

EPİTAKSİYEL TEK KRİSTAL
İNCE FİMLERİN XRD
YÖNTEMİ İLE İNCELENMESİ

AHMET BULUT

YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI
2010

CUMHURİYET ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

EPİTAKSİYEL TEK KRİSTAL İNCE FİLMLEİN
XRD YÖNTEMİ İLE İNCELENMESİ

AHMET BULUT

YÜKSEK LİSAN TEZİ

FİZİK ANABİLİM DALI

TEZ DANIŞMANI
PROF. DR. SEZAI ELAĞÖZ
SİVAS

2010

Bu alıřma Cumhuriyet niversitesi Fen/Saęlık Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanmıř ve jürimiz tarafından Fizik Anabilim Dalı'nda yüksek lisans tezi olarak kabul edilmiřtir.

Başkan Prof . Dr. Hüseyin Sarı _____

Üye Prof. Dr. Sezai Elagöz _____

Üye Yard. Do. Dr. Hülya Doęan _____

Üye (Danıřman) Prof. Dr. Sezai Elagöz _____

ONAY

Bu tez alıřması, / / tarihinde Enstitü Yönetim Kurulu tarafından belirlenen ve yukarıda imzaları bulunan jüri üyeleri tarafından kabul edilmiřtir:

Prof. Dr. Sezai ELAGÖZ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ MÜDÜRÜ

Bu tez Cumhuriyet Üniversitesi Senatosu'nun 24.09.2008 tarihli ve 007 sayılı toplantısında kabul edilen Fen/Sağlık Bilimleri Enstitüsü Lisansüstü Tez Yazım Kılavuzu adlı yönergeye göre hazırlanmıştır.

Çalıřma sırasında bana destek olan aileme ve tüm arkadaşlarıma...

ÖZET

EPİTAKSİYEL TEK KRİSTAL İNCE FİLMLEİN XRD YÖNTEMİ İLE İNCELENMESİ

Ahmet BULUT

Yüksek Lisan Tezi Fizik Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Sezai ELAGÖZ

2010, 103 Sayfa

Bu çalışma kapsamında epitaksiyel tek kristal ince filmlerin yapı analizlerinin x-ışını kırınım yöntemi (XRD) kullanılarak incelenmesi konu edilmektedir. X-ışını kırınımına ait teorik hesaplama teknikleri özetlenerek kinematik ve dinamik x-ışını kırınımına ait denklemler çıkarılmış ve simülasyon programlarının çalışma prensipleri açıklanmıştır. Ayrıca bu çalışmada sistem ile yapılabilecek taramalar detaylıca anlatılarak açıklanmış ve yapılan taramalar ile hangi fiziksel niceliklerin ölçülebileceği anlatılmıştır. Çalışmanın son kısmında ise bazı örnekler kullanılarak yapılan taramalardan elde edilen grafikler çizilmiş ve fit edilerek yorumlanmıştır. Böylece elde edilen sonuç ile büyütülmesi hedeflenen yapı ile büyütülen yapı arasındaki fark ortaya konarak ince filmin yapısal karakterizasyonu tamamlanmıştır.

Bu çalışma sırasında Sivas Cumhuriyet Üniversitesi Nanoteknoloji laboratuvarında bulunan SMARTLAB sistemi kullanılmıştır.

ABSTRACT

INVESTIGATION OF EPITAXIAL SINGLE CRYSTAL THIN FILMS BY XRD

Ahmet BULUT

Master of Science Thesis, Department of physics

Supervisor: Prof. Dr. Sezai ELAGÖZ

2010, 103 pages

In this study, the XRD (X-ray Diffraction) studies of epitaxial single crystal thin films have been investigated. We have summarized the theoretical calculations known as Kinematical and dynamical x-ray scattering calculations. Furthermore, what type of XRD scans can be performed and what physical quantities could be drawn from these scans are given in detail. Last part of the study contains actual xrd data from some samples and theoretical calculation fits have been found and their results are discussed.

This work has been done by using The SMARTLAB system in Sivas Cumhuriyet University Nanotechnology laboratory.

TEŐEKKÜR

Tezimin konusunun belirlenmesinden, sonuç cümlesine kadar ve ayrıca ince filmler için yaptığım deneysel taramalarda oldukça değerli bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım danışman hocam Prof. Dr. Sezai ELAGÖZ'e en içten ve samimi duygularıyla teşekkür ederim.

Tez konum için bilgi toplanmasında ve İngilizce kaynaklardan alınan bilgilerin çevirisinde benden yardımlarını esirgemeyen çok değerli arkadaşlarım İsmail ALTUNTAŐ, Habibe TAŐPINAR, Meryem YALLI ve Yasemin TÜRKMEN'e önemli katkılarından dolayı teşekkür ederim

Ayrıca yanımda olamasalar da onlar ile her konuşmamda bana güven vererek destek olan annem ile babama ve özellikle kardeşim Ali'ye en içten duygularıyla teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

ÖZET	vi
ABSTRACT	vii
TEŞEKKÜR	viii
İÇİNDEKİLER	1
ŞEKİLLER DİZİNİ	4
1 X-IŞINLARI	9
1.1 X ışınlarının Özellikleri.....	9
1.2 X ışınlarının Üretimi	11
1.3 X ışınlarının Algılanması	20
1.3.1 Fotoğraf Plaka.....	20
1.3.2 Fotoğraf Filmleri.....	20
1.3.3 Geiger Sayacı	20
1.3.4 Floresan Levha.....	21
1.3.5 Yarıiletken Dedektörler	21
1.3.6 Sintilatör İle Kullanılan Yarıiletken Dedektörler	22
1.4 Rigaku Smartlab Çok Yüksek Çözünürlüklü XRD Sistemi.....	23
1.4.1 Rigaku X-Işını Ganiometresi	23
1.4.1.1 Theta_s Kolu	26
1.4.1.1.1 Üretilen Işın Optik Sistemi.....	26
1.4.1.2 Theta_d Kolu	27
1.4.1.2.1 Gelen Işın Analizör Sistemi	28
1.4.1.2.2 Alıcı Optik Sistem.....	28
1.4.1.3 Numune Ana Bağlantı ve Diğer Bağlantılar.....	29
1.4.1.4 Ganyometre Özellikleri.....	29
1.4.1.4.1 Yüksek Hassasiyetli Theta Kolları.....	29
1.4.1.4.2 Numune Tutucu Özellikleri.....	30
1.4.1.4.3 X-Işını Üretici.....	30
1.4.1.5 SmarLab. Sistemi X-Işını Üretici Voltajı ve Tüp Akımı.....	31

1.4.2 Optikler	32
1.4.2.1 Çapraz Işın Optiği (CBO)	32
1.4.2.2 Üretilen Işınlarda Optik Ünitesi (Standart Optik Ünite)	34
1.4.2.2.1 Üretilen Işınlarda İçin Paralel Yarık Adaptör (IPS Adaptör)	34
1.4.2.2.2 2-Yansımada Monokromatör	37
1.4.2.2.3 4 -Yansımada Monokromatör	39
1.4.2.3 Üretilen Işınlarda Yarık Kutusu	40
1.4.2.3.1 Üretilen Işınlarda Standart Yarık Kutusu	40
1.4.2.4 Dedektöre Gelen Işınlarda Yarık Kutusu # 1	42
1.4.2.4.1 Dedektöre Gelen Işınlarda Standart Yarık Kutusu # 1	42
1.4.2.5 Dedektöre Gelen Işınlarda Optik Ünitesi # 1	43
1.4.2.4.1 Dedektöre Gelen Işınlarda Optik Adaptörü (ROD Adaptör)	43
1.4.2.4.2 2-Yansımada Analizör	45
1.4.2.6 Dedektöre Gelen Işınlarda Optik Ünitesi # 2	46
1.4.2.6.1 Dedektöre Gelen Işınlarda Optik Adaptörü (RPS Adaptör)	46
1.4.2.7 Dedektöre Gelen Işınlarda Yarık Kutusu # 2	48
1.4.2.7.1 Dedektöre Gelen Işınlarda Standart Yarık Kutusu # 2	48
1.4.2.7.2 Optik Anahtarlama Sistemi	48
1.4.2.8 Kontrol Programı	48
2. Kinematik X-Işın Kırınımı	50
2.1 Tek Elektrondan Saçılma	50
2.2 Tek Atomdan Saçılma	54
2-3 Birim Hücre Tarafından Saçılma	57
2.4 Sonlu Tek Kristal Yapıdaki Kırınım	65
2.5 Çok Tabakalı Sonlu Kristal Yapıdan Kırınım	67
3 Dinamik X-Işın Kırınımı	71
3.1 Alttaştan (Tek Tabakadan) Düzgün Yansıma	71
3.2 Bir Alttaş Üzerinde-Tek Tabakadan Elde Edilen Düzgün Yansıma	73
3.3 Çok Tabakalı İnce Filmlerden Düzgün Yansıma	75

4 Epitaksiyel Çok Tabakalı İnce Filmlerin X Işınları Kırınımı ile İncelenmesi	76
4.1 Dik (Out-Plane) X-Işını Taraması	76
4.1.1 θ - 2θ Taraması.....	77
4.1.2 Sallantı Eğrileri (Rocking Curve)	80
4.1.3 Ters Uzay Haritalama (RSM) Taraması	82
4.1.3 GAXS (Grazing Angle X-Ray Scattering)	83
4.1.4 χ (Chi) Taraması	83
4.1.5 ϕ (Phi) Taraması.....	84
4.2 Paralel (In Plane) X-Işını Taramaları	84
4.2.1 θ - 2θ Taraması.....	85
4.2.2 Sallantı Eğrileri (Rocking Curve)	88
4.2.3 χ (Chi) Taraması.....	89
4.2.4 ϕ (Phi) Taraması	90
5 Uygulama: GaAs/AlAs Çok Tabakalı İnce Film Yapısının XRD Tekniği İle İncelenmesi	92

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1	Dalga boyu ve frekansa göre elektromanyetik spektrum ve x-ışınlarının bu spektrumdaki yeri.....	10
Şekil 1.2	Elektromanyetik bir dalganın elektrik, manyetik alan titreşim doğrultuları ve yayılma yönü.....	10
Şekil 1.3	X-ışını elde edilmesinde kullanılan, modern kapalı bir x-ışın tüpünün içyapısı	12
Şekil 1.4	Bakır hedef kullanılarak farklı voltaj değerleri için elde edilen x-ışınlarının şiddet – dalgaboyu grafiği.....	13
Şekil 1.5	Şekil 1.3 de gösterilen x-ışını tüpü ile elde edilen ışınların karakteristik dağılımı	16
Şekil 1.6	Moseley'in orijinal verilerinin uyarlaması.....	17
Şekil 1.7	Nötr bir bakır atomu için enerji düzeyleri ve enerli düzeyleri arasında gerçekleşen elektronik geçişler ile elde edilen karakteristik x-ışınları	18
Şekil 1.8	Rigaku SMARTLAB sistemi ganiyometresi	23
Şekil 1.9	Ganiyometrenin temel kısımları ve bu kısımların ana parçaları	25
Şekil 1.10	Theta_s kolu.....	26
Şekil 1.11	Theta_d kolu	27
Şekil 1.12	Ana bağlantı ve ana bağlantıya monte edilebilen örnek bağlantılar	29
Şekil 1.13	Rigaku x-ray sistemine ait x-ışını üretici	30
Şekil 1.14	CBO ünitesi.....	32
Şekil 1.15	a'da bir CBO ünitesinin sisteme nasıl bağlandığı, b'de kablo bağlantısının nasıl yapıldığı c'de ise üniteye bir yarığın nasıl takıldığı gösterilmektedir.	33
Şekil 1.16	Parafokus-yarık (BB) ya da paralel ışın (PB) yarık seçilmesi arasındaki fark	34

Şekil 1.17	Üretilen ışın kolu için paralel yarık adaptör	34
Şekil 1.18	a adaptörün sisteme bağlanması, b adaptörün kablo bağlantısının nasıl yapıldığı,	35
Şekil 1.19	2-yansımali monokromatör	37
Şekil 1.20	4-yansımali monokromatör	39
Şekil 1.21	Üretilen ışınlar için standart yarık kutusu	40
Şekil 1.22	Gelen x-ışını için standart yarık kutusu	42
Şekil 1.23	K_{β} Filtresi	42
Şekil 1.24	ROD Adaptör	43
Şekil 1.25	2 yansımali analizör	45
Şekil 1.26	Gelen ışın paralel yarık adaptörü	46
Şekil 2.1	X-ışınlarının tek elektron tarafından uyumlu saçılması.....	51
Şekil 2.2	Elektron ve fotonun elastik çarpışması (Compton etkisi).....	53
Şekil 2.3	Atom tarafından x-ışını saçılması	55
Şekil 2.4	Bakırın atomik saçılma faktörü.....	56
Şekil 2.5	(a) Taban-merkezli ve (b) cisim merkezli ortorombik birim hücreler	58
Şekil 2.6	Taban-merkezli (a) ve cisim-merkezli (b) ortorombik örgülerin (001) düzlemlerinden kırınım.....	58
Şekil 2.7	Tek boyutlu örgüde yansıma.....	59
Şekil 2.8	$N=3$ yarık için denklem 2.12 den elde edilen şiddet – ϕ grafiği	61
Şekil 2.9	$N=6$ yarık için denklem 2.12 den elde edilen şiddet – ϕ grafiği	62
Şekil 2.10	$N=60$ yarık için denklem 2.12 den elde edilen şiddet – ϕ grafiği	63

Şekil 2.11	N=60 yarık için denklem 2.12 den elde edilen şiddet – ϕ grafiğini 2.10 grafiğini göre daha dar bir ϕ aralığında çizimi.....	63
Şekil 2.12	Şekil 2.9 da verilen, N=6 yarık için çizilen grafiğin ϕ ye bağlı azalan şiddete göre tekrar çizimi.....	64
Şekil 2.13	Şekil 2.10 da verilen, N=60 yarık için çizilen grafiğin ϕ ye bağlı azalan şiddete göre tekrar çizimi.....	64
Şekil 2.14	Farklı kalınlıklarda farklı atomlardan oluşun iki tabakanın tekrarlanması ile oluşan kalın bir alttaş üzerine büyütülmüş çok tabakalı ince filmin şematik yapısı.....	68
Şekil 2.15	Ewald küresi ile Bragg yasasının sağlandığı noktalar içleri dolu olarak gösterilmiştir.	68
Şekil 2.16	Ewald yapılandırmasında çok tabakalı ince filmde kaynaklanan ekstra süper örgü noktaları daha küçük ve daha sık noktalar ile gösterilmiştir. Bu noktaların Ewald küresini kestiği yerlerde çok tabakalı ince film yapısından kaynaklanan ve Bragg şartını sağlayan yeni kırınımmlar oluşacaktır.	69
Şekil 3.1	Düzgün kalın bir filmde oluşan küçük açı yansıması	72
Şekil 3.2	GaAs alttaş üzerine büyütülmüş 350 Angstrom kalınlıklı GaSb tabakasından elde edilen küçük açı yansıması.....	73
Şekil 4.1	Dik theta-two theta tarama geometrisi ve ters uzay.....	78
Şekil 4.2	Safir için dik (Out-plane) geometride θ - 2θ taraması	79
Şekil 4.3	Tek kristal safir için (0006) kırınım piki x-ışını taraması.....	79
Şekil 4.4	Dik rocking curve taraması (a) gerçek uzay, (b) ters uzay	81
Şekil 4.5	Ters uzayda θ - 2θ - ω (omega) tarama gösterimi.	82
Şekil 4.6	X-ışını tarama sistemine ait ganyometre ve bu ganyometre üzerinde Chi taramasının gösterimi.....	83
Şekil 4.7	X-ışını tarama sistemine ait ganyometre ve bu ganyometre üzerinde ϕ (Phi) taramasının gösterimi.....	84

Şekil 4.8	In-plane geometride $\theta - 2\theta$ taraması (Numune dik durumda).....	85
Şekil 4.9	In-plane $\theta - 2\theta$ taramasının ters uzay gösterimi	86
Şekil 4.10	In-plane theta-two theta taraması.....	86
Şekil 4.11	In-plane geometride $\theta-2\theta$ taraması	87
Şekil 4.12	In-plane rocking curve taraması.....	88
Şekil 4.13	Numune üzerinde in-plane rocking curve taramasının ayrıntılı gösterim (a) gerçek uzay (b) ters uzay	88
Şekil 4.14	İn plane geometride Chi taraması	89
Şekil 4.15	In-plane geometride ϕ taraması.....	90
Şekil 4.16	(a) hexagonal yapıda safir için atomların sembolik çizimi ve yönelimleri, (b) tarama geometrisi üzerinde yapının çimi	90
Şekil 4.17	Paralel (in-plane) geometride phi tarama garfiği	91
Şekil 5.1	Çizelge 5.1 de verilen değrler ile büyütüldüğü düşünölen çoklu tabakalar için Rigaku SmartLab sistemi ile yapılan $\theta-2\theta$ taraması ile elde edilen grafik .	93
Şekil 5.2	Tabakaları çizelge de verilen numune için x-ışını taraması ve simölasyon grafikleri.....	94
Şekil 5.3	Çizelge 5.1 de verilen yapı için x-ışını tarama ve birinci simölasyon aşaması sonrasında elde edilen simölasyon grafikleri.....	95
Şekil 5.4	Çizelge 5.1 de verilen yapı için x-ışını tarama ve ikinci simölasyon aşaması sonrasında elde edilen simölasyon grafikleri.....	96
Şekil 5.5	Çizelge 5.1 de verilen yapı için x-ışını tarama ve üçüncü simölasyon aşaması sonrasında elde edilen simölasyon grafikleri.....	97
Şekil 5.6	Çizelge 5.1 de verilen yapı için x-ışını tarama ve son simölasyon aşaması ile elde edilen simölasyon grafikleri	98

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1.1	Karakteristik X-ışınlarının dalga boyları.....	19
Çizelge 1.2	Üreteçlerin teknik özellikleri	31
Çizelge 1.3	Bazı anot hedefler için minimum voltaj ve en uygun voltaj aralığı	32
Çizelge 1.4	CBO ünitesine takılabilen yarıklar ve fonksiyonları.....	33
Çizelge 1.5	IPS adaptörüne takılabilecek yarık isimleri, yarıkların limit açıları ve resimleri.....	35
Çizelge 1.6	Tabloda 2-yansımali monokromatör çeşitleri verilmektedir.....	37
Çizelge 1.7	2 yansımali monokromatör için yarıklar.....	38
Çizelge 1.8	4 yansımali monokromatör çeşitleri.....	39
Çizelge 1.9	Uzunluk belirleme yarıklari.....	41
Çizelge 1.10	ROD adaptör üzerine kurulabilen paralel yarık analizörleri.....	44
Çizelge 1.11	2 yansımali analizörler.....	45
Çizelge 1.12	RPS adaptöre takılabilen yarıklar.....	47
Çizelge 5.1	GaAs alttaş üzerine büyütölmüş çok tabakalı örnek bir yapı için büyütölen tabakaların kalınlık, katkılanma ve yapı içerisinde tekrarlanma deęerleri	92
Çizelge 5.2	Birinci adım simölasyon ile elde edilen yeni parametreler.....	95
Çizelge 5.3	İkinci adım simölasyon ile elde edilen yeni parametreler.....	96
Çizelge 5.4	Simölasyonun son adımı ile elde edilen yeni parametreler.....	97
Çizelge 5.5	Son simölasyon parametreleri ile Çizelge 5.1 de verilen ana parametrelerin karşılaştırılması.....	98

1 X-IŞINLARI

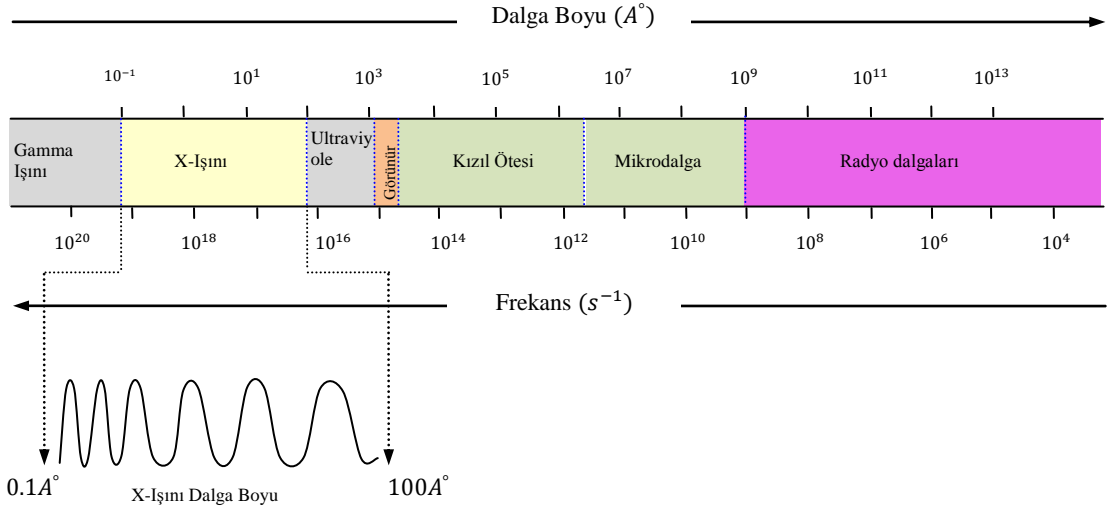
X ışınları 1893 yılında Alman fizikçi Wilhelm Röntgen tarafından bulunmuş ancak bulunduğunda doğası bilinmediği için "bilinmeyen ışın" anlamında bu ismi almıştır. Bu ışınlar o zamanki bilinen ışıklardan farklı olarak gözle görülemez fakat doğrusal yayıldıkları biliniyordu. Bu ışınların diğer ışıklardan en önemli farkı madde içerisinde oldukça girişken olmasıydı. Örneğin x-ışınları insan vücudu gibi maddelerden geçebiliyordu.

Bir şeyi kullanmak için onu iyice analiz etmeye gerek yoktur düşüncesi ile fizikçiler ilk olarak bu ışınları opak maddelerin iç yapısını incelemeye kullandılar. Daha sonra bu ve benzeri amaçlar için X ışınları mühendisler tarafından birçok alana uygulanmıştır.

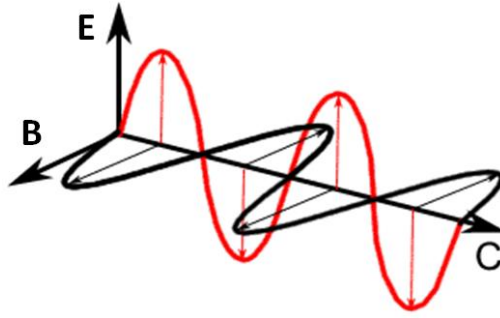
1912 yılında x-ışınlarının kristalden kırınımı keşfedildi. Böylece x-ışınlarının dalga yapısında olduğu ispatlandı. Böylece kırınım kurallarını kullanarak maddenin ince yapısını araştırmak için x-ışını kırınımı (x-ray diffraction) isimli yeni bir yöntem bulunmuş oldu.

1.1 X ışınlarının Özellikleri

X ışınları, elektrik ve manyetik alanların, birbirlerine ve yayılma doğrultularına dik bir düzlem "Elektromanyetik" dalgadır (Şekil 1.2). Bu nedenle elektromanyetik spektrumda yer alan tüm ışımaya şekilleriyle ve görünür ışıkla aynı özellikleri gösterir. Elektromanyetik spektrumda yer alan ışınların birbirinden farklı olmasının en önemli nedeni dalga boylarının farklı olmasıdır. Örneğin görünür ışığın dalga boyu, spektrumun $4 \cdot 10^3 \text{ \AA} - 7 \cdot 10^3 \text{ \AA}$ aralığında kalan bölgeyi kapsar. X ışını ise Şekil 1.1 de görüldüğü gibi elektromanyetik spektrumun içinde $10^{-1} - 10^2 \text{ \AA}$ dalga boyu aralığında yer alır ki, bu da görünür ışığın dalga boyuna oranla çok kısadır. Dalga boyunun kısa olması, x-ışını fotonların daha fazla enerji ile yüklü olması demektir. Bu nedenle X ışınları fotonları, görünür ışığına oranla yaklaşık olarak 10^2 ile 10^5 kat daha fazla enerjiye sahiptir.



Şekil 1.1 Dalga boyu ve frekansa göre elektromanyetik spektrum ve x-ışınlarının bu spektrumdaki yeri.



Şekil 1.2 Elektromanyetik bir dalganın elektrik, manyetik alan titreşim doğrultuları ve yayılma yönü

Dalga yayılırken eğer elektrik alan yayılma titreşim düzleminde kalırsa bu dalgaya düzlem polarize dalga denir. (eğer x yönünde yayılan bir dalga tamamen polarize değilse elektrik ve manyetik alan vektörü yz düzlemi içerisinde her doğrultuda olabilir). Ancak bizim için önemli olan elektrik alandır. Çünkü manyetik alan elektrik alana kıyasla 10^{-10} merteye daha zayıftır. Bunun sebebi ise elektromanyetik dalgalarda E/B oranının ışık hızına (c) eşit olmasıdır. Bir düzlem polarize dalgada E zamanla sabit olmayıp uzayın belirli bir noktasında, mesela $x = 0$ da $+y$ doğrultusunda bir maksimumdan $-y$ doğrultusuna bir minimuma kadar değişir ve bu değişim sürekli tekrarlanır. Verilen bu özellik denklem 1.1 ile tanımlanabilir.

$$E = A \sin 2\pi \left(\frac{x}{\lambda} - \nu t \right) \quad [1.1]$$

E nin deęişimi tam sinüsel deęildir. Fakat deęişimin tam sinüsel olmaması çok önemli de deęildir, önemli olan dalğanın periyodik olmasıdır.

Ayrıca bu baęıntıda dalga ile frekans arasında denklem 1.2 ifadesi vardır[1]:

$$\lambda = \frac{c}{\nu} \quad [1.2]$$

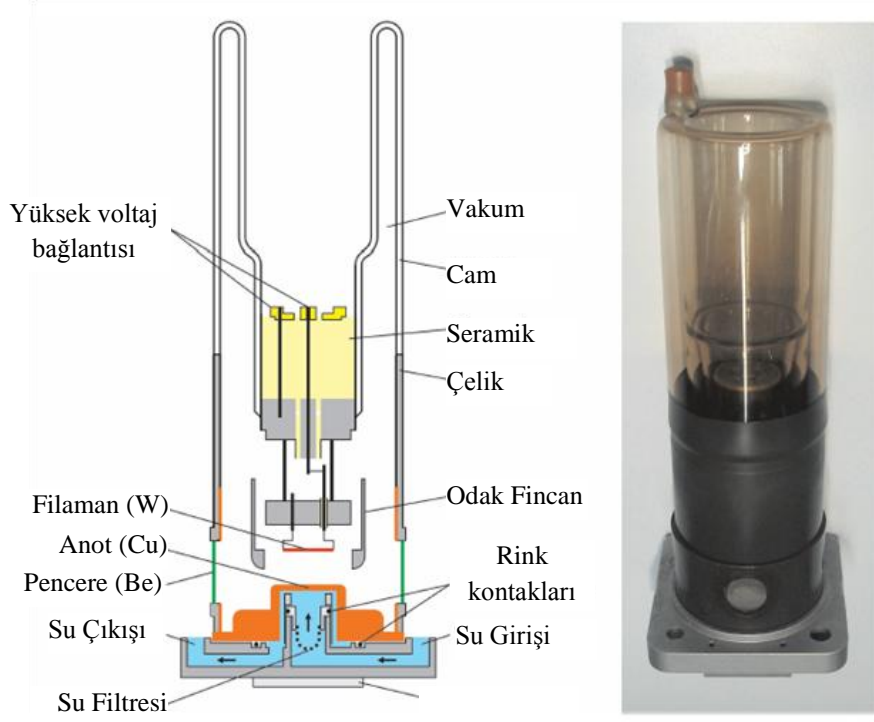
Elektromanyetik radyasyon, örneęin bir x-ışını demeti enerji taşır ve dalğanın yayılma doęrultusuna dik birim alandan bu enerjinin akış şiddetine ışık şiddeti (I) denir. Şiddetin ortalama deęeri dalğanın genlięinin karesi ile doęru orantılıdır [1].

İvmesi olan bir elektrik yükü enerji yayımlar. Bu nedenle ortalama bir durum etrafında sürekli salınan bir yük, bir elektromanyetik radyasyon kaynağıdır. Örneęin radyo dalgaları üretim antenleri, yüklerin ileri geri salınımından olur.

Bu aşamaya kadar elektromanyetik radyasyonu, klasik teoriye uygun olarak açıklamaya çalıştık. Kuantum teorisine göre elektromanyetik radyasyon her birinin enerjisi $h\nu$ olan foton denilen parçacıklardan oluşur. Böylece x-ışınlarını çok enerjik fotonlardan oluşan bir ışın demeti olarak algılayabiliriz. Kuantum mekanięine göre bu hızlı parçacıkların De Broglie dalga boyu atomik boyutlardadır bu nedenle de kristal yapıları ile girişim ve kırınım yapabilirler

1.2 X ışınlarının Üretimi

X-ışınlarının yeteri derecede enerjisi bulunan yüklü bir parçacığın yavaşlatılması yada durdurulmasıyla ortaya çıktığını söylemiştik. Bu işlem için kullanılan parçacık genellikle elektrondur. Çok yaygın olarak bir elektron kaynağı ve iki elektrottan oluşan bir x-ışın tüpü ile x-ışınları elde edilir. Elektrotlar arasına yüksek voltaj uygulanarak elektronlar metal hedefe doęru hızlandırılır ve çok yüksek hızlarla çarptırılır. Böylece hedefe çarpan elektronlar yavaşlamaları ve/veya durmaları sonucunda x-ışınları oluşur.



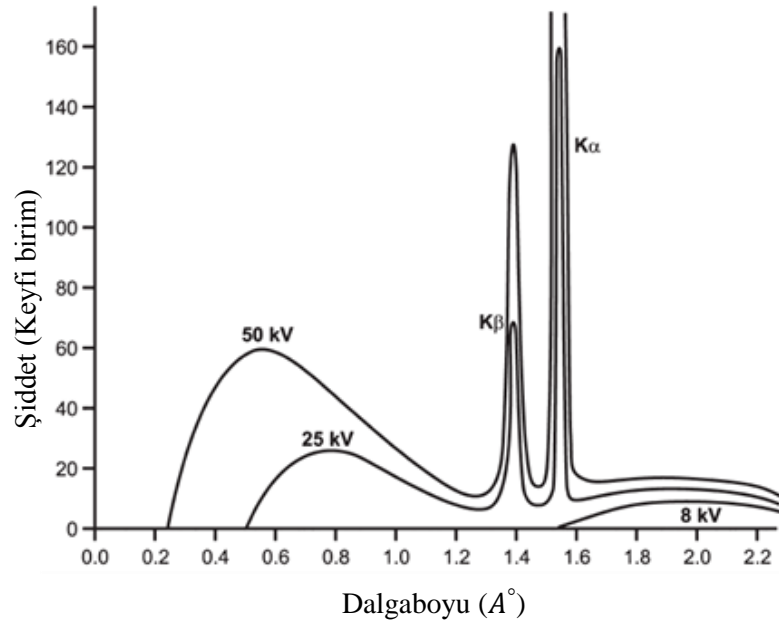
Şekil 1.3 X-ışını elde edilmesinde kullanılan, modern kapalı bir x-ışın tüpünün iç yapısı [2]

Şekil 1.3 için anoda ulaşan ve çarpan elektronun hızı v , uygulanan potansiyel V , elektronun kütlesi m ve elektronun yükü e almak üzere elektronun hedefe çarpmadan önceki enerjisi denklem 1.3 ile verilir.

$$K_E = eV = \frac{1}{2}mv^2 \quad [1.3]$$

Örneğin 30000 voltluk potansiyel altında elektronun çapma hızı ışık hızının yaklaşık üçte biri kadardır. Ancak burada başka enerji kayıp mekanizmaları da vardır. Genel olarak hedefe çarpan elektron enerjisinin büyük bir kısmı ısıya dönüştüğü için yaklaşık olarak sadece %1'inden daha azı x-ışınlarına dönüşür [1].

Hedeften saçılan ışınlar şiddet, dalgaboyu ve hızlandırma potansiyellerine bağlı olarak incelendiğinde Şekil 1.4 ile verilen değişim elde edilir.



