

## LABORATORIO DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X DEL CNMN-IPN

### Objetivo del laboratorio

Proporcionar servicio de caracterización de materiales cristalinos con las técnicas de difracción de rayos X a todos los usuarios tanto interno como externo que lo soliciten.

## TÉCNICAS DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X

### Descripción

La difracción de rayos X es un método no destructivo para el análisis de la estructura de una amplia gama de materiales cristalinos, incluyendo metales, minerales, polímeros, catalizadores, plásticos, productos farmacéuticos, recubrimientos, cerámicas y semiconductores, películas de una o multi capas sobre diferentes sustratos.

El fenómeno de la difracción puede describirse con la Ley de Bragg, que predice la dirección en la que se da interferencia constructiva entre haces de rayos X dispersados coherentemente por un cristal:

$$n \lambda = 2 d \sin \theta,$$

Donde:

$n$  es un numero entero,

$\lambda$  es la longitud de onda de los rayos X (dependiendo del tubo utilizado,  $\lambda_{K\alpha Cu}=0.154$  nm,  $\lambda_{K\alpha Co}=0.179$  nm, etc.),

$d$  es la distancia entre los planos cristalinos de la muestra y

$\theta$  es el ángulo de difracción que es obtenido durante la medición de los patrones de difracción.

### Aplicaciones y Ejemplos:

#### Geometría Bragg-Bretano- $\theta$ - $2\theta$

- Determinar parámetros de red, composición química (fases) cualitativa y cuantitativamente de materiales policristalinos.
- Determinar tamaño de cristal y esfuerzos residuales en materiales policristalinos

