

KELIN REGINA TASCA

**CARACTERIZAÇÃO DE MONOCRISTAIS COM
ANÁLISE DO PERFIL DE DIFRAÇÃO E TOPOGRAFIA
DE RAIOS X SIMULTÂNEOS**

Dissertação apresentada como requisito parcial à obtenção do grau de Mestre, pelo Programa de Pós-Graduação em Física, do Setor de Ciências Exatas da Universidade Federal do Paraná.

Orientador: Prof. Dr. Irineu Mazzaro

CURITIBA

2010

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais,
Amélia e Jandir Tasca e aos meus irmãos.

**MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ
SETOR DE CIÊNCIAS EXATAS
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA**

PARECER

Os abaixo-assinados, membros da banca examinadora de Defesa de Dissertação de Mestrado da estudante **Kelin Regina Tasca** são de parecer favorável e consideram aprovada a redação final Defesa de Dissertação cujo título **Caracterização de Monocristais com Topografia e Perfil de Difração de Raios X, Simultâneas.**

Curitiba, 18 de fevereiro de 2011.

Assinatura

**Prof. Irineu Mazzaro
(Orientador/ Presidente) (UFPR)**



**Prof. Carlos Giles
(UNICAMP)**



**Prof. Guinther Kellermann
(UFPR)**



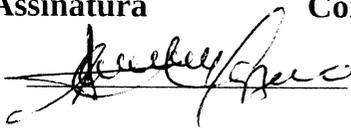
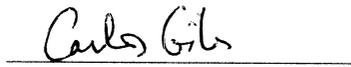
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ
SETOR DE CIÊNCIAS EXATAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA

DEFESA DE DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

TÍTULO: CARACTERIZAÇÃO DE MONOCRISTAIS COM TOPOGRAFIA E PERFIL DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X, SIMULTÂNEAS.

KELIN REGINA TASCA

Em sessão pública iniciada às dez horas desta data, após um Seminário sob o título acima, e posterior argüição esta banca examinadora decidiu atribuir à candidata o conceito global A.

Banca Examinadora	Assinatura	Conceito
Prof. IRINEU MAZZARO (Orientador/Presidente) (UFPR)		<u>A</u>
Prof. CARLOS GILES (UNICAMP)		<u>A</u>
Prof. GUNTHER KELLERMAN (UFPR)		<u>A</u>

Curitiba, 18 de fevereiro de 2011.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Irineu Mazzaro (Física/UFPR) pela orientação, apoio, sugestões e discussões no decorrer do trabalho.

Ao Prof. Cesar Cusatis (Física/UFPR) pela amizade, apoio, incentivo e sugestões durante a realização do trabalho.

Ao Prof. Marcelo Gonçalves Hönnicke (Física/UFG) pelas contribuições e sugestões.

Ao Prof. Carlos Maurício Lepienski (Física/UFPR) por fazer as nanoindentações na amostra de silício e pelas críticas e sugestões.

Aos professores Carlos Manuel Giles Antunez de Mayolo e Ginter Kellerman pela participação e pelas sugestões e críticas feitas na defesa.

Ao Laboratório de Ensaios Microscópicos e Mecânicos do LACTEC pelas imagens de microscopia eletrônica de varredura.

À colega Cecília Fabiana da Gama Ferreira pelas imagens de AFM.

A CAPES pela bolsa de estudos.

Aos amigos que estiveram presentes de alguma forma apoiando e incentivando.

Ao meu namorado, Alexandre Calério de Oliveira, pelo apoio, compreensão e companheirismo.

Aos meus pais, Amélia e Jandir Tasca, e aos meus irmãos que sempre me apoiaram e incentivaram no decorrer da minha vida.