Şekil 1.4 Bakır hedef kullanılarak farklı voltaj değerleri için elde edilen x-ışınlarının şiddet – dalgaboyu grafiği [2]

Şekil 1.4 de görüldüğü gibi uygulanan her bir potansiyel değeri için en kısa dalga boyu sınırı (λ_{SWL}) aşılanaya kadar şiddet sıfırdır. Daha sonra hızlı bir biçimde maksimuma ulaşır ve sonra uzun dalga boylarında düzenli ve yavaş bir biçimde azalır.

Tüp voltajı arttıkça elde edilen bütün dalga boylarının şiddeti artar ve daha kısa dalga boylu dalgalar elde edilir. Ayrıca bu dalgaların maksimum şiddetleri dalgaboyu ekseninde daha kısa dalga boylarına doğru kayar.

Yukarıda bahsedildiği gibi hedefe yaklaşarak ya da çarparak yavaşlayan elektronlar enerji yayımlar. Fakat her elektron aynı biçimde yavaşlamayacağı için farklı dalgaboylarında sürekli bir spektrum oluştururlar.

Eğer çarpışmada elektronlar durdurulursa, maksimum enerjili fotonları yani minimum dalga boylu x-ışınlarını oluştururlar. Durdurulan bir elektronun yayımladığı foton dalga boyu denklem [1.4] ve denklem [1.5] kullanılarak hesaplanabilir [1].

$$\lambda_{SWL} = \frac{c}{\nu_{max}} = \frac{hc}{eV} \quad [1.4]$$

$$eV = h\nu_{max} \quad [1.5]$$

Denklem 1.5 denklem 1.4 de yerine yazılırsa uygulanan voltaj değerine bağlı olarak en kısa dalga boyunu (λ_{SWL}) veren 1.6 denklemi elde edilir. [1].

$$\lambda_{SWL} = \frac{12400}{V \text{ (volt)}} A^\circ \quad [1.6]$$

Ancak bu sadece maksimum enerji aktarım durumudur. Elektronlar çarpışmada tüm enerjisi aktarmayabilir. Eğer elektron çarpışma sonucunda durmazsa enerjisinin tümünü aktaramaz. Sadece bir kısmını aktarır. Böylece saçılan fotonun enerjisi maksimum enerjiden ($h\nu_{max}$) daha azdır. Dalga kuramına göre konuşacak olursak frekansı maksimum frekanstan (ν_{max}) daha az, dalgaboyu ise λ_{SWL} den daha büyüktür. Şekil 1.4 deki grafikte görülen bu dalga boylarının hepsi sürekli spektrumu teşkil eder. Sisteme uygulanan voltaj arttıkça grafikteki eğrilerin daha yüksek olduğunu ve sola doğru kaydığını görüyoruz. Burada eğrilerin sola kaymasının sebebi denklem 1.6 de görüldüğü gibi gerilim ile dalgaboyu arasında ters orantı olmasıdır. Şiddetteki artışın sebebi ise akımın artmasıdır.

Ayrıca grafikteki her bir eğrinin altında kalan toplam alan, yayımlanan ışınların toplam enerjisine, hedefin Z atom numarasına ve hedefe saniyede çarpan elektronların sayısının bir ölçüsü olan i tüp akımına bağlıdır. Toplam x-ışınlarının şiddeti denklem 1.7 ile verilir.

$$I_{\text{sürekli spektrum}} \cong 2iVZ \quad [1.7]$$

Denklemden de görüldüğü gibi eğer yapılan işlemde fazla miktarda beyaz radyasyon isteniyorsa hedef olarak tungsten ($Z=74$) gibi ağır metaller seçilmeli ve mümkün olduğu kadar yüksek voltaj uygulanmalıdır[1].

Burada değinilmesi gereken, hedefin sürekli spektrumun şiddetine etki etmesi fakat sürekli ışımının dalga boyu dağılımına herhangi bir etkisinin olmamasıdır.

1.2.1 Karakteristik Spektrum

Eğer bir x-ışın tüpünde voltaj, hedef metal için karakteristik olan belli bir değerin üzerine çıkarılırsa, bazı dalga boylarında sürekli spektruma ilaveten keskin şiddet maksimumları görülür. Bu eğriler çok dardır ve dalga boyları kullanılan hedefin karakteristiği olduğundan bu eğrilere *karakteristik çizgiler* denir. Bu çizgiler farklı dalgaboylarına sahip olduğu için K, L, M gibi farklı isimler ile bilinir. Karakteristik çizgilerin hepsi kullanılan metalin *karakteristik spektrumunu* teşkil eder ve hedefin cinsine göre değişir. Örneğin bir molibden hedef için K çizgilerinin dalga boyu yaklaşık olarak 0.7 \AA , L çizgisi yaklaşık 5 \AA M çizgisi ise daha da büyük değerlerdedir. Bu nedenle genellikle x-ışınları difraksiyonunda tercih edilen çizgi K çizgisidir. Çünkü dalga boyu büyük olan çizgiler daha çok absorbe edilir [1] ve bu yapılan ölçümler için istenmeyen bir durumdur.

K çizgisi de kendi içerisinde kısımlara ayrılır. Ancak yine amaca uygun olması için bunların içerisinde de enerjisi en büyük olan tercih edilir. Bunlar: $K\alpha_1$, $K\alpha_2$ ve $K\beta$ dir ve örneğin molibden için dalga boyları aşağıda verilmiştir (laboratuvarımızdaki sistemde hedef olarak bakır kullanılmaktadır ve bakır için bu değerler Çizelge 1 de verilmiştir).

$$K_{\alpha_1} \Rightarrow 0.70926 \text{ \AA}$$

$$K_{\alpha_2} \Rightarrow 0.71354 \text{ \AA}$$

$$K_{\beta} \Rightarrow 0.63225 \text{ \AA}$$

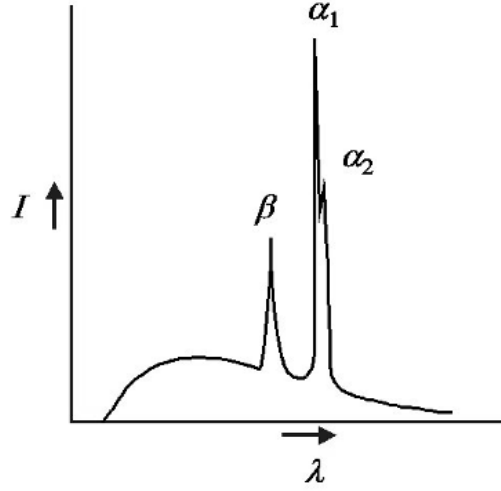
Burada görüldüğü gibi $K\alpha_1$ ve $K\alpha_2$ birbirine o kadar yakındır ki bazen birbirinden ayrılamazlar bu durumda her ikisine birden K'nın α ışıması denir. $K\alpha_1$, $K\alpha_2$ den yaklaşık iki kat daha şiddetlidir.

Ancak bir metal için karakteristik spektrum Şekil 1-4 ten görüleceği gibi uygulanan her voltaj değeri için gözlenemez, örneğin molibden için bu kritik değer 20010 volt dur.

Herhangi bir karakteristik çizginin sürekli spektrum üzerine ölçülen şiddeti tüp akımı i ve uygulanan voltajın kritik voltajı ne kadar geçtiğine bağlıdır. Bir K çizgisi için şiddet aşağıdaki denklem ile verilir.

$$I_{K \text{ çizgisi}} = Bi(V - V_K)^{\frac{3}{2}} \quad [1.8]$$

Bu denklemde B bir orantı sabitidir ve V_K uyarma voltajıdır.



Şekil 1.5 Şekil 1.3 de gösterilen x-ışını tüpü ile elde edilen ışınların karakteristik dağılımı [1]

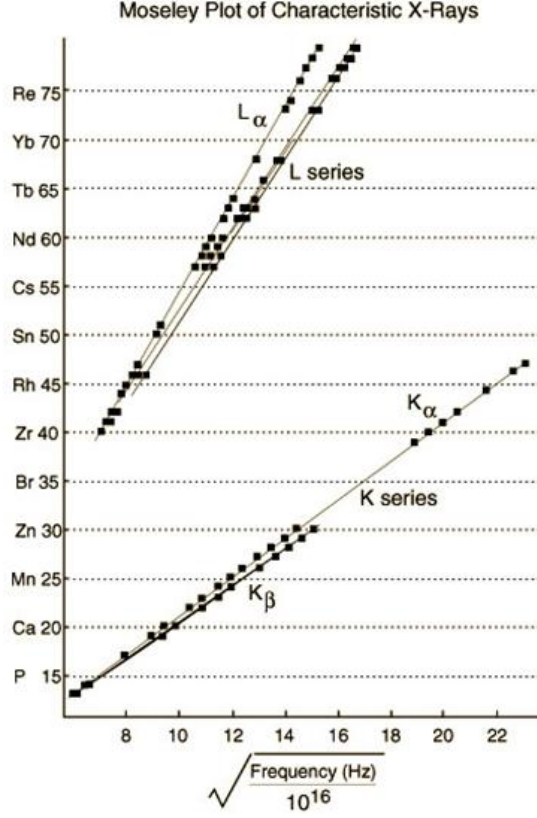
Şekil 1.5 de görüldüğü gibi bir karakteristik çizginin şiddeti çok büyük olabilir. Mesela 30 kV ile çalışan bir bakır hedef için K_{α} çizgisinin şiddeti kendisine komşu olan dalga boyuna ait şiddetin yaklaşık 90 katıdır. Ayrıca karakteristik çizgi dalgaboyu ekseninde çok dardır. Grafikte görülen karakteristik çizginin genişliği 10^{-3} A° dan daha azdır.

Bir x-ışını kırınım cihazını önemli kılan en büyük etken hedef materyalin K_{α} çizgilerinin varlığıdır. Çünkü pek çok kırınım deneyinde monokromatik ışınının kullanılması şarttır.

Karakteristik x-ışını çizgileri W. H. Bragg tarafından keşfedilmiştir ve H. G. Moseley tarafından sistematik hale getirilmiştir. Moseley herhangi bir özel çizginin dalgaboyunun o dalgaboyunu üreten kaynağın atom numarası arttıkça azaldığını bulmuştur. Özel olarak ν çizgi frekansının kökü ile Z atom numarası arasında lineer bir bağıntı bulunmuştur. Bu bağıntıya *Moseley kanunu* denir ve bu ilişki denklem 1.9 ile verilir.

$$\sqrt{\nu} = C(Z - \sigma) \quad [1.9]$$

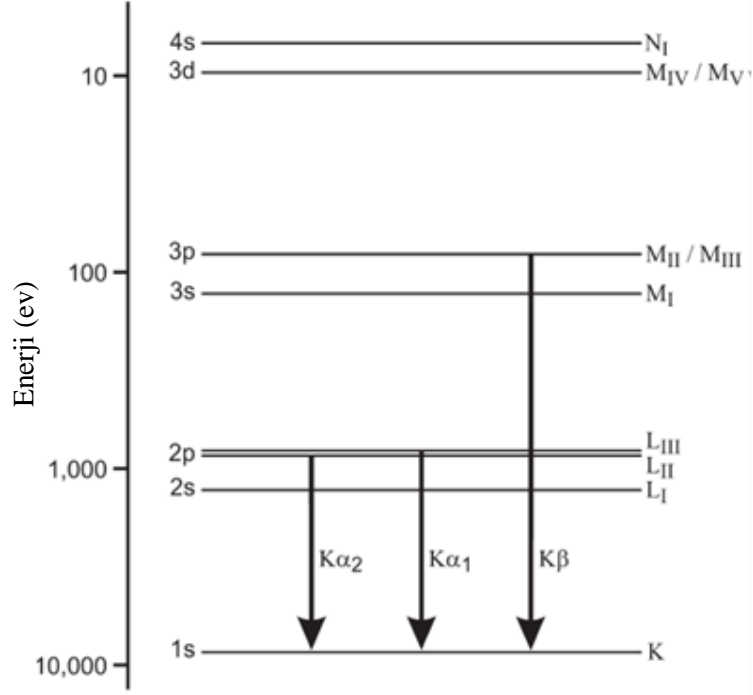
burada C ve σ birer sabittir.



Şekil 1.6 Moseley'in orijinal verilerinin uyarlaması [3]

Grafikte L lerin daima en uzun dalga boyu olmadığını görebiliyoruz.

Karakteristik spektrumun nasıl oluştuğunu anlamak için bir çekirdek ve içten dışa doğru K, L, M, N şeklinde isimlendirilen elektron yörüngelerini düşünelim. Biliyoruz ki en iç yörüngedeki elektronu (K) uyarmak diğer yörüngeleri uyardırmaya göre daha zor ve daha fazla enerji gerektirecektir. Bu nedenle K yörüngesindeki elektronun uyarılması ile elde edilecek x-ışınları daha fazla enerjiye, yani daha küçük dalgalıboylarına sahiptir. Şekil 1.7 de herhangi bir atom için enerji seviyeleri çizilmiş ve yukarı yöndeki oklar ile hangi yörünge elektronunun uyarıldığı, aşağı yönlü oklarla ise yayımlanan x-ışınlarının neler olduğu gösterilmiştir. Şekilde okların boyu enerji ile orantılıdır.



Şekil 1.7 Nötr bir bakır atomu için enerji düzeyleri ve enerli düzeyleri arasında gerçekleşen elektronik geçişler ile elde edilen karakteristik x-ışınları

Hedefi bombardıman eden elektronlar yeterli büyüklükte kinetik enerjiye sahipse K kabuğundan bir elektronu koparabilir. Yani atomu uyarılmış hale getirebilir. Bu durumda daha dış yörüngedeki elektronlardan biri hemen K yörüngesinde oluşan boşluğa düşer ve enerji yayımlar. Böylece atom tekrar temel enerji durumuna geçer. İşte bu olay sırasında yayımlanan enerji belirli dalga boyunda radyasyon şeklindedir ve bu ışıma karakteristik K ışmasıdır. Diğer taraftan K kabuğundaki boşluğun hangi kabuk elektronu tarafından doldurulduğu önemlidir. Çünkü K kabuğundaki boşluğun doldurulmasıyla K seviyesinin çizgileri meydana gelir. K kabuğundaki boşluğun L ya da M kabuğundaki elektronlarla doldurulmasına göre sırasıyla K_{α} ya da K_{β} çizgileri oluşur.

Boşalan bir K kabuğunun L kabuğu tarafından doldurulması M kabuğu tarafından doldurulmasından daha olasıdır. Bu nedenle K_{α} çizgisi K_{β} çizgisinden daha şiddetlidir. Ayrıca buradan çıkarılacak bir diğer önemli sonuç diğer çizgiler uyarılmadan K çizgisini uyaramayız.

Burada bahsedilen olayların tamamı L kabuğunun uyarılması için de aynen geçerlidir.

K karakteristik radyasyon için kritik bir uyarma potansiyeli gereklidir. Yani K radyasyonunu elde edebilmek için hedef bombardımanında kullanılan elektronların enerjileri K kabuğundan bir elektron fırlatacak kadar enerjiye sahip olmadıkça K radyasyonu elde edilemez. Eğer W_K bir elektronu koparmak için yapılan iş ise bu durumda elektronun kinetik enerjisi en az

$$\frac{1}{2} m v^2 = W_k \quad [1.10]$$

olmalıdır.

Karakteristik X-ışınlarının dalga boyları kullanılan hedefin tipine bağlı olduğunu söylemiştik. Tipik olarak x-ışını üretimi için Tablo 1.1 de gösterilen metal hedefler kullanılarak farklı dalgaboylarına sahip $K\alpha$ x-ışınları oluşturulur [4]. $K\alpha$ x-ışınları dalga boyları oldukça yakın olan $K\alpha_1$ x-ışınları ve $K\alpha_2$ x-ışınlarını içerir. Bu durum faz tanımlama (ID) analizleri için toz numunelerin sıradan ölçümlerinde ciddi problem oluşturmamasına rağmen, bazen çok yakın pikler içeren kristal yapı analizleri ya da ince film örneklerinin analizinde istenilen duyarlılıkta ölçümler sadece $K\alpha_1$ x-ışınları kullanılarak başarılmıştır. Son yıllarda, Ge ya da Si kristalden oluşmuş monokromatör çok katmanlı ayna optik sistemi ile sadece $K\alpha_1$ x-ışınlarının kullanılabilmesi mümkün olmuştur [4].

Çizelge 1.1 Karakteristik X-ışınlarının dalga boyları.

Hedef		Dalgaboyu (Å)		
Element	Atom Numarası	$K\alpha_2$	$K\alpha_1$	$K\beta$
Cr	24	2.294	2.290	2.285
Fe	26	1.940	1.936	1.757
Co	27	1.793	1.789	1.621
Cu	29	1.544	1.542	1.392
Mo	42	0.7135	0.7093	0.6323
Ag	47	0.5638	0.5594	0.4970
W	74	0.2138	0.2090	0.1844

1.3 X ışınlarının Algılanması

1.3.1 Fotoğraf Plaka

X-ışınlarını tespit etmenin bilinen çeşitli yöntemleri vardır. Ancak bunlardan en çok kullanılan ve bilineni fotoğraf filmleri ve fotoğraf plakalarıdır.

X-ışınlarını görüntülenmesinde dijital yöntemlerden önce fotoğraf plakaları kullanılıyordu.

1.3.2 Fotoğraf Filmleri

Difraksiyon sonrasında x-ışınlarını tespit etmede en çok kullanılan yöntemdir. Film üzerinde gerçekleşen emülsiyon gelen x-ışınlarını soğurarak üzerinde siyahlık oluşturarak ışınları algılamamızı sağlar. Bu nedenle absorpsiyonu artırmak için filmin her iki yüzeyine kalın soğurma tabakaları koyulur. Ancak bu olay sırasında oluşan siyahlanma noktaları büyüktür. Bunun neticesinde film üzerinde tanecikli yapı ince detayları algılamamıza engel olur ve fazla büyütülemez.

Herhangi bir cismin kütle absorpsiyon katsayısı dalgaboyu ile değişebileceğinden, film duyarlılığı, yani x-ışınlarının film üzerindeki siyahlandırma miktarı demetin dalgaboyuna bağlıdır. Beyaz radyasyon fotografik yöntemle algılanırken bu ifade unutulmamalıdır.

1.3.3 Geiger Sayacı

Geiger sayacı, radyasyon yayan iyonize nesnelere olup olmadığını tespit etmek için kullanılan önemli bir parçacık dedektörüdür. Geiger sayacı, yaklaşık 2 cm çapında bir cam tüpten oluşur. Tüpün içinde, 10 cm boyunda bir metal silindir bulunur. Metal silindirin eksenine boyunca da, çoğunlukla tungstenden yapılmış ince bir tel geçirilmiştir. Silindir ve metal tel, cam tüpün uçlarında bir elektrik gerilimine bağlanır. Cam tüp, düşük basınçta (birkaç cm cıva sütunu) gazla (genellikle helyum, neon veya argon gibi halojenler) doldurulur. Eksi elektrot işlevi gören metal silindir ile anot işlevi gören metal tel arasına, ark oluşturacak gerilime yakın, ama ark yapmayan bir gerilim uygulanır. Bu gerilim 1000 volt kadar olabilir.

Yüksek enerjili ışınım ya da yüklü tanecikler, cam tüpten geçerken, gaz atomlarının elektronlarına çarparak, onları atomlardan ayırırlar. Böylece, eksi yüklü elektronlar anoda yönelirlerken, artı yüklü atomlar (artı yüklü argon iyonları) da katotta toplanır. Tel ile metal silindir arasında 1000 voltluk bir gerilim farkı bulunduğundan, elektronlar,

bu gerilim farkından oluşan elektrik alan etkisinde hızlanırlar. Böylece kazandıkları enerji ile ardışık çarpışmalar yaparak diğer atomların da elektronlarından ayrılmasına neden olurlar. Bu olaya, elektron artımı denir. Geiger sayacı, deşarj olmadan önce, tıpkı bir kondansatör gibi yüklenir. Deşarjdan sonraysa, hem depolanan yükte, hem de silindir ile tel arasındaki potansiyel farkında, bir düşme görülür. Bu durum, bir süre sonra deşarj işleminin durmasına yol açar. Böyle olmasaydı, deşarj, sonsuza kadar sürebilirdi. Deşarjın kesilmesi açısından önemli olan nokta, boşalma sırasında aygıtın, gelen yüklü taneciklere duyarlı olmamasıdır. Çığı durdurma yöntemlerinden biri de, argonun içine % 10 etil alkol karıştırmaktır. Çünkü atom yollarının birbirini kesmesi sonucu, argon iyonlarından çok, alkol iyonları metal silindire ulaşacak ve silindire çarptıklarında, daha çok elektron salınmasına neden olmayacaklardır. Alkol buharı, aynı zamanda gaz karışımı içinde yeni elektronların üretimini de engelleyici bir rol oynayacaktır. Elektron çığının sona erdirilmesi, yaklaşık saniyenin on binde biri kadar bir sürede tamamlanır ve yeniden gerilim birikimi başlar. Artık sayaç, başka bir yüklü taneciği kaydetmeye hazırdır[5].

Bir elektronik yükseltici kullanılarak, elektrik sinyalleri, küçük bir hoparlörden işitilecek biçime dönüştürülür. Bu biçimiyle aygıt, radyasyonu dedekte eder.

1.3.4 Floresan Levha

Bir karton üzerine sürülmüş az miktarda nikel içeren ince çinko tabakadan yapılmıştır. Bu yapıya x-ışınlarını tesiri ile görünür bölgede floresan yayımlanır, yani görünür ışık elde edilir. Ayrıca burada yayımlanan görünür renkteki ışık sarıdır.

Kırınımına uğrayan demetin büyük bir kısmı bu yöntemle keşfedilemeyecek kadar zayıftır. Ancak bu levhalar difraksiyon çalışmalarında aleti ayarlarken primer demetin yerini ayarlama da kullanılır.

Floresan yayımlayan bir kristal bir foto tüple birlikte kullanılabilir. Bu kombinezona *sintilasyon sayacı* denir.

1.3.5 Yarıiletken Dedektörler

1970 li yıllardan itibaren yarıiletken dedektörler (Lityum katkılı silikon ya da germanyum dedektörler Si(Li) Ge(Li)) geliştirilmiştir. X-ışını fotonları yarıiletkende elektron-hol çiftine dönüştürülür ve x-ışınlarını algılamak için toplanır. Eğer sıcaklık

uygun deęerlerde (Dedektör soęutucu tarafından sıvı azot ile soęutulur) ise x-ışını enerji spektrumu belirlenebilir. Bu yöntemle enerji daęılımlı X-ışını spektroskopisi (EDX ya da EDS) denir. Bu yöntemde genellikle küçük X-ışını floresans spektrometreler kullanılır. Bu dedektörlere bazen " katı hal dedektörleri " de denir. Bu dedektörlerde kadmiyum tellür ya da düşük dozda çinko alaşımlı kadmiyum çinko tellür kullanılarak x-ışını algılama duyarlılığı arttırılır.

Silikon kayması dedektörleri (SDDS), konvansiyonel yarı iletken üretim tarafından üretilen, düşük maliyetli ve yüksek çözme gücü ile radyasyon ölçümü sağlar. Ayrıca bu dedektörler Si(Li) dedektörleri gibi sıvı azot ile soęutma gerektirmez [5,6].

1.3.6 Sintilatör İle Kullanılan Yarıiletken Dedektörler

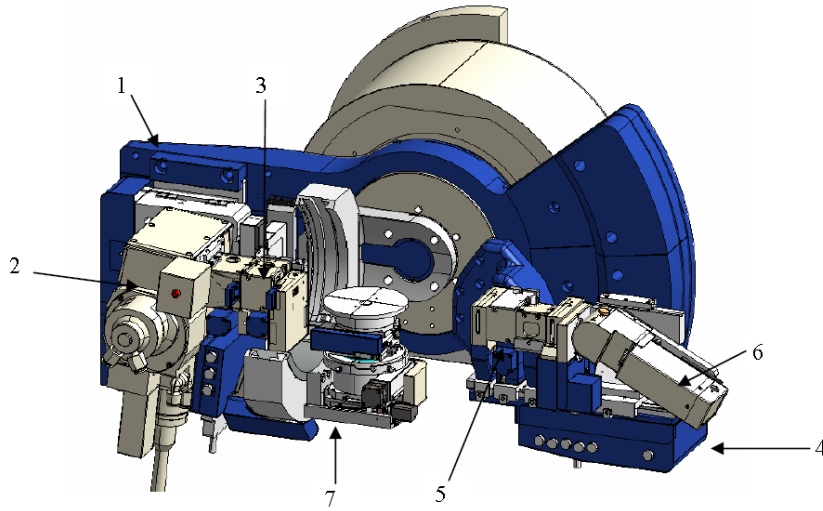
Büyük yarıiletken dizi dedektörleri bir sintilatör ekranı kullanarak x-ışınlarının belirlenmesine olanak sağlar. Tasarlanan bu dizi dedektör sistemi x-ışınlarını görünür ışık haline dönüştürmek için elektrik sinyallerini kullanır. Dizi teknolojisi farklı bir türü dizüstü bilgisayar gibi çok düz panel ekranlarda amorf silikon dizileri kullanılır. Bu diziler cam ile kaplanmış amorf ince tabakalı silikondan oluşur. Diziler mikroskobik ölçüde sanki grafik kâğıdının üzerine basılmış gibi çok düzenli milyonlarca silikon transistörlerden oluşur. Bu ince film transistörlerin (TFT) her biri bireysel olarak bir ışık emici fotodiyot gibi davranır. Fotonlar fotodiyot içindeki elektron-hol çifti denilen iki yüke çarparak onları taşıyıcı elektriksel yüke dönüştürür. Böylece gelen fotonların sayısına baęlı olarak başlangıçtaki taşıyıcı sayıları deęişir ve hızla bir gerilim oluşur. Oluşturulan gerilim bilgisayar tarafından dijital bir sinyal elde etmek için yorumlanır. Silikon çok yüksek elektronik özelliklere sahip olsa da özellikle x-ışını fotonları için iyi bir soęurucu deęildir. Bu nedenle gadolinium oxysulfide (Gd_2O_2S) ya da Caesium iodide (CsI) ile yapılmış sintilatör kullanılır. Günümüzde ise en yaygın dedektörlerde kullanılan sintilatör materyalleri titanyum ile aktive edilmiş sodyum iyodür (NaI(Ti)), sodyum ile aktive edilmiş sezyum iyodür (CsI(Ti)) veya tek kristal bizmut germanat (BGO) gibi maddelerdir. Sintilatör x-ışınlarını önce emerek ışık fotonlarına dönüştürür ve sonra fotodiyot dizisi üzerine gönderir [5-7].

1.4 Rigaku Smartlab Çok Yüksek Çözünürlüklü XRD Sistemi

Bu kısımda Cumhuriyet Üniversitesi Nanoteknoloji laboratuvarında kurulu olan ve bu çalışmada kullanılan SMARTLAB XRD sisteminin detaylı incelenmesi yapılmıştır. Verilen resimler ve bilgiler ise Rigaku SmartLab Manualden alınmıştır [4].

1.4.1 Rigaku X-Işını Ganiometresi

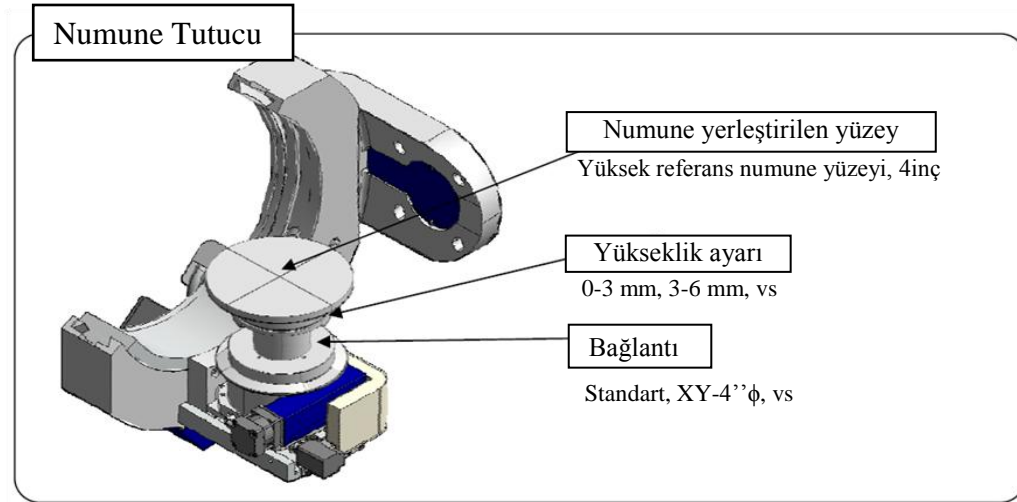
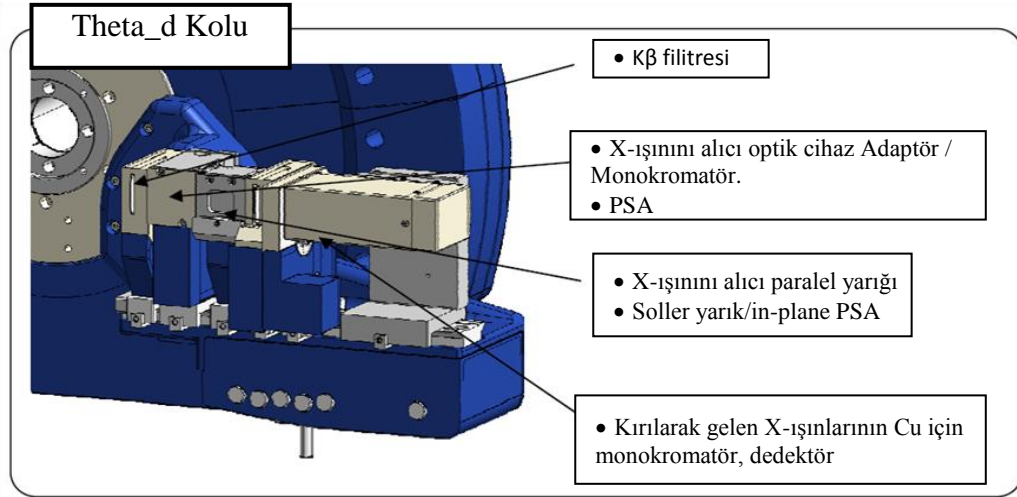
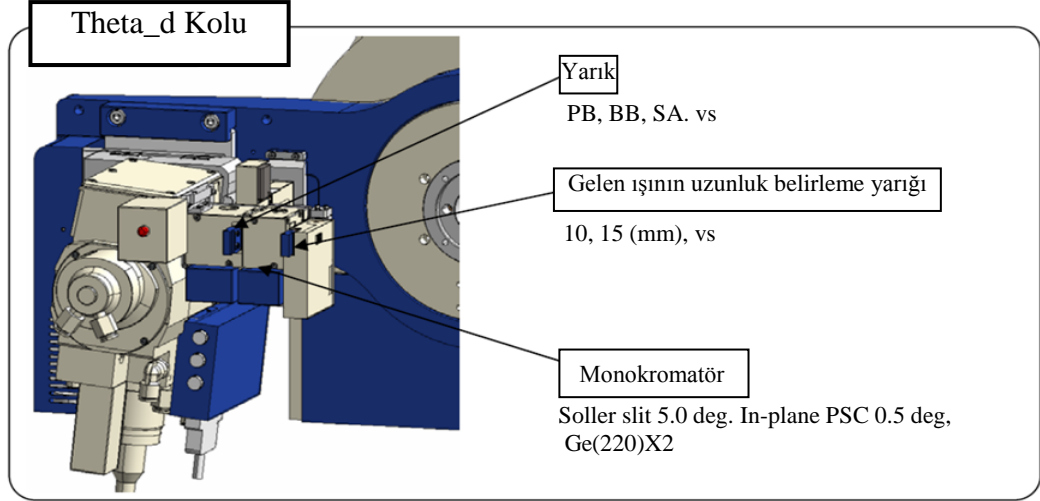
Rigaku x-ışını sisteminin ganiometresi Şekil 1.10 da gösterilmiştir. Aşağıda ganyometrenin temel kısımları numaralandırılarak açıklanmıştır.



