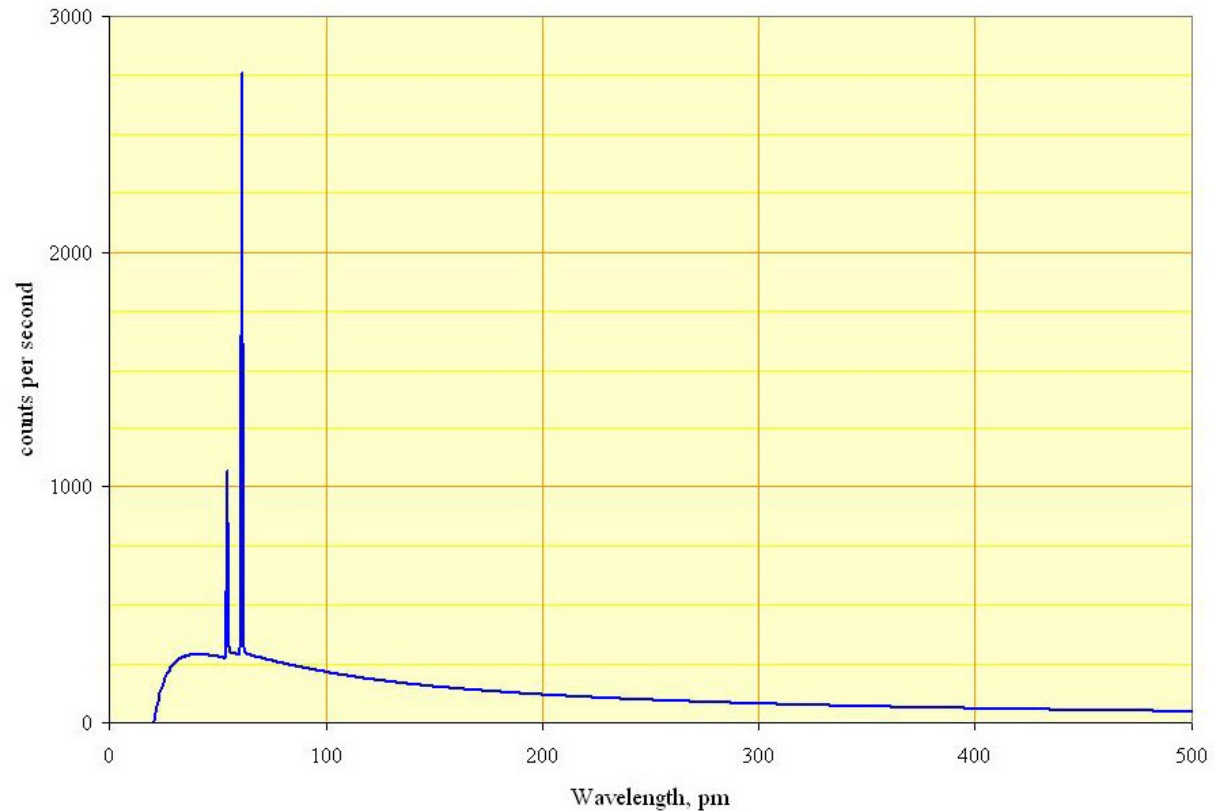
Vznik rtg záření

Brzdné záření
bremsstrahlung



$$I(\lambda) d\lambda = K \left(\frac{\lambda}{\lambda_{\min}} - 1 \right) \frac{1}{\lambda^2} d\lambda$$

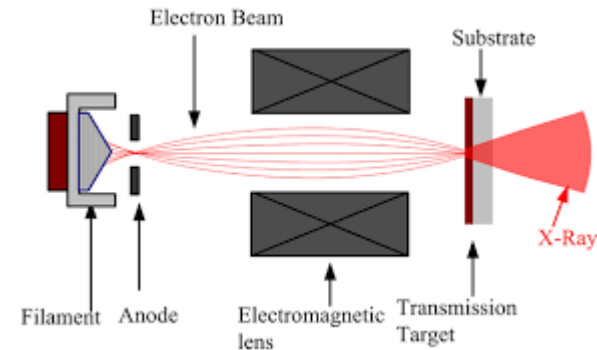
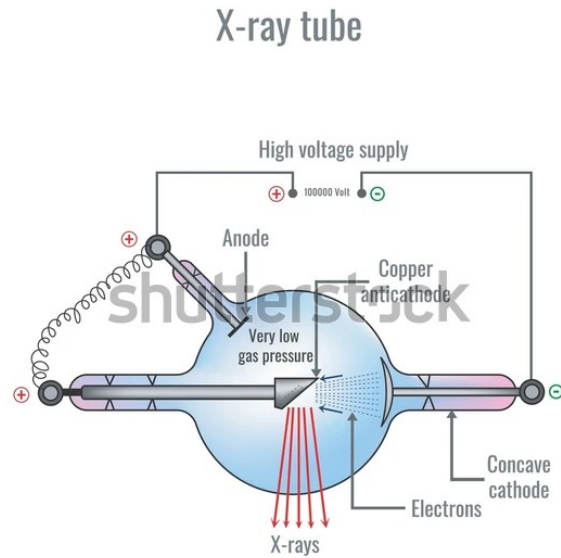
$$\lambda_{\min} = \frac{hc}{eV} \approx \frac{1239.8}{V} \text{ pm/kV}$$



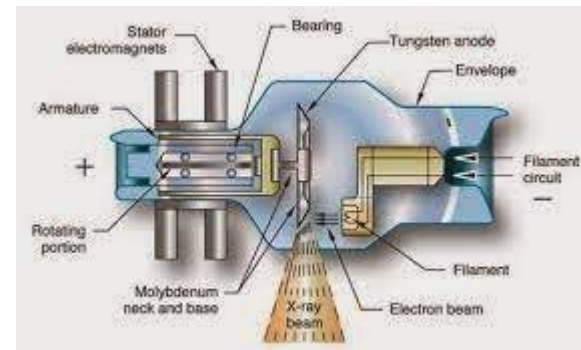
Generace rtg záření

Rentgenka

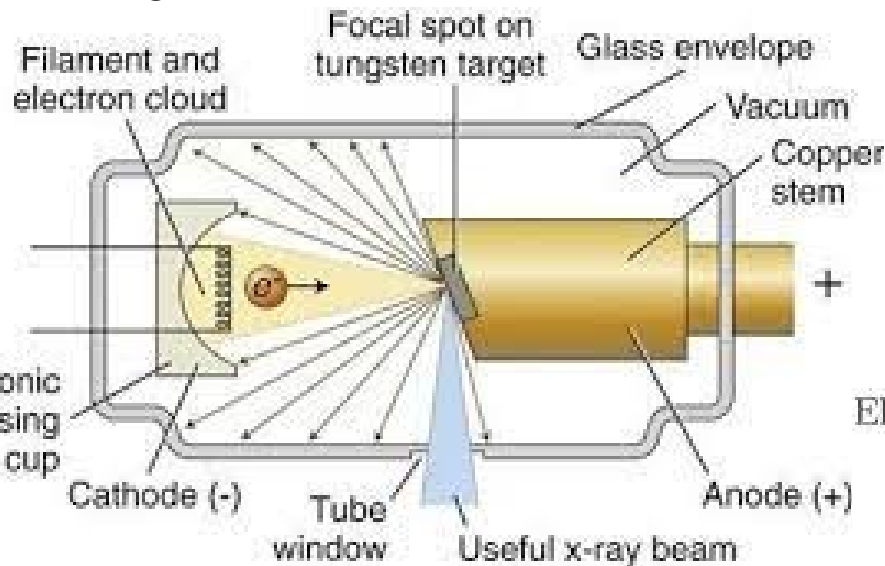
Mikrofokusní lampa



Rotační anoda



Coolidge – žhavená katoda, chlazená anoda



“Metal-jet” kapalná anoda

Rotating anode

Metal-jet anode



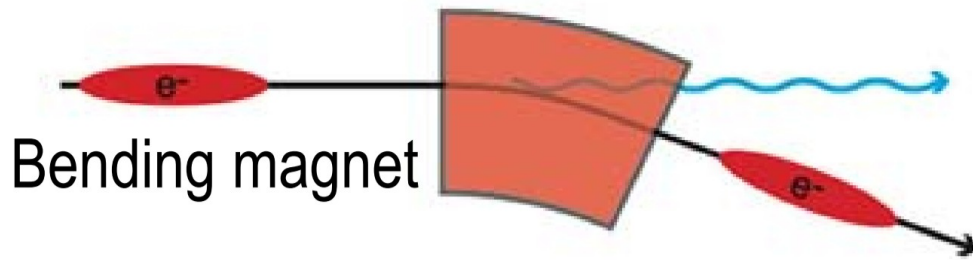
Generace rtg záření

Synchrotron

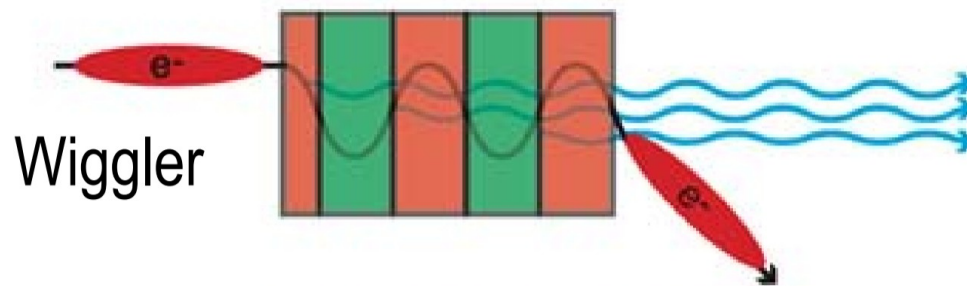
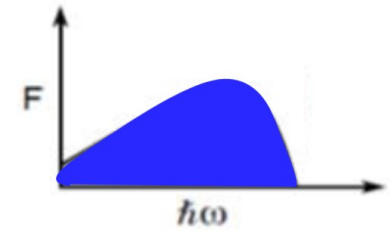
Source

Intensity

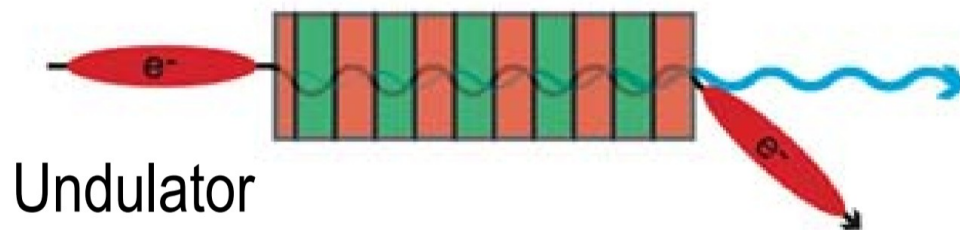
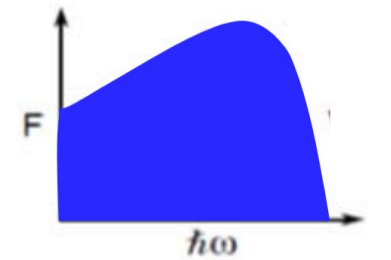
Spectrum $\hbar\omega$