RESUMO

O conhecimento das propriedades cristalinas de semicondutores é de grande importância para o uso e a aplicação nos recentes avanços tecnológicos, bem como para aprimorar o processo de obtenção e crescimento. Para a caracterização de defeitos em cristais são empregadas duas técnicas principais baseadas em difração de raios X: a análise do perfil de difração e a topografia, as quais permitem obter informações complementares sobre defeitos presentes em monocristais. A análise do perfil de difração investiga quantitativamente uma pequena área, enquanto a topografia fornece uma imagem da distribuição de imperfeições em uma grande área, sendo que ambas são sensíveis a variações do parâmetro de rede ($\Delta d/d$) e a orientação da rede. O que se propõe neste trabalho é combinar simultaneamente as técnicas de topografia e de difratometria de raios X utilizando-se de um detector de área CCD para fazer a medida do perfil de difração tanto com fontes de radiação convencional quanto com luz síncrotron. Dessa forma é possível detectar e quantificar imperfeições com resolução espacial da ordem de micrometros de toda a amostra com grande intensidade em menor tempo de exposição e, ao mesmo tempo estabelecer uma correlação entre os defeitos microscópicos e os efeitos macroscópicos. Com o método proposto é possível determinar as intensidades máxima e integrada, a posição dos picos e a largura a meia altura da curva do perfil de difração e com isto quantificar as variações do parâmetro de rede e rotações da rede cristalina. Inicialmente o método foi aplicado usando um monocromador quatro cristais com radiação convencional. Como aprimoramento foi usado um monocromador assimétrico para expandir o feixe de radiação convencional e luz síncrotron. O método foi aplicado a duas amostras com o objetivo de demonstrar a sua aplicabilidade: um *wafers* de Si (400) com um filme de óxido de silício e uma amostra de Si (400) com nanoindentações. A primeira amostra serviu para o desenvolvimento da técnica. A segunda é um exemplo de deformação plástica onde foi possível identificar $\Delta d/d$ da ordem de 10^{-5} . Os resultados demonstraram que a técnica de imagem funcionou bem em todas as situações propostas. Ainda mais, foi demonstrado que essa técnica pode ser usada não somente com radiação síncrotron mas também com fontes convencionais de raios X.

ABSTRACT

The study of crystalline quality of single crystals is of great importance for the direct application in recent technological advances the semiconductor industry, as well as to help in improving the crystal growing process. X-ray diffraction is the proper method to be used in these studies. Two imaging techniques can be employed: rocking curve analysis and X-ray topography. With them it is possible to obtain information about any type of extended defects present in the sample. Rocking curve analysis investigates a small area of the sample with high angular resolution, while topography brings information on the imperfection distribution of a large area. Both are sensitive to lattice parameter variations ($\Delta d/d$) and lattice mis-orientation. In this work, it is proposed a combination of topography and single crystal X-ray diffraction using an area detector (charge coupled device – CCD) for rocking curve imaging. Conventional X-ray source and synchrotron source were exploited. In this way it is possible to detect and to quantify crystal imperfections with spatial resolution of the order of micrometers. A direct correlation between the sub-microscopic defects and the resulting macroscopic effects in the image can be established. Also, through this combined technique, it is possible to extract the maximum and integral peak intensities, the peak position and the full width at half maximum (FWHM) of the rocking curves of the whole sample. With this information it is possible to quantify lattice parameter variations and lattice mis-orientation of crystal lattice.

The technique was first performed with a four crystal monochromator and conventional X-ray source. To improve the method, an asymmetrically-cut monochromator was employed for imaging samples with large area. Two samples were analyzed in order to show the applicability of this imaging technique: SiO₂ film growth on a Si bulk and a nano-indent on a Si wafer..