Şekil 1.8 Rigaku SMARTLAB sistemi ganiyometresi

- | | |
|-------------------|--|
| 1. Theta_s kolu | Gelen x-ışını demetinin geliş açısının kontrolünü sağlar (Bir çok sistemde bu kol sabittir oysaki bu sistemde bu kol düşey ekseninde hareket edebilmektedir). |
| 2. X-ışını tüpü | X-ışınlarının üretim cihazı (Döner anod ve filamanın bulunduğu kısım) |
| 3. Optik kutuları | Yapılacak olan deneyde üretilen x-ışınlarını istenilen biçime (paralel ışın, tek dalgaboylu ışın gibi) getirmek için kullanılan ve çeşitli optik araçların monte edildiği sistem |

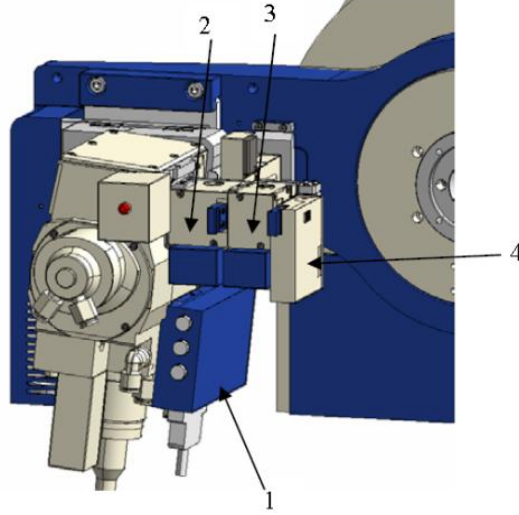
4. Theta_d kolu X-ışını dedektörünün açI kontrolünü sağlar (Birçok sistemde bu kol sadece düşeyde hareket ederken sistemimizde bu kol hem düşeyde hem de yatayda hareket edebilmektedir.)
5. Alıcı optikler Yapılacak olan deneyde dedektöre gelen x-ışınlarını istenilen biçime getirmek için kullanılan sistem
6. Dedektör X-ışını dedektörü
7. Numune Sistemi Numune analizi yapılır iken numune pozisyonu ölçüme uygun hale getirmemizi sağlayan sistem



Şekil 1.9 Ganiometrenin temel kısımları ve bu kısımların ana parçaları

1.4.1.1 Theta_s Kolu

Bu kol x-ışınlarını üretimin gerçekleştiği ve üretilen ışınları yapılacak olan tarama biçimine uygun hale getirildiği koldur.



Şekil 1.10 Theta_s kolu

- | | |
|--------------------------------------|--|
| 1. Üretilen ışın kontrol kutusu | Burada kontrol kabloları ile optik aletlerin bağlantısı yapılır. |
| 2. Cross Işın optiği (CBO) ünitesi | Optikleri açıp kapamak için kullanılan ünite |
| 3. Üretilen ışın optik ünitesi | Bu bölgeye soller ünitesi, tek dalgaboyu, vs. kurulur |
| 4. Üretilen ışın için yarıklı kutusu | Buradaki yarıklar yapılan taramaya uygun biçimde değiştirilebilir. |

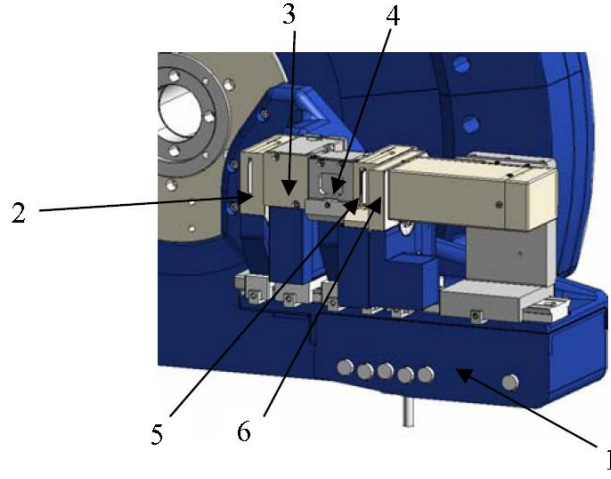
1.4.1.1.1 Üretilen Işın Optik Sistemi

Üretilen x-ışınları için teta_d kolu üzerine kurulan optik sistem aşağıda verilen ünitelerin teta_d kolu üzerine bağlanmasına olanak sağlar. Ayrıca çeşitli paralel (in-plane) ölçümlerinde bir paralel yarıklı kolimatörü (PSC) paralel (in-plane) tarama yönündeki çözünürlüğü kontrol edilir. Üretilen ışın optik sistemi üzerinde iki temel işlem yapılır. Bunlar

1. Üretilen ışının paralel ya da Göbel aynasından yansıtılarak isteğe uygun hale getirildiği CBO seçimi,
2. Gelen ışınların çeşitli yarık ya da monokromatörler vasıtası ile istenilen x-ışını kırınımına uygun hale getirilmesi.

1.4.1.2 Theta_d Kolu

Analizi yapılan numuneden kırılan ya da saçılan ışınların analiz edilmek üzere dedektöre gelmeden önce istenilen ayarlanmaların (ışın demetinin genişliği vs) yapılması için kullanılan koldur.



Şekil 1.11 Theta_d kolu

- | | |
|--------------------------------------|---|
| 1. Kırılan ışın kontrol kutusu | Burada kontrol kabloları ile optik aletlerin bağlantısı yapılır. |
| 2. Kırılan Işınların yarık kutusu 1 | Bu yarık kutusu ile dedektöre gelen x-ışını miktarı ayarlanır. |
| 3. Kırılan ışınların optik ünitesi 1 | Bu bölgeye numune üzerinden kırılarak gelen x-ışınlarının optik aletleri (analizör) kurulur |
| 4. Kırılan Işınların optik ünitesi 2 | Bu yarık kutusu ile dedektöre gelen x-ışını miktarı ayarlanır |
| 5. Zayıflatıcı | X-ışını şiddetinin azaltılarak dedektöre gelen miktarın ayarlanmasını sağlar |

1.4.1.2.1 Gelen Işın Analizör Sistemi

Numune atomlarından saçılarak dedektöre gelen x-ışınları alıcı yarık kutusu 2 den geçer. Alıcı yarık kutusuna takılabilen üç ayrı türde yarık, numuneden alınan x-ışınlarının analizi için farklı uygulamalarda kontrol programının otomatik kontrol fonksiyonu ile basit bir biçimde kullanılabilir.

1. Çift yarık iki değişken yarık ile gelen ışın tarafındadır.
Para-focusing, düşük açı saçılmalarında ve yansıma ölçüm geometrilerinde kullanılır.
2. Paralel-yarık analizörü (PSA)
Toz numunelerin profil analizlerinde paralel demet optiği kullanılır. Ayrıca yüksek yoğunluk ve yüksek hassasiyet gerektiren ince film ölçümlerinde, oryantasyon belirlemede kullanılır.
3. 2-yansımali analizör
Yüksek çözünürlük gerektiren yansıma ölçümlerinde, Ters uzay haritalama (RSM) ölçümlerinde ve sallantı eğrileri (rocking curve) ölçümlerinde kullanılır.

1.4.1.2.2 Alıcı Optik Sistem

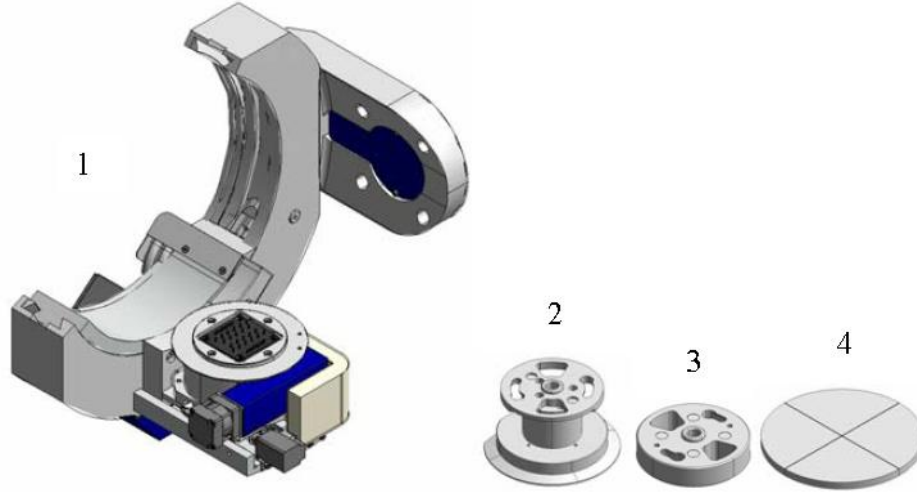
Aşağıdaki mekanizmalar yapılan x-ışını kırınımına uygun olarak sistem tarafından otomatik olarak seçilir.

Bir paralel yarık analizörü (in-plane PSA) çeşitli paralel (in-plane) tarama ölçümlerinde paralel (in-plane) tarama yönünde çözünürlüğü artırmak için kullanılabilir.

1. Standart alıcı yarık kutusu #1, para-fokus optik kullanılarak yapılan ölçümlerde x-ışını K_{β} filtresinin takıldığı kutudur.
2. Standart alıcı optik ünitesi #1 farklı analizörlerin takıldığı ünitedir
3. Standart alıcı optik ünitesi #2 soller yarık gibi yarıkların takıldığı optik ünitedir.
4. Standart alıcı yarık kutusu #2 yarık pozisyonu uyum mekanizması için kullanılır.
5. Standart zayıflatıcı x-ışını şiddetini ayarlamak için kullanılır.

1.4.1.3 Numune Ana Bağlantı ve Diğer Bağlantılar

Burada bahsedilecek olan parçalar sistemin x-ışını taraması sırasında üzerine taranacak olan numuneyi yerleştirdiğimiz ana bağlantı ve diğer bağlantılardır



Şekil 1.12 Ana bağlantı ve ana bağlantıya monte edilebilen örnek bağlantılar

- | | |
|---------------------|---|
| 1. Ana bağlantı | Numune bağlantı ünitesi |
| 2. İkincil bağlantı | Bu bağlantı ana bağlantı üzerine monte edilen ve numune tutucusunun yerleştirilmesi için gerekli bağlantıdır. |
| 3. Ara tutucu | Numune kalınlıklarının ayarlanmasında kullanılır. |
| 4. Numune tablası | Numunenin yerleştirildiği tabladır. |

1.4.1.4 Ganyometre Özellikleri

1.4.1.4.1 Yüksek Hassasiyetli Theta Kolları

Rigaku ganiometresi theta_d kolu ve theta_s kolu yüksek hassasiyetli adım motorları ile 10^{-5} derece hassasiyetli tarama gerçekleştirebilir. Ayrıca Şekil 1.10 ve 1.11 de gösterilen, kollar üzerine monte edilebilen sistem parçaları sayesinde theta _d kolunda üretilen ışınlarla ya da theta_s kolunda dedektöre gelen ışınlarla gereken odaklama, ve zayıflatma işlemleri yapılabilir.

1.4.1.4.2 Numune Tutucu Özellikleri

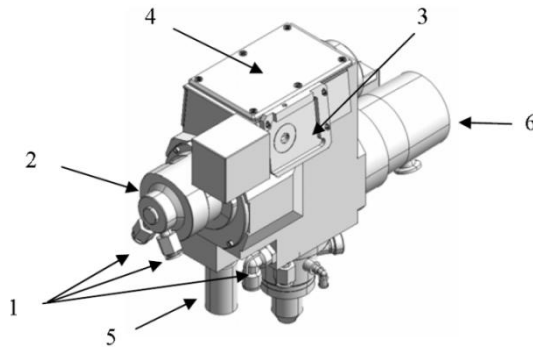
Theta eksenini üzerine yatay olarak yönlendirilmiş numune tutucu düzlem ile omega taramaları, θ $2\theta - \omega$ taramaları ve 2θ taramalarına olanak sağlar. Düşey ganiyometre geometrisine göre numune tutucu üzerine numunenin yerleştirilmesi çok kolaydır ve taramalar sırasında numunenin hareket etmesi ya da numune ayarlarının bozulması gibi bir sorun olmadığından büyük kolaylık sağlar.

Tutucu tablası eğiklik ayarları için χ (chi) eksenini, numune kalınlığının ayarı için z eksenini ve paralel (in-plane) yöneliminin ayarı için ϕ (phi) ekseninde hareket edebilmektedir. Ek olarak tutucu herhangi bir tarama sırasında x ve y eksenlerinde hareket edebilme özelliğine sahiptir.

1.4.1.4.3 X-Işını Üretici

Rikagu Smarlab. x-ışını sistemi 9 kW gücündeki döner anodu ile benzeri sistemlere kıyasla çok daha yüksek şiddette x-ışını üretebilmektedir. Giriş optiğinde bu yüksek şiddetli ışınları çok tabakalı ince film ayna ile odaklayarak parlaklığı 18 kW ile dönebilen anotlu x-ışını üreticisine denk ve %50 oranında daha az güç tüketimi ile yüksek yoğunluklu x-ışını üretir. Bu sistemi ayrıca 3 kW sızdırmaz x-ışını tüpü ile kullanmakta mümkündür. Çizelge 1.2 de Cu hedef için x-ışını üretici özellikleri verilmiştir.

Bahsedilen bu özellikleri ile Rigaku x-ışını sisteminin en önemli parçalarından bir tanesi de x-ışını tüpüdür. X-ışını tüpünün temel kısımları Şekil 1.12 de gösterilmektedir.



Şekil 1.13 Rigaku x-ray sistemine ait x-ışını üretici

Şekil 1.13 de verilen x-ışını üreticinin rakamlarla gösterilen parçaları ve açıklamaları

- | | |
|--------------------------------|--|
| 1. Soğutucu su kanal | X-ışını jeneratörünün su ile soğutma bağlantı uçları |
| 2. Dönebilen hedef | X-ışını üretim kaynağı |
| 3. Açılabilir kapak | X-ışınlarının dışarı verilmesinin kontrolü |
| 4. Flaman değiştirme penceresi | Flamanın değiştirilmesi için kullanılan pencere |
| 5. Yük ölçeği | X-ışını jeneratörünün vakum ölçeği |
| 6. Turbo moleküler pompa | Filaman ve döner anot sisteminin vakum altında çalışmasını sağlar. |

Çizelge 1,2 Üreteçlerin teknik özellikleri

	Max. Güç	Max. Voltaj	Max. Akım	Metal Hedef
9kW Döner anot	9kW	45kV	200mA	Cu
3kW Sızdırmaz tüp	3kW	60kV	50mA	Cu

1.4.1.5 SmarLab. Sistemi X-ışını Üretici Voltajı ve Tüp Akımı

Üretilen karakteristik x-ışınlarının şiddeti güç ile orantılıdır bu ise daha önce bahsedildiği gibi minimum uyarım voltajı (minimum voltaj karakteristik x-ışınının elde edilmesi için gerekli olan en düşük voltajdır) ve tüp voltajı arasındaki fark ile orantılıdır. Aynı zamanda şiddet akım ile orantılıdır. Farklı hedefler için uygun voltaj değerleri aşağıdaki tabloda verilmiştir. Ölçümler için K_{β} filtresi kullanılmıştır. Çizelgede P/B oranı ile pik/arka plan (beyaz x-ışını) oranı kastedilmiştir.

Çizelge 1.3 Bazı anot hedefler için minimum voltaj ve en uygun voltaj aralığı

Hedef	Minimum uyarım voltajı (kV)	En uygun voltaj (eşdeğer yük) (kV)	
		Maksimum Şiddet aralığı	Maksimum P/B oranı
Cu	8.86	40-55	25-35
Co	7.71	35-50	25-35
Fe	7.10	35-45	25-35
Cr	5.98	30-40	20-30

1.4.2 Optikler

Bu bölümde bazı optik parçaların isimlerinin neler olduğunu ve bunların cihaza nasıl kurulduğu anlatılacaktır

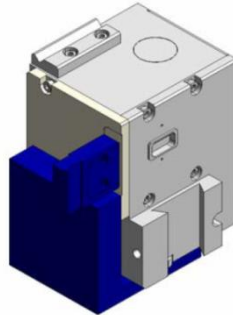
1.4.2.1 Çapraz Işın Optiği (CBO)

Rigaku x-ışını sistemini benzeri x-ışını sistemlerinden ayıran önemli özelliklerden biri de CBO (çapraz ışın optiği) ünitesidir. Bu ünite sayesinde üretilen ışınlar yapılacak olan tarama türüne uygun olacak biçimde dağınık ya da tam paralel hale çok kısa bir sürede getirilebilir. Bu işlem CBO ünitesine sadece bir yarık (BB (Bragg-Brentano) veya PB (Paralel Beam)) takılarak kolayca yapılabilir. Sistem takılı olan yarık çeşidine göre ışınları (göbel aynası) ile paralel hale getirir ya da aynayı kullanmayarak ışınları direkt kullanır. Bu durum Şekil 1.16 da şematik olarak çizilmiştir

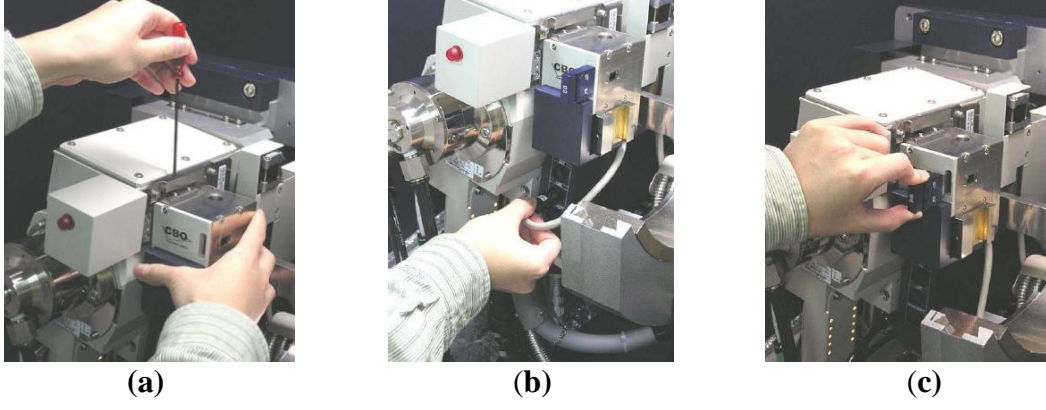
CBO ünitesinde faz (ID) analizi ve toz numunelerin nicel analizleri için Bragg-Brentano (BB), ince film numunelerin ölçümü, RSM ölçümleri ve sallantı eğrileri (rocking curve) ölçümleri için Paralel Beam (PB) kullanılır.

Sistemimizin CBO ünitesi standart Cu hedef ile elde edilen karakteristik x-ışınları jeneratörü için tasarlanmıştır.

PC yardımı ile çok tabakalı bir ayna simetrisi ile oldukça iyi ayarlama yapılabilir.



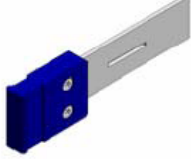
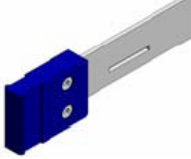
Şekil 1.14 CBO ünitesi



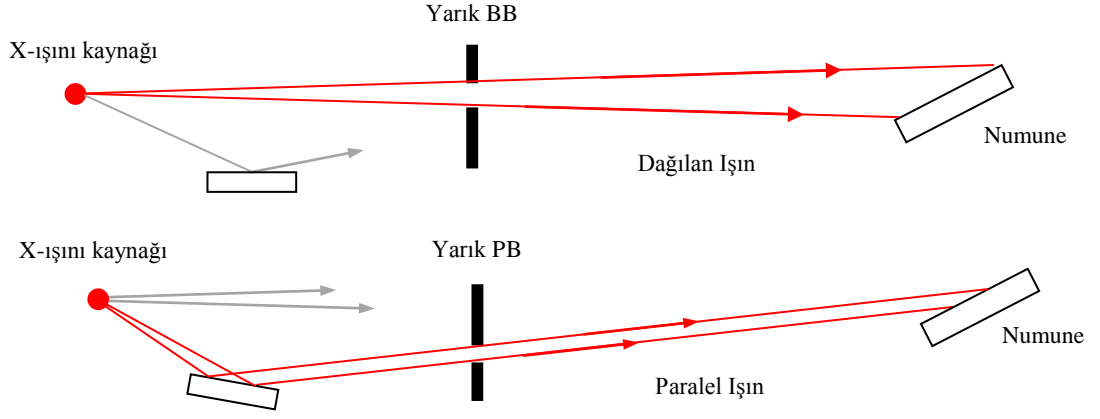
Şekil 1.15 a’da bir CBO ünitesinin sisteme nasıl bağlandığı, b’de kablo bağlantısının nasıl yapıldığı c’de ise üniteye bir yarığın nasıl takıldığı gösterilmektedir.

CBO ünitesine takılabilen yarıklar bir tablo halinde Çizelge 1.4 de verilmektedir.

Çizelge 1.4 CBO ünitesine takılabilen yarıklar ve fonksiyonları

Optik ismi	Kısaltması	Resmi
Bragg-Brentano	BB	
Paralel ışın elde etmek için kullanılır	PB	

NOT: Yukarıdaki tabloda bahsettiğimiz yarıklardan hangisinin kullanılacağı yapılacak taramanın özelliğine uygun bir biçimde bilgisayar tarafından otomatik olarak belirlenir ve daha önce bahsettiğimiz gibi CBO ünitesine takılan yarığın x-ışın biçimi (paralel ya da dağınık) için çok önemlidir Şekil 1.17



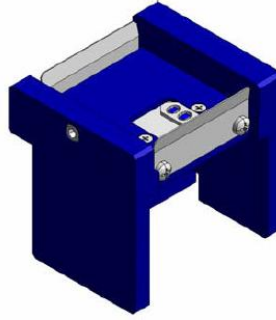
Şekil 1.16 Parafokus-yarık (BB) ya da paralel ışın (PB) yarık seçilmesi arasındaki fark

1.4.2.2 Üretilen Işınlardan Optik Ünitesi (Standart Optik Ünite)

Burada üretilen x-ışınlarının istenilen özelliklerde (genişlik, yükseklik, tek dalgaboyu) olabilmesi için optik üniteler kullanılır. Kullanılan optik ünite çeşitleri; paralel yarık, 2-yansımali monokromatör veya dört-yansımali monokromatördür. Kullanılacak olan optik ünite SmartLab Guidance programı tarafından belirlenir ve takılması istenir.

1.4.2.2.1 Üretilen Işınlardan İçin Paralel Yarık Adaptör (IPS Adaptör)

Bu adaptör bir paralel yarık ile kullanılır.



Şekil 1.17 Üretilen ışın kolu için paralel yarık adaptör

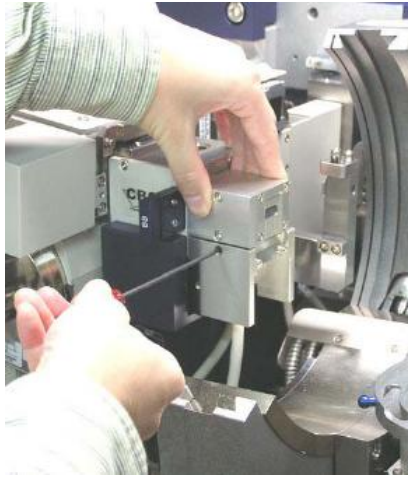
Şekil 1.17 de resmini gördüğümüz paralel yarık adaptörünün sisteme nasıl takıldığını Şekil 1.18 de görüyoruz, bu adaptör CBO ünitesinin hemen yanını takılır.



a



b

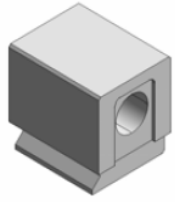







c

Şekil 1.18 a adaptörün sisteme bağlanması, b adaptörün kablo bağlantısının nasıl yapıldığı, c üniteye bir yarığın nasıl takıldığı gösterilmektedir.

Şekil 1.18 ile verilen resimli anlatım bu kısım sonrasında bahsedilecek olan tüm parçalar için benzer biçimde olacağından diğer parçalar için sisteme bağlanma şekli resimle gösterilmemiştir.

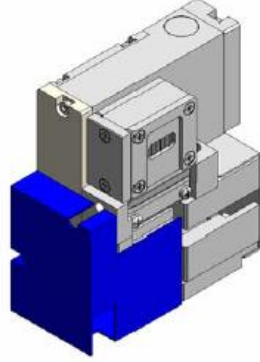
Çizelge 1.5 IPS adaptörüne takılabilecek yarık isimleri, yarıkların limit açıları ve resimleri.

Yarık Tipi	Diverjans Limit açısı	Kısaltma	Yarık Resimleri
Açık	YOK	Açık sollar yarık	
Soller yarık	5	In-plane PSC 5.0 der.	
Soller yarık	2.5	In-plane PSC 2.5 der.	
In-plane PSC (Paralel yarık kolimatörü)	1	In-plane PSC 1.0 der.	
In-plane PSC	0.5	In-plane PSC 0.5 der.	
In-plane PSC	0.15	In-plane PSC 0.15 der.	

1.4.2.2.2 2-Yansımali Monokromatör

Kaynaktan üretilen x-ışınları bu üniteden geçirilirken özel açılarla yerleştirilmiş bir kristal yardımıyla, kristalden iki defa yansıtılarak tek dalga boylu hale getirilir.

Burada işlem gerçekleşirken son ayarlama yine bilgisayar ile yapılır.

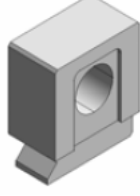





Şekil 1.19 2-yansımali monokromatör

Çizelge 1.6 Tabloda 2-yansımali monokromatör çeşitleri verilmektedir.

Kristal	Kırınım düzlemi	Kısaltma	Resim
Ge	220	$Ge (220) \times 2$	
Ge	400	$Ge (400) \times 2$	

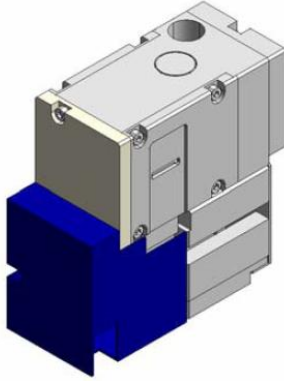
Çizelge 1.7 2 yansımali monokromatör için yarıklar

Yarık Tipi	Diverjans Limit açısı	Kısaltma	Yarık Resimleri
Açık	YOK	Açık soller yarık	
Soller yarık	5	In-plane PSC 5.0 der.	
Soller yarık	2.5	In-plane PSC 2.5 der.	
In-plane PSC (Paralel yarık kolimatörü)	0.5	In-plane PSC 0.5 der.	

1.4.2.2.3 4 -Yansımali Monokromatör

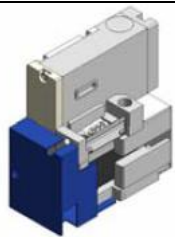
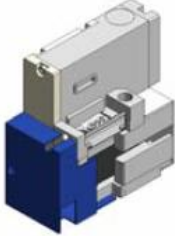
Kaynaktan üretilen x-ışınları bu üniteden geçirilirken özel açılarla yerleştirilmiş bir kristal yardımıyla, kristalden dört defa yansıtılarak tek dalga boylu hale getirilir. Bu ünite 2 yansımali olana göre daha hassas işlem yapar.

Burada işlem gerçekleşirken son ayarlama yine bilgisayar ile yapılır.



Şekil 1.20 4-yansımali monokromatör

Çizelge 1.8 4 yansımali monokromatör çeşitleri

Kristal	Kırınım düzlemi	Kısaltma	Resim
Ge	220	$Ge (220) \times 2$	
Ge	400	$Ge (400) \times 2$	

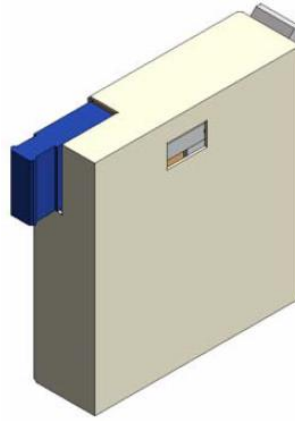
1.4.2.3 Üretilen Işınlardan Yarık Kutusu

Üretilen x-ışınları için kullanılan değiştirilebilir yarık kutusu theta_s kolu üzerine Z eksenine kurulmaktadır.

1.4.2.3.1 Üretilen Işınlardan Standart Yarık Kutusu

Kaynaktan üretilerek CBO ve optik üniteyi geçen ışınlar numuneye ulaşmadan önce son olarak ışın genişliği ve yayılma açısı ayarı yapılmak üzere bu kutuya gelir. Ayrıca küçük açı saçılma ölçümlerinde parazitlere karşı sistemin korunmasını sağlar.

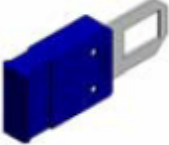




Yarık genişliği bilgisayar ile kontrol edilebilir. Aynı zamanda yarığın uzunluk ekseninde boyunca bir uzunluk limiti belirlenebilir.



Şekil 1.21 Üretilen ışınlar için standart yarık kutusu

Şekil 1.21 de gösterilen yarık kutusuna istediğimiz x-ışını genişliği için farklı yarık genişlikleri olan yarıkları takabiliyoruz. Burada bahsettiğimiz yarık kutusuna takabildiğimiz yarıklar ve bu yarıkların yarık genişlik boyutları Çizelge 1.9 da gösterilmektedir.

Çizelge 1.9 Uzunluk belirleme yarıkları

Yarık Uzunluk Limiti	Kısaltma	Yarık Resimleri
15 mm	15	
10 mm	10	
5 mm	5	
2 mm	2	
0.5 mm	0.5	

1.4.2.4 Dedektöre Gelen Işınlarmın Yarık Kutusu # 1

Şimdiye kadarki kısımda kaynaktan üretilen x-ışınları için kullanılan ve theta _s kolu üzerine takılabilen sistem parçalarını inceledik. Bundan sonra ise numuneden gelen ışınların dedektöre ulaşmadan önce geçtiği aşamaları ve bu aşamalarda kullanılan sistem parçalarını inceleyeceğiz.

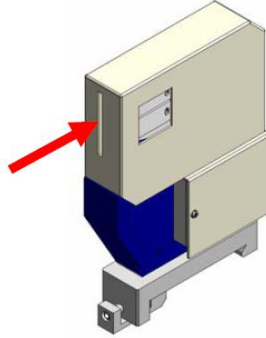
Burada bahsedilecek olan optik ünitelerin tümü theta_d kolu üzerine kurulan optik ünitelerdir.

1.4.2.4.1 Dedektöre Gelen Işınlarmın Standart Yarık Kutusu # 1

Bu yarık kutusu ile ters yansıma genişliği kontrol edilerek numune üzerinden arka plan saçılma düzeyi azaltılabilir.

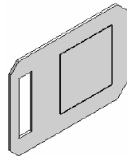
Yarık genişliği bilgisayar tarafından kontrol edilebilir ve ayrıca yarık kutusuna sabit olarak farklı yarık genişlikleri olan optikler takılabilir. Ayrıca bu kutuya ekstra olarak bir K_{β} filtresi takılarak K_{β} x-ışınları elimine edilebilir.

Burada bahsettiğimiz yarık kutusu ve K_{β} filtresini Şekil 1.22 ve 1.23 de gösterilmiştir.



Şekil 1.22 Gelen x-ışını için standart yarık kutusu

Şekilde ok ile gösterilen aralık, K_{β} filtresinin yarık kutusuna takılacağı yerdir.



Şekil 1.23 K_{β} Filtresi

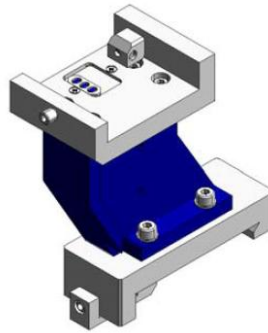
K_{β} filtresinin kullanılma sebebi x-ışını taramaları sırasında istenmeyen piklerin yok edilmesidir. Aslında burada istenmeyen pik olarak bahsedilen pikler zaten dalgaboyu farkı nedeniyle K_{α} ışınları tarafından farklı açılarda oluşturulur. Aynı piklerin birde K_{β} ışınları tarafından oluşturulması kafa karıştırıcı olacaktır ve bu nedenle bu ışınlar elimine edilerek bu pikler yok edilir. Fakat K_{β} filtresi karakteristik x-ışınlarından K_{β} ışınlarını yaklaşık olarak %99 oranında azaltırken K_{α} ışınlarının da %50 kadarının azalmasına neden olur.

1.4.2.5 Dedektöre Gelen Işınlarmın Optik Ünitesi # 1

Bu ünite yarık kutusundan hemen sonra sisteme bağlanır bu optik üniteye bir paralel yarık analizörü (PSA) ya da 2-yansımali kristal analizörü takılabilir. Optik üniteye kurulacak olan analizör tarama programı tarafından belirlenir.

1.4.2.4.1 Dedektöre Gelen Işınlarmın Optik Adaptörü (ROD Adaptörü)

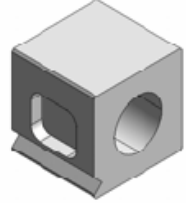



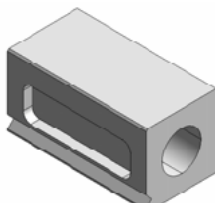
Bu adaptör üzerine paralel yarık analizörü (PSA) kurmak için kullanılır. Açısal çözünürlüğü sağlamak amacıyla bir paralel yarık analizörü theta_d koluna yatay eksen boyunca monte edilmelidir. Şekil 1.25 de üzerine PSA kurulabilen ROD adaptörü gösterilmiştir.