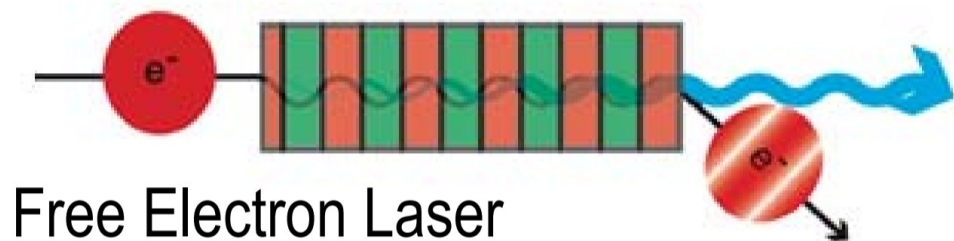
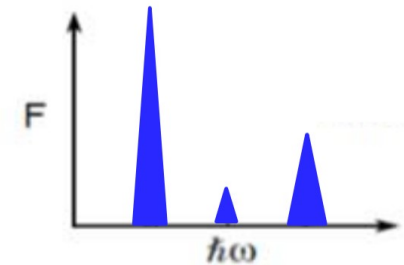
$$\propto N_{\text{electrons}}$$



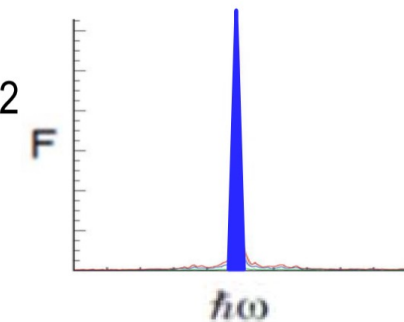
$$\propto N_{\text{electrons}} \times N_{\text{poles}}$$



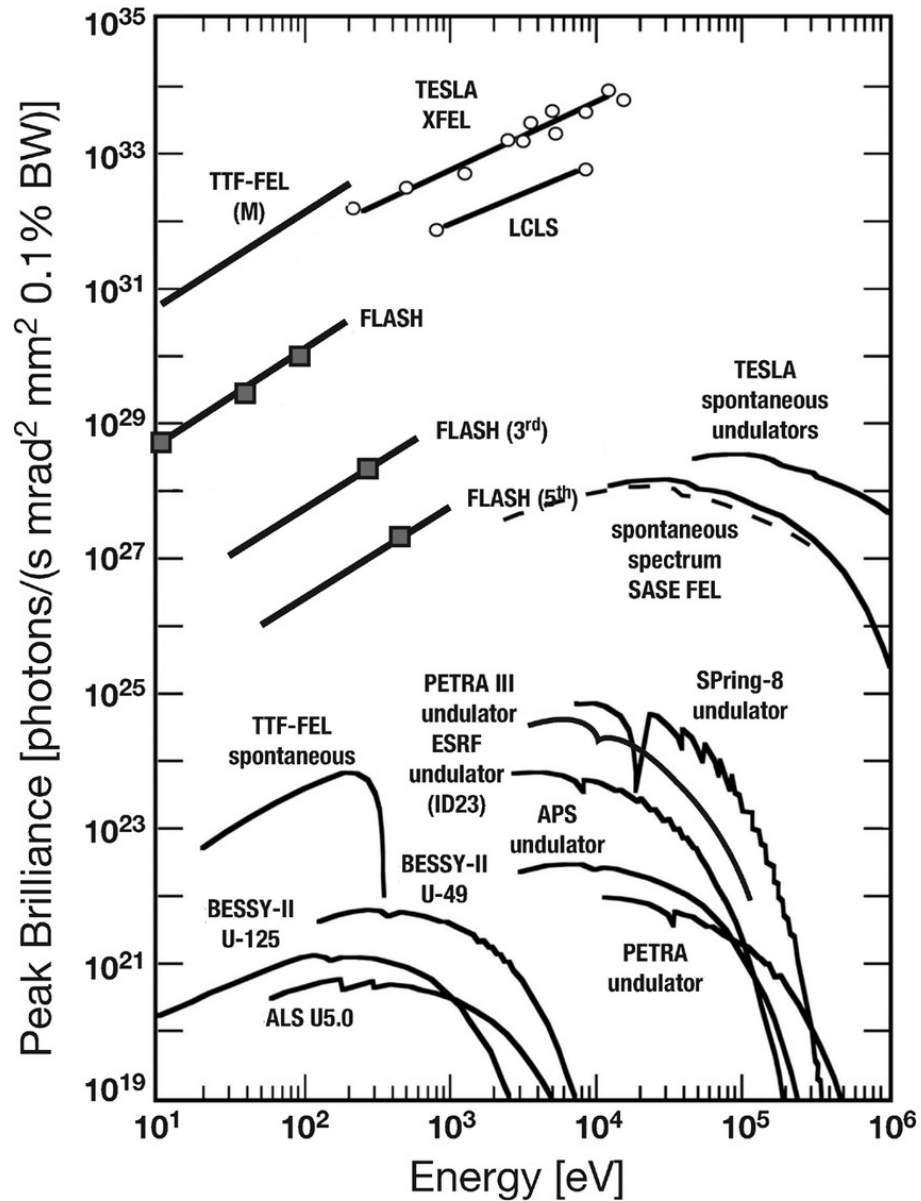
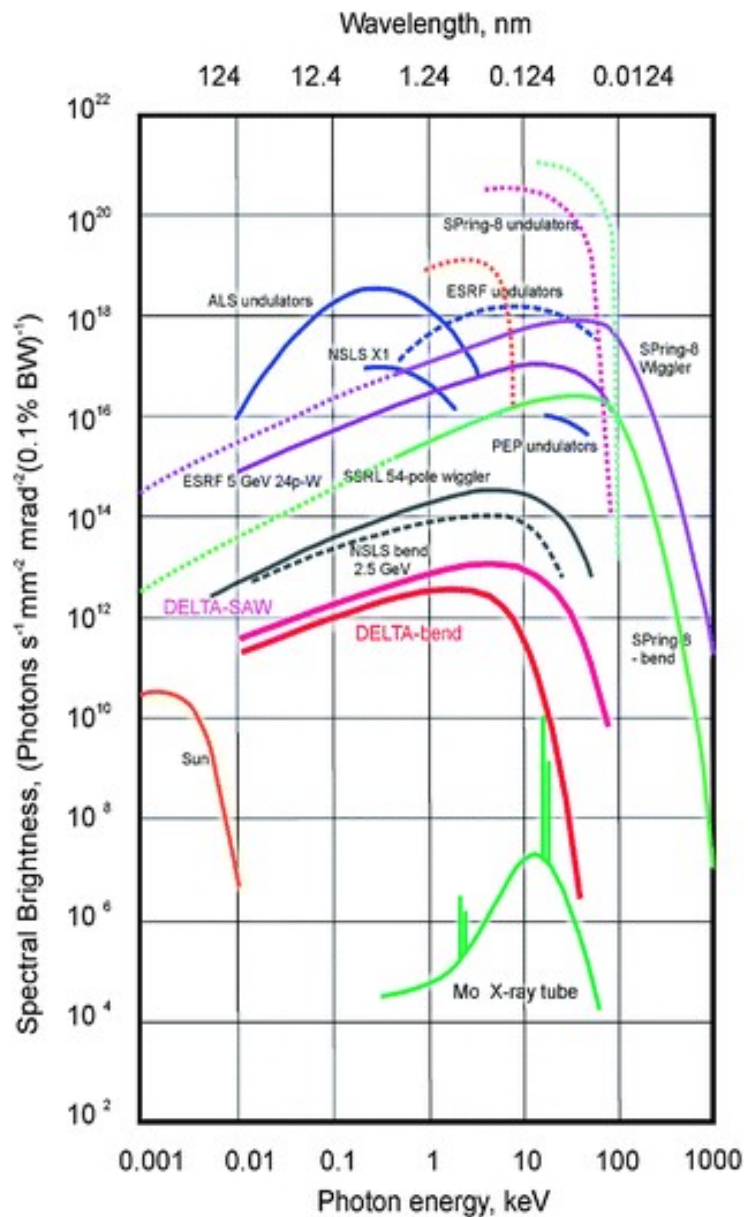
$$\propto N_{\text{electrons}} \times (N_{\text{poles}})^2$$