The first sample was suitable to develop the technique, while the second was an example of plastic deformation. In these samples, $\Delta d/d \sim 10^{-5}$ was detected. The results showed that this combined imaging technique worked successfully in all the proposed situations. Also, we demonstrated that this technique can be used not only with synchrotron sources but also with conventional x-ray sources.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	10
2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	14
2.1 Difração de raios X.....	14
2.1.1 Difração assimétrica	16
2.2 Topografia de raios-X.....	17
3. PERFIL DE DIFRAÇÃO E TOPOGRAFIA DE RAIOS X SIMULTÂNEOS..	20
3.1 Arranjo experimental.....	21
3.2 Metodologia da análise dos dados	23
3.3 Monocromador Quatro Cristais	27
3.4 Monocromador Assimétrico V Si (400) (MAV)	29
4. EXEMPLOS DE APLICAÇÃO	32
4.1 Cristal de Silício (400) com camada de SiO ₂	32
4.1.1 Medidas realizadas no LORXI	33
4.1.2 Medidas realizadas no LNLS	37
4.2 Silício perfeito (400) com nanoindentação.....	40
4.2.1 Medidas realizadas no LORXI	41
4.2.2 Medidas realizadas no LNLS	44
5.CONCLUSÃO.....	49
APÊNDICE A	52
A. 1 Susceptibilidade elétrica	52
A.2 Parâmetros γ_0 e γ_h	53

A. 3 Relação entre y e a variável angular η	53
A.4 Refletividade em Caso Bragg para cristal Semi-infinito	54
APÊNDICE B.....	55
APÊNDICE C	59
APÊNDICE D	60
APÊNDICE E.....	63
Participação em Eventos.....	63
Trabalhos apresentados em conferências	63
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	64

1. INTRODUÇÃO

O desempenho de dispositivos semicondutores é influenciado fortemente pelas propriedades cristalinas do material. Assim o estudo dessas propriedades é uma importante área em desenvolvimento. Os parâmetros de interesse são a geometria da amostra e as propriedades de superfície, de interface e cristalinas (perfeição cristalina, presença de defeitos, parâmetro de rede, distribuição de tensões).

Existem diversos métodos e técnicas para a caracterização de materiais cristalinos. No estudo de propriedades de materiais cristalinos os métodos que empregam raios X se tornam interessantes e fundamentais uma vez que podem penetrar no material além de serem altamente sensíveis a distribuição da densidade eletrônica. As principais vantagens do uso da difração de raios X são: alto poder de penetração na matéria, caráter não destrutivo e sensibilidade a periodicidade da densidade eletrônica, propriedades estas que permitem determinar com precisão o parâmetro de rede e obter outras informações estruturais da amostra analisada.

Os métodos que empregam difração de raios X para caracterizar estruturalmente materiais monocristalinos podem ser classificados em dois grandes grupos: difratometria (Pinsker, 1978; Authier, 2001) e topografia de raios X (Tanner, 1976). Ambos exigem arranjos experimentais específicos de alta resolução angular e estabilidade conforme melhora a qualidade cristalina da amostra.

A difratometria pode ser realizada em diversos arranjos que possibilitam obter alta resolução angular e alta sensibilidade a distorções da rede (Authier, 2001). Na difração de monocristal em geral mede-se o perfil de difração (intensidade difratada versus ângulo) e da sua análise obtém-se a posição angular, o formato da curva e a medida da largura a meia altura. A largura a meia altura do perfil de difração é

influenciada pela presença de discordâncias, mosaicidade, estrutura de grãos, textura, variação de parâmetro de rede e rotação, entre outros defeitos, os quais contribuem para o aumento da largura do perfil de difração. Como a informação obtida com a análise do perfil de difração convencional é uma média proveniente de toda a área iluminada da amostra pelo feixe incidente, não é possível relacionar o sinal medido às regiões que produziram o sinal difratado e às causas microscópicas.

Por outro lado, a topografia de raios X é um método de imagem que permite investigar a distribuição espacial de defeitos com resolução micrométrica e alta sensibilidade às variações no parâmetro de rede ($\Delta d/d$) e às rotações da rede. No entanto a avaliação quantitativa dessas quantidades não é obtida diretamente, dependendo de uma análise da variação da intensidade (contraste) registrada no filme.

Com as novas tecnologias de detectores de imagem disponíveis (tipo CCD) tornou-se possível a combinação dos métodos de topografia e difratometria em medidas simultâneas. Assim foi possível obter informações com resolução espacial micrométrica de toda a amostra com grande intensidade e em menor tempo de exposição (Lübbert *et al.*, 2000; Lübbert *et al.*, 2005). No entanto o trabalho de Lübbert *et al.* (Lübbert *et al.*, 2000) foi realizado apenas com radiação síncrotron e com um sistema de translação da amostra.