Şekil 1.24 ROD Adaptör

ROD adaptör üzerine monte edilebilen optik yarık resimleri, yarık boyları ve isimleri Çizelge 1.10 da verilmektedir.

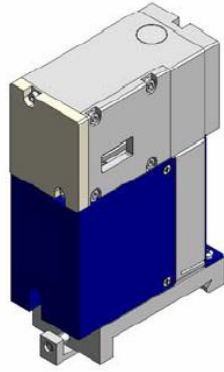
Çizelge 1.10 ROD adaptör üzerine kurulabilen paralel yarı analizörleri

Yarı Uzunluk Limiti	Uzunluk	Kısaltma	Yarı Resimleri
Açık	45 mm	Açık PSA	
1.0°	45 mm	PSA 1.0° der	
0.5°	45 mm	PSA 0.5° der	
0.114°	90	2 PSA 0.114° der	
Açık	90 mm	Açık PSA	

1.4.2.4.2 2-Yansımali Analizör

İki yansımali kanal kesme analizörü iki theta ekseni üzerinde sadece izin verilen x-ışını kırılmalarının analizi için çözünürlüğü artırıcı bir etki oluşturur.

Yansımali analizörün kontrolü bilgisayar tarafından yapılır ve tıpkı monokromatörlerde olduğu gibi kullanılan kristalin büyütülme düzlemine göre iki çeşidi vardır. SmartLab tarafından kullanılan 2 yansımali analizör çeşitleri, kullanılan kristal ve kristalin büyütülme düzlemi Çizelge 1.11 de verilmiştir.



Şekil 1.25 2 yansımali analizör

Çizelge 1.11 2 yansımali analizörler

Kristal	Kırınım düzlemi	Kısaltma	Yarık Resimleri
Ge	220	$Ge (220) \times 2$	
Ge	400	$Ge (400) \times 2$	

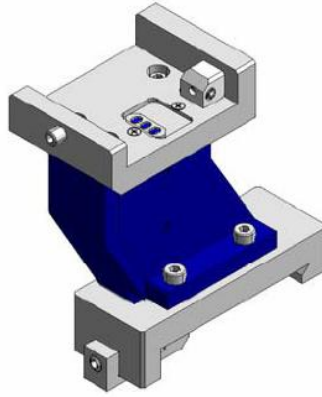
1.4.2.6 Dedektöre Gelen Işımların Optik Ünitesi # 2

Bu üniteye, önce gelen ışın için yarık kutusu monte edilir. Böylece yarık kutusuna bir paralel yarık optiği takılabilir.

1.4.2.6.1 Dedektöre Gelen Işımların Optik Adaptörü (RPS Adaptör)

Bu adaptör, üzerine paralel yarık optiği takmak için kullanılır.

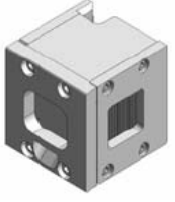
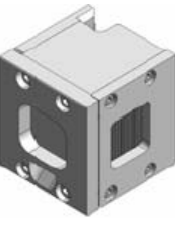
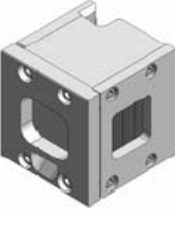
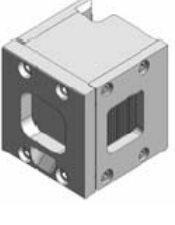

Bir paralel yarık optiği takılır ve böylece düşey eksen boyunca θ_d kolundaki ışınların iraksaması kontrol edilir.



Şekil 1.26 Gelen ışın paralel yarık adaptörü

RPS adaptör üzerine monte edilebilen optik yarık optiklerinin resimleri, yarık boyları ve isimleri Çizelge 1.12 de verilmektedir. Çizelgede verilen yarık optiklerinin her biri yapılacak olan ölçüm türü ve taranacak olan numune için seçilen tarama paket türüne göre farklı özelliklere sahiptir. Böylece tarama sırasında ışınlar istenilen tarama türü için gerekli özelliklere sahip hale getirilebilir. Ayrıca yapılan ölçüm için hangi yarık optiğinin sisteme takılması gerektiği SmarLab. rehberliği ile otomatik olarak belirlenir ve kullanıcı tarafından sisteme takılması bir mesaj ile istenir.

Çizelge 1.12 RPS adaptöre kakılabılen yarıkklar

Yarığın Uzunluk Limiti	Uzunluk	Kısaltma	Yarık Resimleri
Soller yarık	5.0°	Soller yarık 5 der	
Soller yarık	2.5°	Soller yarık 2.5 der	
In-plane PSA	1.0°	In-plane PSA 1 der	
In-plane PSA	0.5°	In-plane PSA 0.5 der	
In-plane PSA	0.114°	In-plane PSA 0.114 der	

1.4.2.7 Dedektöre Gelen Işınlrın Yarık Kutusu # 2

Burada bahsedilecek olan yarık kutusu theta_d kolu üzerine kurulan optik ünitelerdir.

1.4.2.7.1 Dedektöre Gelen Işınlrın Standart Yarık Kutusu # 2

Dedektöre gelen ışınların standart yarık kutusu

1.4.2.7.2 Optik Anahtarlama Sistemi

Optik ayarlama sonuçlarını tutan kontrol programıdır. Eğer bir optik ayar sistemi değiştirilirse, yeni optik ayardan daha önceki bir optik ayar sistemine geçmek gerektiğinde ayarlar geri çağırılmak için kullanılır.

1.4.2.8 Kontrol Programı

Rigaku SmartLab Guidance kontrol programı cihazın kontrolünü sağlar. Ayrıca ölçüm sırasında taramanın başından sonuna kadar cihaz kontrol fonksiyonları ile kullanıcıya rehberlik yapar, süreç şartlarını ayarlar. Optik aletlerin dizilimi, optik dizilimin doğrulanması, taramak üzere takılan numune konumunun tayini ve paket ölçümleri sayesinde özel durumlar için ihtiyaç duyulacak olan ölçüm gurubunu sağlar. Kullanıcı tarafından yapılacak olan tarama tipine uygun olan paket ölçümü seçilir. Daha sonra program kullanıcıya, optik sistemin ayarlanmasında, taranacak olan numune takıldığında, numune için yer tayininde ve tarama işlemi ile data alımı sırasında kullanıcıya rehberlik eder. Program istenilen analiz için en uygun ayarları ve ölçümü sağlar. Her bir ölçüm paketi o ölçüm biriminde, alanda uzmanlaşmış uzmanlar tarafından hazırlanmıştır. Bu program ayarlama ve ölçümler sırasında ihtiyaç duyulacak olan özel isteğe göre düzenleme gerektiren durumlarda sisteme müdahaleye de izin verir. Bu program kullanıcının özel ihtiyaçlarını karşılayacak geniş bir içerik ile tasarlanmıştır.

Kontrol programı bir ölçüm için kullanılan aşağıdaki optik cihazları kontrol edebilir ve hangi ünitenin kullanılması gerektiğini operatöre bir mesaj yardımı ile bildirir.

- CBO ünitesine takılan yarık
- Üretilen ışın için seçilen soller yarık ya da monokromatör
- Üretilen için seçilen yarık genişliği
- Işın boyu için boy-belirleme yarık kontrolü
- Dedektöre gelen ışın için yarık genişliği
- Analizör seçimi
- Dedektöre gelen ışın için soller yarık seçimi
- Saçılan ışın için monokromatörün sistemde varlığını ya da yokluğunu belirleme

Kontrol programı yapılacak olan uygulama için optik aletlerin yüklenip yüklenmediğini kontrol eder ve gerekli olan en uygun optik konfigürasyonu bir mesaj yardımı ile kullanıcıya bildirir. Ayrıca program, ölçüm sırasında ölçüm açılarını ve tüm parametreleri daha sonra tekrar kullanılabilirlik ve izleyebilirlik için saklar.

2. Kinematik X-Işını Kırınımı

X-ışınları ile kırınımı iyi anlayabilmemiz için x-ışınlarının bir elektrondan saçılmasını sonra bir atomdan saçılmasını ve daha sonra bir kristalden saçılmasını iyi anlamalıyız. Bu kısımda gerekli teorik alt yapı oluşturularak x-ışınları ile kinematik kırınım için şiddet denklemi hesaplanacaktır.

2.1 Tek Elektrondan Saçılma

X- ışını demeti elektromanyetik bir dalgadır ve x-ışınımı kırınımı için bu dalganın sadece E alanı işlemlerimizde kullanılacaktır. Elektrik alanın büyüklüğü demetin herhangi bir noktasında zamanla sinüsel olarak değişir. Elektrik alan, elektron gibi yüklü parçacıklara kuvvet uyguladığından x-ışını demetinin titreşen elektrik alanı, herhangi bir elektrona etki ettiğinde onu o anki konumu etrafında salınım yapmaya zorlar.

Daha önce bahsettiğimiz gibi (Klasik Mekaniğe göre) ivmeli hareket eden yüklü parçacıklar ışına yaparlar. Benzer şekilde x-ışını demeti tarafından titreştirilen elektron, hareketi boyunca sürekli olarak hızlandırılır ve yavaşlatılır bu yüzden de söz konusu elektron x-ışını yayımlar. Saçılan demet ile gelen demet aynı dalga boyu ve frekansa sahiptir ve koherenttir (eş fazlıdır).

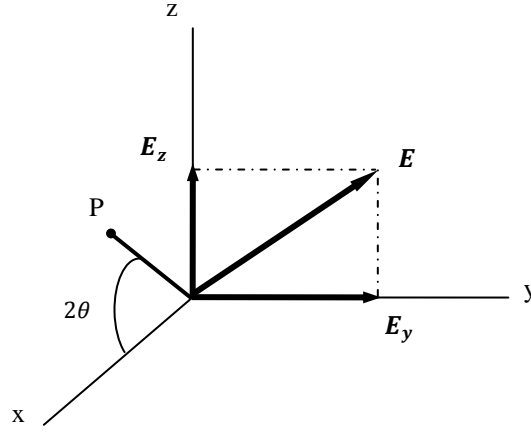
X-ışınlarının elektron tarafından her yöne saçılmalarına rağmen, saçılan demetin şiddeti saçılma açısına bağlıdır ve ilk kez J. J. Thomson tarafından çalışılmıştır. J. J. Thomson e yüklü ve m kütleli tek elektron tarafından saçılan r uzaklığındaki demetin şiddeti I' nün:

$$I = I_0 \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} \sin^2 \alpha \quad [2.1]$$

olduğunu bulmuştur[8].

Burada $I_0 =$ gelen demetin şiddeti, $c =$ ışık hızı, $\alpha =$ elektronun hızlanma yönü ile saçılma yönü arasındaki açıdır. Gelen demetin Ox yönünde hareket ettiğini (Şekil 2.1) ve elektrona O da karşılaştığını varsayalım. xz -düzleminde P noktasındaki saçılmanın şiddetini bilmek istiyoruz ki OP gelen demet ile 2θ saçılma açısı yapar.

Polarize olmamış gelen demet (x-ışını tüpündeki gibi) yz-düzleminde rastgele yönelmiş bir E elektrik vektörüne sahiptir. Bu demet E_x ve E_y elektrik vektörlerine sahip düzlem-polarize bileşenlerine ayrılabilir;



Şekil 2.1 X-ışınlarının tek elektron tarafından uyumlu saçılması [8].

$$E^2 = E_y^2 + E_z^2 \quad [2.2]$$

Ortalamada E' 'nin yönü tamamen rastgele olduğundan yani $\langle E_x^2 \rangle = \langle E_y^2 \rangle$ olabilir. Böylece

$$E_y^2 = E_z^2 = \frac{1}{2} E^2 \quad [2.3]$$

Gelen demetin bu iki bileşeninin şiddeti onların elektrik vektörlerinin kareleriyle orantılıdır. Bu yüzden

$$I_{0y} = I_{0z} = \frac{1}{2} I_0 \quad [2.4]$$

Gelen demetin y bileşeni elektronu Oy yönünde hızlandırır. Böylece saçılan demetin P noktasındaki şiddeti

$$I_{Py} = I_{0y} \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} \quad [2.5]$$

olur. Burada $\alpha = \frac{\pi}{2}$ dir. Benzer şekilde saçılan z bileşeninin şiddeti

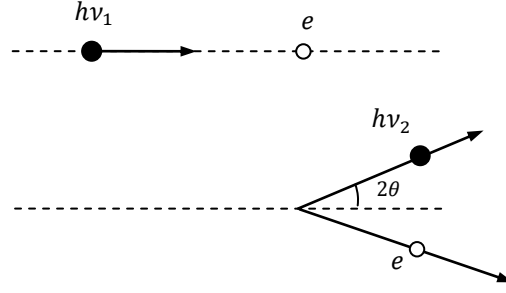
$$I_{Pz} = I_{0z} \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} \cos^2 2\theta \quad [2.6]$$

Burada $\alpha = \frac{\pi}{2} - 2\theta$ dır. P noktasında toplam saçılma şiddeti bu iki saçılma bileşenlerinin şiddetinin toplamından elde edilir.

$$\begin{aligned} I_P &= I_{Py} + I_{Pz} \\ &= \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} (I_{0y} + I_{0z} \cos^2 2\theta) \\ &= \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} \left(\frac{I_0}{2} + \frac{I_0}{2} \cos^2 2\theta \right) \\ &= I_0 \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{2} \right) \end{aligned} \quad [2.7]$$

denklem 2.7, x-ışını demetinin tek elektron tarafından saçılımı denklemdir ve Thomson denklemi olarak bilinir [8]. Şayet e, r, m, c sabitlerinin değerleri bu denklemde yazılırsa saçılan demetin şiddeti gelen demetin şiddetine bağlı olarak bulunur. Bu eşitlik aynı zamanda beklendiği gibi saçılma şiddetinin, saçılan atomdan uzaklığının karesinin tersi ile azaldığını gösterir ve saçılan demet ileri veya geri yönlerde, gelen demetin dik açı yapan yönündekinden daha güçlüdür.

Thomson denklemi gelen demetin mutlak şiddetine göre saçılan demetin mutlak şiddetini verir. Gelen demetin ve saçılan demetin mutlak şiddetlerin ölçülmesi ve hesaplanması zor olduğu için pratik olarak tüm kırınım problemlerinde yapacağımız işlemlerde göreceli değerlerini bulmamız yeterlidir. Çoğu durumda (2.7) denklemindeki tüm faktörler, en sonuncusu hariç deney boyunca sabittir ve ihmal edilebilir. Bu son faktör, $\frac{1}{2}(1 + \cos^2 2\theta)$ *polarizasyon faktörü* olarak adlandırılır [8]. Fakat bu oldukça şanssız bir isimlendirmedir, çünkü daha önce gördüğümüz gibi bu faktör gelen demet polarize olmadığında elde edilmiştir. Polarizasyon faktörü tüm şiddet hesaplamaları için geneldir ve aynı fazdadır yani uyumludur. Dolayısı ile burada anlatılan saçılmaya uyumlu x-ışını saçılması da denir.



Şekil 2.2 Elektron ve fotonun elastik çarpışması (Compton etkisi)

Elektronun x-ışınına saçabileceği, oldukça farklı ve başka bir yol daha vardır ve bu yol *Compton saçılması* etkisinde açıkça gösterilmektedir. Bu etki, A.H. Compton tarafından 1923 yılında keşfedilmiştir[8]. X-ışını en iyi zayıf bağlı elektronla oluşur ve, gelen demetin dalga hareketi olarak değil her birinin enerjisi $h\nu_1$ olan x-ışını fotonlarının akışı olarak düşünüldüğünde anlaşılabilir. Her bir foton zayıf bağlı elektrona çarptığında, çarpışma iki bilyardo topununki gibi esnekliklidir (Şekil 2.2). Gelen foton elektrona çarptığında foton 2θ açısı boyunca sapar. Gelen fotonun enerjisinin bir kısmı elektronun kinetik enerjisi için kullanılacağından, fotonun çarpışmadan sonraki $h\nu_2$ enerjisi çarpışmadan önceki $h\nu_1$ enerjisinden daha azdır. Saçılan ışınının λ_2 dalga boyu gelen demetin dalga boyu λ_1 'den biraz daha büyüktür ve değişimin büyüklüğü

$$\Delta\lambda (A^\circ) = \lambda_2 - \lambda_1 = 0.0243 (1 - \cos 2\theta) \quad [2.8]$$

denklemleri ile verilmektedir[8].

Dalga boyundaki artış sadece saçılma açısına bağlıdır ve ilerleme yönünde ($2\theta = 0^\circ$) $\Delta\lambda \cong 0 A^\circ$ dan ters yöndeki $\Delta\lambda \cong 0.05 A^\circ$ ($2\theta = 180^\circ$)'a kadar değişmektedir.

Bu saçılma ışınımı Compton modifiye ışınımı olarak adlandırılır ve önemli bir karakteristiğe sahiptir. Saçılan demetin fazı gelen demetin fazına bir sabit aracılığı ile bağlı değildir. Yani uyumlu (eş fazlı-coherent) değildir. Bu nedenle de uyumsuz ışınım olarak bilinmektedir. Bu tür bir ışınım kırınımında yer alamaz çünkü fazı gelen demetle sadece rastgele ilişkilidir ve bu yüzden herhangi bir girişim etkisi üretmez. Compton modifiye saçılması engellenemez ve varlığı kırınım deseni arka planının kararması gibi istenmeyen bir etki ile kolayca anlaşılır.

Kuantum kuramı uyumlu ve uyumsuz saçılmanın her ikisine de açıklama getirebilir ancak klasik kuram sadece uyumlu ışınım için uygulanabilir. Kuantum teorisi bakımından uyumlu saçılma, gelen foton bağlı elektrona çarpıp geri sektığında oluşur ve elektrona bu etkiden hiç momentum transfer olmaz. Saçılan foton bu yüzden geldiği gibi aynı enerjiye ve dalga boyuna sahip olur. Ancak hesaplamalar çok daha basit olduğundan ve uyumsuz ışınım kırınımına katkı vermediğinden hesaplamalar için klasik kuramı kullanacağız.

2.2 Tek Atomdan Saçılma

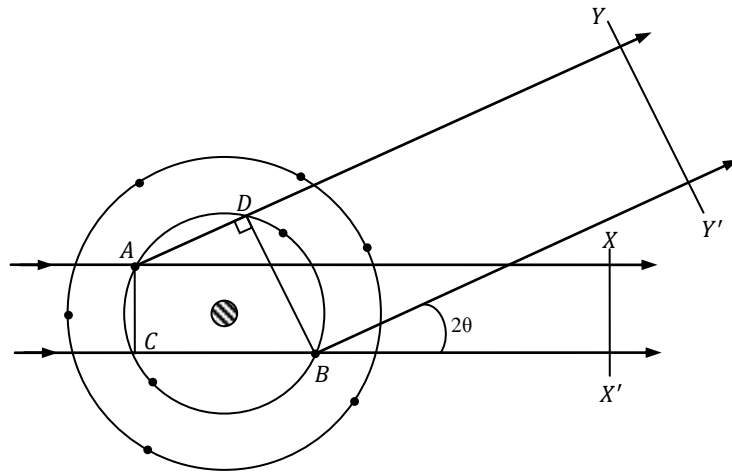
X-ışını demeti atomla karşılaştığında Thomson denklemine göre atomdaki her elektron ışınımın bir kısmını uyumlu olarak saçacaktır. Uyumlu saçılmada, gelen demetin etkisi altında titreşme yeteneği olabileceğinden ve yükte taşıdığından çekirdeğinde yer alması beklenebilir. Ancak elektrona kıyasla çekirdek oldukça büyük bir kütleyle sahiptir ve kayda değer büyüklükte titreşemez; aslında Thomson denkleminde uyumlu saçılmanın şiddeti saçılan parçacığın kütlesiyle ters orantılıdır. Bu nedenle atom tarafından uyumlu saçılmaya net etki sadece atomda bulunan elektronlar sebebiyle olur.

Atom tarafından saçılan dalga, atomun elektron bileşenleri tarafından saçılan dalgaların basit bir biçimde toplamı mıdır? Daha açıkça Z tane elektron içeren atom, tek elektron tarafından saçılan dalganın genliğinin Z katı mıdır? Bu sorulara "evet" cevabı ancak $\theta = 0$ olduğunda geçerlidir. Çünkü atomun tüm elektronları tarafından saçılan dalgalar aynı fazdadırlar ve saçılan dalgaların genliği direk olarak toplanabilir. Ancak $\theta \neq 0$ için bu doğru değildir. Gerçekte atomun elektronları uzayda farklı noktalara yerleşmişlerdir ve farklı elektronlar tarafından saçılan dalgalar arasında faz farkı vardır. Basitleştirme için Şekil 2.3'i inceleyecek olursak elektronlar merkezi çekirdek çevresinde dizilmiş noktalar olarak gösterilmiştir. A ve B elektronları tarafından ileri yönde saçılan dalgalar XX' dalga yüzünde tam olarak aynı fazdadırlar çünkü her dalga saçılmadan önce ve sonra aynı mesafeleri almıştır. Şekilde gösterilen diğer saçılan dalgalar ($CB - AD$) kadar yol farkına sahiptirler ve böylece YY' dalga yüzü boyunca aynı fazda olmayıp yol farkı bir dalga boyundan daha azdır. A ve B den saçılan dalgalar arasında kısmi girişim oluşur ve sonuç olarak bu yönde saçılan dalganın net genliği aynı elektronlar tarafından ileri yönde saçılan dalganın genliğinden daha azdır.

f niceliği verilen bir atomun verilen bir yöndeki saçılmasının etkinliğini tanımlamada kullanılır ve atomik saçılma faktörü olarak adlandırılır ve aşağıdaki gibi tanımlanır:

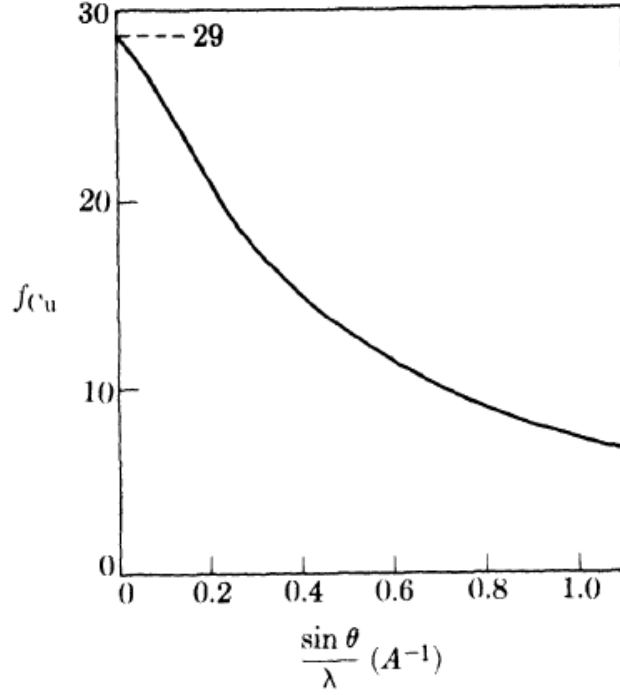
$$f = \frac{\text{bir atom tarafından saçılan dalganın genliği}}{\text{bir elektron tarafından saçılan dalganın genliği}}$$

Burada herhangi bir atom için ileri yöndeki saçılmada için $f = Z$ durumu gayet açıktır. θ arttıkça, tek elektronlar tarafından saçılan dalgalar daha çok faz dışı olmaya başlarlar ve f azalır. Atomik saçılma faktörü gelen demetin dalga boyuna bağlıdır: yol farkı dalga boyuna göre daha büyük olacağından θ 'nın sabit değerlerinde dalga boyu kısaltıldıkça f küçülecektir ve saçılan dalgalar arasında daha büyük girişime yol açacaktır.



Şekil 2.3 Atom tarafından x-ışını saçılması

f 'in gerçek hesaplanmasında θ dan çok $\sin \theta$ gerekmektedir öyleki $\frac{\sin \theta}{\lambda}$ niceliği arttıkça f azalır.



Şekil 2.4 Bakırın atomik saçılma faktörü

Bakır için f 'in değişimini tipik olarak gösteren eğri Şekil 2.4 da gösterilmiştir. Dikkat edilirse eğri $\theta \sim 0^\circ$ için bakırın atom numarası 29'dan başlıyor ve geri yöndeki saçılmalar için $\{\theta \sim 90^\circ\}$ ya da çok küçük dalga boyları için çok küçük değerlere azalıyor.

Sadece kırınım oluşturabilecek saçılmaların (uyumlu ya da modifiye olmayan) genliğinin atomik saçılma faktörü bakımından açıklanacağını henüz tartıştık. Diğer bir yandan uyumlu olmayan saçılma ya da Compton modifiye saçılması aynı anda oluşuyor. Fotonların zayıf bağlı elektronlarla çarpışmasından dolayı oluşan Compton modifiye saçılması şiddeti zayıf bağlı elektronların artmasıyla orantılı olarak artar. Böylece Z atom sayısı azaldıkça Compton modifiye ışınımı artar. Bu nedenle karbon, oksijen, hidrojen gibi hafif elementler içeren organik malzemelerden güzel kırınım fotoğrafı almak zordur çünkü bu malzemelerden gelen güçlü Compton modifiye saçılması fotoğrafın arka planını kararttığından dolayı modifiye olmamış ışınım tarafından oluşturulan kırınım çizgilerini görmek zordur. Bu daha öncede bulunan $\frac{\sin \theta}{\lambda}$ niceliği arttıkça, modifiye ışınımın şiddetinin artmasıdır. Modifiye saçılmanın ve modifiye olmayan saçılmanın şiddetleri Z ile ve $\frac{\sin \theta}{\lambda}$ ile zıt yönde değişirler.

Özet olarak, monokromatik x-ışını demeti atoma çarptığında iki saçılma süreci oluşur. Sıkı bağlı elektronlar salınım hareketi gerçekleştirirler ve gelen demetle aynı dalga boyunda x-ışını yayarlar. Daha zayıf bağlı elektronlar gelen demetin bir kısmını saçarlar ve süreçte dalga boyunu biraz artırır, artmanın tam değeri saçılma açısına bağlıdır. İlki uyumlu ya da modifiye olmamış saçılma olarak adlandırılırken ikincisi uyumlu olmayan ya da modifiye saçılma olarak adlandırılır ve ikisi de tüm yönlerde ve eş zamanlı olarak oluşur. Ancak x-ışını için kırınım desenine anlamlı katkı uyumlu ışınımdan gelir.

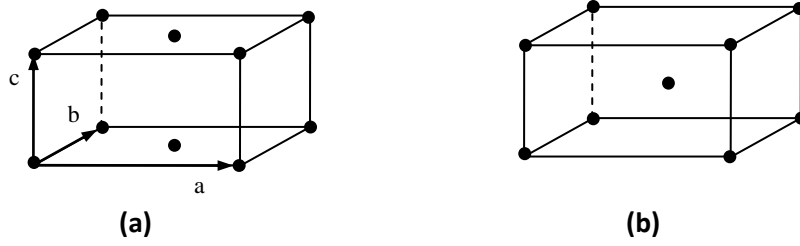
Şayet atom kristalde olduğu gibi uzayda periyodik olarak dizilmiş geniş atom gruplarının bir parçası ise başka bir olgu oluşur. Tüm atomlardan uyumlu olarak saçılan ışınım belirli yönlerde güçlenir ve diğer yönlerde ihmal edilecek kadar az olur, böylece kırınmış demet oluşur. Kırınım aslında uyumlu saçılmanın güçlenmesi veya zayıflamasıdır.

2-3 Birim Hücre Tarafından Saçılma

Kırınmış demetin şiddetinin açıklamasına gelmek için sadece izole olmuş atomdan değil kristali oluşturan tüm atomlardan uyumlu saçılmayı düşünerek kendimizi sınırlamalıyız. Atomların uzayda periyodik olarak dizilmesinin anlamı, saçılan ışınım belirli yönlere oldukça sınırlıdır ve kırınım uğramış demetlerin seti ile ilgilidir. Bu demetlerin yönleri Bragg yasası tarafından belirlenir. Bragg yasası belirli atomik düzlemlerin seti için sağlanabilir ve yine de kırınım oluşmayabilir çünkü atomların birim hücredeki dizilimi sonucu bu ışınlar birbirini yok edebilirler.

Bragg yasasının sağlandığını farz ederek, kristal tarafından kırınmış demetin şiddetini atomun pozisyonuna göre bulmak istiyoruz. Kristal sadece, temel birim hücrenin tekrarından oluştuğundan tek birim hücredeki atom diziliminin kırınım şiddetini etkilemesini göz önüne almak yeterlidir.

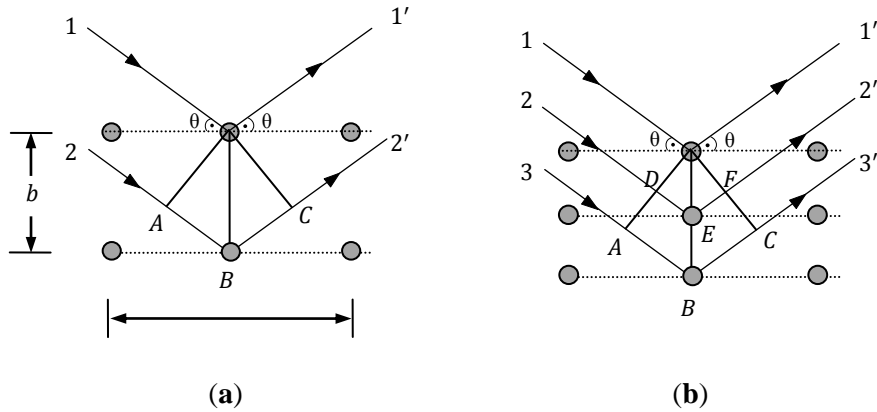
Nitelik olarak, daha önce tartışılan atomdan saçılmaya benzer bir etkidir. Orada ileri yöndeki saçılmalar hariç tek elektronlar tarafından saçılan dalgalarda faz farkının oluştuğu bulundu. Benzer şekilde birim hücrenin tek atomları tarafından saçılan dalgalar ileri yöndekiler hariç aynı fazda olmak zorunda değildirler ve faz farkının atomların dizilimine nasıl bağlı olduğunu belirlemeliyiz.



Şekil 2.5 (a) Taban-merkezli ve (b) cisim merkezli ortorombik birim hücreler

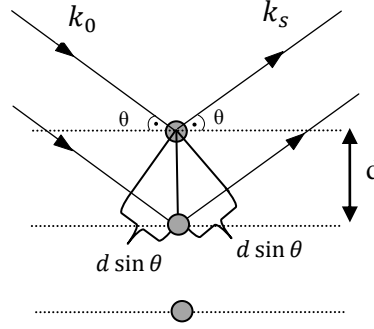
Birim hücredeki atomların konumları kırılan ışının şiddetini etkiler Şekil 2.5 deki yapılar bu olayı gösterir. Her ikisi de birim hücre başına aynı cins iki atomlu ortorombik yapılarıdır, fakat (a) taban-merkezli (fcc) (b) cisim-merkezli (bcc) dir.

Şekil 2.6 de gösterilen (001) düzlemlerinden yansımaları göz önüne alacak olursak (a) da gösterilen taban-merkezli örgü için λ ve θ nın belirli değerlerinde Bragg yasasının sağlandığını farz edelim. Bunun anlamı $1'$ ve $2'$ ışınları arasındaki ABC yol farkı bir dalga boyudur, bu nedenle $1'$ ve $2'$ eş fazlıdır ve belirtilen yönde kırınım oluşur. Benzer şekilde (b) de gösterildiği gibi cisim-merkezli örgüde $1'$ ve $2'$ ışınlarının ABC yol farkı bir dalga boyu olduğundan $1'$ ve $2'$ ışınları eş fazlıdır. Bununla birlikte (001) düzlemleri arasında başka atom düzlemleri bulunmaktadır ve $1'$ ve $3'$ ışınları arasındaki DEF yol farkı tam olarak ABC 'nin yarısıdır ya da yarım dalga boyudur. Böylece $1'$ ve $3'$ ışınları tamamen dış fazlıdır ve birbirlerini söndürürler. Benzer şekilde bir sonraki düzlemin altındaki $4'$ ışını (gösterilmemiştir) $2'$ ışınını söndürür ve bu kristal boyunca devam eder. Bu nedenle cisim-merkezli örgüde (001) yansıması bulunmaz.



Şekil 2.6 Taban-merkezli (a) ve cisim-merkezli (b) ortorombik örgülerin (001) düzlemlerinden kırınım [8].