$$\propto (N_{\text{electrons}})^2 \times (N_{\text{poles}})^2$$

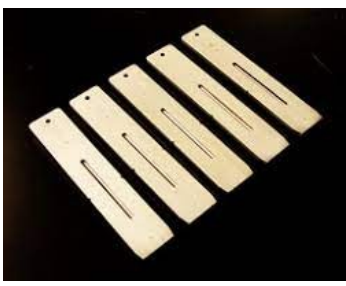


Brilliance

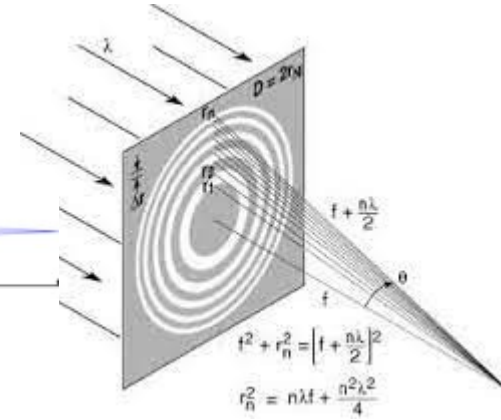


Optické prvky

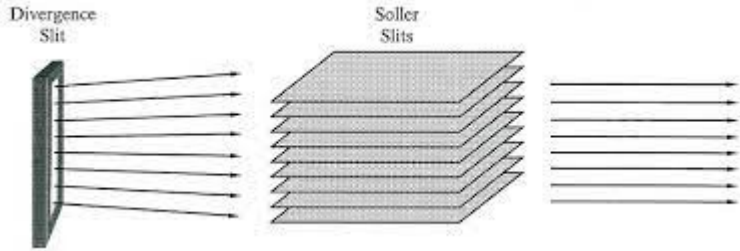
Štěrbiny



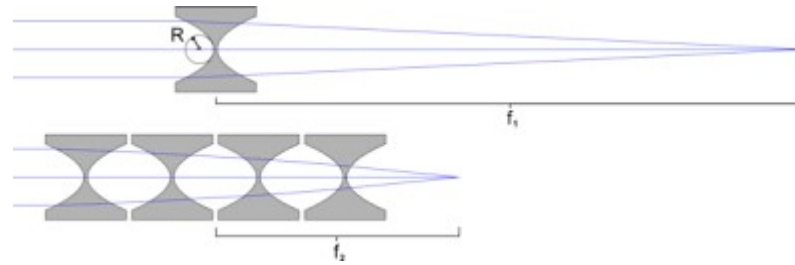
Fresnelovy čočky



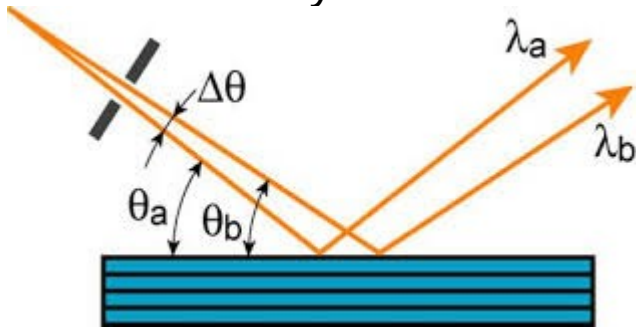
Sollerovy štěrby



Refrakční čočky

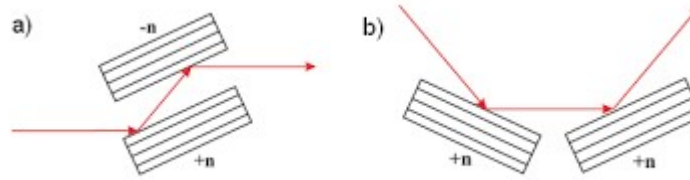


Krystalový monochromátor:
Rovinný



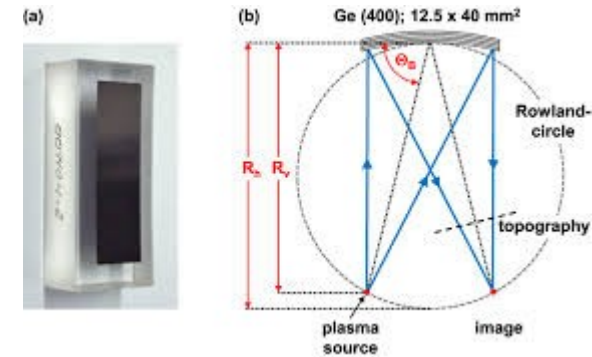
Zrcadla
Rovinná,

víceodrazný

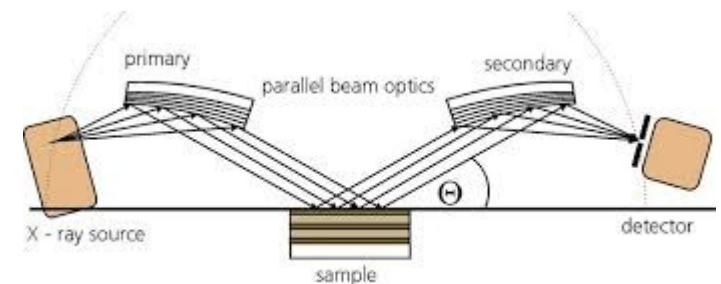
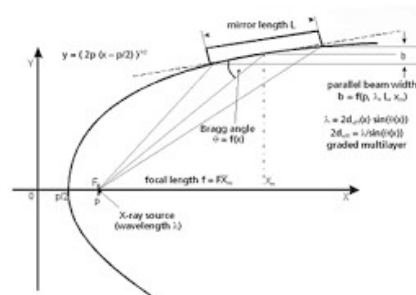
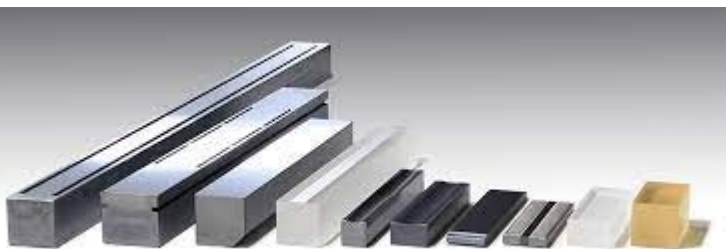


parabolická, eliptická, toroidní,

ohnutý

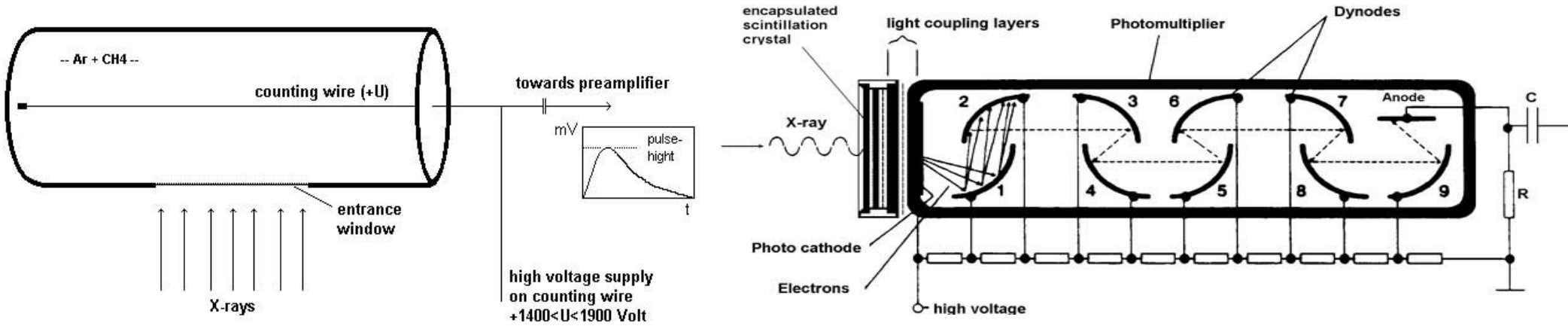


multivrstevná

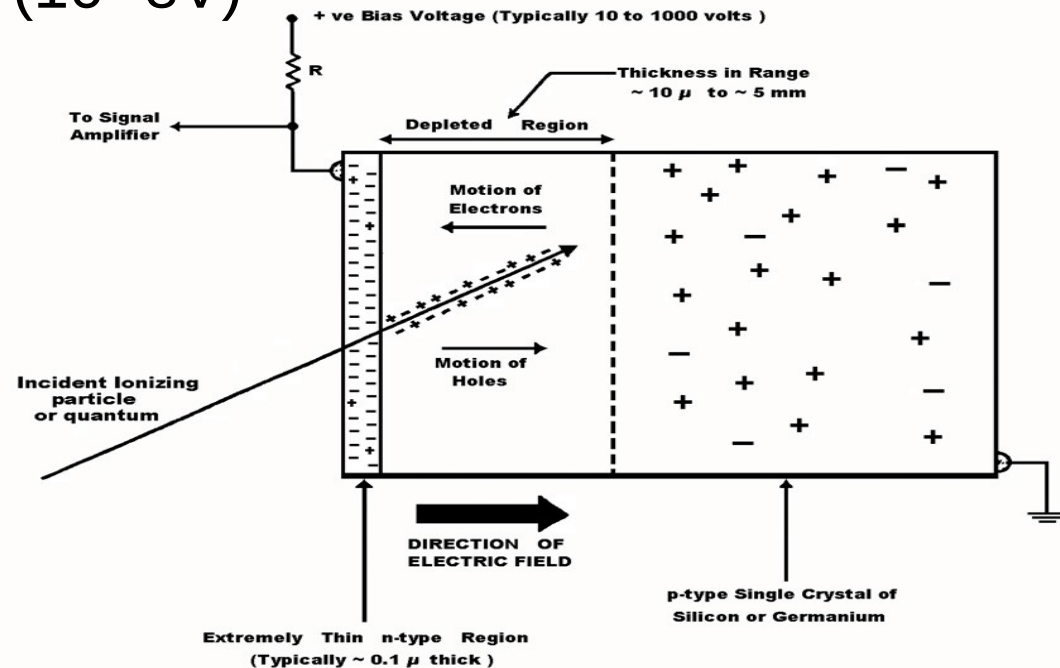


Bodové rtg detektory

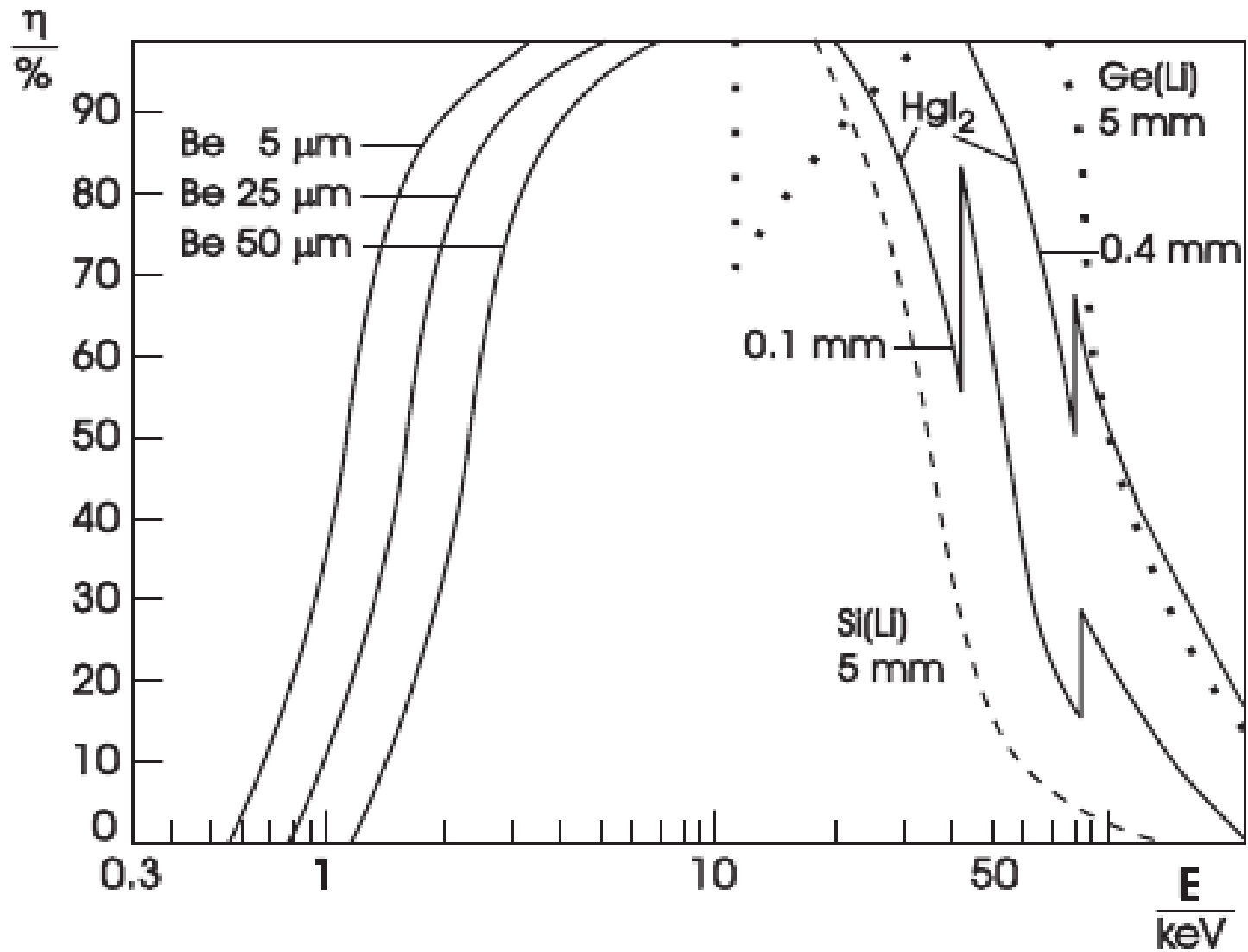
- Ionizační
- Geiger-Müller – vysoké napětí, Townsendova lavina
- Proporcionální – nižší napětí, rozlišení $> 20\%$ ($> 10^3$ eV)