- Determinar textura y orientación en materiales con textura y monocristal

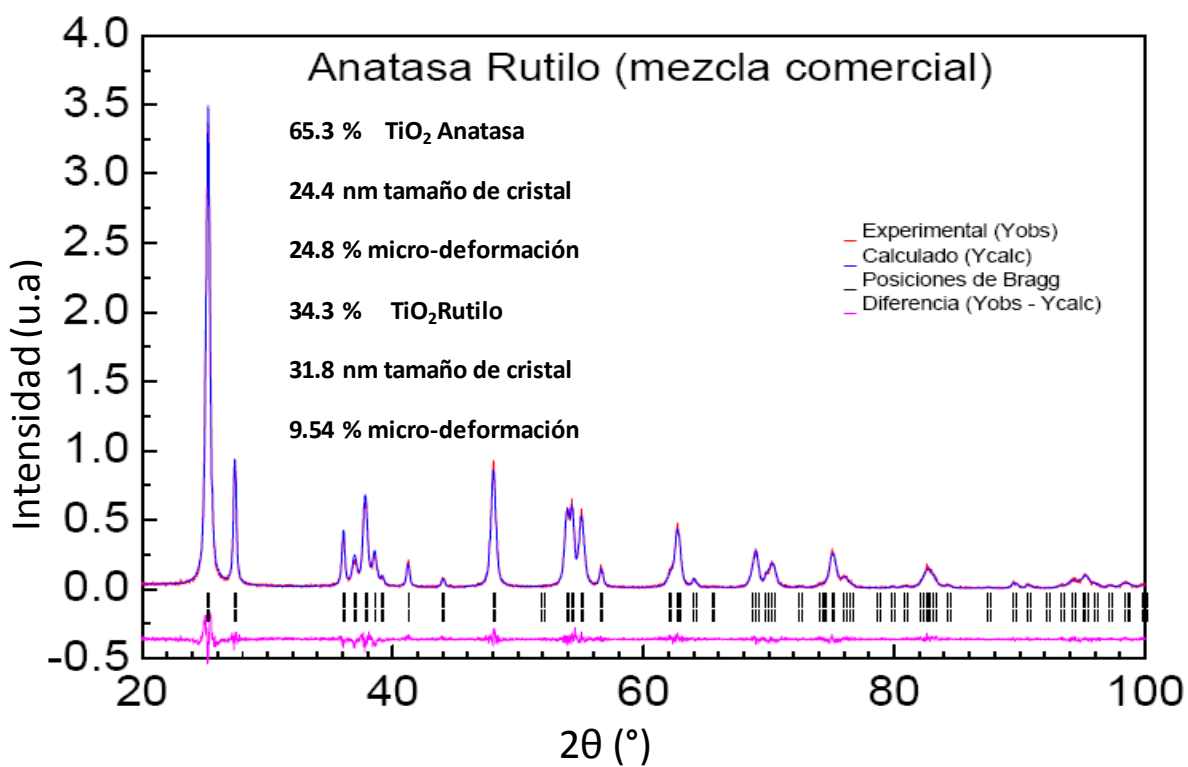