Bir elektrondan ve birim hücreden saçılmanın nasıl olduğunu gördük. Şimdi ise olayı daha iyi anlamak için aralarında d uzaklığı bulunan N tane örgü noktasından x -ışını kırınımının matematiğini daha sonra yapacağımız işlemlerin anlaşılabilmesi için detaylı bir şekilde hesaplayalım.



Şekil 2.7 Tek boyutlu örgüde yansıma

N örgü noktalı bir boyutlu örgü için Bragg yasasını sağlayan kırınım Şekil 2.8 de gösterildiği geometride gerçekleşir. Burada d örgüler arası uzaklık olmak üzere Bragg şartı[8];

$$2d \sin \theta = n \lambda \quad [2.9]$$

ile verilir. Her bir saçılma bir üst tabakadaki saçılmadan $d \sin \theta$ kadar geridedir, yani aralarında $d \sin \theta$ kadar yol farkı oluşur. Dolayısı ile iki dalga cephesi arasında toplam yol farkı $2d \sin \theta$ olur. Eğer bu fark dalgaboyunun tam katı ise yapıcı girişimler olur. Zaten bu ifade çok iyi bildiğimiz ve denklem 2.9 da verilen Bragg şartıdır. Eğer $d \sin \theta$ yol farkında oluşan faz farkı ϕ ise ϕ 'nin 2π olduğu durumda yol farkı λ kadar olur. Yani

$$\phi = \frac{4\pi d \sin \theta}{\lambda}$$

olur. Burada bahsettiğimiz ϕ faz açısı yardımıyla N tane örgüden oluşan kırınıma bakalım. Gelen her bir dalga cephesi aslında koherent elektromanyetik dalgadır ve bu dalganın bizi ilgilendiren kısmı elektrik alan bileşenidir. Her dalga cephesi aynı

şiddettedir ancak ilk kırılan (yansıyan-saçılan) dalga ile ikinci arasında ϕ , ikinci ile üçüncü arasında ϕ faz farkı olacak şekilde dalgalar üst üste biner. Bu söylediklerimizi matematiksel olarak ifade edersek ilk dalga cephesi;

$$E_1 = E_0 \sin \omega t$$

şeklinde yazılır. İkinci örgü noktasından kırınım birinci örgü noktası ile ϕ kadar faz farkı oluşturacağı için ikinci dalga cephesi için elektrik alanı

$$E_2 = E_0 \sin(\omega t + \phi)$$

şeklinde yazılabilir. Aynı biçimde elektrik alan 3. 4. 5. ... örgüler için yazılabilir. Böylece N. dalga cephesi için elektrik alan denklem 2.10 ile verilen ifade olur.

$$E_N = E_0 \sin(\omega t + (N - 1)\phi) \quad [2.10]$$

N tane örgü için toplam elektrik alan (yönleri hep aynı olduğundan) her bir örgüden saçılan alanların toplamıdır ve

$$E_T = E_1 + E_2 + E_3 + \dots + E_N$$

biçiminde yazılır. Bu ifade için elektrik alanlar yerine yazılır ve $\sin(\omega t + \phi)$ yerine fazör ifadeleri kullanılarak $e^{i\omega t} e^{i\phi}$ yazılırsa

$$\begin{aligned} E_T &= E_0 e^{i\omega t} [1 + e^{i\phi} + e^{2i\phi} + \dots + e^{i(N-1)\phi}] \\ &= E_0 e^{i\omega t} \sum_{n=0}^{N-1} e^{in\phi} = E_0 e^{i\omega t} \frac{1 - e^{iN\phi}}{1 - e^{i\phi}} \end{aligned}$$

ifadesi elde edilir. İfadenin $\frac{1 - e^{iN\phi}}{1 - e^{i\phi}}$ için pay ve payda $\frac{1}{2i}$ ile çarpılır ve pay $e^{\frac{iN\phi}{2}}$ payda ise $e^{\frac{i\phi}{2}}$ parantezine alınarak

$$E_T = E_0 e^{i\omega t} \frac{e^{\frac{iN\phi}{2}}}{e^{\frac{i\phi}{2}}} \frac{e^{-\frac{iN\phi}{2}} - e^{\frac{iN\phi}{2}}}{\frac{e^{-\frac{i\phi}{2}} - e^{\frac{i\phi}{2}}}{2i}}$$

ifadesi elde edilir. Burada üstel terimler Sinüs fonksiyonları şeklinde yazılırsa denklem 2.11 elde edilir.

$$E_T = E_0 e^{i\omega t} e^{\frac{i(N-1)\phi}{2}} \frac{\sin \frac{N\phi}{2}}{\sin \frac{\phi}{2}}$$

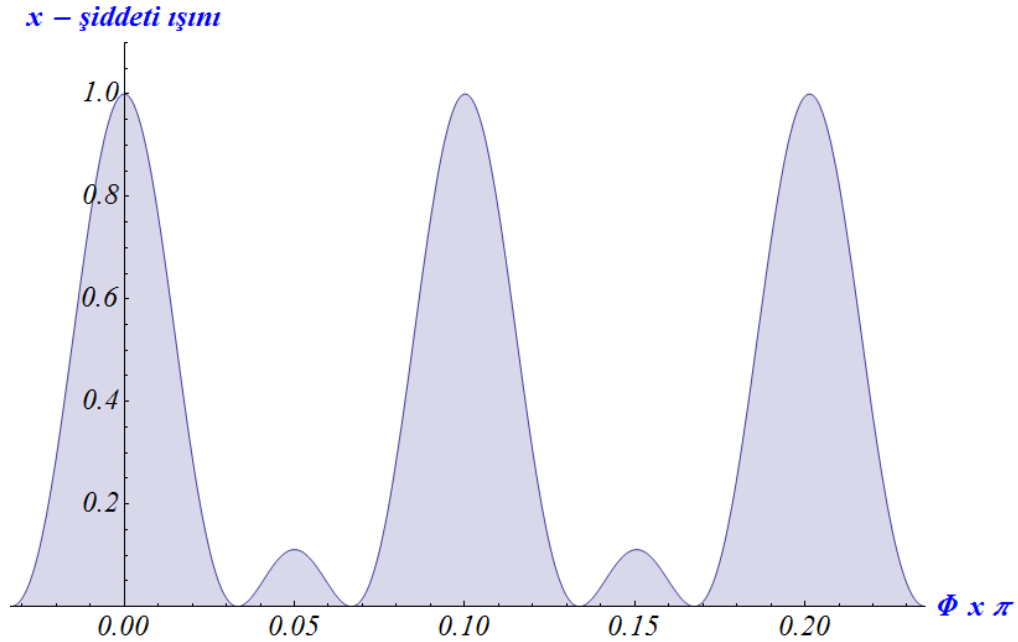
buradan tekrar fazör ifadeleri kullanılarak

$$E_T = E_0 \sin(\omega t + (N-1)\frac{\phi}{2}) \frac{\sin \frac{N\phi}{2}}{\sin \frac{\phi}{2}} \quad [2.11]$$

elde edilir. Bize x-ışınlarının şiddeti lazım bu ise toplam elektrik alanının karesinin zaman ortalaması ile verilir; $I \propto \langle (E_T)^2 \rangle$. Gerekli ara adımlar yapılırsa kırınım sonucu oluşan toplam şiddet denklemi elde edilmiş olur. Böylece bir boyutta N tane saçılma merkezinden oluşan saçılma şiddet denklemi (denklem 2.12) elde edilir.

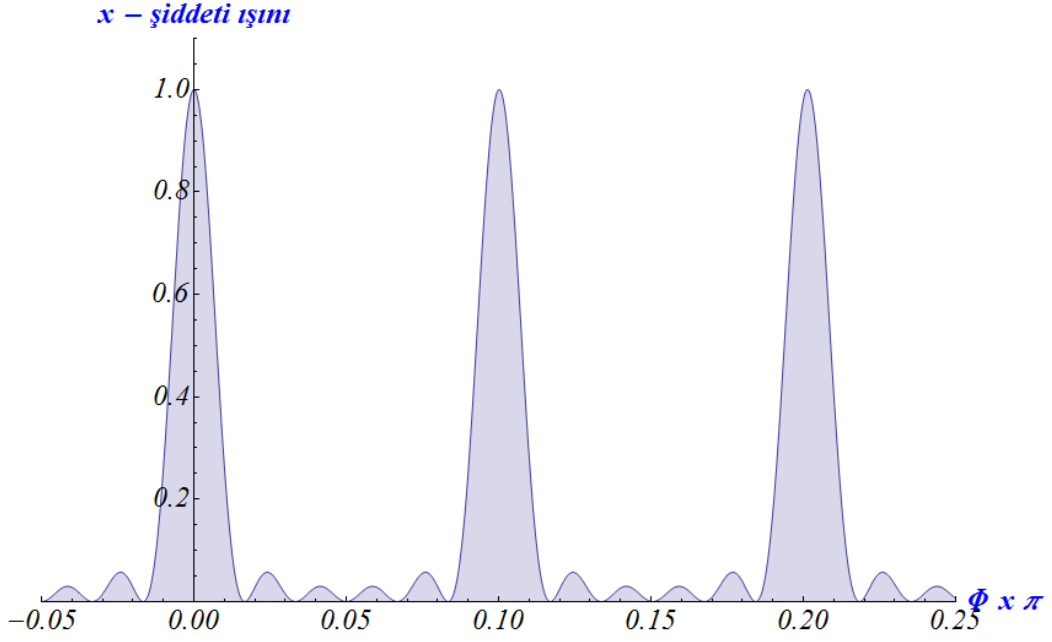
$$I \propto I_0 \frac{\sin^2(N\frac{\phi}{2})}{\sin^2(\frac{\phi}{2})} \quad [2.12]$$

Ayrıca bu dağılım N yarıklı bir sistemin girişim fonksiyonu olarak da bilinir. N=3 için çizim Şekil 2.8 de gösterilmiştir



Şekil 2.8 N=3 yarık için denklem 2.12 den elde edilen şiddet – ϕ grafiği

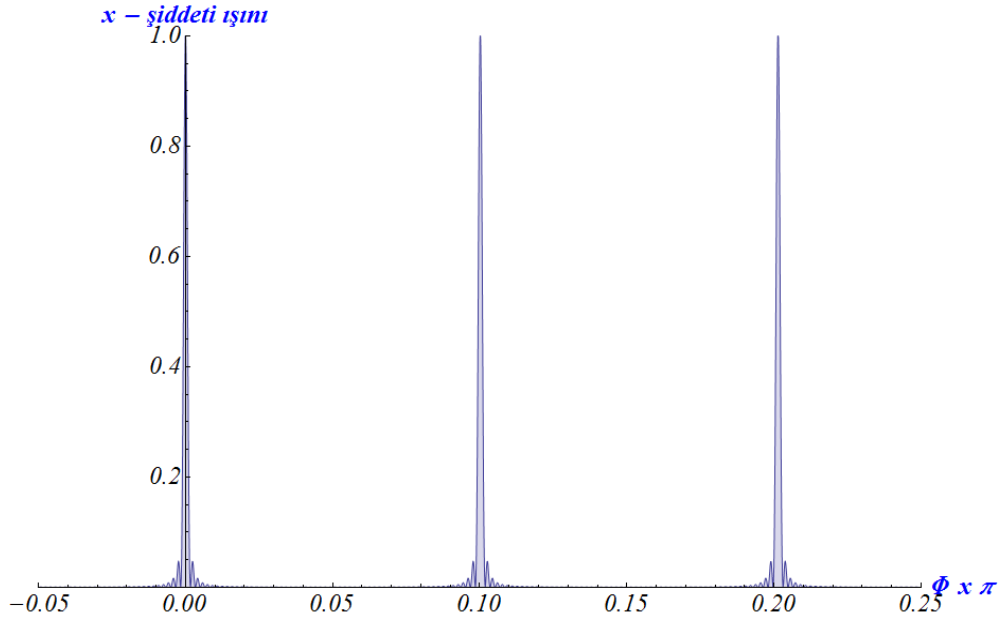
Grafikte görüldüğü gibi N=3 için iki şiddetli pik arasında bir tane zayıf pik görülmektedir. N=6 alınarak hesaplanan kırınım şiddet grafiği Şekil 2.9 da verilmiştir.



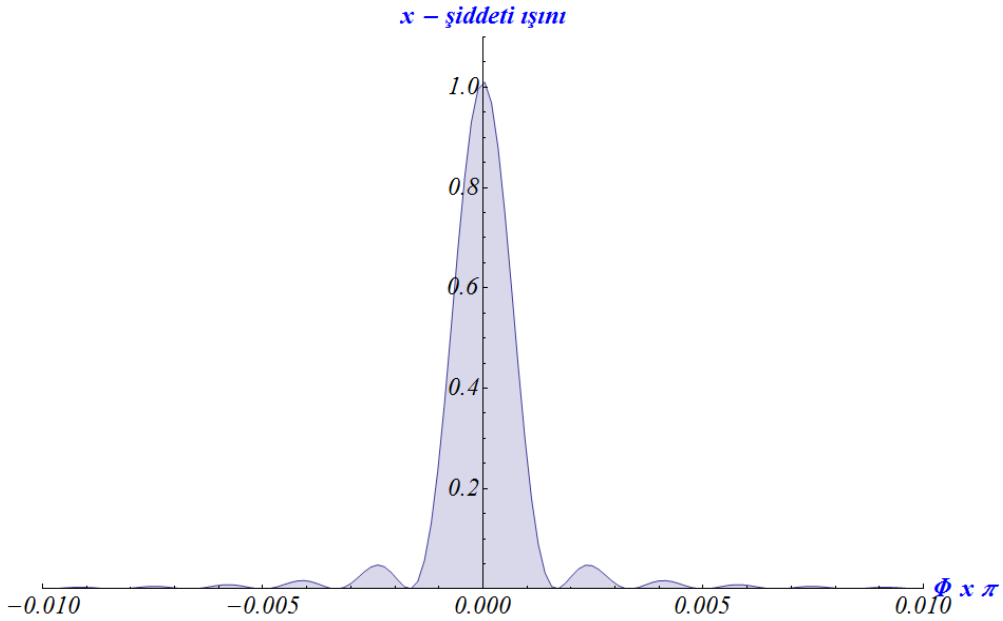
Şekil 2.9 N=6 yarık için denklem 2.12 den elde edilen şiddet – ϕ grafiği

N=6 için çizilen grafikte temel piklerin arasında bu kez dört tane zayıf pik görülmektedir. Aslında bu sonuç gayet iyi bildiğimiz N yarıklı kırınım için iki ana pik arasında N-2 tane küçük pikin oluşmasıdır.

Şekil 2.8 ve 2.9 da verilen iki grafik normalize edilerek çizildiği için şiddetler arasındaki fark görülmemektedir. Ancak gerçekte kırınımın gerçekleştiği örgü nokta sayısı arttıkça tabakalardan gelen pik şiddetleri ve büyük piklerin küçük piklere oranı artar. Bu söylediğimiz ifadeyi N'ni 60 aldığımızda küçük piklerin artık görünmediğini(Şekil 2.10) ancak grafiği daha dar bir aralıkta çizdiğimizde küçük piklerin olduğunu görüyoruz (Şekil 2.11).

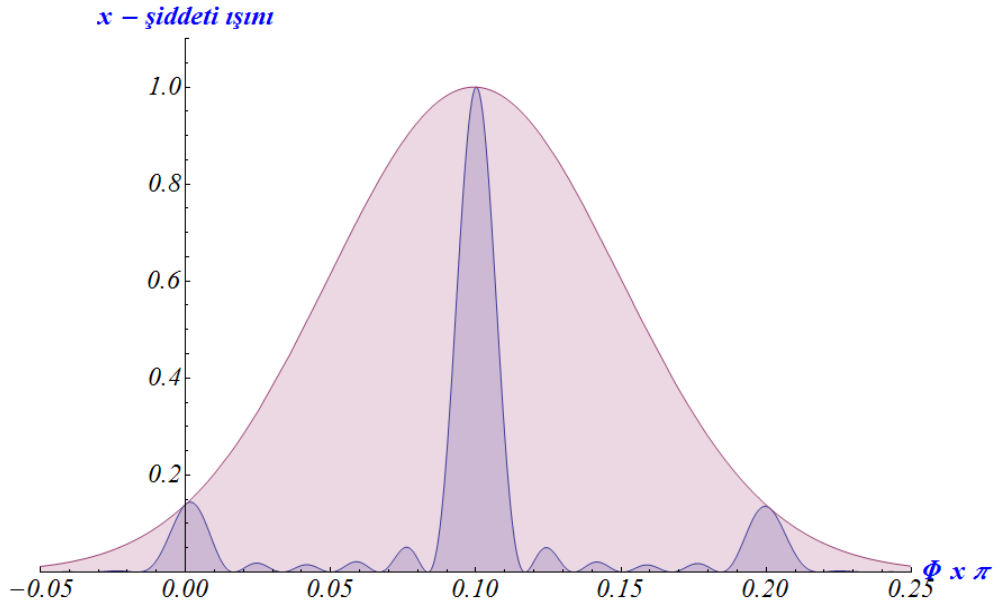


Şekil 2.10 N=60 yarık için denklemden elde edilen şiddet – ϕ grafiği



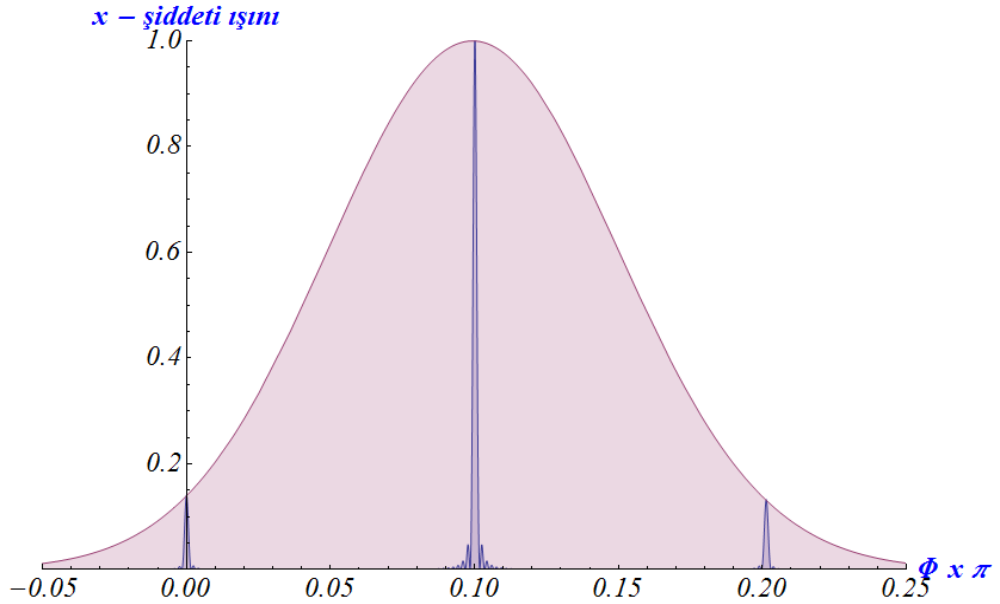
Şekil 2.11 N=60 yarık için denklemden elde edilen şiddet – ϕ grafiğini 2.10 grafiğini göre daha dar bir ϕ aralığında çizimi

Buraya kadar $N=3$, $N=6$ ve $N=60$ için çizilen grafiklerin hesaplamalarında göremediğimiz fakat kırınım için oldukça önemli bir olgu, küçük açılarda x-ışınlarının daha az tabakadan yansıyacağı için şiddetlerinin daha zayıf olması, ancak büyük açılara gidildikçe de daha çok tabakaya giren x-ışınlarının daha çok soğrulacağı için şiddetin azalacağı gerçektir. Bu ifadeyi çizdiğimiz grafiklerde gösterebilmek için Denklem 2.11 de verilen ifadeyi ϕ 'ye bağlı üstel azaltıcı bir fonksiyon ile çarparak grafikler tekrar çizilmiştir. ($N=6$ için Şekil 2.12, $N=60$ için Şekil 2.13)



Şekil 2.12 Şekil 2.9 da verilen, $N=6$ yarık için çizilen grafiğin ϕ ye bağlı azalan şiddete göre tekrar çizimi

Şekil 2.12 ve Şekil 2.13 de görülen grafikte en şiddetli piklerin yeri, d tabaka kalınlığına bağlı olarak Bragg kırınım şartını ($2d \sin \theta = n\lambda$) sağlayan θ değeri ile belirlenir ve bu açı değerinin dışındaki diğer kırınım açıları için pik şiddetleri daha zayıf olacaktır.



Şekil 2.13 Şekil 2.10 da verilen, $N=60$ yarık için çizilen grafiğin ϕ ye bağlı azalan şiddete göre tekrar çizimi

2.4 Sonlu Tek Kristal Yapıdaki Kırınım

Tek boyutta N tane örgüden saçılmanın nasıl gerçekleştiğini gördük. Kristal yapıdan saçılmayı anlamak için üç boyuttaki saçılmaya bakmamız gerekir. Bunun için birim hücrenin örgü vektörünü üç boyutta \mathbf{a}_i şeklinde tanımlayalım. Burada $i = 1,2,3$ dür. Kusursuz bir kristal yapı için bir noktanın \mathbf{r} kadar ötelenmesi sonrasında tekrar bir örgü noktasına ulaşırız. Bu durum matematiksel olarak

$$\mathbf{r}' = \mathbf{r} + \sum_i h_i \mathbf{a}_i \quad [2.13]$$

ile ifade edilir. Bu denklemden h_i tamsayılar, \mathbf{r}' ise \mathbf{r} örgü uzayında özdeş noktalardır. O halde örgü öteleme vektörü \mathbf{T} yi aşağıdaki gibi tanımlayabiliriz.

$$\mathbf{T} = \sum_i h_i \mathbf{a}_i \quad [2.14]$$

Denklem 2.13 elde edilirken yapıdana benzer biçimde ters uzayda birim hücre için örgü vektörleri \mathbf{a}_i^* ile verilir ve $i = 1,2,3$ dür. Burada \mathbf{a}_i^* ile \mathbf{a}_i arasındaki ilişki denklem 2.15 de verilmektedir.

$$\begin{aligned} \mathbf{a}_1^* &= 2\pi \frac{\mathbf{a}_2 \times \mathbf{a}_3}{\mathbf{a}_1 \cdot (\mathbf{a}_2 \times \mathbf{a}_3)} \\ \mathbf{a}_2^* &= 2\pi \frac{\mathbf{a}_3 \times \mathbf{a}_1}{\mathbf{a}_1 \cdot (\mathbf{a}_2 \times \mathbf{a}_3)} \\ \mathbf{a}_3^* &= 2\pi \frac{\mathbf{a}_1 \times \mathbf{a}_2}{\mathbf{a}_1 \cdot (\mathbf{a}_2 \times \mathbf{a}_3)} \end{aligned} \quad [2.15]$$

Ters uzay örgü vektörleri ile gerçek uzay vektörünün çarpımı ile verilir[9].

$$\mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_i^* = 2\pi \delta_{ij} \quad [2.16]$$

Burada δ_{ij} kronecker deltası olarak bilinir ve $i = j$ ise $\delta_{ij} = 1$, $i \neq j$ ise $\delta_{ij} = 0$ olur[9]. Böylece ters uzayda öteleme vektörü \mathbf{G} tanımlanabilir.

$$G = \sum_i u_i \mathbf{a}_i^* \quad [2.17]$$

Gerekli tüm matematiksel tanımları yaptık. Artık N tane örgü için bulduğumuz kırınım denklemini, atomlar için üç boyutta her bir atomun konumunu tanımlayan \mathbf{R} vektörü ile ve diğer denklemleri toparlayarak bir kristal için uygulayabiliriz

$$\mathbf{R}_{h_1 h_2 h_3}^i = \mathbf{r}_i + \mathbf{T} = \mathbf{r}_i + h_1 \mathbf{a}_1 + h_2 \mathbf{a}_2 + h_3 \mathbf{a}_3 \quad [2.18]$$

Burada \mathbf{r}_i ilkel hücre için atomik sınırlar içerisinde atom pozisyonunu gösterir. Böylece birim hücre atomlarından her birinden gerçekleşen saçılmayı yazabiliriz.

$$E = E_0 \left(\frac{e^2}{mc^2} \right) P^{\frac{1}{2}} \sum_{h_1=0}^{N_1-1} \sum_{h_2=0}^{N_2-1} \sum_{h_3=0}^{N_3-1} \sum_i f_i(\mathbf{q}) e^{i\mathbf{q} \cdot \mathbf{R}_{h_1 h_2 h_3}} \quad [2.19]$$

kristal parçacıklar burada bahsedilen özellikleri kapsar. Burada kullanılan ve bir atom için atomik saçılma faktörü olarak adlandırılan

$$F(\mathbf{q}) = \sum_i f_i(\mathbf{q}) e^{i\mathbf{q} \cdot \mathbf{r}_i} \quad [2.20]$$

ile verilen basitleştirilmiş ifade genellikle karmaşık bir sayıdır. Sonuçta oluşan dalganın fazının ve genliğinin her ikisini de açıklar. Mutlak değeri ($|F|$) sonuçta oluşan dalganın genliğini tek elektron tarafından saçılan dalganın genliğine oranı olarak verir. Atomik saçılma faktörü f gibi, $|F|$ genliklerin oranı olarak tanımlanır ve uluslararası x-ışını tablolarında her bir atom için açığa bağlı tablolaşmış değerleri mevcuttur.

$$|F| = \frac{\text{birim hücrenin tüm atomları tarafından saçılan dalganın genliği}}{\text{bir elektron tarafından saçılan dalganın genliği}}$$

Tüm bunlar ile ulaşılmak istenilen şey bir kristal yapı için x-ışını saçılma şiddetidir.

$$I = I_0 |F(\mathbf{q})|^2 \left| \sum_{h_1 h_2 h_3} e^{i\mathbf{q} \cdot \mathbf{T}} \right|^2 \quad [2.21]$$

Bu denklemdeki toplam ifadesi daha önce bir boyutlu örgüdeki gibi yapılarak geometrik seri yardımıyla hesaplanabilir ve aşağıdaki sonuca ulaşılır. Böylece elde edilen denklem 2.21 de yerine yazılırsa toplam şiddet denklemini (denklem 2.23) elde ederiz.

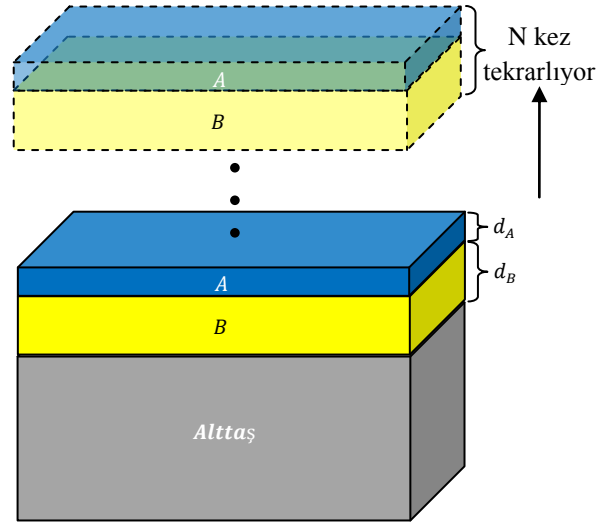
$$\left| \sum_{h_1 h_2 h_3} e^{i\mathbf{q} \cdot \mathbf{T}} \right|^2 = \frac{1}{N^2} \frac{\sin^2\left(\frac{N_1}{2} \mathbf{q} \cdot \mathbf{a}_1\right)}{\sin^2\left(\frac{1}{2} \mathbf{q} \cdot \mathbf{a}_1\right)} \frac{\sin^2\left(\frac{N_2}{2} \mathbf{q} \cdot \mathbf{a}_2\right)}{\sin^2\left(\frac{1}{2} \mathbf{q} \cdot \mathbf{a}_2\right)} \frac{\sin^2\left(\frac{N_3}{2} \mathbf{q} \cdot \mathbf{a}_3\right)}{\sin^2\left(\frac{1}{2} \mathbf{q} \cdot \mathbf{a}_3\right)} \quad [2.22]$$

$$I = I_0 |F(\mathbf{q})|^2 \frac{1}{N^2} \frac{\sin^2\left(\frac{N_1}{2} \mathbf{q} \cdot \mathbf{a}_1\right)}{\sin^2\left(\frac{1}{2} \mathbf{q} \cdot \mathbf{a}_1\right)} \frac{\sin^2\left(\frac{N_2}{2} \mathbf{q} \cdot \mathbf{a}_2\right)}{\sin^2\left(\frac{1}{2} \mathbf{q} \cdot \mathbf{a}_2\right)} \frac{\sin^2\left(\frac{N_3}{2} \mathbf{q} \cdot \mathbf{a}_3\right)}{\sin^2\left(\frac{1}{2} \mathbf{q} \cdot \mathbf{a}_3\right)} \quad [2.23]$$

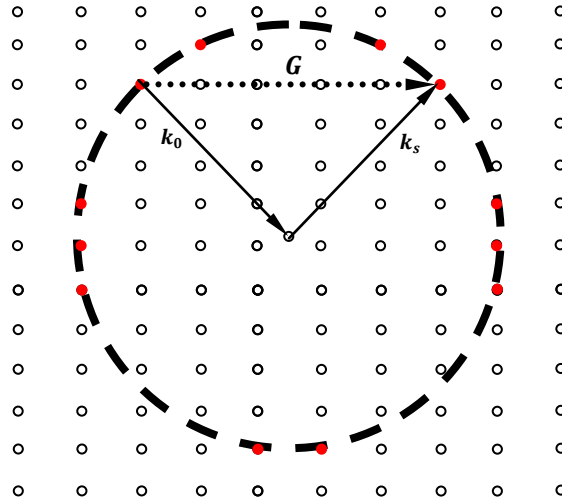
Bu eşitlikte $N_1 a_1$, $N_2 a_2$, $N_3 a_3$ şeklinde verilen ifadeler her bir yöndeki kristal boyutlarını verir. Örneğin N_3 ve a_3 çarpımı a_3 yönündeki kristal boyutunu verir. Eğer bu nicelik 0 alınırsa iki boyuttan saçılma denklemini elde edilmiş olur. Bu denklemde $\mathbf{q} = \mathbf{G}$ sağlandığında (Bragg şartı) şiddetin maksimum olduğunu işaret edelim. Denklem 2.19 de verilen eşitlik bize sadece sonlu kristaldeki kırınımı değil aslında sonsuz kristaldeki kırınımı da üstelik üç boyutta veriyor. Bunun için yapılması gereken eşitlikte N_1 , N_2 ve N_3 değerlerini sonsuza götürmektir.

2.5 Çok Tabakalı Sonlu Kristal Yapıdan Kırınım

Buradan önceki kısımda sonlu ve sonsuz kalınlıklı yapılar için x- ışını kırınım şiddetinin nasıl bulunduğunu gösterdik. Şimdi ise Şekil 2.14 de verilen A ve B materyalden oluşan d_A ve d_B tabaka kalınlıklı üst üste büyütülmüş ve bu ikilinin N defa tekrarlanması ile oluşan çok tabakalı ince film yapısının x-ışını kırınımını hesaplayalım.



Şekil 2.14 Farklı kalınlıklarda farklı atomlardan oluşan iki tabakanın tekrarlanması ile oluşan kalın bir alttaş üzerine büyütülmüş çok tabakalı ince filmin şematik yapısı



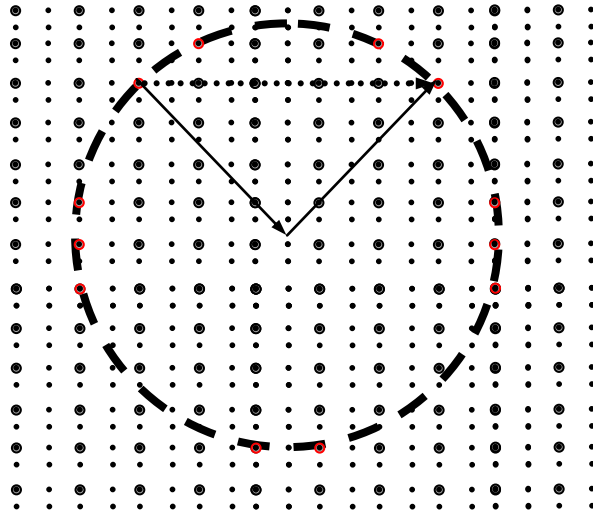
Şekil 2.15 Ewald küresi ile Bragg yasasının sağlandığı noktalar içleri dolu olarak gösterilmiştir.