- Scintilační – rozlišení 5 až 10 % (10^3 eV)
- Polovodičové
- – rozlišení až 2 % ($10^1 - 10^2$ eV)

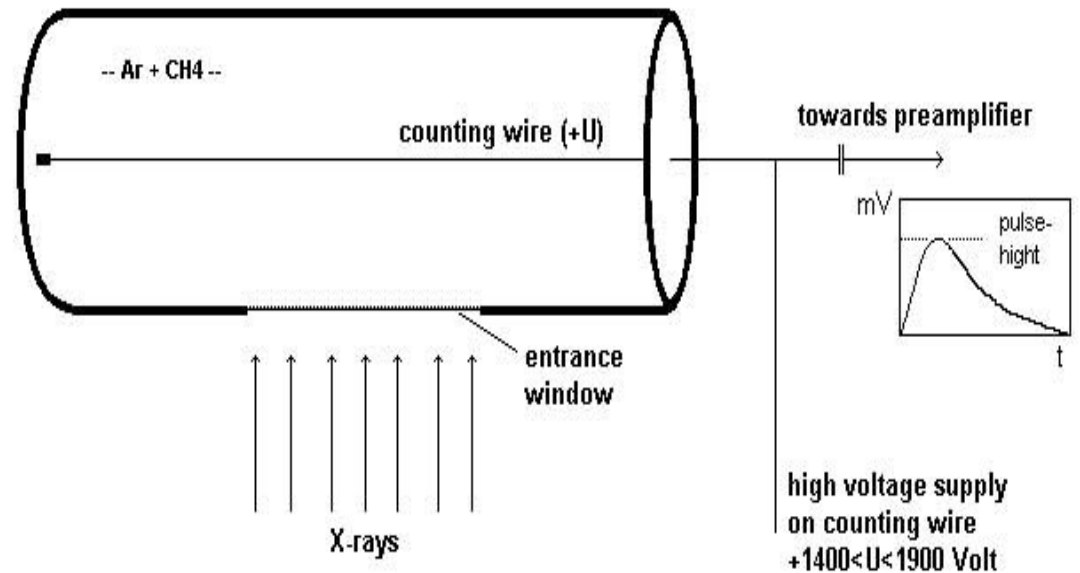
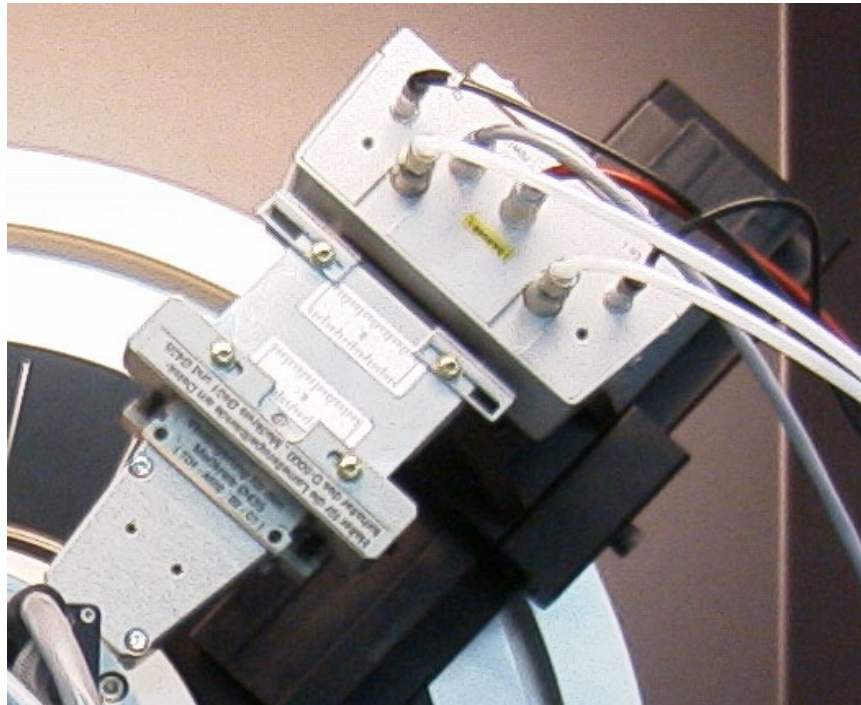


Polovodičové rtg detektory



Lineární rtg detektory

- Plynové – ionizační, malý dynamický rozsah (50 kcps),
- Polovodičové – velký dynamický rozsah



Plošné rtg detektory

- Plynové - ionizační
- CCD - rozlišení cca $(50\mu\text{m})^2$
- Film - rozlišení cca $(1\mu\text{m})^2$, nelineární, velmi pomalé
- Luminiscenční ("Image plate") - rozlišení cca $(10\mu\text{m})^2$, velké plochy rychlost 1 snímek cca 3 až 10 minut.
- Scintilační - rozlišení až cca $(3\mu\text{m})^2$, malá kvantová výtěžnost (tenký scintilátor)



Rtg detektory

Table 4-2. *Properties of common x-ray detectors; ΔE is measured as FWHM.*

Detector	Energy range (keV)	$\Delta E/E$ at 5.9 keV (%)	Dead time/event (μs)	Maximum count rate (s^{-1})
Gas ionization (current mode)	0.2–50	n/a	n/a	$10^{11\text{a}}$
Gas proportional	0.2–50	15	0.2	10^6
Multiwire and microstrip proportional	3–50	20	0.2	$10^6/\text{mm}^2$
Scintillation [NaI(Tl)]	3–10,000	40	0.25	2×10^6
Energy-resolving semiconductor	1–10,000	3	0.5–30	2×10^5
Surface-barrier (current mode)	0.1–20	n/a	n/a	10^8
Avalanche photodiode	0.1–50	20	0.001	10^8
CCD	0.1–70	n/a	n/a	n/a
Superconducting	0.1–4	< 0.5	100	5×10^3
Image plate	4–80	n/a	n/a	n/a

^a Maximum count rate is limited by space-charge effects to around 10^{11} photons/s per cm^3 .