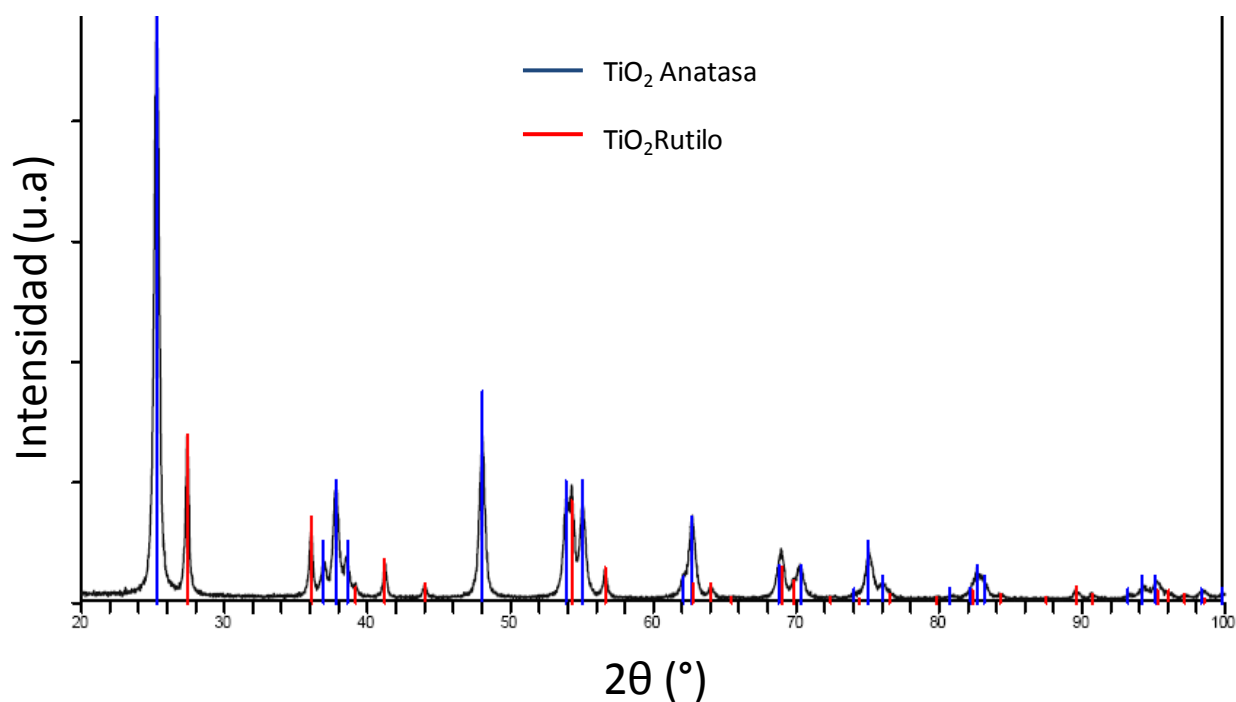
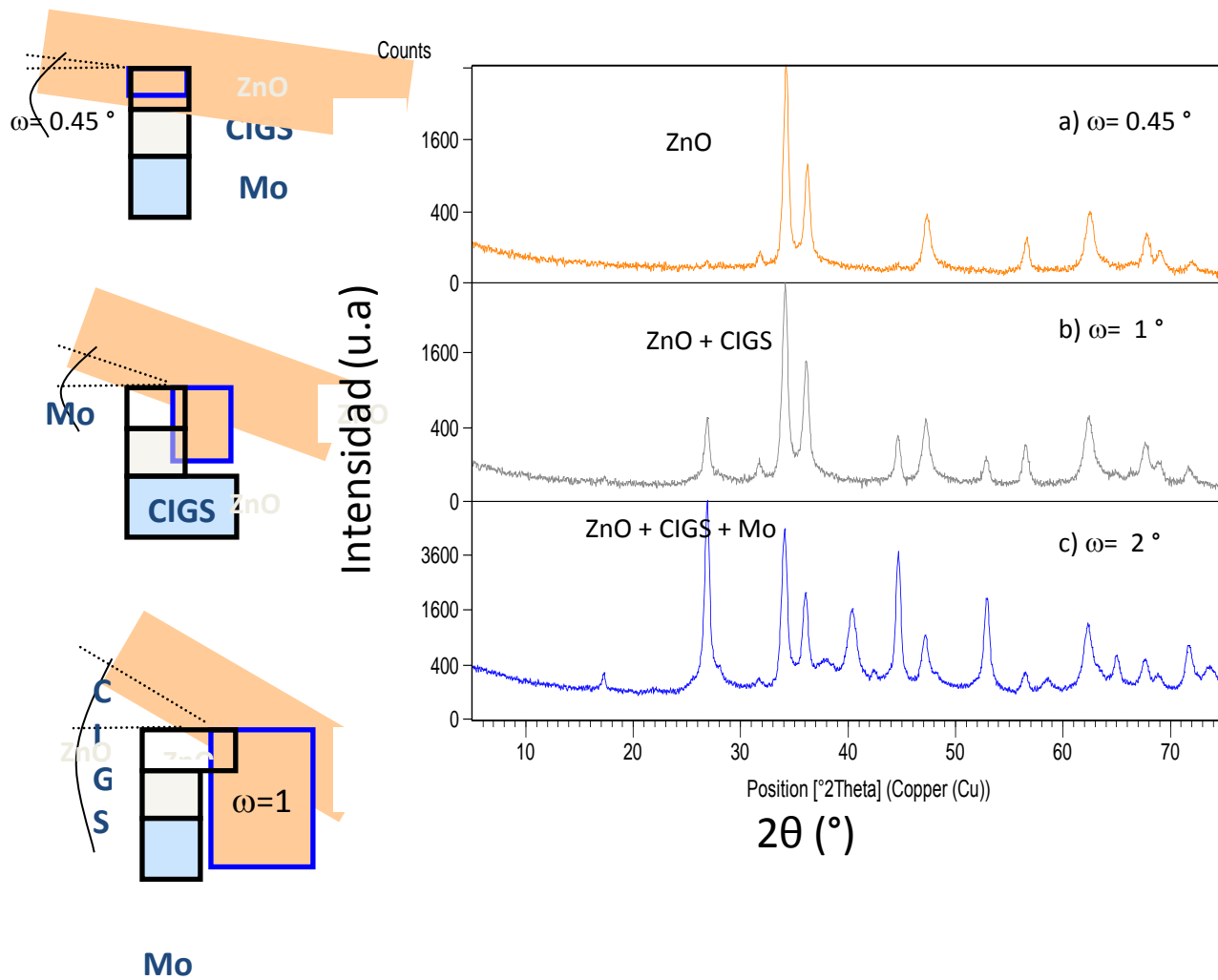