Bu şekilde oluşturduğumuz yapı için N kez tekrarlanan ikili tabaka kalınlığı $d_T = d_A + d_B$ ve tüm tabakaların kalınlığı $D = N d_T$ ile verilir. Burada basit bir benzerlik ile tüm hesabı tekrar yapmadan genel sonuca ulaşabiliriz. Bunun için kısaca Ewald küresi ve Bragg yasası arasındaki ilişkiye bakmak yeterli olacaktır. Üç boyutlu ters uzayda yarıçapı $|k|$ olan bir küre çizersek bu kürenin örgü noktaları ile kesiştiği yerlerde $\mathbf{q} = \mathbf{G}_{hkl}$ şartının sağlandığı yani Bragg yasasının sağlandığı görülür. Bu

durum Şekil 1.15 de gösterilmiştir. Buradan da anlaşılacağı üzere $2d \sin \theta = n\lambda$ denkleminin sağlandığı açılarda x-ışınları kırınımının şiddeti maksimum olmaktadır. Bu denklem ters uzayda yazılırsa[9]

$$\mathbf{G}_{hkl} = h\mathbf{a}_1^* + k\mathbf{a}_2^* + l\mathbf{a}_3^*$$

olur. Çok tabakalı yapı eklendiğinde ekstradan bir periyodik uzunluk sistemde yeni kırınımalar verecektir. Dolayısı ile bunlarda Ewald küresi içerisinde Bragg yasasını sağlayan yeni noktalar verecektir. Ancak ters uzayda nicelikler $1/\text{uzunluk}$ olarak geldiklerinden bizim d_T ile gösterdiğimiz kalınlık örgüler arası uzaklık olan d ye göre daha büyük olduğundan, ters uzayda bunların oluşturduğu noktalar daha yakın olacaktır. Başka deyişle ters uzayda çizilen örgü noktalarının arasına bu yeni durumu göstermek için daha sık yerleştirilmiş noktalar gelecektir. Bu durum Şekil 2.16 de gösterilmiştir.



Şekil 2.16 Ewald yapılandırmasında çok tabakalı ince filmde kaynaklanan ekstra süper örgü noktaları daha küçük ve daha sık noktalar ile gösterilmiştir. Bu noktaların Ewald küresini kestiği yerlerde çok tabakalı ince film yapısından kaynaklanan ve Bragg şartını sağlayan yeni kırınımalar oluşacaktır.

O halde çok tabakalı (ÇT) yeni durumu içerecek şekilde denklemi yazacak olursak:

$$\mathbf{q}_{\text{ÇT}} = \frac{2\pi m}{d_T} \hat{\mathbf{a}}^* \quad [2.24]$$

Artık m tamsayısı ile yeni noktalar kümesi de yapıcı kırınım oluşturacaktır. Bu durumda Bragg yasası aşağıdaki gibi elde edilir.

$$\begin{aligned}
|\mathbf{G}_{hklm}| &= \frac{2\pi}{d} = \frac{2\pi}{d_{hkl} \pm \frac{d_T}{m}} \\
&= \frac{2\pi}{\frac{d}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \pm \frac{d_T}{m}} \quad [2.25]
\end{aligned}$$

Şekil 2.7 de görülen kırınım sırasında çarpışma tam esnek olduğu için $|\mathbf{k}_s| = |\mathbf{k}_0| = k$ olur. Böylece

$$\Delta \mathbf{k} = \mathbf{k}_s - \mathbf{k}_0 = 2k \sin \theta = \frac{4\pi}{\lambda} \sin \theta \quad [2.26]$$

ifadesi elde edilir. Denklem 2.25 ve 2.26 kullanılarak

$$\left(\frac{n}{d} \pm \frac{m}{d_T}\right) \lambda = 2 \sin \theta \quad [2.27]$$

ifadesi elde edilir. Bu durumda X-ışınları kırınım desenlerinde ne gibi değişiklikler olacağını aşağıda özetleyelim.

- 1) Çok tabakalı yapı yok iken çok küçük açılarda yapılan theta-two theta (GAXS) taramalarında sadece yansıma eğrisi gözlenirken, artık aralarındaki uzaklık $2\pi/d_T$ olan çok tabakalı yapıdan kaynaklanan pikler gözlenecektir.
- 2) Normalde gözlenen materyallere ait x-ışını piklerine ek olarak $2\pi/d_T$ kalınlıklara karşılık gelen periyodik pikler eşlik edecektir.
- 3) Son olarak tüm çok tabakalı yapının kalınlığı D'yi düşünecek olursak bu yapının üst ve altından kırınan ışınlar da bir ekstra pik seti üretecektir. Bu kalınlık şimdiye kadar tartıştığımız tüm d lerden daha büyük olduğundan daha zayıf ancak birbirine tüm piklerden daha yakın bir kalınlık pikleri seti oluşur (Bu durumda Bragg şartı $\left(\frac{n}{d} \pm \frac{m}{d_T} \pm \frac{l}{D}\right) \lambda = 2 \sin \theta$ olur). Bu ancak tabaka düzgünlüğü iyi olan numunelerde ve diğer piklerin yakınlarında gözlenebilir ve bu piklerden çok tabakalı ince filmin toplam film kalınlığı hesaplanabilir.

Buraya kadar yapmış olduğumuz tüm çıkarımlar "Kinematik X-ışını Hesaplaması" olarak adlandırılır.

3 Dinamik X-Işını Kırınımı

3.1 Alttaştan (Tek Tabakadan) Düzgün Yansıma

Daha önce x-ışınlarının şiddeti için 2.23 bağıntısını yazmıştık. Bu bağıntı kinematik x-ışını kırınımı olarak bilinen ikincil ve üçüncül yansımaları hesaba katmaz. Aşağıda dinamik x-ışını kırınımı olarak bilinen ve bu yansımaları da içeren hesaplamaların sonucu verilmiştir. Bu hesaplamalar Parrat formalizmi adı ile bilinen ve elektromanyetik ışınımın (özellikle Elektrik alan bileşeninin) ara yüzeyden geçerken sürekliliği ve süreksizliğini kullanarak yapılan çoklu yansıma hesaplamalarıdır ve burada sadece sonuçlarına yer verilecektir.

Kırılma indisleri $n_{üst}$ ve n_{alt} olan iki ortam arasındaki ara yüzeye şiddeti I_0 olan x-ray ışını çarptığında, bu ışının bir kısmı yansır bir kısmı ise malzemeden geçer. Yansıyan ışının şiddeti aşağıdaki formülle verilir:

$$I = I_0 \text{Exp} \left[-\frac{4 \pi \mu d}{k_{z,üst} \lambda} \right] \left| r \text{Exp} [-2 k_{z,üst}^2 \sigma^2] \right|^2 \quad [3.1]$$

Burada Frensel yansıma katsayısı r , θ_{in} geliş açısı ile ara yüzeye ulaşan bir ışın için ara yüzeyin yansımasını verir [10].

$$r = \frac{n_{üst} \sin \theta_{in} - n_{alt} \sin \theta_{tr}}{n_{üst} \sin \theta_{in} + n_{alt} \sin \theta_{tr}} = \frac{k_{z,üst} - k_{z,alt}}{k_{z,üst} + k_{z,alt}} \quad [3.2]$$

Yüzeyle gelerek üst tabakadan içeriye geçen ışının tabaka yüzeyi ile yaptığı geçiş açısı θ_{tr} , gelen ışının tabaka yüzeyi ile yaptığı geliş açısı θ_{in} olarak alınırsa θ_{in} ve θ_{tr} açıları arasındaki ilişki Snell yasası aracılığıyla verilir [11,12].

$$n_{üst} \cos \theta_{in} = n_{alt} \cos \theta_{tr} \quad [3.3]$$

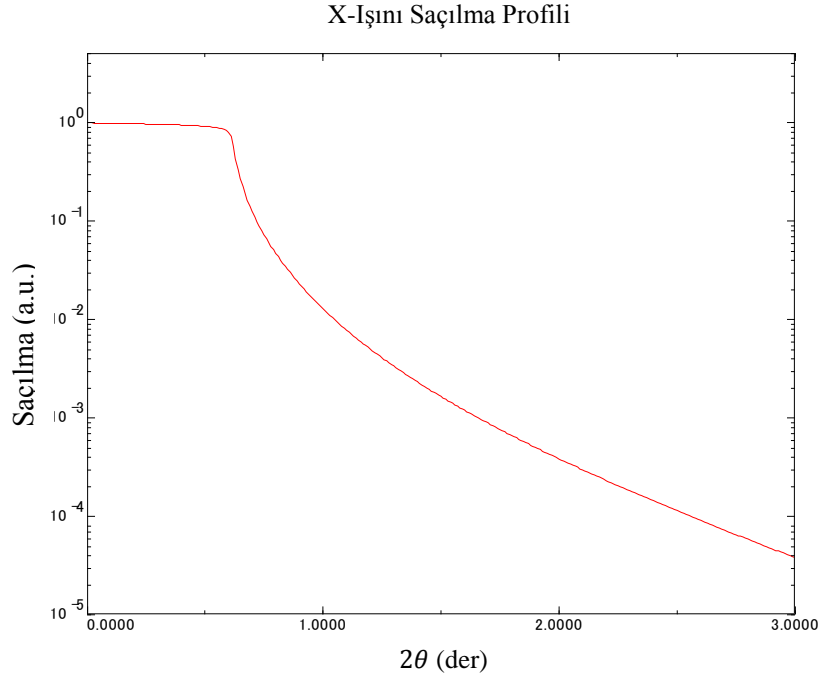
(3.1) formülündeki üstel çarpan, d derinliğine kadar giren x-ışınları için tabakada oluşan soğurmayı veren terimdir. Burada μ lineer soğurma katsayısı olarak bilinen malzemeye bağlı bir sabittir [13].

Gerçek ara yüzeyler pürüzlüdür. (3.1) formülündeki ikinci üstel çarpan pürüzlülüğün kare ortalamasının karekökü (r.m.s) σ ile pürüzlü ara yüzeyde azalan

yansımalarının açıklamasıdır. j ortamındaki dalga vektörünün normal ara yüzey bileşeni, $k_{z,j}$, aşağıdaki formülle verilir[12].

$$k_{z,j} = \frac{2\pi}{\lambda} n_j \sin \theta_j \quad [3.4]$$

Şekil 4.1 birim ara yüzeye karşılık gelen geliş açısına karşı kırılma şiddetinin eğrisini gösterir. Bu eğri (4.1) formülü kullanılarak hesaplanır.

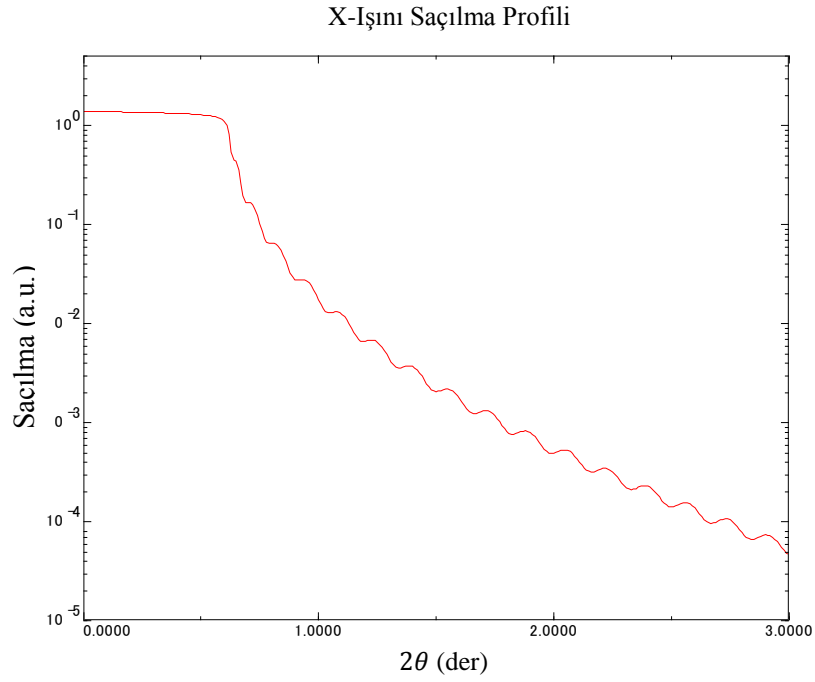


Şekil 3.1 Düzgün kalın bir filmde oluşan küçük açı yansıması

Bu eğri düzgündür ve geliş açısı malzemenin kritik açısından daha büyük olduğunda açının artmasıyla hızla azalır. X-ray dalga boylarında çoğu malzemenin kırılma indisi hafifçe azalır, böylece x-ışınları geliş açısı kritik açı $\theta_c \approx \arccos n_{alt}$ ndan daha düşük olduğunda tamamen yansır.

3.2 Bir Alttař Üzerinde-Tek Tabakadan Elde Edilen Düzgün Yansıma

Bir önceki örnek sadece alttařtan elde edilen yansıma olarak düşünülebilir. Bu alttař üzerine kalın bir film büyütülürse o zaman ikinci bir ara yüzey oluşur. Bu durumda her bir tabaka tarafından yansıyan x-ışınlarının toplam şiddeti iki tabakanın ara yüzeyi tarafından yansıtılan x-ışınları koherent üst üste binmeleri sonucu oluşur. Şekil 3.2 de logaritmik ölçekle çizilen yansıma (reflection) eğrisi net bir şekilde ikinci tabakanın eklenmesinden dolayı oluşan kalınlık piklerini göstermektedir.



Şekil 3.2 GaAs alttař üzerine büyütölmüş 350 Angstrom kalınlıklı GaSb tabakasından elde edilen küçük açđ yansıması

Matris metodu, sık sık tabakalı filmlerde yansıma hesaplamasında kullanılır. Kullanılan matris metodu, havadaki elektrik alanın büyüklüğü ve başlangıç fazı geçiř matrisinden dolayı alttařtaki deęeri ile ilişkilidir. Burada kullanılan matris metodu tıpkı kuantum teorisindeki bir kuyu problemi için sınır bölge geçiřlerinde fonksiyonlar arası ilişki kurmakta kullanılan katsayılar matrisine benzer bir işleve sahiptir. Yani buradaki geçiř matrisi havadan tabakaya ve tabakadan alttařa geçiři saęlar [12].

$$\begin{bmatrix} U(+k_{z,0}, z = 0) \\ U(-k_{z,0}, z = 0) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} M_{11} & M_{12} \\ M_{21} & M_{22} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} U(+k_{z,s}, z = D_s) \\ U(-k_{z,s}, z = D_s) \end{bmatrix} \quad [3.5]$$

Denklem 3.5 için (+) işareti ortamlara gelen elektrik alan bileşeninin yukarı doğru hareketine ve (-) işareti elektrik alan bileşeninin aşağı doğru hareketine karşılık gelir. ($z=0$ üst hava ara yüzey tabakasına karşılık gelir ve $z = D_s, D_s$ derinliğinde yerleşmiş ara yüzey alttaş tabakası altına karşılık gelir)

$$\begin{aligned} U(+k_{z,j}, z = D_j) &= A_j^+ \text{Exp} [+i k_{z,j}] \\ U(-k_{z,j}, z = D_j) &= A_j^- \text{Exp} [-i k_{z,j}] \end{aligned} \quad [3.6]$$

A_j^+ ve A_j^- j tabakası boyunca aşağı ve yukarı hareket eden dalgaların genlikleridir. ($j=0$ havaya karşılık gelir, $j=s$ alttaşa karşılık gelir).

Geçiş katsayısı geçen elektrik alanın iç elektrik alana oranı olarak tanımlanırken, yansıma katsayısı malzemenin yansıyan elektrik alanının yüzeyindeki iç elektrik alana oranı olarak tanımlanır. Bu katsayılar aşağıdaki formüller ve geçiş matrisi kullanılarak hesaplanabilir:

$$r = \frac{M_{12}}{M_{22}}, \quad t = \frac{1}{M_{22}} \quad [3.7]$$

Sadece iki ara yüzey varsa (bir alttaş üzerine büyütülen tabaka), geçiş matrisi üç 2×2 matrisinin çarpımıdır:

$$M = R_{hava-\text{üst}} T_{tabaka} R_{alt-\text{alttaş}} \quad [3.8]$$

R kırılma matrisleri ve T geçiş matrisi aşağıdaki yolla belirlenir:

$$\begin{aligned} R_{j,j+1} &= \frac{1}{t_{j,j+1}^*} \begin{bmatrix} 1 & r_{j,j+1}^* \\ r_{j,j+1}^* & 1 \end{bmatrix} \\ T_j &= \begin{bmatrix} f_j^- & 0 \\ 0 & f_j^+ \end{bmatrix} \end{aligned} \quad [3.9]$$

Burada $r_{j,j+1}^*$ ve $t_{j,j+1}^*$ j ve j+1 ortamları arasında kalan ara yüzeye karşılık gelen yansıma ve geçiş Fresnel katsayılarıdır. Daha önce yapılan tanımlarına ek olarak ara yüzey pürüzlülüğünü içeren bir üstel terim içermektedirler.

$$r_{j,j+1}^* = r_{j,j+1} \text{Exp} [-2k_{z,j} k_{z,j+1} \sigma_{j+1}^2] \quad [3.10]$$

$$t_{j,j+1}^* = t_{j,j+1} \text{Exp} \left[(k_{z,j} - k_{z,j+1})^2 \sigma_{j+1}^2 / 2 \right]$$

Geçiş Fresnel katsayısı aşağıdaki formülle verilir

$$t_{j,j+1} = \frac{2 n_j \sin \theta_j}{n_j \sin \theta_j + n_{j+1} \sin \theta_{j+1}} = \frac{2 k_{z,j}}{k_{z,j} + k_{z,j+1}} \quad [3.11]$$

Geçiş matrisindeki her bir f_j^{\mp} terimi iki çarpanın çarpımıdır [13].

$$f_j^{\mp} = \text{Exp} \left[-\frac{\pi \mu_j}{k_{z,j} \lambda} d_j \right] \text{Exp} [\mp i k_{z,j} d_j] \quad [3.12]$$

(3.12) formülündeki ilk terim j tabakasındaki x-ray in soğurması , d_j tabakanın kalınlığı ve μ_j malzeme tabakalarının lineer soğurma katsayısıdır. İkinci çarpan bir faz faktörüdür, j-1 ve j ara yüzeyindeki yansımış x-ray ışınları arasındaki fark fazı belirler.

3.3 Çok Tabakalı İnce Filmlerden Düzgün Yansımaya

Genelde, tabakalaşmış film tarafından yansıtılmış x-ray in toplam şiddeti her ara yüzeyde yansıyan koherent x-ışınının üst üste binmesidir. Genel durumdaki geçiş matrisi basit matris çarpımı ile bulunabilir.

$$M = R_{air,1} T_1 R_{1,2} T_2 \dots R_{N,substrate} \quad [3.13]$$

(3.13) denklemleri ile verilen M yansımaya katsayısının değeri dinamik olarak elde edilir.

4 Epitaksiyel Çok Tabakalı İnce Filmlerin X Işınları Kırınımı ile İncelenmesi

Bu kısımda tartışacağımız x-ışını taramaları dedektör ve kaynağın geometrisine göre tarama tipi sınıflandırılır. Büyütme eksenine ile ilişkili olan momentum geçiş vektörünün (\mathbf{q}) yönü bu amaç için temel kriter olarak alınır. Yani; momentum geçiş vektörü (\mathbf{q}) büyütme düzlemi doğrultusunda ise (numune düzlemine dik ise) bu taramaları dik (**out-plane**) x-ışını taramaları olarak adlandırırız. Benzer şekilde momentum geçiş vektörü (\mathbf{q}) büyütme düzlemine dike yani numune düzleminde ise, bu taramalar paralel (**In-plane**) x-ışını taramaları olarak adlandırılır. Son durum momentum geçiş vektörü (\mathbf{q}) ne 0° ne de 90° olan büyütme doğrultusu ile χ (chi) açısı yapan durumdur özel bir adı yoktur. Benzer tipteki taramaları sınıflandıran basit bir şema sağlamak x-ışını taramalarını iki ana başlık altında incelememize yol açar ve daha anlaşılır olmasını sağlar. Bu iki başlık ise dik (**Out-Plane**) ve paralel (**In-Plane**) taramalarıdır.

4.1 Dik (Out-Plane) X-Işını Taraması

Bu tip taramalar Şekil 4.1'de gösterildiği gibi yansıma geometrisinde yapılmaktadır. Momentum geçiş vektörü ($\mathbf{q} = \Delta\mathbf{k}$) taranan numune düzlemine diktir. Birkaç basit işlem yardımıyla geçiş vektörünün düzleme dik olduğunu gösterebiliriz.

$$\mathbf{q} = \Delta\mathbf{k} = \mathbf{k}_s - \mathbf{k}_0 \quad [4.1]$$

Bu eşitlik Şekil 4.1 de görülmektedir. Ayrıca çarpışma esnek olduğu için;

$$|\mathbf{k}_s| = |\mathbf{k}_0| = k \quad [4.2]$$

ifadesi elde edilir. Denklem 4.1'in karesi alınır ve elde edilen ifade için 3.2 kullanılırsa denklem 4.3 elde edilir.

$$\begin{aligned} \Delta k^2 &= k_s^2 + k_0^2 - 2k_s k_0 \cos 2\theta \\ &= 2k^2 (1 - \cos 2\theta) \end{aligned} \quad [4.3]$$

elde ettiğimiz denklem 4.3 için $\cos 2\theta = \frac{1 - \sin^2(\theta)}{2}$ ifadesi yazılırsa

$$\Delta k^2 = 2k^2 \left(1 - \left(\frac{1}{2} - \frac{1}{2} \sin^2(\theta) \right) \right) \quad [4.4]$$

Denklem 4.4 elde edilir

$$\Delta k^2 = 2 k^2 \left(\frac{1 - \sin^2(\theta)}{2} \right)$$
$$\Delta k^2 = k^2 \cos^2 \theta \quad [4.5]$$
$$\Delta k = k \cos \theta$$

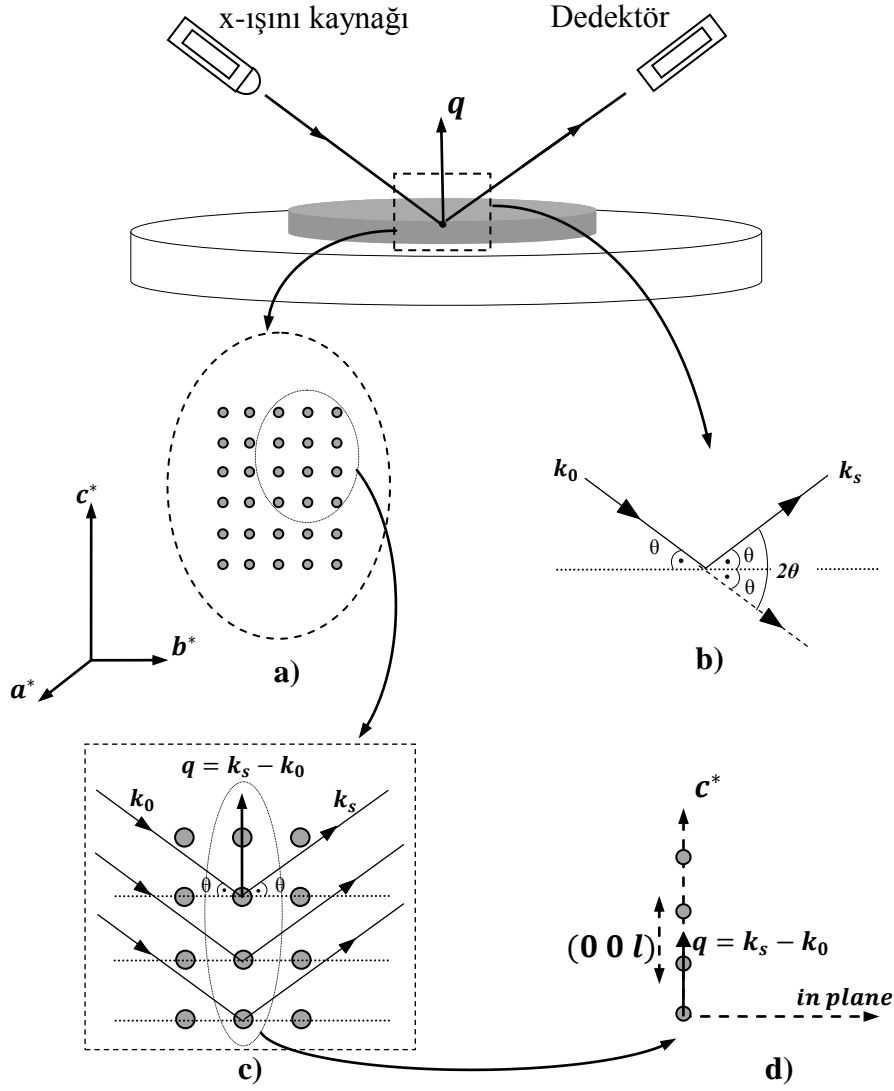
denklem 4.5 ile her açı değeri için Δk nın düzleme dik olduğunu görüyoruz.

Yine aynı denklemden geliş açısının değişimi sayesinde momentum geçiş vektörünün yönünü değiştirmeksizin büyüklüğünü değiştirebiliriz. Böylece, bu şekilde yapılan X-ışını taraması büyütme eksenini boyunca çok tabakalı yapıyı araştırır. Bu tip taramanın kırınım şekillerinden, ince çok tabakalı yapının periyodu, katman kalınlığının değişimi, ara yüzlerin keskinliği, katmanlar arasındaki yayınım, dik zorlanma ve materyallerin kristalografik yönelimi hakkında bilgi elde ederiz.

Düzenli çoklu tabaka periyodunun direk kanıtını ve ara yüzeylerin keskinliği bize verdiği için, yapısal ve manyetik özelliklerin karşılıklı bağılılığı, bu tarama şeklini en önemli ve yaygın kullanılan x-ışını taraması yapar. Dik x-ışını taraması alt gruplara bölünebilir. Tartışacağımız bu taramaların ilki θ - 2θ olarak adlandırılır.

4.1.1 θ - 2θ Taraması

Kalın bir alttaş üzerine büyütülen ince filmler için bu taramalar genellikle yansıma geometrisinde oluşturulur ve bazen de (001) taramaları olarak da değinilebilir. Şekil 4.1 de bir θ - 2θ taraması adım adım gösterilmektedir. İlk şekilde bizim kullandığımız x-ışını tarama sistemimizin basit bir biçimde x-ışını kaynağı, dedektörü, numune tutucu üzerine kabaca çizilmiş ve tutucu üzerinde numune gösterilmiştir. Şekil 4.1 b de ters uzayda tek bir örgü noktasından yansıma, c ve d de ise taramanın ters uzayda örgü noktaları üzerinden nasıl gerçekleştiği göstermiştir.

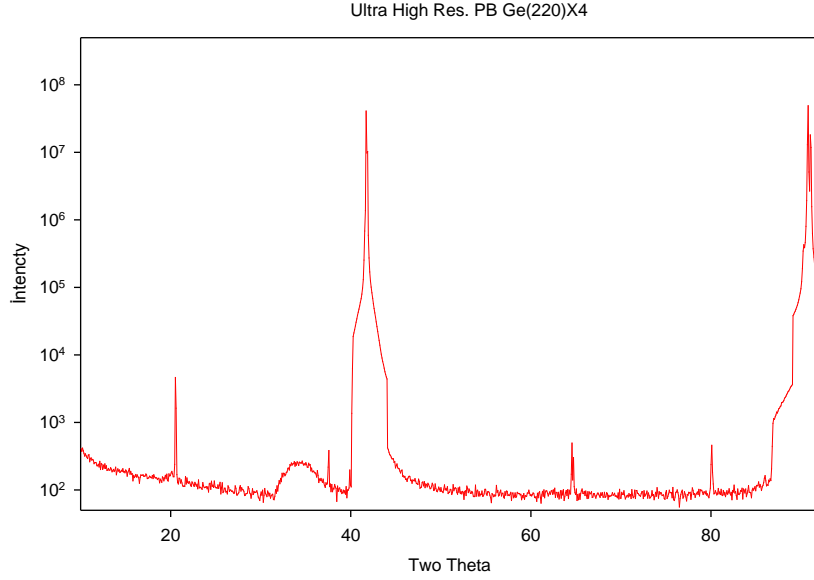


Şekil 4.1 Dik theta-two theta tarama geometrisi ve ters uzay

Bu radyal taramalar büyütme doğrultusuna paralel numune düzlemlerini taramamızı sağlar. Bu tarama ters örgü gösterimi düşünülerek daha güzel anlaşılabilir. Şekil 4.1 (d) 'de gösterildiği gibi momentum geçiş vektörünün ucu ters uzayın orijinden geçen bir çizgi boyunca c^* yönelimini tarar.

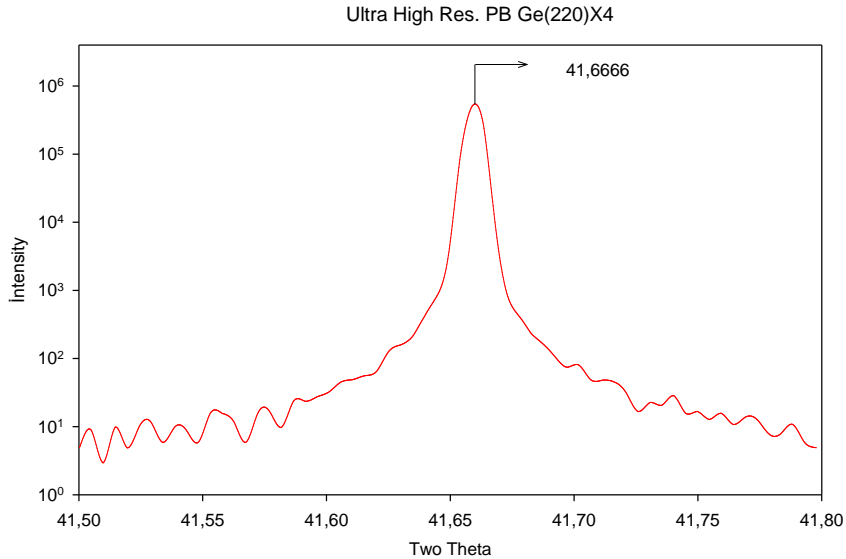
Genel olarak $\theta - 2\theta$ dikey x-ray taramalarını iki şekilde düşünmek faydalıdır. Bunlar küçük açı x-ray taraması (**SAXS**) ve büyük açı x-ray taraması bölgesidir (**LAXS**). SAXS bölgesi $2\theta \leq 8^\circ$ karşılık gelir. Diğer bir tarama şekli olan LAXS, daha büyük açı değerleri için yapılan tarama tipidir. Bu tarama ile kristalografik yönelimleri, kristallik durumu ve gerilme-büzülme derecesi gibi katmanlarının yapısal detaylarına hassas bir biçimde bağlıdır.

Buraya kadarki kısımda dik (out-plane) θ - 2θ taramasının nasıl yapıldığını ve sistem geometrisini gördük. Anlatılan taramanın tam anlaşılması için, c (0006) yöneliminde büyütülmüş tek kristal safir (Al_2O_3) ile yapılan θ - 2θ taraması sırasında elde edilen grafik Şekil 4.2 de verilmiştir.



Şekil 4.2 Safir için dik (Out-plane) geometride θ - 2θ taraması

Tarama oldukça geniş bir aralıkta yapılmış ve numune analiz edilmiştir. Bu grafikte görülen şiddetleri yüksek olan izinli kırınım açılarının yakın değerleri detaylı olarak taranmış ve bu taramalardan birinde Şekil 4.3 te verilen grafik elde edilmiştir.



Şekil 4.3 Tek kristal safir için (0006) kırınım piki x-ışını taraması

Yapılan tarama ile elde grafik için görülen pikin maksimum noktasının 2θ cinsinden açı değerinin 41.666 olduğu Şekil 4.3 de görülmektedir. Safir (0006) için yapılan taramada maksimum pikin olması gereken açı değerini birde $d_{h,k,i,l} = \frac{1}{\sqrt{\frac{4}{3a^2}(h^2+k^2+hk)+\frac{1}{c^2}l^2}}$

denklemleri ile hesaplayalım. Denklemlerde safir için örgü sabiteleri olan $a = 4.785$, $c = 12.991$ alınır. Ayrıca yönelim (0006) olduğu için $h = 0$, $k = 0$, $i = 0$ ve $l = 6$ alınarak d hesaplanır ve bulunan değer Bragg kırınım yasasında (2.9) yerine yazılırsa kırınım açısı $\theta=20.83$ olarak bulunur. Bulunan açı değeri için $2\theta = 41.66$ olduğundan büyütülmek istenilen örneğin ve yönelimin elde edildiğini görebiliyoruz.