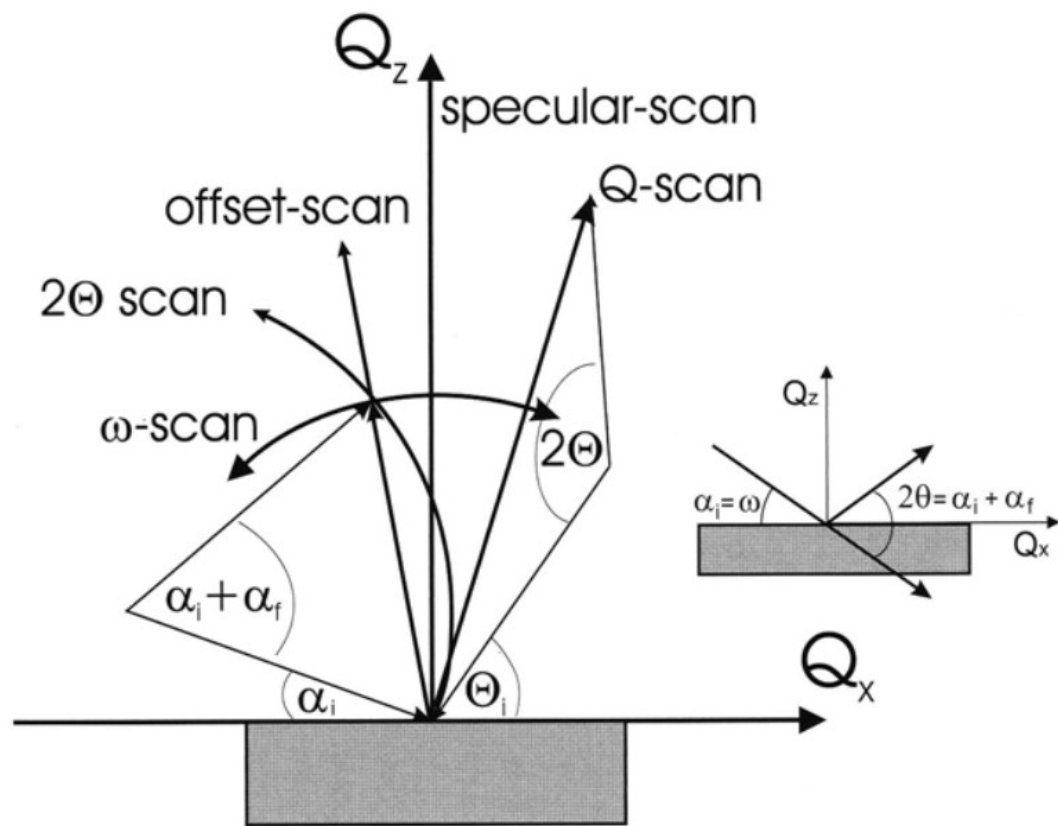
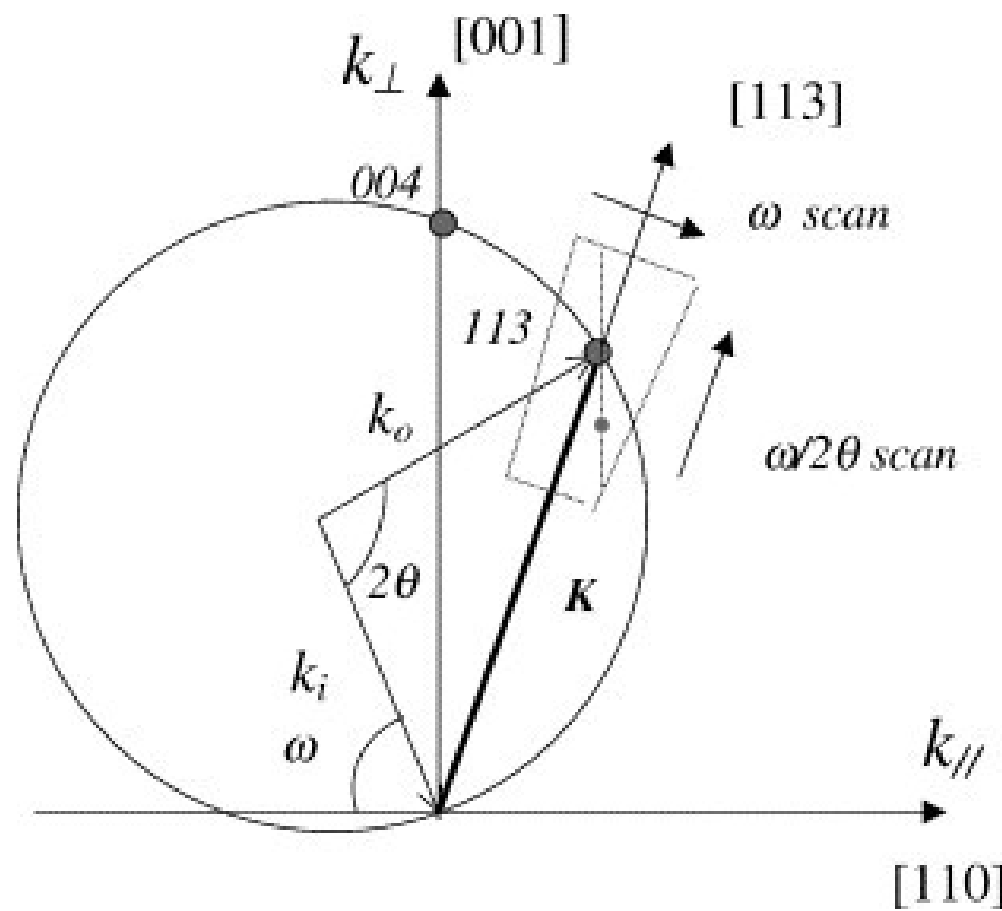
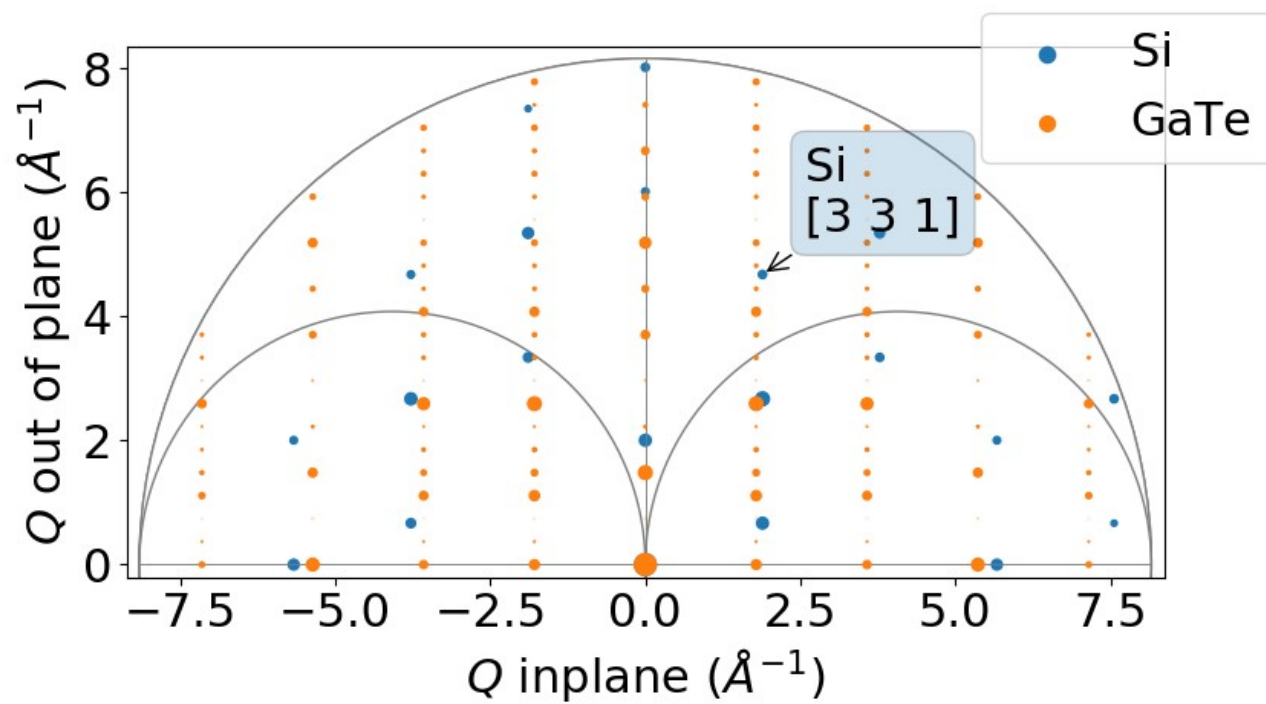
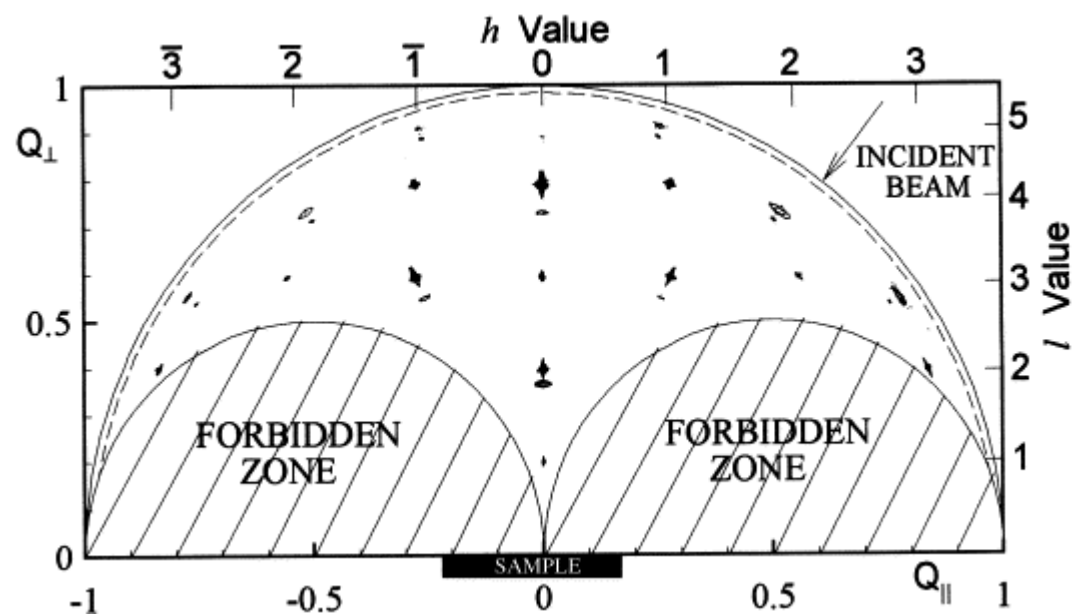
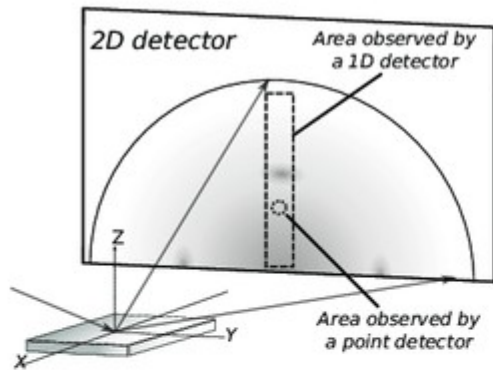


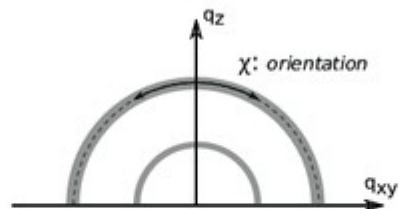
Fig. 3.4. Scans in reciprocal space using an angle-dispersive set-up.