Figura 1. Difractogramas de una muestra policristalina de LaB6, a) Análisis cualitativo de fases, b) Análisis cuantitativo de fases.

## Geometría de Haz Rasante

- Permite obtener información de la estructura de películas delgadas policristalinas sobre diferentes sustratos.
- Determinar fases cualitativa, cuantitativamente, tamaño de cristal y esfuerzos residuales de películas policristalinas



### Geometría simétrica en el modo de alta resolución

- Determinar espesor, periodo de la superred, ángulo y dirección de desacople, rugosidad, inter-difusión, distorsiones elástica, esfuerzos de relajación, porosidad y defectos (dislocaciones y cúmulos de defectos puntuales) en películas epitaxiales sobre monocristales.
- Composición de compuestos ternarios y cuaternarios de heteroestructuras de semiconductores (por ejemplo:  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ ).
- Determinar esfuerzos laterales y normales en capas epitaxiales sobre monocristales.
- Medición  $\omega - 2\theta$ ,  $2\theta - \omega$
- Curvas de rotación ( $\omega$ )
- Mapeo de espacio Reciproco

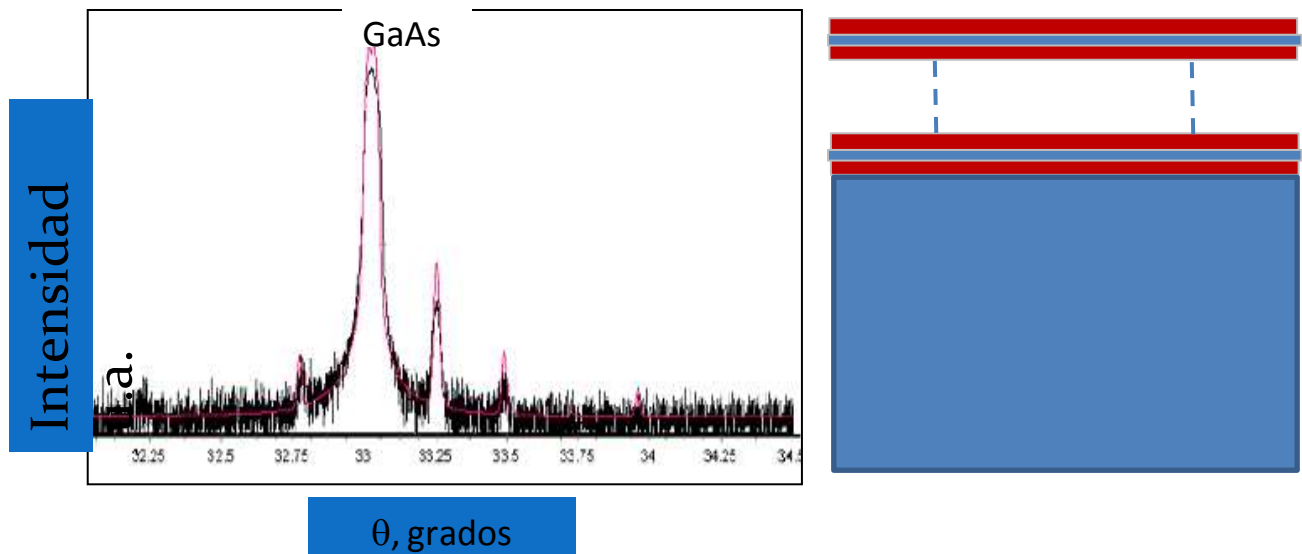


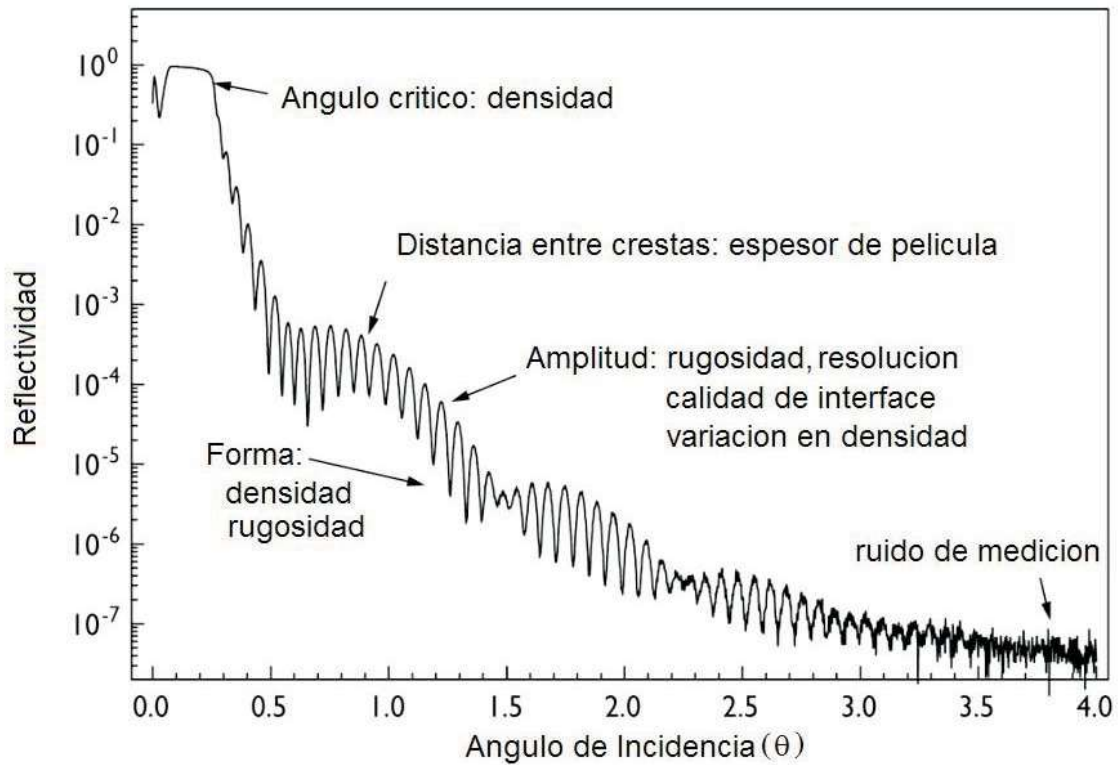
Figura 3. Curva de rotación, perfil de simulación (rojo) y resultados de los espesores y concentración de Al en la barrera.

Tabla: Datos de la Heteroestructura  $\text{Al}_{(0.28)}\text{Ga}_{(0.72)}\text{As}/\text{GaAs}$  de 100 periodos sobre GaAs.

sustrato	Periodo	Barrera ó QW	Espesor Esperado (nm)	Espesor Experimental (nm)	Concentración experimental de Al en la barrera ( $C_{\text{Al}}$ %)
GaAs	100	$\text{Al}_{(0.28)}\text{Ga}_{(0.72)}\text{As}$	15	14	25.18
		GaAs	7.6	8.11	