O que se propõe neste trabalho é utilizar a combinação simultânea das técnicas de topografia e difratometria de raios X usando um detector de área CCD (*charged couple device*) para fazer a medida do perfil de difração com fontes de radiação convencional e luz síncrotron sem transladar a amostra.

Em apenas uma exposição/medida obtém-se o perfil de difração de toda a área iluminada com resolução micrométrica sem a necessidade de transladar a amostra. A intensidade é medida em função das coordenadas (x,y) da amostra, sendo assim possível

obter o perfil de difração de todas as posições (x,y) em apenas uma medida. Com o método é possível determinar as intensidades máxima e integrada, a posição dos picos e a largura a meia altura da curva do perfil de difração local de toda amostra. Em um trabalho semelhante de Kikuta & Kohra (Kikuta & Kohra, 1966) foi possível determinar variações do parâmetro de rede da ordem de 10^{-6} e a curvatura de amostras de silício usando fontes convencionais e filme fotográfico.

Para as medidas realizadas com luz síncrotron, monocromatizada previamente, foi utilizado um monocromador de silício (400) com duas reflexões assimétricas para expandir espacialmente o feixe. Este mesmo monocromador foi utilizado também nas medidas realizadas com fonte convencional. Dessa forma, com radiação síncrotron ou convencional, uma maior área da amostra é iluminada e a divergência angular do feixe é diminuída. Com um feixe espacialmente largo o uso de sistemas de translação é evitado.

O método foi empregado a duas amostras cristalinas. Um cristal de silício de orientação (400) com deposição de uma camada de óxido de silício e um cristal de silício (400) com nanoindentações.

A amostra de Si (400) com nanoindentações é um exemplo de processo de deformação plástica cujo objetivo é avaliar a deformação da rede na vizinhança de uma nanoindentação. Diversos trabalhos sobre o estudo de tensões provocadas por nanoindentações foram realizados com diferentes técnicas, como microscopia de raios X (Larson, *et al.*, 2002; Yang, *et al.*, 2004) e microdifração de feixe branco (Feng, *et al.*, 2008) em cristais de cobre e topografia de feixe branco em cristais de silício (Allen, *et al.*, 2010), no entanto nesses trabalhos apenas rotações dos planos cristalinos foram observados, pois os métodos não permitem determinar diretamente a variação local do parâmetro de rede.

A seqüência do trabalho apresenta um resumo da fundamentação teórica necessária ao desenvolvimento do método onde são apresentadas as expressões da teoria dinâmica de difração de raios X necessárias para os cálculos teóricos e um resumo sobre topografia baseadas nos trabalhos de Pinsker (Pinsker, 1978), Authier (Authier, 2001) e Tanner (Tanner, 1976). No terceiro capítulo é apresentado o método proposto, o arranjo experimental e as possibilidades da sua utilização. No quarto capítulo a técnica é empregada a duas amostras e são apresentados os resultados obtidos e as discussões. Finalizando o trabalho são apresentadas as conclusões e sugestões de trabalhos futuros.

2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Neste trabalho são usadas amostras monocristalinas, que embora não sejam cristais totalmente perfeitos pois apresentam defeitos como tensões e discordâncias, seu comportamento é mais próximo ao de um cristal perfeito do que de um cristal mosaico. No estudo de cristais perfeitos uma das teorias que descreve a interação das ondas com a matéria é a teoria dinâmica (TD) que leva em consideração as interações entre as ondas dentro do meio cristalino. O campo de onda total no meio cristalino consiste no acoplamento coerente das ondas incidente e difratada. A preparação do feixe, com o uso de monocromadores, exige uma compreensão dos aspectos da teoria dinâmica. Por estas razões é apresentado a seguir um resumo dos conceitos básicos que permitem compreender a simulação dos perfis de difração e os cálculos necessários para a determinação das características dos monocromadores. Além de um breve relato sobre os princípios básicos e aplicações da topografia de raios X.