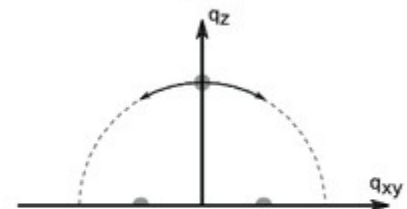




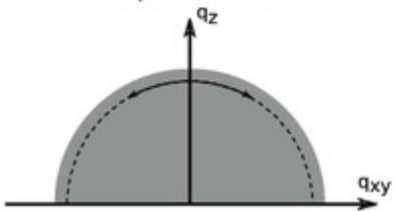
Polycrystalline
rings



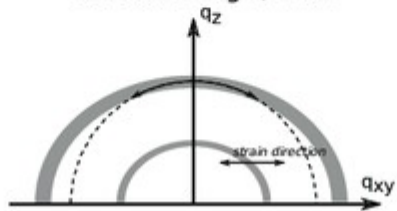
Single Crystal
dots



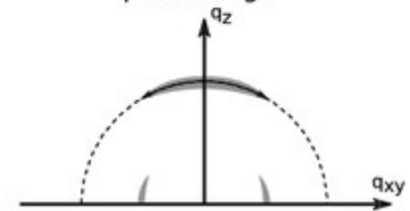
Amorphous
no special feature



Strained
stretched rings / dots

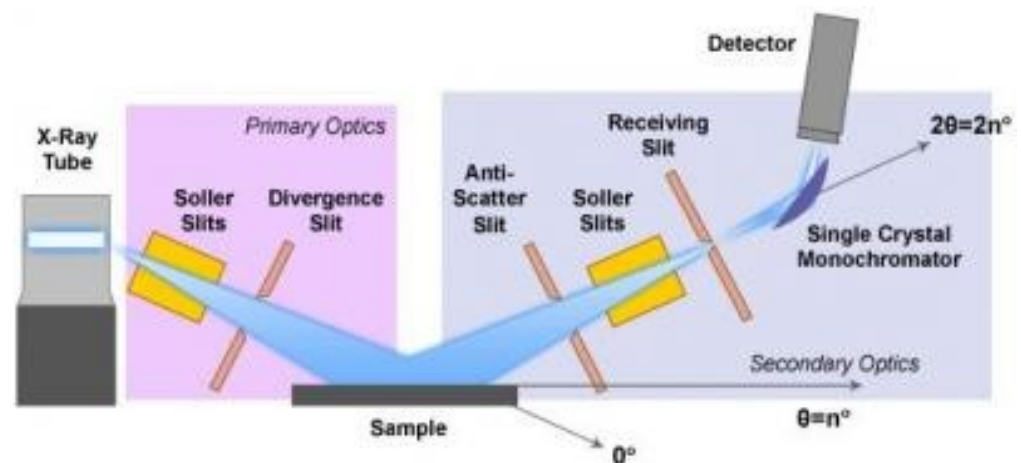
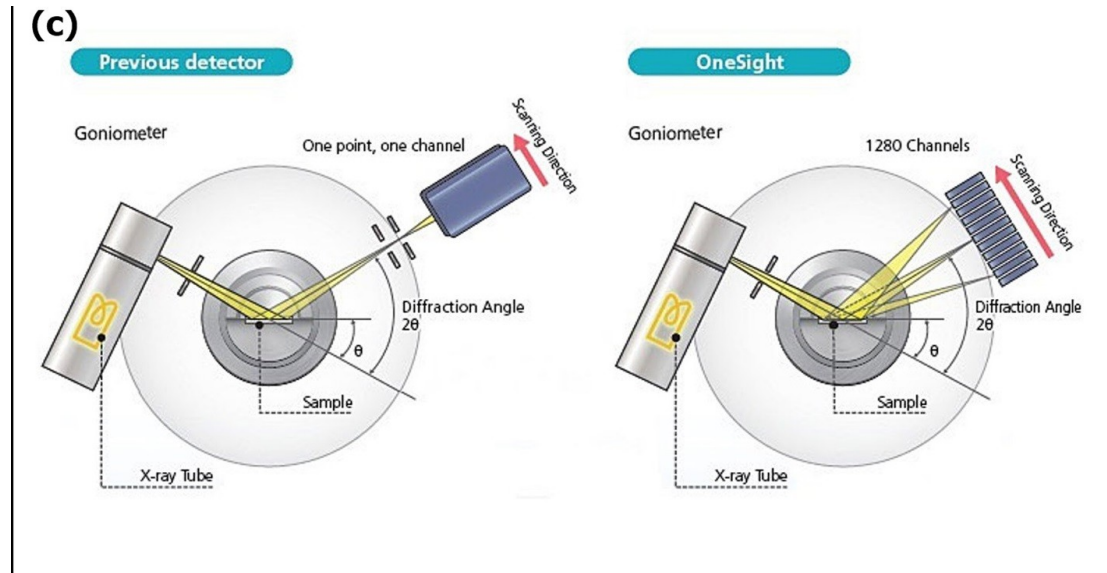
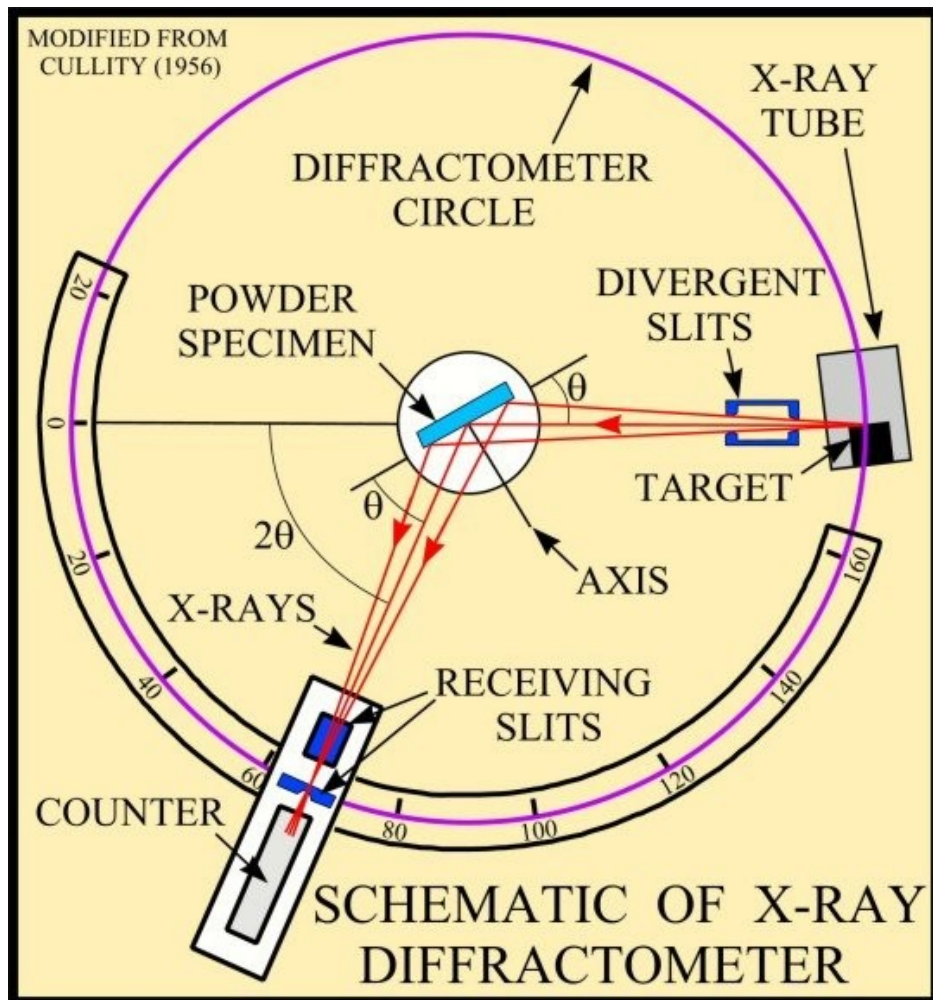