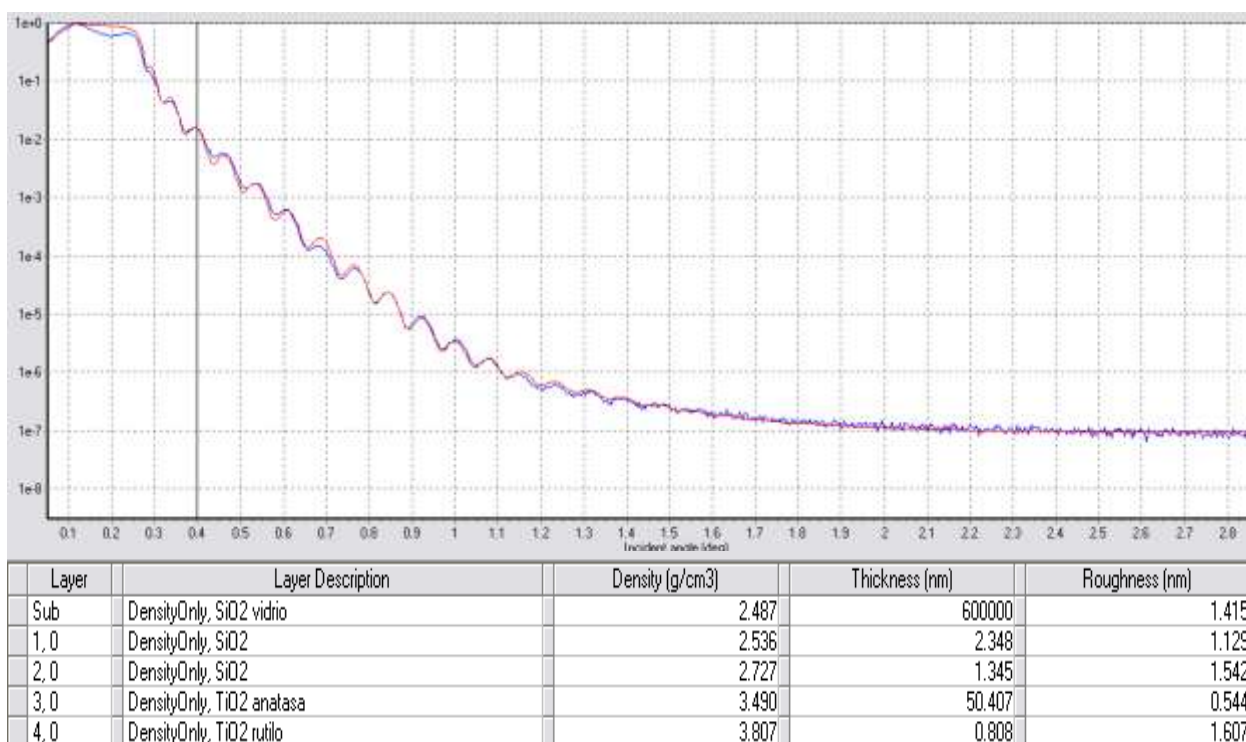
## Reflectometría

- Determinar espesores,
- densidad y rugosidad de películas delgadas de una capa y multicapas



*Figura 4. Curva de reflectividad y la interpretación para obtener los datos de espesor, densidad y rugosidad de películas*

## Ejemplo



## Características del Difractómetro X'Pert PRO de PANalytical

**Óptica del haz incidente:** Tubo de Rayos X con radiación de Cu  $K_{\alpha}$  ( $\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$ ) con potencia máxima de 2.2 KW, con 60 kV, 55 mA.

- Óptica fija
  - Filtro de Ni
  - Rendijas de divergencia y anti dispersión (1/32, 1/16, 1/4, 1/2, 1, 2, 4 ).
  - Rendija Soller de 0.04 Rad
- Óptica de Espejo
  - Espejo de Rayos X para hacer los haces casi paralelos y aumentar la intensidad que incide en la muestra por unidad de área.
  - Rendija de divergencia (1/32, 1/16, 1/4, 1/2, 1, 2, 4 )
  - Filtro y/o Atenuador
  - Rendija Soller de 0.04 Rad

- Mascara (2, 4, 10, 20 mm)
- Óptica de Alta Resolución.
  - Monocromador Híbrido para hacer los haces casi paralelos con solo la componente  $K_{\alpha 1}$  ( $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ ) irradiando a la muestra.
  - Mascara (2, 4, 10, 20 mm)
  - Atenuador y filtro automático de Ni

Portamuestras de Aluminio con Cuna de Euler (5 grados de libertad X, Y, Z, Phi, Psi).

Óptica del haz Difractado

- Colimador paralelo
- Monocromador triple eje 3xGe200 Cu
- Dos detectores
  - Proporcional (lineal)
  - PIXcel (área)



Imagen del difractometro X Pert PRO MRD.

## **Servicios del laboratorio de difracción de Rayos X del CNMN**

1. Medición de patrón de difracción de una muestra en geometría de polvos
2. Medición de patrón de difracción de una muestra en geometría de haz rasante
3. Determinación cualitativa de fases
4. Determinación cuantitativa de fases
5. Determinación de esfuerzos residuales y tamaño de cristal en muestras policristalinas
6. Medición de una curva de rotación para películas epitaxiales en el modo de alta resolución
7. Determinación de esfuerzos laterales y normales en capas epitaxiales
8. Medición de un mapa en espacio recíproco para películas epitaxiales
9. Medición y Análisis de espesores, densidad y rugosidad de películas delgadas y multicapas por reflectometría
10. Asesoría y análisis en las técnicas de difracción de rayos X