4.1.2 Sallantı Eğrileri (Rocking Curve)

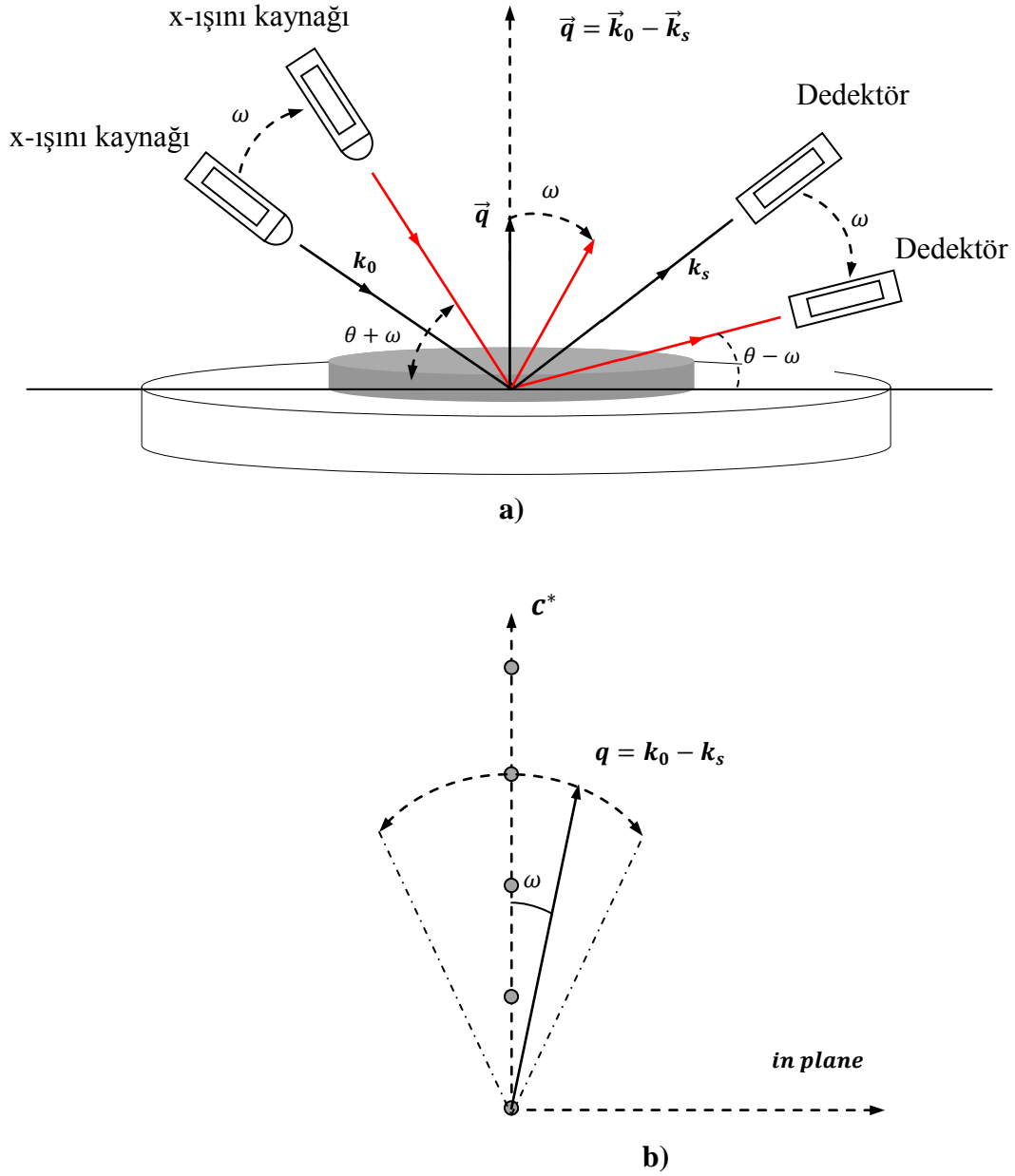
Dik sallantı eğrileri (Out-plane rocking curve) taramaları için, tipik bir $\theta - 2\theta$ tarama geometrisi ile başlarız. Daha sonra Şekil 4.4 (a) da görüldüğü gibi x-ışını kaynağı ile dedektör arasındaki açıyı değiştirmeksizin numuneyi sallarız. Bizim sistemimizde numune yerine x-ışını kolu ve dedektör aynı anda hareket ettirilerek aynı sonucu vermektedir (Şekil 4.4 a bu durumu göstermektedir). Bu sallanma açısı ω ile gösterilmektedir. Dik sallantı eğri (rocking curve) taramaları ara yüzlerdeki pürüzlüğü (roughness) ve paralel (in-plane) koherence boyu hakkında bilgi sağlar. Şekil 4-4 (b) ise bu taramanın ters uzayda ki ifadesi gösterilmiştir. Şekilden açıkça görüldüğü gibi, tarama sırasında momentum geçiş vektörünün (\mathbf{q}) büyüklüğü sabittir. Bu ifade ise;

$$q_{in}^2 + q_{c^*}^2 = \text{sabit} \quad [4.1]$$

olarak verilir. Burada q_{in} \mathbf{q} vektörünü in-plane düzlemindeki iz düşüm vektörüdür ve bu vektörün büyüklüğü aşağıdaki denklem ile bulunabilir

$$q_{in} = \sqrt{q_{a^*}^2 + q_{b^*}^2} \quad [4.2]$$

Burada q_a ve q_b in-plane düzlemindeki q_{in} vektörünün eksenlerdeki bileşenleridir.



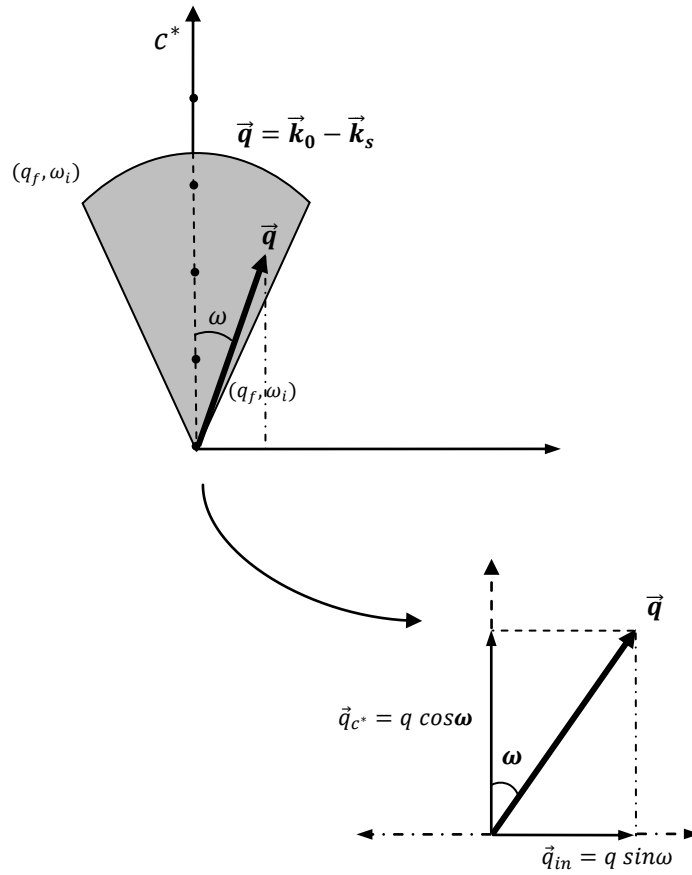
Şekil 4.4 Dik rocking curve taraması (a) gerçek uzay, (b) ters uzay

Sallantı eğrilerinin FWHM (full weight at half-maximum) değeri büyütülen kristalin düzlemde ortalama uzunluğunu verir (island size-coherence length). Bu nedenle in plane taraması için Γ aşağıda verilen denklem yolu ile hesaplanabilir.

$$\Gamma = \frac{2\pi}{\Delta q_{in}} \quad [4.3]$$

4.1.3 Ters Uzay Haritalama (RSM) Taraması

Yukarıda anlatıldığı gibi, $\theta-2\theta$ ve sallantı eğrisi (rocking curve) taramaları oldukça önemli bilgiler elde etmemizi sağlar. Bu iki taramanın karışımı bize ters örgü uzayının tam bir haritasını vererek en küçük detayı dahi görmemizi sağlar. Bu nedenle bu metot güçlü piklere yakın olan diğer pikleri de gözlemlenmesine olanak sağlar. Ayrıca büyütülen numune ile alttaş arasında paralellik (in-plane) ilişkisi bu tarama yardımı ile rahatça gözlemlenebilir. Şekil 4-5 ters uzayda bu taramayı örneklendirmiştir.



Şekil 4.5 Ters uzayda $\theta-2\theta-\omega$ (omega) tarama gösterimi.

Bu eşitliklerden, biz ω ve θ ' ın fonksiyonu olarak şiddeti kaydederek (q_{in}, q_{c^*}) olarak tanımlanan ters örgü düzleminin bir şiddet profilini alacağımız açıktır. q_{in} 'in bileşenlerini

$$\begin{aligned} q_{a^*}^2 &= q_{in} \cos \chi \\ q_{b^*}^2 &= q_{in} \sin \chi \end{aligned} \quad [4.3]$$

olarak yazabiliriz. q_a^* ve q_b^* vektörleri momentum geçiş vektörünün ters uzayda a^* ve b^* eksenlerindeki izdüşüm vektörleridir. χ ise a^* eksenine ile yapılan açıdır.

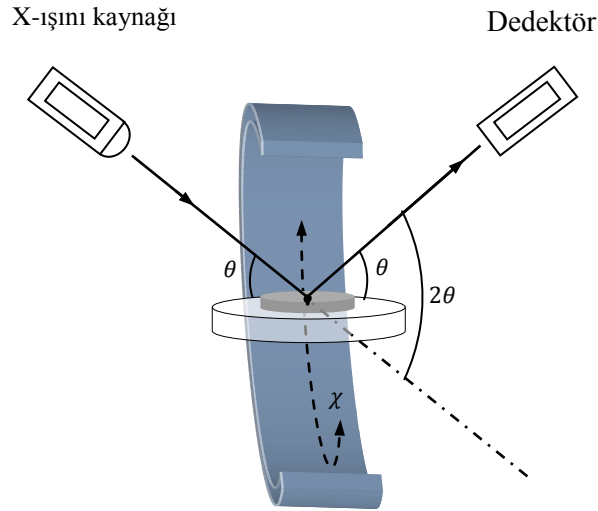
Bu tarama seçilen ters uzay bölgesini sınırlayıcı (θ_i, θ_f) , (ω_i, ω_f) açıları hesaplanarak yapılır. Bir sonraki adım her bir θ ve ω için şiddet değerlerinin tüm aralığını bir matris datası üzerinde toplamak ve uygun bir grafik üzerinde sonuçları göstermektedir.

4.1.3 GAXS (Grazing Angle X-Ray Scattering)

Bu X-ışını tarama şekli SAXS (Small Angle X-Ray Scattering) taraması ile çok yakın özelliklere sahip bir tarama biçimidir. GAXS taraması theta-two theta taramasının ilk 8 derecesi için yapılan detaylı tarama biçimidir.

4.1.4 χ (Chi) Taraması

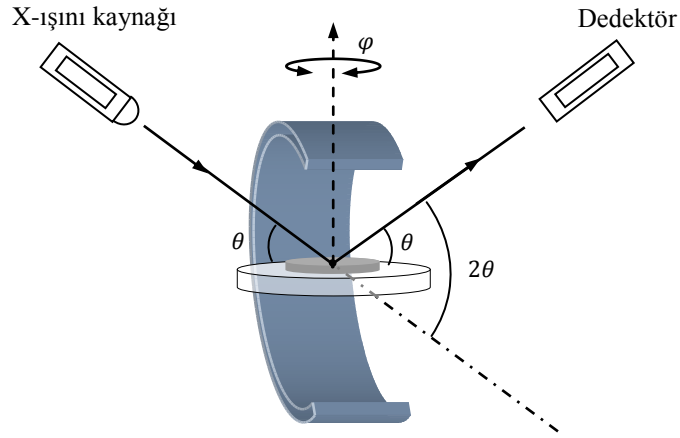
Dik (Out plane) χ (chi) taramasını yapmaktaki esas amacımız büyütülen düzlemlerinin yöneliminin gerçekten numune düzlemine paralel midir? Yoksa alttaş ile büyütülen tabakalar arasında bir açı var mıdır, bazı durumlarda yanlış kesilme (miscut) var mıdır anlamamızı sağlar.



Şekil 4.6 X-ışını tarama sistemine ait ganyometre ve bu ganyometre üzerinde Chi taramasının gösterimi

4.1.5 ϕ (Phi) Taraması

Bu tarama biçiminde belirli two theta açısı için numune aşağıda verilen Şekil 4-7 de olduğu gibi döndürülerek yapılır. Bu taramada momentum geçiş vektörünün (q) büyüklüğü sabit kalır. In-plane geometrisinde bu tarama oldukça önemlidir, ancak out-plane geometride sadece yüzeye dikliğin bir incelenmesinden ibarettir.



Şekil 4.7 X-ışını tarama sistemine ait ganyometre ve bu ganyometre üzerinde ϕ (Phi) taramasının gösterimi

4.2 Paralel (In Plane) X-ışını Taramaları

Bu bölümde X-ışını taramalarından in-plane taramasının nasıl yapıldığına ve tarama türlerine değineceğiz.

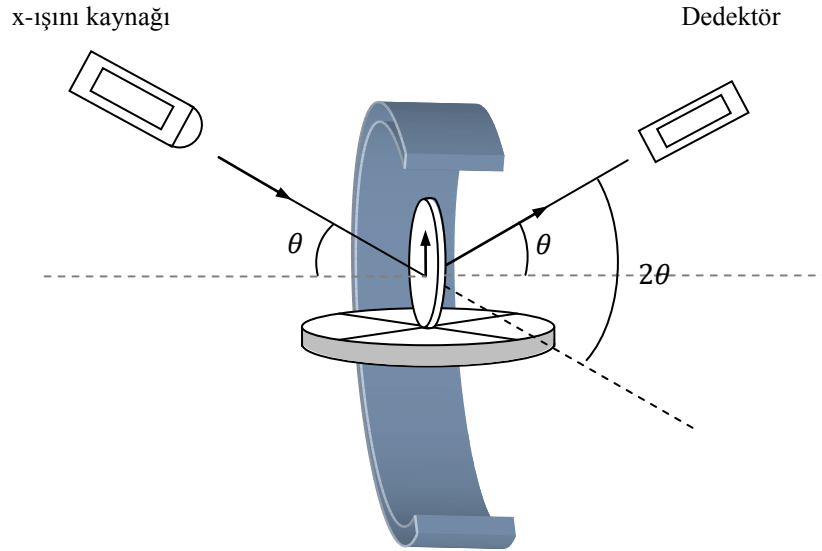
Daha önce değindiğimiz numune yüzeyine dik olan dikey x-ışını taramaları ile in-plane taramaları arasındaki fark dikey x-ışını taramalarının yansıma geometrisinde in-plane taramalarının ise transmisyon düzlemi geometrisinde olmasıdır. Bir in-plane taramasında, tüm tarama boyunca momentum geçiş vektörü kristal düzlemi içerisinde kalır. Ayrıca farklı olarak in-plane rocking curve taraması ile momentum geçiş vektörü büyütme düzlemine dik olacak şekilde sallanarak yapının detaylı bir analizi yapılabilir.

Bu tarama ile alınan ölçümler numune yüzeyine dikey olan örgü yüzeylerini anlamamızı sağlar. Yüksek hassasiyetli ölçümler sayesinde alttaş için x-ışını kırılması yada saçılması ile kristal yönelimi, kristal kalitesi, ince filmdeki bozuklukları anlamamızı sağlar.

Şimdi in-plane tarama düzleminde yapabildiğimiz bazı tarama türlerine bakalım.

4.2.1 θ - 2θ Taraması

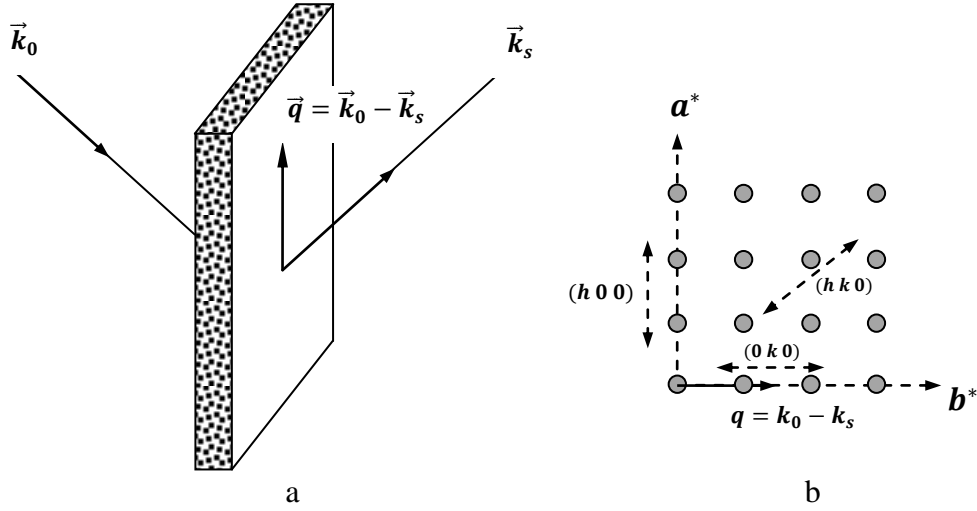
Öncelikle vurgulanması gereken nokta, laboratuvarımızda kurulu olan X-ışını tarama sistemi (Rigaku) sayesinde birkaç farklı yöntem ile farklı numune yüzeyine paralel geometrilere θ - 2θ taramasının yapılmasına olanak sağlamasıdır. Bu tarama türlerini sırasıyla açıklayalım. İlk açıklayacağımız paralel (in-plane) tarama türü aslında dik (out-plane) geometride θ - 2θ taramasının neredeyse aynısıdır. Tek fark numunenin tutucu üzerine Şekil 4.8 de görüldüğü gibi dik olacak bir konumla yerleştirilmesidir.



Şekil 4.8 In-plane geometride θ - 2θ taraması (Numune dik durumda)

Şekil 4.8 de görüldüğü gibi numune, tutucu üzerinde x-ışını gelme doğrultusuna dik olacak bir konumda yerleştirilir. Daha sonra şekilde görüldüğü gibi θ - 2θ taraması yapılır.

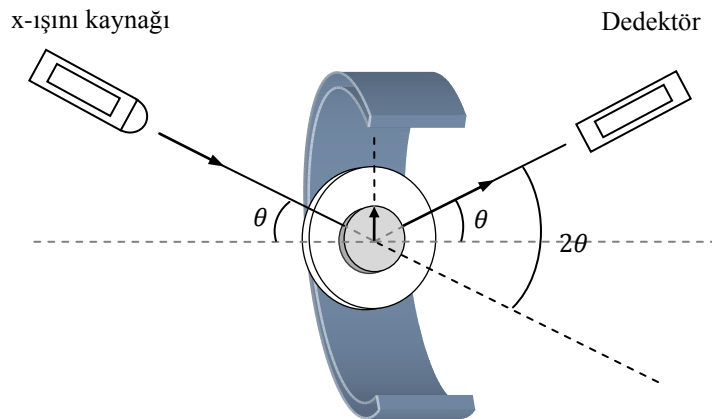
Şekil 4.8 de gösterilen in-plane taramasının birde gerçek uzay ve ters uzayda nasıl gerçekleştiğine daha ayrıntılı bakalım. Şekil 4.9 a da gösterilen çizim, taramanın gerçek uzayda numune üzerinde nasıl gerçekleştiği, 4.9 b'de gösterilen ise taramanın ters uzayda örgü noktalarında nasıl gerçekleştiğidir.



Şekil 4.9 In-plane $\theta - 2\theta$ taramasının ters uzay gösterimi

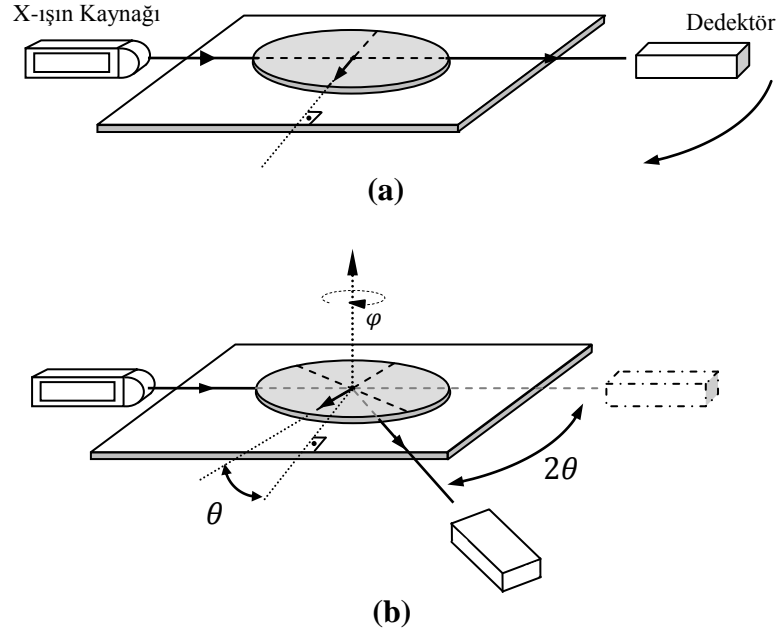
Bu tarama transmisyon geometrisindedir ve tıpkı daha önceden tanımladığımız dik $\theta - 2\theta$ taramasına benzer biçimde yapılır. Bu tarama ile yapının paralel (in-plane) düzlemindeki kristalografik yapısını belirleriz. Ayrıca tüm bunlara ilave olarak epitaksiyel büyütme sırasında paralel (in-plane) düzleminde oluşan zorlama ve stresleri ortalama değerinin tam olarak belirlenmesine olanak sağlar.

Paralel (in-plane) geometride yapabildiğimiz diğer bir $\theta - 2\theta$ taraması Şekil 4.10 da gösterildiği yapılır. Taramaya yine tıpkı out-plane $\theta - 2\theta$ taraması gibi başlanır ve χ (chi) açısı 90 derece yapılarak Şekil 4.10 elde edilir daha sonra $\theta - 2\theta$ taraması başlatılır.



Şekil 4.10 In-plane theta-two theta taraması

In-plane geometride yapabildiğimiz en son θ - 2θ taraması ise x-ışını kaynağının sabit tutularak dedektörün Şekil 4.11 a’da görüldüğü gibi ok yönünde hareket ettirilmesi ile gerçekleştirilir. Bu paralel (in-plane) tarama türü birçok x-ışını sisteminde bulunmayan (yatayda hareket edebilen dedektör sistemi), ancak laboratuvarımızdaki Rigaku x-ışını sisteminde bulunan özel bir tarama türüdür.



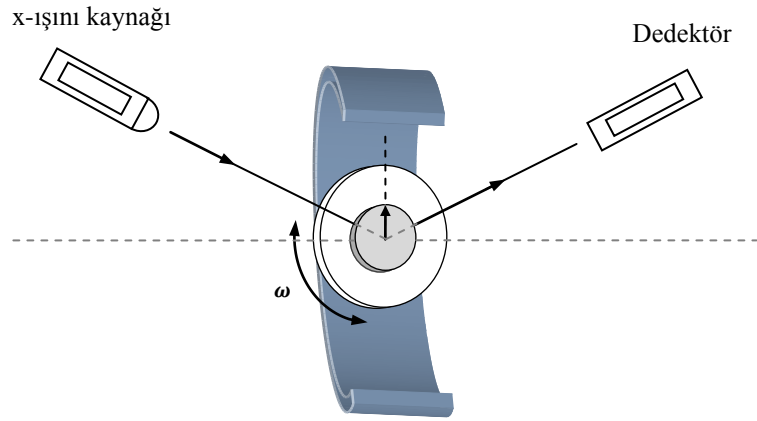
Şekil 4.11 In-plane geometride θ - 2θ taraması

Taramanın gerçekleşebilmesi için ve taramanın θ - 2θ taraması olabilmesi için momentum geçiş vektörünün (\mathbf{q}) numune içerisinde doğrultusunun değiştirilmeden sadece büyüklüğünün değiştirilmesi gerekmektedir. Tarama sırasında momentum geçiş vektörü doğrultusunun korunması için Şekil 4.11 b’de görüldüğü gibi dedektör 2θ döndürülürken numunenin aynı yönde θ kadar döndürülmesi gerekir. Ayrıca bu şekilde dedektörün numuneden iki kat hızlı dönmesi tarama boyunca eş zamanlı olmalıdır. Yani tarama boyunca dedektör $\frac{\Delta\theta}{\Delta t}$ açısal hızı ile hareket ederken numune aynı yönde $\frac{1}{2} \frac{\Delta\theta}{\Delta t}$ açısal hızı ile aynı yönde döndürülmelidir.

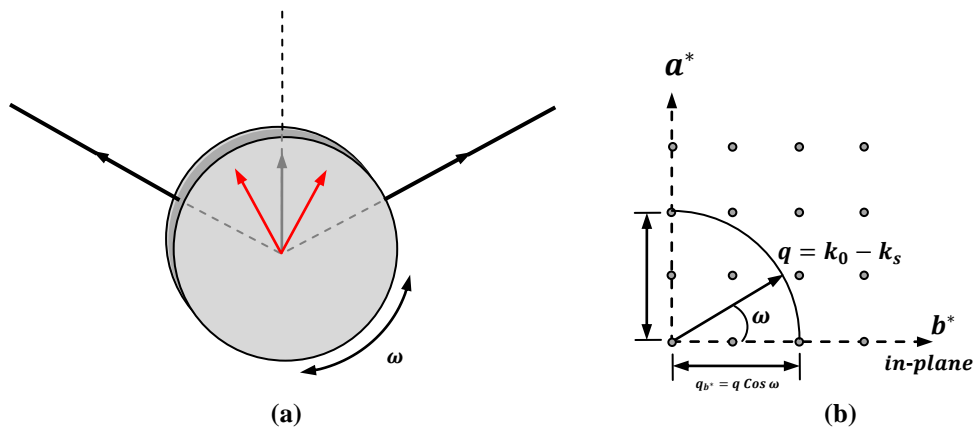
4.2.2 Sallantı Eğrileri (Rocking Curve)

Verilen bir pik için $\theta-2\theta$ tarama geometrisi ile salınım eğrileri (rocking curve) taramalarına başlarız ve daha sonra momentum geçiş vektörü etrafında numuneyi sallarız (Şekil 4.12). Daha önce belirtilen üç değişik şekillenim için bu tarama yapılabilir. Sadece bir tanesini örnek vereceğiz, diğerleri için de benzer taramalar yapılabilir. Şekil 4.13 (a) numune üzerinde taramanın nasıl gerçekleştiği, Şekil 4.13 (b) de ise ters uzayda tarama nasıl gerçekleştiği resmedilmektedir. Bu tarama bir sallantı eğrileri taraması olduğu için momentum geçiş vektör büyüklüğü sabittir.

$$q_{in}^2 + q_c^{*2} = \text{sabit}$$



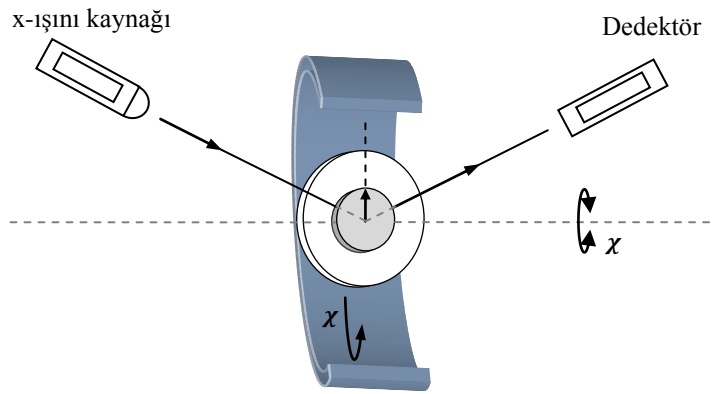
Şekil 4.12 In-plane rocking curve taraması



Şekil 4.13 Numune üzerinde in-plane rocking curve taramasının ayrıntılı gösterim (a) gerçek uzay (b) ters uzay

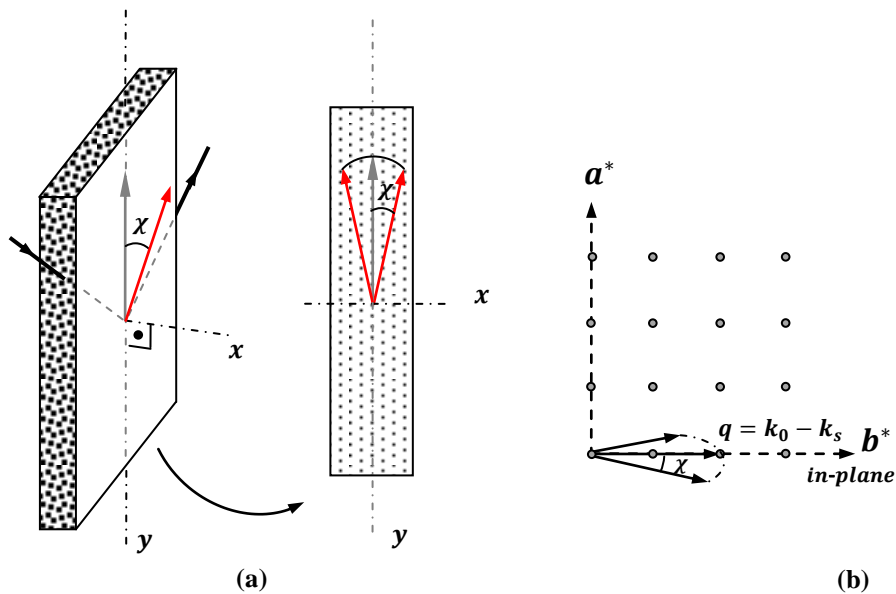
4.2.3 χ (Chi) Taraması

Paralel (In-plane) taramaları için, numune yer tespiti yapıldıktan ve paralel (in-plane) alttaş pikleri bulunduğundan sonra alttaş ve çoklu tabaka yapısı arasında epitaxial ilişkiye bağlı olan diğer piklerini ararız. Yani büyütme sırasında alttaş ile çoklu tabakalar arasında herhangi bir kırılma yada dönme olup olmadığına bakmak için bu taramayı yaparız. Bu tarama sallantı eğrileri (rocking curve) taramalarına oldukça benzer yapıdadır. Hatta bu taramalar paralel geometride sallantı eğrileri (rocking curve) taramalarının özel tipidir. Yani θ ve 2θ açısı verilen pik değerine ayarlanır ve daha sonra numune Şekil 4.14 de görüldüğü gibi chi ekseninde sallanır.



Şekil 4.14 İn plane geometride Chi taraması

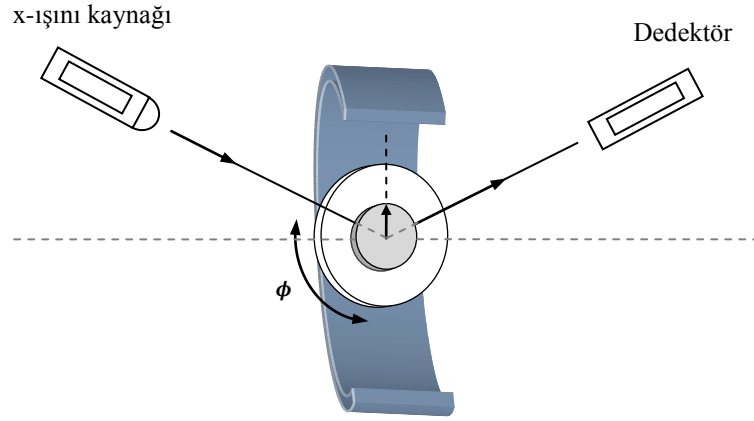
Şekil 4.14 de χ (chi) taramasının numune üzerinde nasıl gerçekleştiğini, Şekil 4.15 a'da tarama eksenlerini Şekil 4.15 b de ise ters uzayda taramayı görüyoruz.