Textured
partial rings



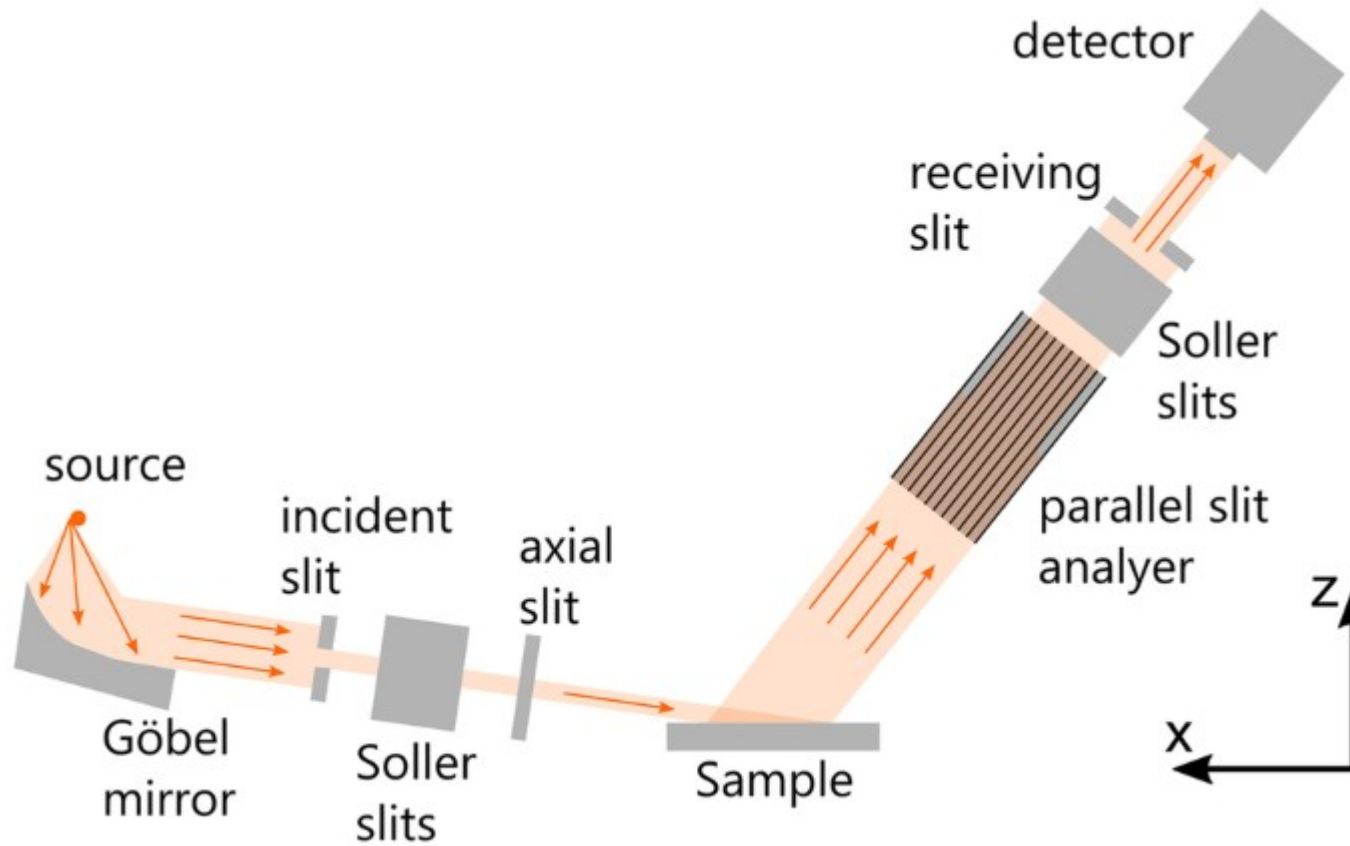
Experimentální uspořádání

Polykrystalové metody:
Braggova-Brentanova metoda



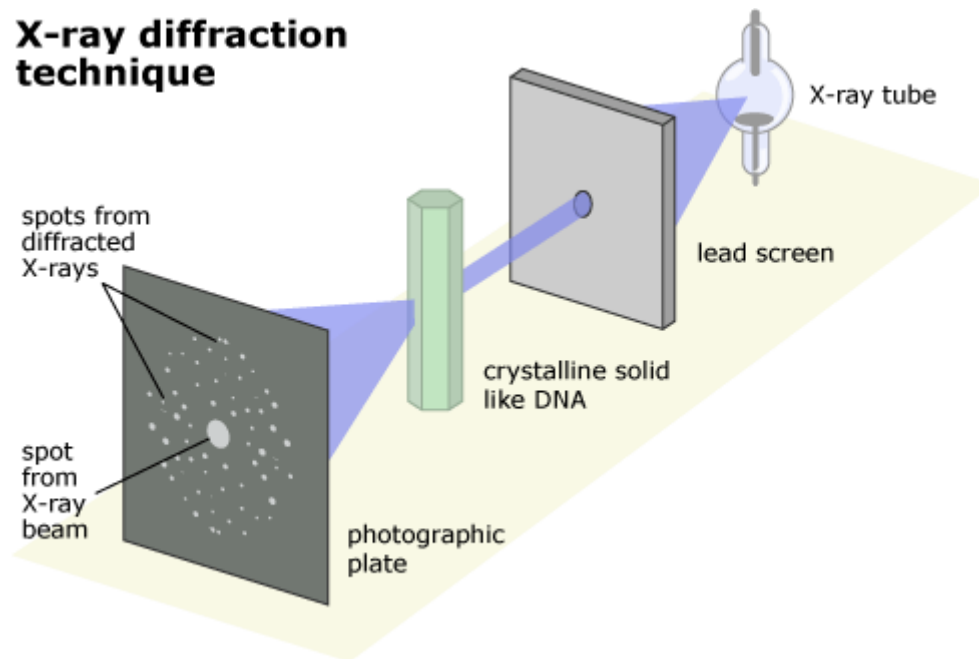
Experimentální uspořádání

Polykrystalové metody:
Rovnoběžný svazek



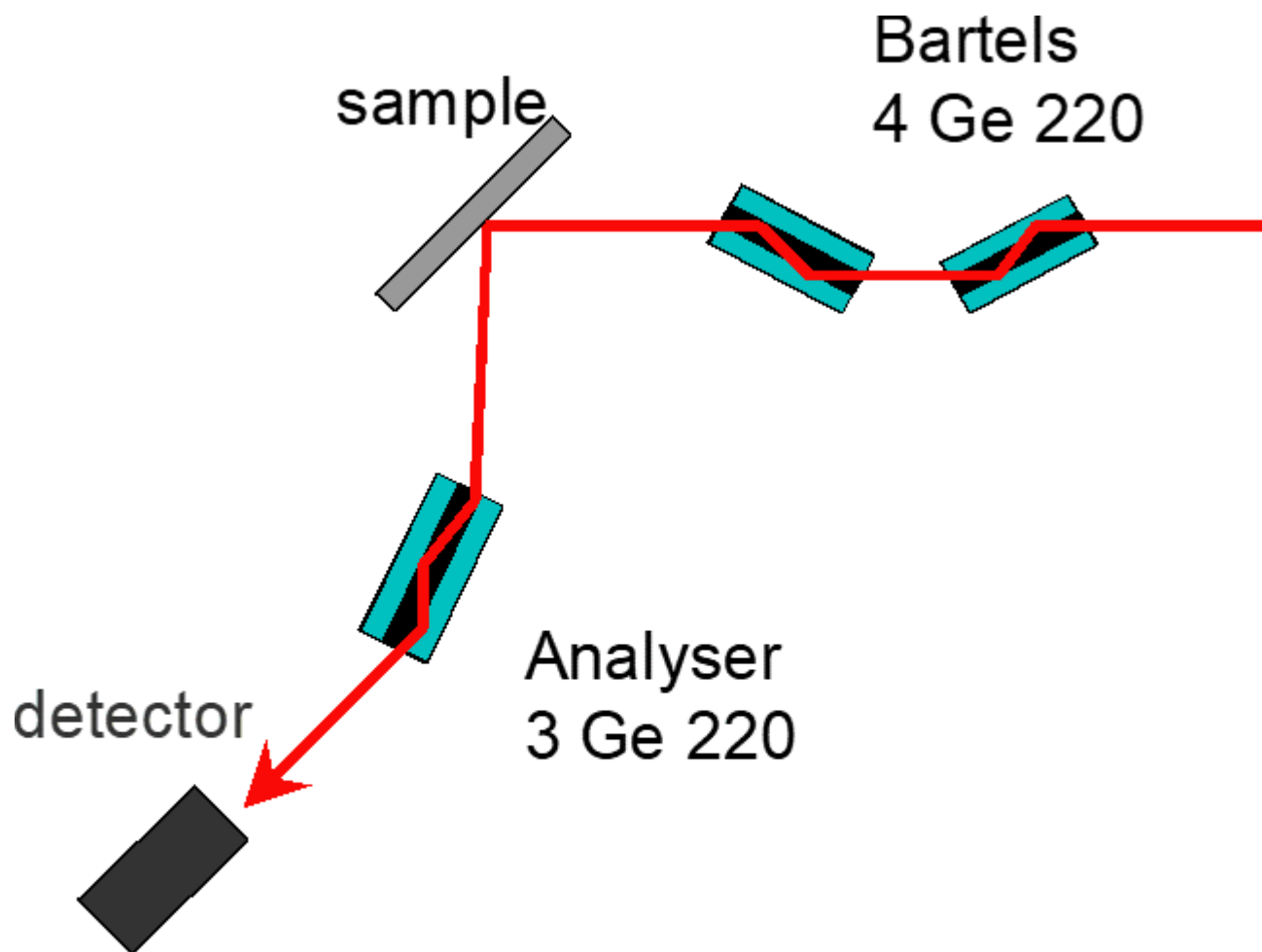
Experimentální uspořádání

Monokrystalové metody:
Laueho metoda



Experimentální uspořádání

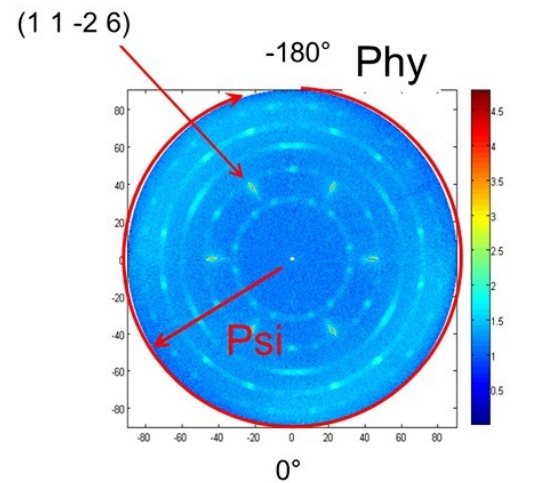
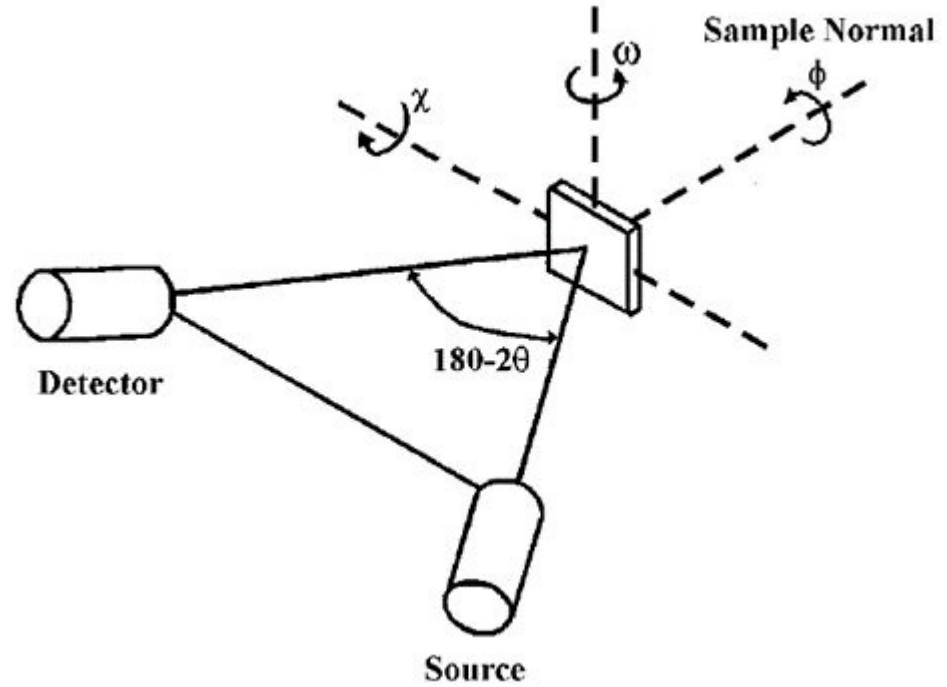
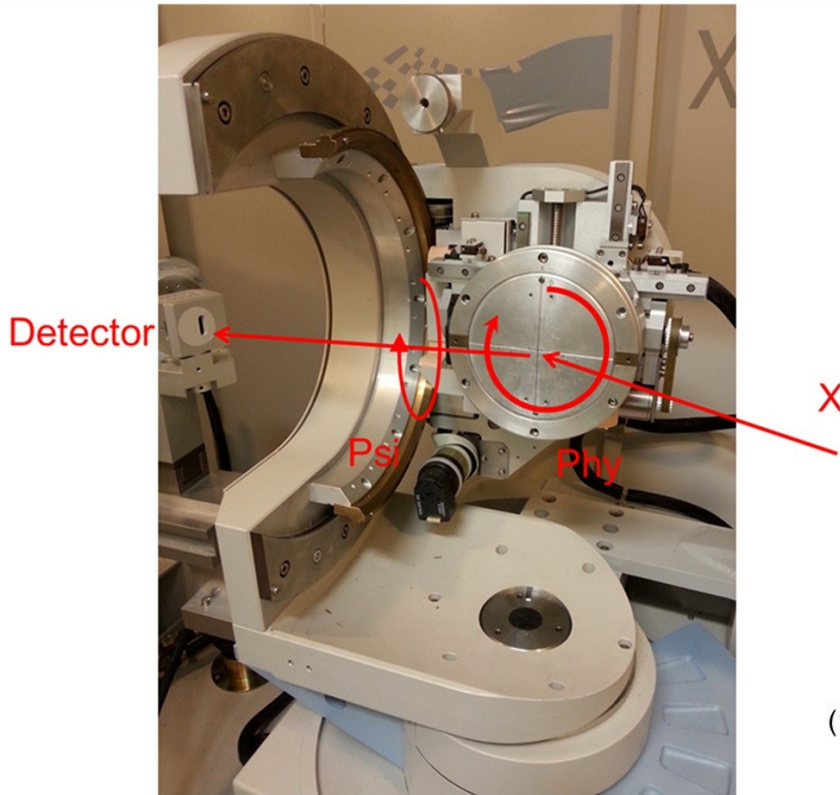
Difrakce s vysokým rozlišením:



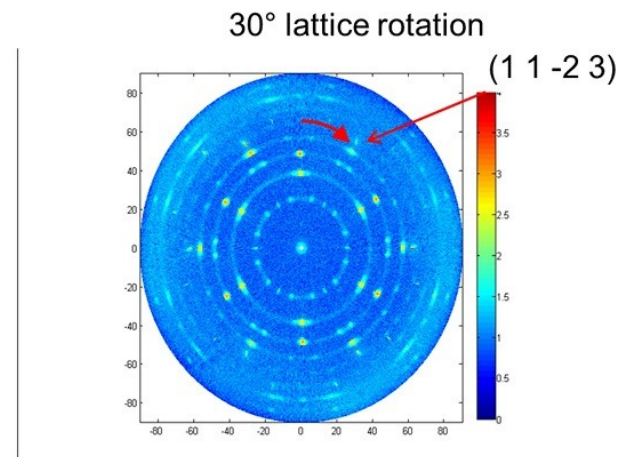
Configuration of Philips X'pert pro diffractometer

Experimentální uspořádání

Texturní měření:



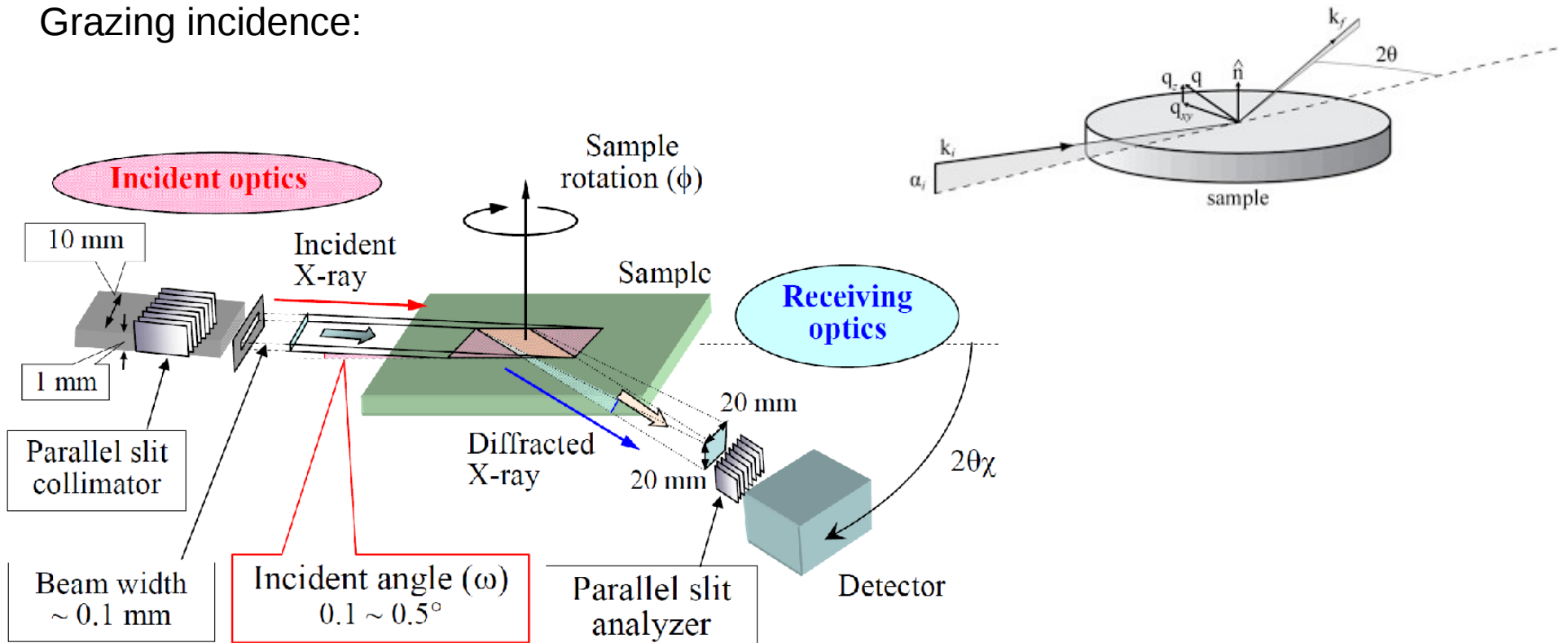
$(1\ 1\ -2\ 6)$ pole figure of the Al_2O_3 substrate



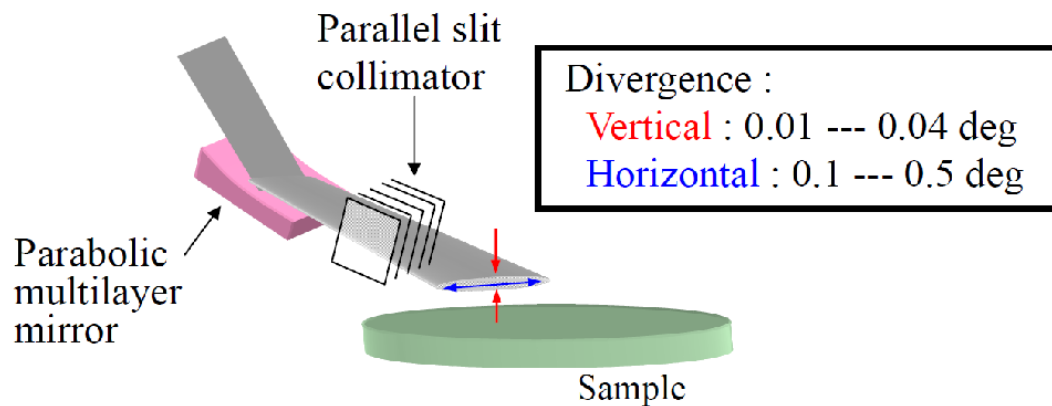
$(1\ 1\ -2\ 3)$ polar map of the Ga_2O_3 epitaxial layer

Experimentální uspořádání

Grazing incidence:



(a)



(b)

Experimentální uspořádání

reflektivita:

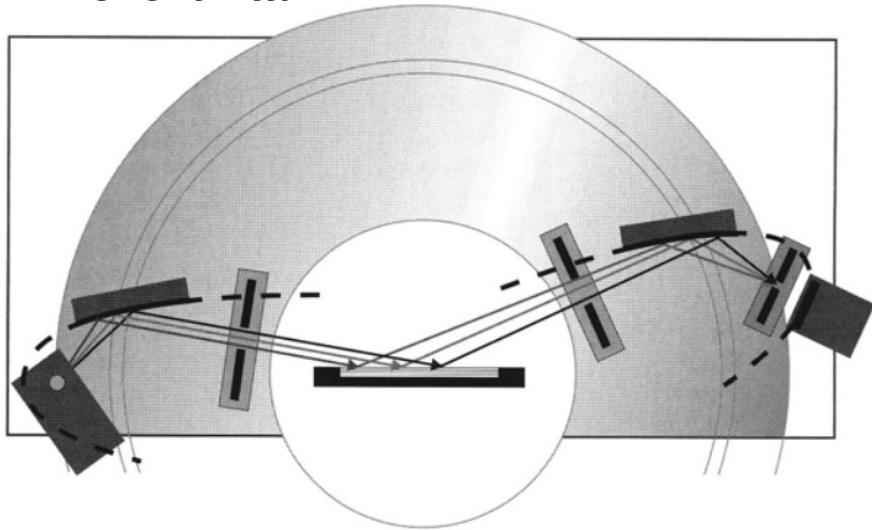


Fig. 2.2. Scheme of a powder diffractometer applied for x-ray reflectometry relaxed angular resolution.

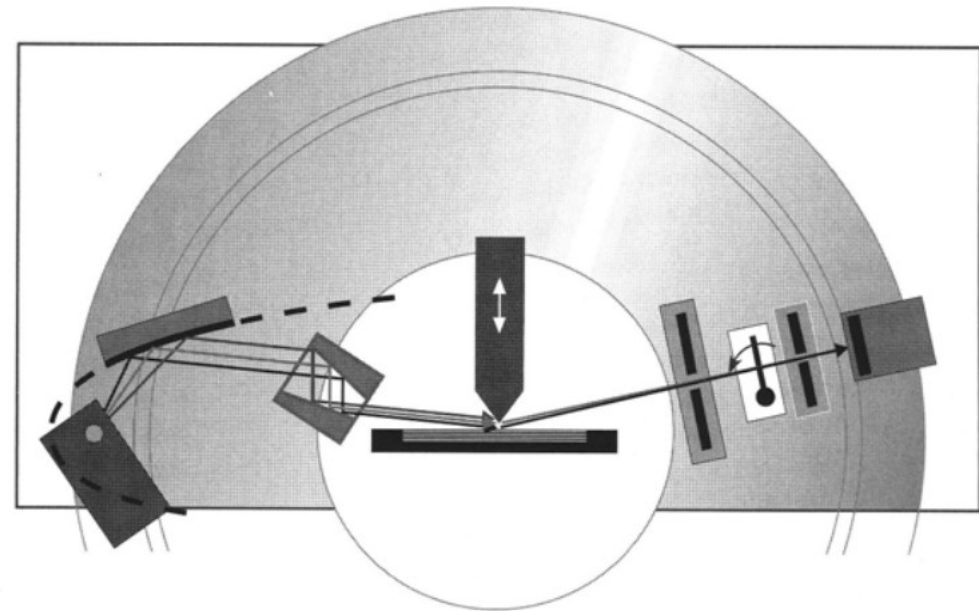
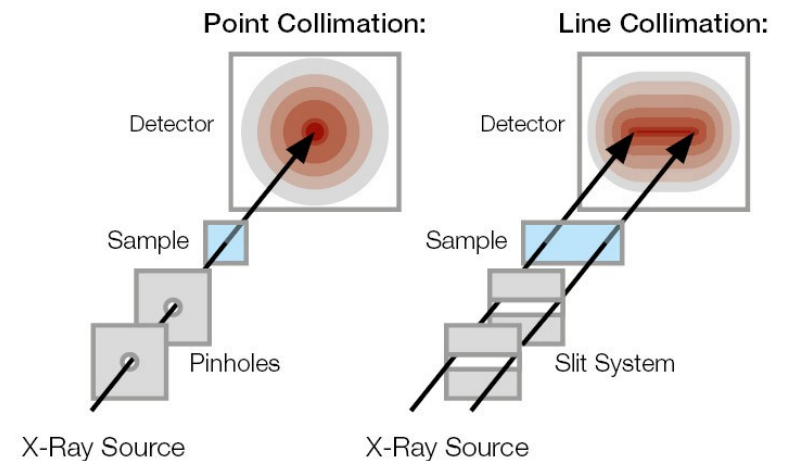
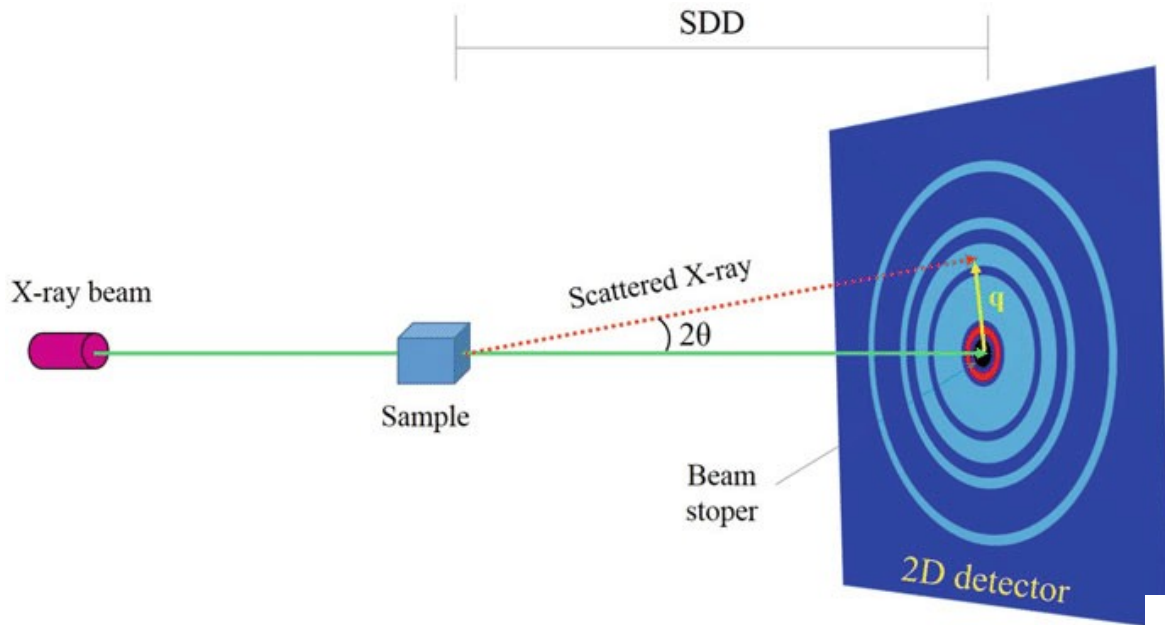


Fig. 2.1. General setup of a high-resolution x-ray reflectometer.

Experimentální uspořádání

Maloúhlový rozptyl:



Experimentální uspořádání

Rentgenová topografie:

