

Laboration i röntgendiffraktion och laserdiffraktion för E

Mats Göthelid

Plats: Forum Kista. Samma som för laborationerna i Fysik1. Hiss A våning 8

Uppgifter: Laborationen består av två delar:
1) strukturbestämning av några enkristallina prover mha XRD
2) strukturbestämning av en "kanalplatta" mha laserdiffraktion

Förberedelse: Läs Hook&Hall kap. 2 och 11: Kristallstruktur, reciproka gittret och röntgendiffraktion. Läs på om strukturfaktorn, hur man räknar fram den och vilka vinklar som är tillåtna för olika strukturer.

Förberedelsefrågor: se texten

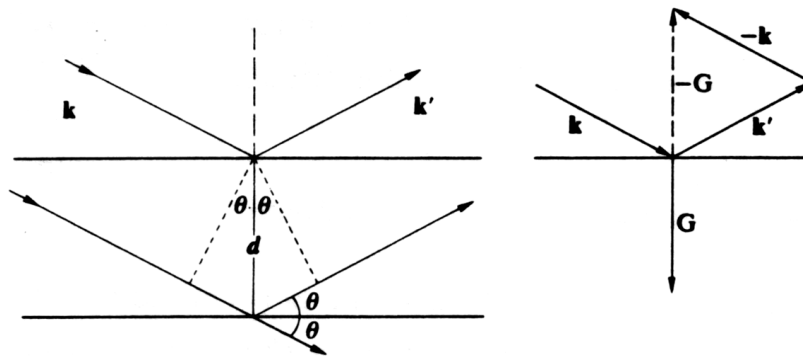
Inledning

Materialfysiken söker ett samband mellan ett materials makroskopiska egenskaper och dess mikroskopiska, atomära och elektroniska struktur för att kunna förstå, modellera och modifiera sammansättning och egenskaper. Man frågar sig dels vilka slags atomer (kemisk identifiering) som förekommer i strukturen och dels hur de sitter geometriskt. I de flesta fasta material är atomerna arrangerade, åtminstone lokalt, i välordnade kristallstrukturer. För att bestämma kristallstrukturen används olika former av diffraktionsbaserade tekniker. Den vanligaste och mest kraftfulla formen är röntgendiffraktion (XRD). För att studera kristallstrukturer med atomavstånd på ett fåtal Ångström måste man använda våglängder i samma storleksordning. En vanlig röntgenkälla är Cu K_{α} med våglängden 1.54 Å. I vårt fall kommer vi att använda molybden som röntgenkälla vars våglängd ni ska bestämma med hjälp av ett NaCl prov.

Diffraction

Röntgendiffraktion i kristaller kan betraktas som interferens mellan reflexer från närliggande plan i samma planskara, enligt figuren. Den infallande strålen beskrivs av vågvektorn $\mathbf{k}$, och den reflekterade strålen av vågvektorn $\mathbf{k}'$. Ändringen i vågvektor $\Delta\mathbf{k} = \mathbf{k} - \mathbf{k}'$. För att interferensen ska vara konstruktiv gäller **Braggs lag**: $2d_{hkl} \sin\theta = \lambda$, där

$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$ är avståndet mellan två (hkl)-plan i kubiska strukturer och a är gitterparametern.



I boken beskrivs villkoret för konstruktiv interferens som $\Delta\mathbf{k} = \mathbf{G}_{hkl} = h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^*$, där $\mathbf{G}_{hkl}$ är en reciprok gittervektor och $\mathbf{a}^*$, $\mathbf{b}^*$ och $\mathbf{c}^*$ är de reciproka gittrets basvektorer. Sambandet mellan de direkta basvektorerna och de reciproka dito ges av:

$$\mathbf{a}^* = \frac{2\pi(\mathbf{b} \times \mathbf{c})}{\mathbf{a} \cdot (\mathbf{b} \times \mathbf{c})}, \quad \mathbf{b}^* = \frac{2\pi(\mathbf{c} \times \mathbf{a})}{\mathbf{b} \cdot (\mathbf{c} \times \mathbf{a})}, \quad \mathbf{c}^* = \frac{2\pi(\mathbf{a} \times \mathbf{b})}{\mathbf{c} \cdot (\mathbf{a} \times \mathbf{b})}$$

Strukturfaktorn

Intensiteten för en reflex ges av strukturfaktorn. På grund av interferens mellan bidrag från olika atomer i enhetscellen släcks vissa reflexer ut och andra förstärks. Vilka reflexer som släcks ut bestäms av den atomära geometrin i enhetscellen. Figuren nedan som visar tillåtna reflexer för kubiska strukturer. Se avsnitt 11.2.4 i H&H.

$h^2 + l^2 + k^2$	0	1	2	3	4	5	6	•	8	9	10	11	12	13	14	•	16	17	18	19	20	21	22	•	24
sc																									
bcc																									
fcc																									
diamond cubic																									

Förberedelsefrågor: 1) räkna ut strukturfaktorn för NaCl (fcc med två atomer i basen)

2) räkna ut strukturfaktorn för zink-blende som beskriver de s.k. III-V halvledarmaterialen, t.ex. GaAs. Det är samma struktur som diamant, förutom att hälften av atomerna är från grupp III och hälften från grupp V i det periodiska systemet.

3) I laborationen mäter vi på enkristallina prover med ett kristallplan parallellt med provets yta. Hur påverkar det vilka reflexer som syns? Tänk på att spridningsvektorn är vinkelrät mot de reflekterande planen.

Utrustning:

Diffraktometern som används i laborationen är anpassad för undervisning och intensiteten är reducerad med en faktor 30 jämfört med vanliga röntgendiffraktometrar. Instrumentet är inneslutet i en "låda" av metall och blyglas som inte ska släppa igenom strålningen. Lådan är säkrad, så om man öppnar dörren eller pillar på fel ställe slås apparaten av. Så i princip är ni säkra, men ni ska för säkerhets skull inte peta på apparaten när den är igång. Om apparaten slår av prata med labassistenten innan ni försöker åtgärda felet på egen hand.

Er labassistent kommer att ha en genomgång av utrustningen i början av labben. Manualer finns på plats.

Genomförande:

I laborationen ska ni mäta olika prover. Det första är ett NaCl prov med känd gitterparameter och kristallstruktur. Ni mäter ett röntgendiffraktionsspektrum för att bestämma röntgenvåglängden. Därefter får ni mäta på två-tre halvledarprover med ”okänd” struktur. Proverna är antingen s.k. III-V material eller ett material från grupp IV. Bestäm struktur och gitterparameter, vilka är materialen, vilka kristallplan är parallella med ytan?

Alla mätningar görs med maximal spänning och maximal ström och minsta möjliga vinkelsteg $\Delta\theta = 0.1$. Välj 4s som tidssteg. Mät i ”coupled mode”, också kallad $\theta - 2\theta$ scan. Hur ändras spridningsvektorn (scattering vector) när ni ändrar vinkeln? Hur stor del av det reciproka rummet täcks av en mätning?

I: NaCl

NaCl kan beskrivas som ett fcc-gitter med två atomer i basen, där gitterkonstanten är avståndet mellan två ”hörn-Cl” eller två ”hörn-Na”. Vilka reflexer är tillåtna? Hur skiljer sej strukturfaktorn från ett vanligt fcc-gitter med bara en atom i basen?

Mät från 2.5 till 35 grader. Spara data. Prata med er handledare om detaljer.

Kristallen är skuren så att (100) ytan är parallel med provets yta. Identifiera Miller index för de observerade reflexerna och bestäm röntgenvåglängden. Ni kommer att se 3-4 reflexer, bestäm våglängden med hjälp av alla vinklarna. Är medelvärdet ett bra val? Vad händer om provet sitter lite snett, påverkar det gitterparametervärdet från det olika vinklarna lika mycket?

II: Halvledare

Ni kommer att mäta några prover för att bestämma struktur och gitterparameter med röntgendiffraktion. Er lurige labassistent har flera olika prover att välja mellan så det är inte säkert att ni mäter på samma prov som tidigare grupper.

Mät mellan 2.5 och 35 grader med alla parametrar som i I.

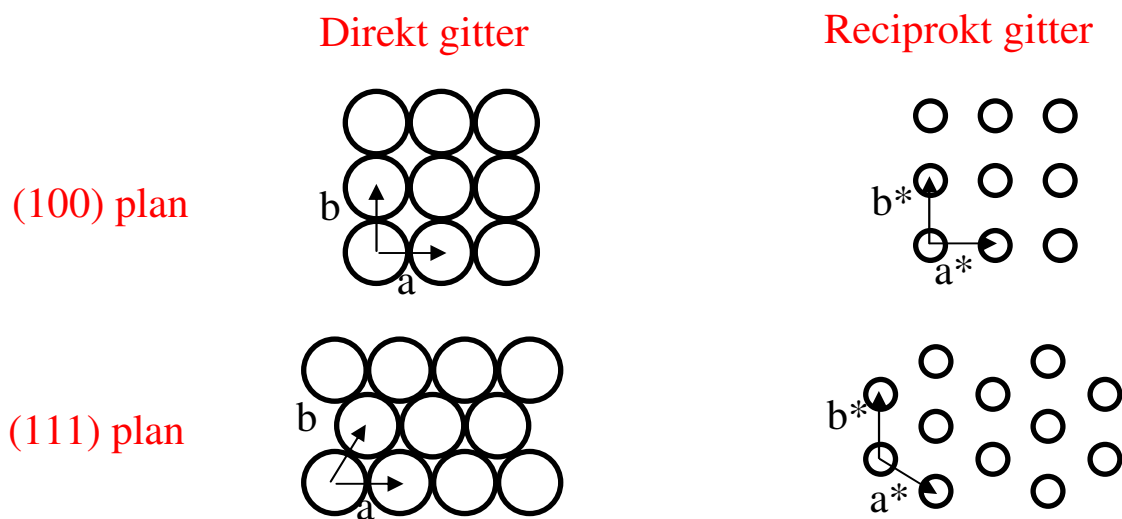
Hur skiljer sig de tillåtna reflexerna mellan diamantstruktur och III-V halvledarnas zink blende struktur?

Laserdiffraktion

Ytor är två-dimensionella (2D) och i den andra delen av laborationen skall ni använda en laser för att studera en 2D-struktur med dimensioner som passar laserljusets våglängd. Provet är en så kallad kanalplatta med små kanaler etsade i en kiselbricka. Mätningen liknar elektrondiffraktion med den skillnaden att strukturens dimensioner och laserns våglängd är ”uppskalade”.

Olika kristallplan har olika atomär struktur. Den enkla kubiska strukturen har en atom i varje kubhörn, (100) planet har en kvadratisk struktur, (110) planet är rektangulärt och (111) planet har en rombisk struktur.

I två dimensioner saknas en vektor, säg **c**. De kvarvarande vektorerna **a** och **b** beskriver atomstrukturen i planet. Ett gott val av **a** och **b** är de primitiva vektorerna som i figuren. De primitiva vektorerna beskriver den primitiva enhetscellen, dvs den minsta odelbara enheten av strukturen.



Det tvådimensionella reciproka gittret erhålls genom att ersätta **c** med planets normalvektor **n** i beräkningen.

$$\mathbf{a}^* = \frac{2\pi(\mathbf{b} \times \mathbf{n})}{\mathbf{a} \cdot (\mathbf{b} \times \mathbf{n})}, \quad \mathbf{b}^* = \frac{2\pi(\mathbf{n} \times \mathbf{a})}{\mathbf{b} \cdot (\mathbf{n} \times \mathbf{a})}$$

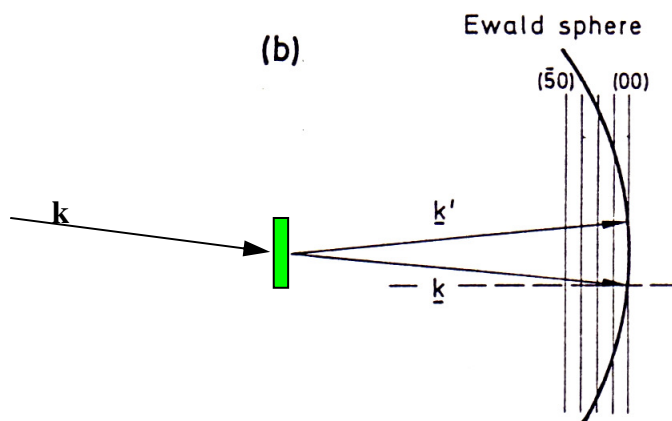
Diffraktionsvillkoret i 2D kan, analogt med 3D, skrivas $\Delta \mathbf{k} = \mathbf{G}_{hk} = h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^*$, där $\mathbf{G}_{hk}$ är en reciprok gittervektor och $\mathbf{a}^*$ och $\mathbf{b}^*$ är det reciproka gittrets basvektorer. Man kan alltså från ett uppmätt diffraktionsmönster räkna ut ett kristallplans symmetri och gitterparameter.

Genomförande:

Lys med lasern på provet framför en vägg. Ett punktmönster avbildas på väggen. Tejpa upp en A4 på väggen och rita av mönstret. Mönstret är en direkt bild av det reciproka gittrets symmetri. För att få rätt skala måste man ta hänsyn till avståndet mellan provet och väggen, så att avstånden ni mäter mellan två reflexer på väggen divideras med avståndet mellan prov och vägg. Tänk på att mäta avståndet.

Relationen mellan de avstånd ni mäter på väggen och spridningsvektorerna ges av den s.k. Ewald-konstruktionen som visas i figuren nedan för transmissionsgeometri.

Den infallande strålen och den del av strålen som går rakt genom provet beskrivs av vågvektorn $\mathbf{k}$. Den spridda/diffrakterade strålen beskrivs av vågvektorn $\mathbf{k}'$. Skillnaden mellan dessa vektorer är spridningsvektorn $\Delta\mathbf{k}$. Ljuset har spritts elastiskt så längden på vektorn $\mathbf{k}'$ är densamma som $\mathbf{k}$. Det definierar radien på Ewaldsfären som $|\mathbf{k}| = \frac{2\pi}{\lambda}$.



Utrustning: en laserpekare, en kanalplatta (används i detektorer), och ett måttband.

Uppgift: Bestäm "gitterparameter" och symmetri i provet. Belys provet med lasern och studera det transmitterade mönstret på väggen. Mät de reciproka gittervektorerna och konstruera de direkta gittervektorerna.

Säkerhet: De lasrar ni använder är vanliga laserpekare med ganska låg effekt. Trots detta kan ett öga ta skada redan vid relativt korta exponeringstider. Titta aldrig in i lasern.

Vägbeskrivning

Laborationen ges Forum enligt kartan. (Ni gjorde labbarna i Fysik 1 på samma ställe). Väl framme vid huset, tag hiss A till våning 8.