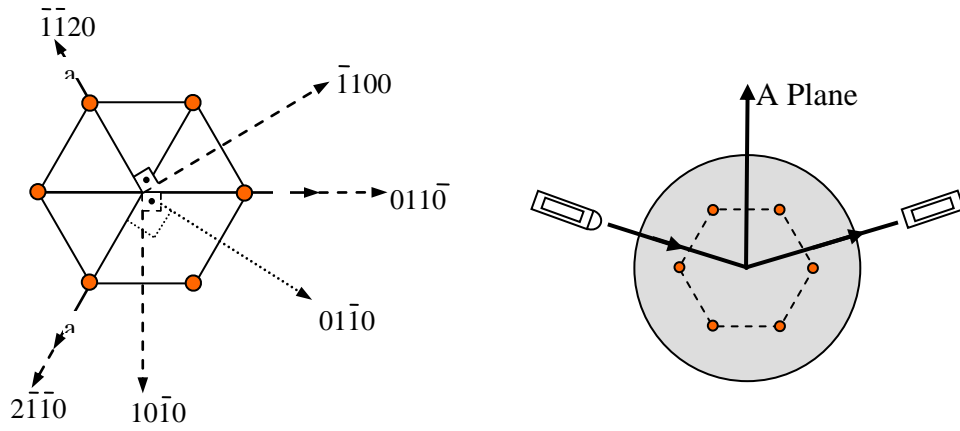
Şekil 4.15. İn plane geometride χ (Chi) taraması (a) gerçek uzay, (b) ters uzay

4.2.4 ϕ (Phi) Taraması

Paralel (in-plane) taramalar için ϕ (Phi) dönme eksenini küçük dönme açılarında sallantı eğri taramalarıdır (rocking-curve). Fakat daha geniş bir aralıktaki açı taramaları numunenin kübik, hexagonal gibi kristal yapılarını belirlemede kullanılabilir.



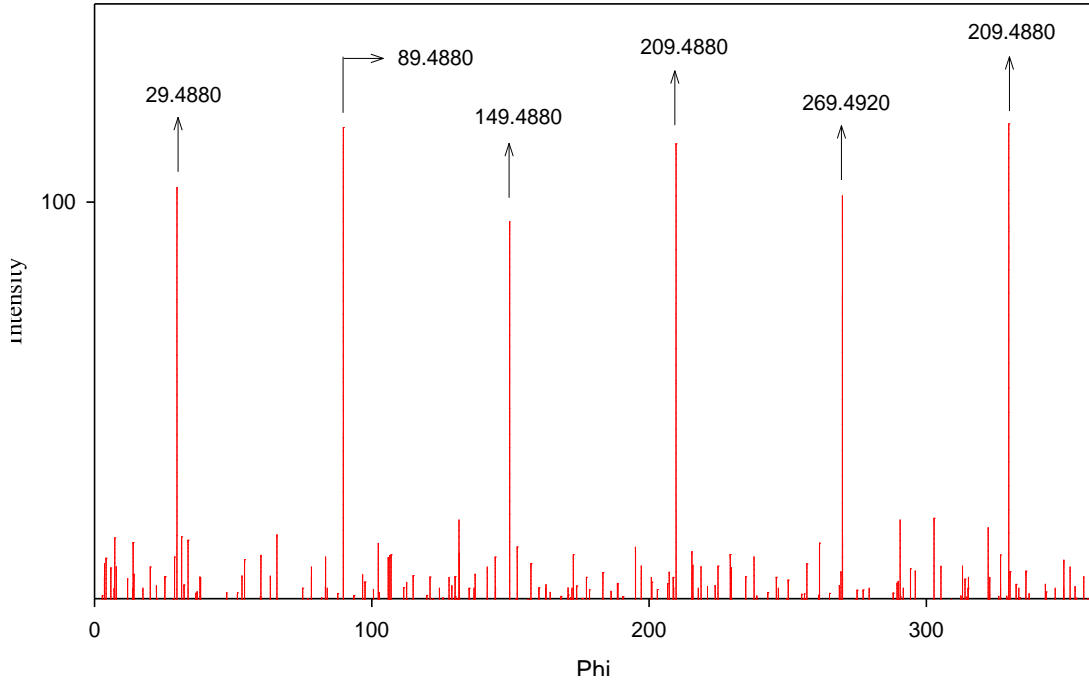
Şekil 4.15 In-plane geometride ϕ taraması



Şekil 4.16 (a) hexagonal yapıda safir için atomların sembolik çizimi ve yönelimleri, (b) tarama geometrisi üzerinde yapının çimi

Örnek olması açısından atomları Şekil 4.16 a da sembolik olarak gösterilen safir için paralel (in-plane) geometride yapılan ϕ (phi) taraması (Şekil 4.15) ile elde edilen grafik Şekil 4.17 de verilmektedir. Grafikte her bir pik arasındaki açının 60 derece olduğunu görüyoruz bu bize tarama ile yapının örtüştüğünü gösteriyor. Çünkü Şekil 4.16 b'den görüldüğü gibi düzlemde atomlar arası açı tıpkı pikler arasındaki açı değeri gibi 60 derecedir.

Ultra High Res. PB Ge(220)X4



Şekil 4.17 Paralel (in-plane) geometride phi tarama garfıđı

5 Uygulama: GaAs/AlAs Çok Tabakalı İnce Film Yapısının XRD Tekniği İle İncelenmesi

Bu kısma kadar x-ışınlarının genel özelliklerini, laboratuvarımızda kuru olan Rigaku Smartlab. XRD sistemini, sistem ile yapılan tarama türlerini ve yapılan ince film analizlerinin genel özelliklerini tanımladık. Bu kısımda ise daha önce anlatılanların daha iyi anlaşılması için çok tabakalı bir ince film yapısının XRD sistemi ile taranması ve analizleri yapılacaktır.

Örnek olarak incelediğimiz numune MBE sistemi ile büyütülmüş süper örgü yapısına sahip birçok tabakalı filmidir. Tarama işlemine geçmeden önce numunenin hangi tabakalardan oluştuğu, tabakaların büyütülme kalınlıkları, Çizelge 5.1 de verilmiştir.

Çizelge 5.1 GaAs alttaş üzerine büyütülmüş çok tabakalı örnek bir yapı için büyütülen tabakaların kalınlık, katkılanma ve yapı içerisinde tekrarlanma değerleri

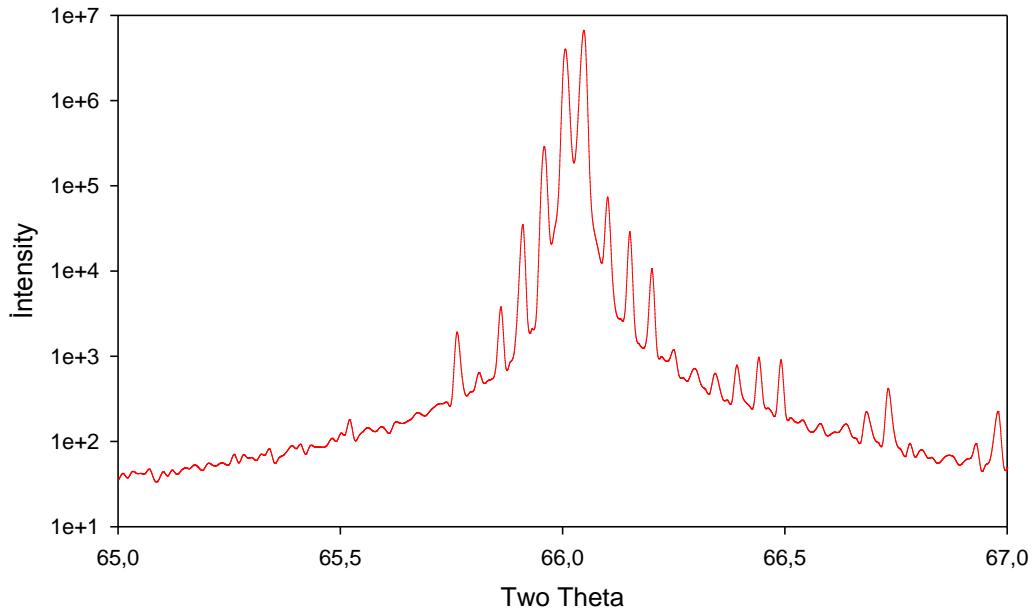
Tabaka	Grup	Tekrarlanma	Katkılanma Oranı (x)	Tabaka Kalınlığı (\AA)
GaAs				1000
GaAs	1	10		50
$\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$	1	10	0.21	40
GaAs	1	10		5.5
$\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$	1	10	0.24	40
GaAs	1	10		5
$\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$	1	10	0.30	40
GaAs	1	10		4
$\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$	1	10	0.35	40
GaAs				1500
GaAs (alttaş)				

Çizelgede özellikleri verilen numune XRD sistemi taranarak büyütme işleminin istenilen şekilde olup olmadığını analiz edebiliriz.

Şimdi numune için yapılan XRD tarama işlemlerini ve tarama sonrasında yapılan analiz işlemlerini adım adım inceleyelim.

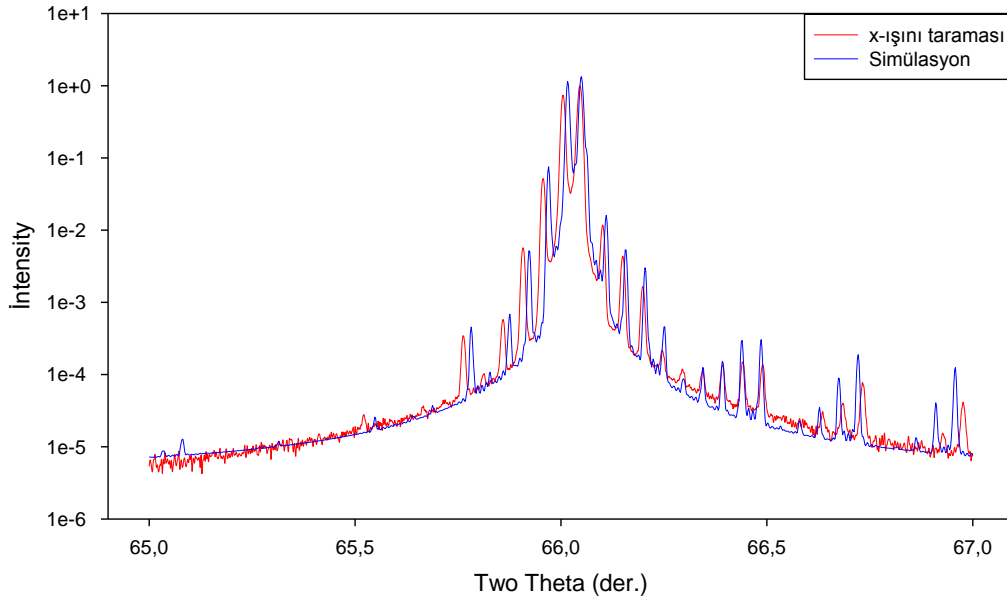
Rigaku X-ışını tarama sisteminde numunenin taranmasına başlamadan önce yapılması gereken tarama türünü ve hassasiyetini seçerek sistemi taramaya hazırlamaktır (optik alignment). Optiklerin hazırlanma işlemi tamamlandıktan sonra numune tutucu üzerine yerleştirilerek numune için sistem ayarlanır (sample alignment). Numune için yapılan bu ayarlama işlemi otomatik olarak yapılabildiği gibi kullanıcı tarafından manüel olarak da yapılabilir. Dik (out-plane) tarama öncesi numune için optiklerin ayarlanmasında Z taraması ile numunenin z ekseninde yer tespiti, chi taraması ile taramanın tabakalara tam dik olması sağlanır.

Bu iki adım sonrasında artık momentum geçiş vektörü (\mathbf{q}) numunenin büyütülme düzlemine tam dik konumdadır ve dik (out-plane) theta-two theta taraması ile elde edilen grafik Şekil 5.1 de verilmiştir.



Şekil 5.1 Çizelge 5.1 de verilen değerler ile büyütüldüğü düşünülen çoklu tabakalar için Rigaku SmartLab sistemi ile yapılan θ - 2θ taraması ile elde edilen grafik

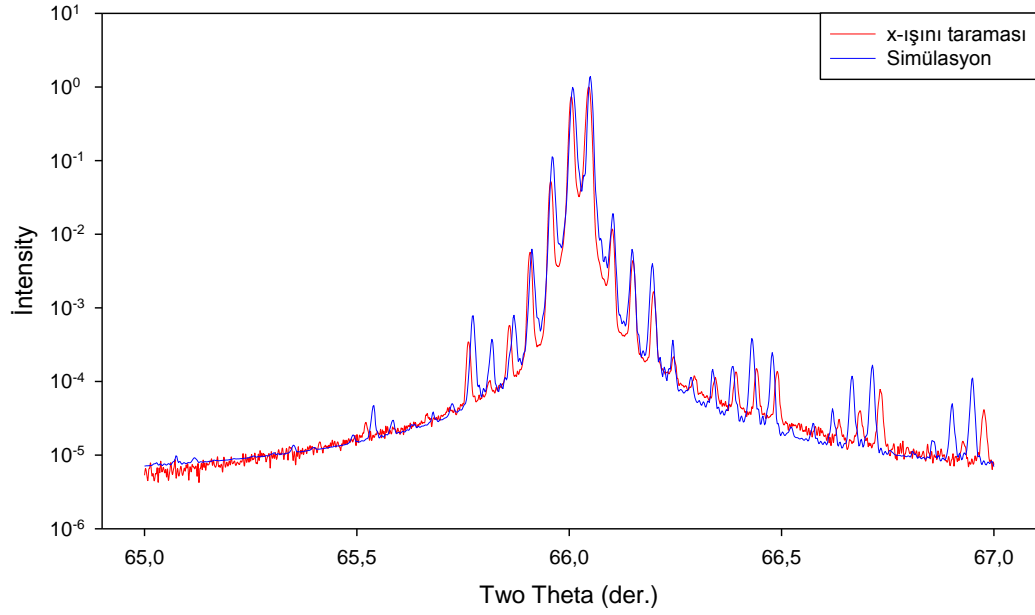
Şekil 5.1 de verilen grafik sonrasında yapılması gereken, büyütülen yapı parametrelerini dinamik XRD hesaplaması temel alınarak yazılan (çizelge 5.1) simülasyon programına girerek yapıyı oluşturmak ve simüle etmektir. Elde edilen sonuçlar gerçek data ile uyum sağlayana kadar parametreler değiştirilerek simülasyona devam edilerek en iyi fit eden değerini veren parametreler bulunur ve bun parametreler kullanılarak büyütülen yapı hakkında yorum yapılır. Numune için yapılan simülasyon adım adım aşağıda verilmiştir. Birinci adım x-ışını taraması ile elde edilen grafiğin (Şekil 5.1) programda açılması ve yapının simülasyon grafiğinin oluşturulmasıdır. Bu adım sonrasında elde edilen eğriler Şekil 5.2 de numune için yapılan x-ışını taraması grafiği ve numune simülasyon grafiği üst üste çizilmiştir



Şekil 5.2 Tabakaları çizelge de verilen numune için x-ışını taraması ve simülasyon grafikleri

Şekil 5.2 de verilen grafikte x-ışını taraması ile elde edilen grafik ve Çizelge 5.1 parametreleri için simülasyon programı ile çizilen grafik arasında birçok bölgede şiddet ve açı değeri için uyumsuzluklar olduğu görülüyor.

Simülasyon grafiğinde $Al_xGa_{1-x}As$ tabakaları için Al katkı oranı x değerleri değiştirilerek elde edilen birinci adım simülasyon 5.3 de verilmiştir



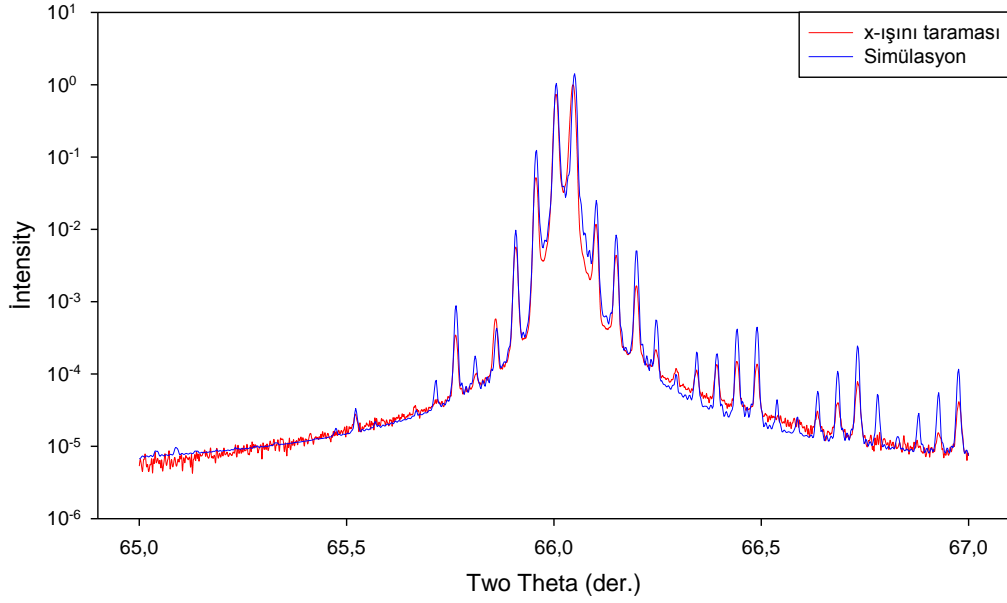
Şekil 5.3 Çizelge 5.1 de verilen yapı için x-ışını tarama ve birinci simülasyon aşaması sonrasında elde edilen simülasyon grafikleri

AlGaAs tabakaları için katkılama yüzdelerinde yapılan değişiklikler ile grafiklerin daha iyi üst üste oturduğunu görüyoruz. Yapılan bu işlem sonucu ile elde edilen yeni parametreler Çizelge 5.2 de verilmiştir.

Çizelge 5.2 Birinci adım simülasyon sonucunda elde edilen yeni parametreler

Tabaka	Tekrarlanma	Katkılanma Oranı (x)	Tabaka Kalınlığı (A°)
GaAs			1000
GaAs	10		50
$Al_xGa_{1-x}As$	10	0.24	40
GaAs	10		5.5
$Al_xGa_{1-x}As$	10	0.32	40
GaAs	10		5
$Al_xGa_{1-x}As$	10	0.19	40
GaAs	10		4
$Al_xGa_{1-x}As$	10	0.32	40
GaAs			1500
GaAs (alttaş)			0.0

Katkılama yapılan tabakalar için yapılan düzenlemelerden sonra birde tabakaların kalınlıkları değiştirilerek simülasyona devam edilmiştir. Alttaştan başlayarak ilk 5 tabaka için yapılan kalınlık ayarı (2. simülasyon) ile elde edilen grafikler Şekil 5.4 de verilmiştir.



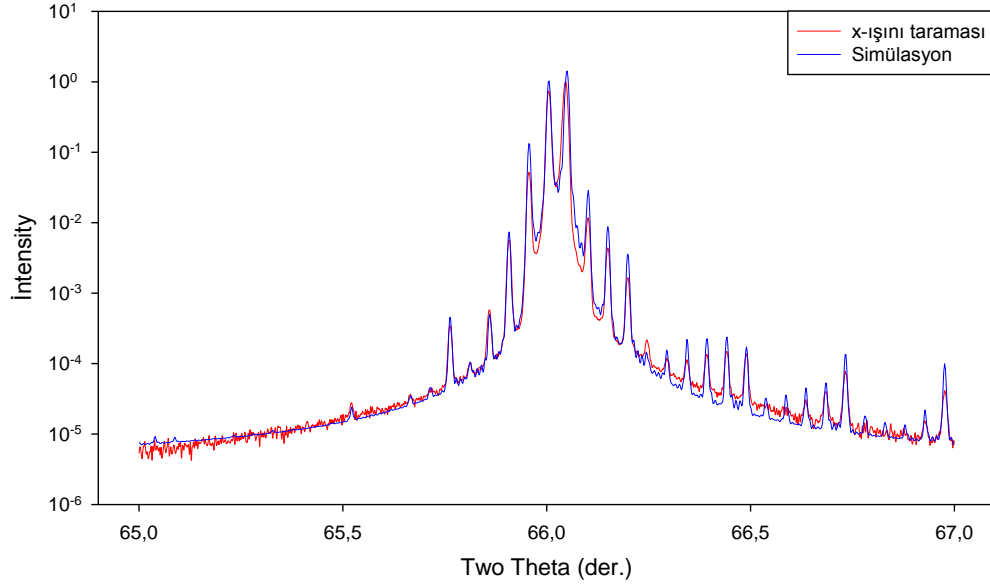
Şekil 5.4 Çizelge 5.1 de verilen yapı için x-ışını tarama ve ikinci simülasyon aşaması sonrasında elde edilen simülasyon grafikleri

Hangi tabakada ne gibi kalınlık değişiklikleri yapıldığı görülebilmesi için yeni parametreler Çizelge 5.3 de verilmiştir.

Çizelge 5.3 İkinci adım simülasyon ile elde edilen yeni parametreler.

Tabaka	Tekrarlanma	Katkılanma Oranı (x)	Tabaka Kalınlığı (A°)
GaAs			1000
GaAs	10		50
$Al_xGa_{1-x}As$	10	0.243	40
GaAs	10		5,5
$Al_xGa_{1-x}As$	10	0.328	40
GaAs	10		5
$Al_xGa_{1-x}As$	10	0.19	36.6
GaAs	10		4.0
$Al_xGa_{1-x}As$	10	0.322	36.4
GaAs			3000
GaAs (alttaş)			0

Şekil 5.4 de elde edilen grafiklere bakıldığında daha önceki grafiklere göre simülasyon ve x-ışını tarama grafiklerinin giderek örtüştüğünü açıkça görebiliyoruz. Bir adım daha atarak tüm tabaka kalınlıkları ve katkılanmalar için düzenleme yapılarak (üçüncü simülasyon aşaması) Şekil 5.5 elde edilmiştir.



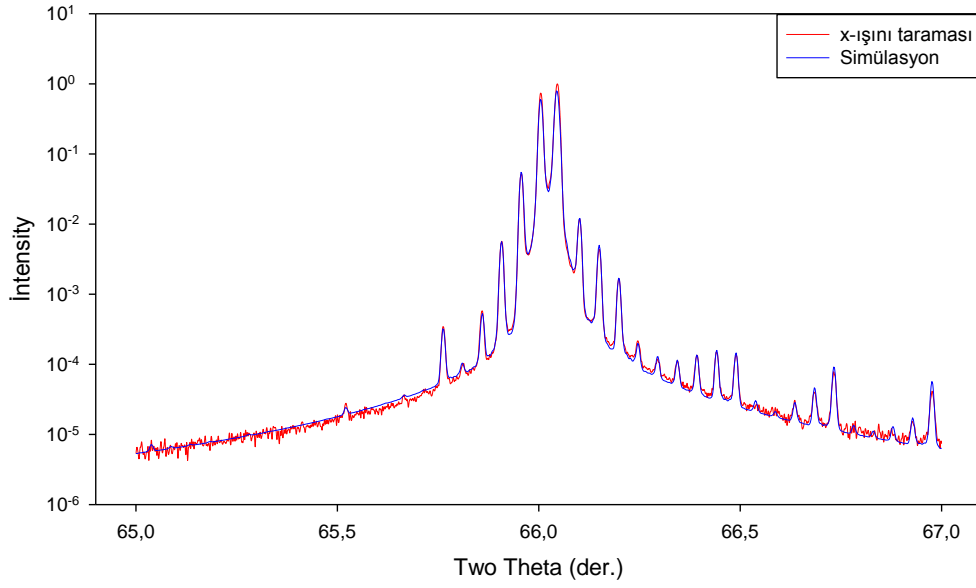
Şekil 5.5 Çizelge 5.1 de verilen yapı için x-ışını tarama ve üçüncü simülasyon aşaması sonrasında elde edilen simülasyon grafikleri

Yapılan tüm değişikliklerin görülebilmesi için yeni parametreler Çizelge 5.4 de verilmiştir.

Çizelge 5.4 Simülasyonun son adımı ile elde edilen yeni parametreler.

Tabaka	Tekrarlanma	Katkılanma Oranı (x)	Tabaka Kalınlığı (A°)
GaAs			1004.4
GaAs	10		49.3
$Al_xGa_{1-x}As$	10	0.237	41.5
GaAs	10		2.8
$Al_xGa_{1-x}As$	10	0.309	40.8
GaAs	10		2.5
$Al_xGa_{1-x}As$	10	0.31	40.4
GaAs	10		2.5
$Al_xGa_{1-x}As$	10	0.385	37.5
GaAs			5999
GaAs (alttaş)			Sonsuz

Artık yapılacak son işlem tüm parametreler üzerinden son küçük düzenlemeleri yapmak ve birde ofsetleri (açı kaymalar) düzenlemektir. Bu işlemler yapılarak elde edilen simülasyonun son hali Şekil 5.6 de verilmiştir.

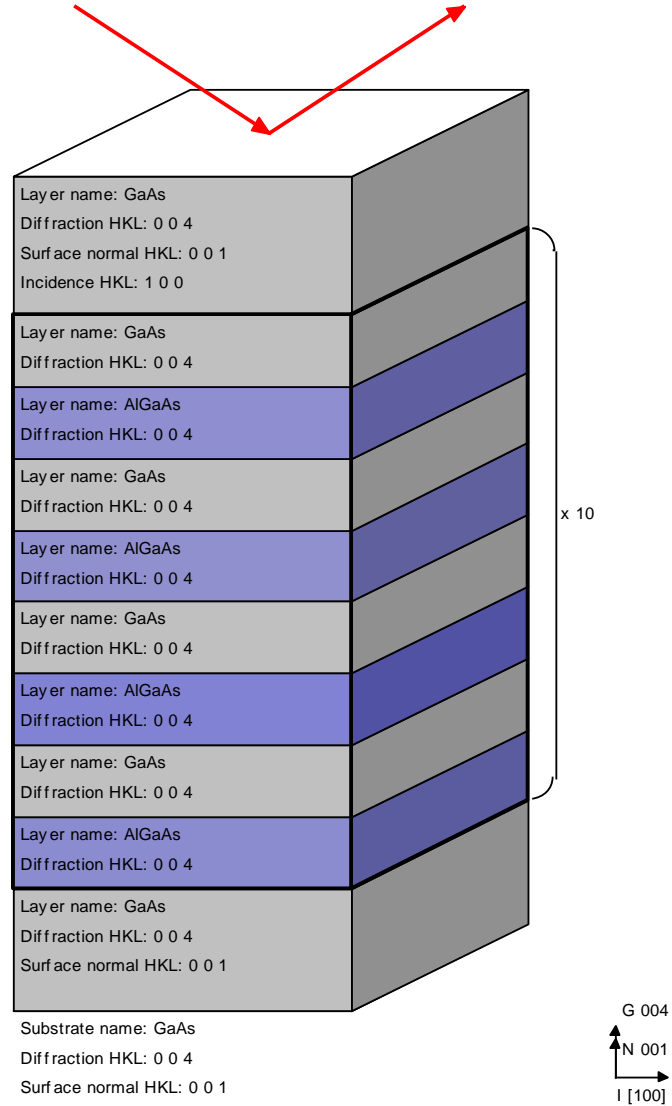


Şekil 5.6 Çizelge 5.1 de verilen yapı için x-ışını tarama ve son simülasyon aşaması ile elde edilen simülasyon grafikleri

Şekil 5.6 de görülen grafikler sonuç açısından oldukça önemlidir. Şekle bakıldığında mavi ile çizilen simülasyon grafiğinin x-ışını taraması ile elde edilen grafik üzerine ne kadar iyi oturduğu açık olarak görülmektedir. Elde edilen bu şekil için simülasyon dataları (Çizelge 5.5) bize gerçekte büyütülen yapının aslında büyütülmek istenen yapıdan (Çizelge 5.1) ne kadar farklı olduğunu gösterir.

Çizelge 5.5 Son simülasyon parametreleri ile çizelge 5.1 de verilen ana parametrelerin karşılaştırılması

Tabaka	Büyütülmek İstenen		Büyütülen	
	Katkılanma Oranı (x)	Tabaka Kalınlığı (Å°)	Katkılanma Oranı (x)	Tabaka Kalınlığı (Å°)
GaAs		1000		1069
GaAs		50		49.4
Al _x Ga _{1-x} As	0.21	40	0.282	37.6
GaAs		5.5		4.8
Al _x Ga _{1-x} As	0.24	40	0.230	42.5
GaAs		5		2.7
Al _x Ga _{1-x} As	0.30	40	0.360	37.9
GaAs		4		2.8
Al _x Ga _{1-x} As	0.35	40	0.290	39.5
GaAs		1500		1500
GaAs (alttaş)		Sonsuz		Sonsuz



Bu son analizden de anlaşılacağı üzere XRD analizleri ile başka hiç bir tekniğin bize veremeyeceği bu parametreleri kolayca elde etmemiz mümkün olmuştur. Yapının oldukça iyi bilinen bir yapı olması ve örgü uyumunun mükemmel olması nedeni ile paralel (in-plane) taramalarına bu yapı için gerek görülmemiştir.

Sonuç

Genel olarak ince film yapılarının analizinde kullanılan yüksek ayırma gücüne sahip x-ışını kırınımı detaylıca anlatılmış bu kapsamda Sivas Cumhuriyet Üniversitesi Nanoteknoloji laboratuvarında bulunan SMARTLAB sistemi detaylıca tanıtılmış ve bu sistem ile yapılabilecek taramalar anlatılarak her bir taramanın nasıl yapılacağı şekiller çizilerek açıklanmış ve hangi fiziksel niceliklerin ölçülebileceği tartışılmıştır. X-ışını kırınımına ait teorik hesaplama teknikleri verilerek gerek kinematik gerekse dinamik x-ışını kırınımına ait denklemler çıkarılmış ve simülasyon programlarının çalışma prensipleri açıklanmıştır. Bazı tarama örnekleri Safir alttaşı kullanılarak verilerek bu bilgiler pekiştirilmiştir. Son olarak (001) GaAs alttaşı üzerine büyütülmüş GaAs/GaAlAs süper örgüsü üzerinde θ - 2θ taraması ve sallantı eğrisi taraması yapılarak elde edilen veriler x-ışını kırınımı simülasyon programı aracılığı ile fit edilmiş ve son aşamaya kadar tüm adımlar ve değişen parametreler verilerek süreç açıklanmıştır. Elde edilen sonuç ile büyütülmesi hedeflenen yapı ile büyütülen yapı arasındaki fark ortaya konarak ince filmin yapısal karakterizasyonu tamamlanmıştır.

KAYNAKÇA

- (1) B. D. Cullity, (1966), X-ışınlarını difraksiyonu, Prof. Dr. A. Sümer, İstanbul Teknik Üniversitesi Matbaası, Gümüşsuyu
- (3) H. G. J. Moseley Philos. Mag. (1914) (6) 27:703,
- (2) Robert, E. D. and Simon, J. L. B. (2008). Powder Diffraction Theory and Practice, Thomas Graham House, Science Park, Milton Road, Cambridge,
- (4) Rigaku Corporation, SmartLab Horizontal Sample Mount X-Ray Diffractometer for Thin Film Analysis Instruction Manual, 4-14-4, Sendagaya, Shibuya-ku, Tokyo 151-0051. Japan
- (5) F. Sauli, (2000), “Gas Detectors: Recent Developments and Future Perspectives,” *Nucl. Instrum. Methods* **A419**, 26
- (6) W. C. Phillips, M. Stanton, A. Stewart, Q. Hua, C. Ingersoll, and R. M. Sweet, (2000). “Multiple CCD Detector for Macromolecular X-Ray Crystallography,” *J. Appl. Crystallog.* **33**, 243
- (7) A. Q. R. Baron, (1997),. “Detectors for Nuclear Resonant Scattering Experiments,” *Hyperfine Interactions* **125**, 29 (2000); A. Q. R. Baron, R. Rueffer, and J. Metge, “A Fast, Convenient X-Ray Detector,” *Nucl. Instrum. Methods* **A400**, 124.
- (8) B. D. Cullity, (1956), Elements of X-Ray Diffraction, University of Notre Dame, Printed in the United States of America
- (9) Elagöz, S. (1993), Structural Characterization Of Epitaxial Co-Cr Superlattices, A dissertation submitted in partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Philosophy Physics in the University of Michigan

- (10) V. Holy, U. Pietsh, T. Baumbach, (1999), High-resolution x-ray scattering from thin films and multilayers. Springer, New York.
- (11) Max Born and Emil Wolf, (1997), Principles of optics, sixth edition, Cambridge University Press, New York, pp. 36-40.
- (12) Alain Gibaud, (1999), "Specular reflectivity from smooth and rough surfaces," from X-ray and neutron reflectivity: principles and applications. Jean Dai and Alain Gibaud (eds.), Springer, New York, pp. 99-115.
- (13) Larry A. Coldren and Scott W. Corzine, (1995), Diode lasers and photonics integrated circuits. Wiley Interscience, New York, pp. 73-74.