2.1 Difração de raios X

Na TD o problema fundamental é resolver as equações de Maxwell no cristal considerando o meio com a constante dielétrica periódica complexa, com a condição de que as soluções das equações de onda sejam consistentes com a Lei de Bragg:

$$\lambda = 2d \sin(\theta) \quad (1)$$

Na teoria dinâmica é frequente o uso de uma escala auxiliar, a escala y (Pinsker, 1978), para facilitar os cálculos de refletividade que podem ficar em função de y ou de uma variável angular $\eta = \theta_0 - \theta$, onde θ_0 é o ângulo de difração e θ o ângulo de Bragg. O ângulo de difração é em geral um pouco maior que o ângulo de Bragg devido a diferença do índice de refração do ar e do meio cristalino. Um exemplo de uma curva de refletividade obtido com esta teoria é mostrada no gráfico da figura 1.

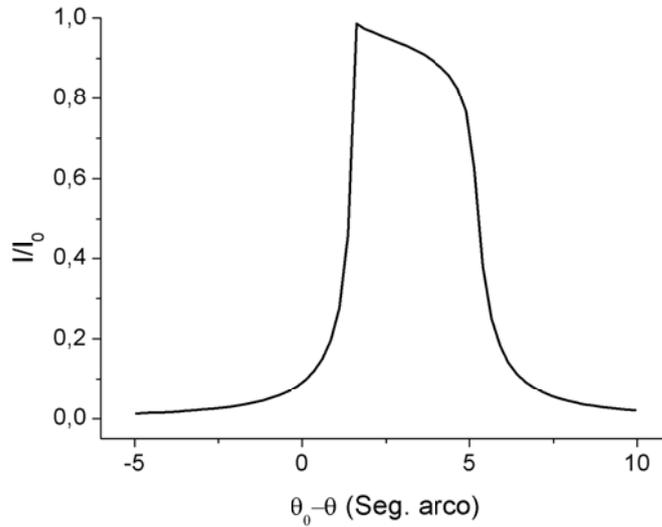


Figura 1: Perfil de difração teórico para um cristal espesso considerando a absorção. Os cálculos foram feitos para um Si(400), energia CuK α e polarização σ .

Resolvendo as equações de Maxwell obtém-se as equações fundamentais da TD e a partir destas as expressões da curva de refletividade (R) e da largura a meia altura (LMA), as quais são os parâmetros de interesse neste trabalho. A curva de refletividade, conhecida como curva de Darwin-Prins, é dada pela seguinte expressão:

$$R = L - \sqrt{L^2 - 1} \quad (2)$$

L é uma variável que envolve a escala auxiliar y, a polarização e a parte real e imaginária do índice de refração (Pinsker, 1978). Uma descrição mais detalhada dos parâmetros usados nestas expressões pode ser encontrada no apêndice A.

No desenvolvimento das equações foi usada a aproximação de dois feixes (considerado acoplamento entre o feixe incidente (o) e somente um feixe difratado (h)) e considerando a onda incidente como plana e monocromática incidindo num cristal centro-simétrico (silício e germânio) e semi-infinito (espesso). Dentro dessas aproximações a largura a meia altura em função do ângulo de Bragg é dada por:

$$\Delta\eta = \frac{2C|\chi_h|}{\text{sen}(2\theta)} \quad (3)$$

Onde C é o fator de polarização e χ_h é a susceptibilidade elétrica do meio.

2.1.1 Difração assimétrica

No regime de difração assimétrica os planos cristalinos não são paralelos a superfície do cristal, como pode ser visto na figura 2. Devido a essa geometria há uma mudança na distribuição angular do feixe refletido e como consequência uma variação da largura espacial.

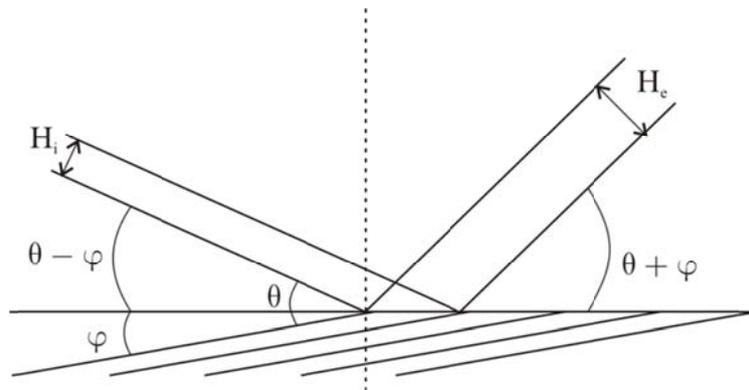


Figura 2: Representação esquemática da difração assimétrica.

O parâmetro de assimetria é definido como:

$$b = \frac{\text{sen}(\theta - \varphi)}{\text{sen}(\theta + \varphi)} \quad (4)$$

onde φ é o ângulo entre os planos cristalinos e a superfície do cristal. A largura a meia altura nesse caso é dada pela expressão:

$$\Delta\eta = \frac{2C|\chi_h|}{\text{sen}(2\theta)}\sqrt{b} \quad (5)$$

A relação do tamanho espacial do feixe (H) é dada por:

$$H_e = H_i b \quad (6)$$

onde H_e é a largura espacial do feixe refletido e H_i do feixe incidente.

2.2 Topografia de raios X

A topografia de raios-X é uma técnica versátil e não destrutiva que pode ser aplicada a diversos tipos de materiais e problemas. Os métodos topográficos são úteis para visualizar defeitos da rede e inhomogeneidades em materiais cristalinos. Como exemplo de aplicação pode-se citar a visualização de discordâncias, medida da variação do parâmetro de rede, desorientação da rede, caracterização de materiais absorvedores, estudo da superfície de semicondutores, deformação plástica, estudo de domínios ferroelétricos e ferromagnéticos (Tanner, 1976).

Na figura 3 é mostrado o arranjo experimental para a aquisição de uma topografia de raios X.

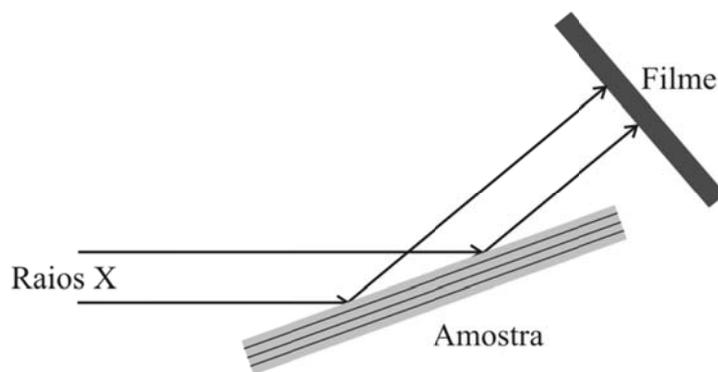


Figura 3: Princípio da topografia de raios X.

O contraste nas imagens obtidas é devido principalmente aos chamados contraste de orientação e de extinção (ou difração). O contraste de orientação é observado quando em um cristal há uma região onde a orientação ou o espaçamento dos planos é diferente da vizinhança. Se a largura espectral e a divergência do feixe for menor que a desorientação dos planos, esta área estará fora da condição de difração e não haverá imagem desta região. Se o feixe for monocromático o cristal pode ser rotacionado de forma que esta região entre na condição de difração. Se o feixe for policromático as áreas torcidas difratarão diferentes comprimentos de onda em diferentes ângulos. Como resultado, a imagem pode ser uma superposição dos feixes

difratados ou estes podem estar separados, dependendo dos ângulos. O contraste de difração é observado em cristais perfeitos, ou aproximadamente perfeitos, onde a refletividade varia de ponto a ponto. Havendo uma região imperfeita a imagem desta região será mais intensa que no restante do cristal.

A profundidade penetrada pelo feixe depende da perfeição do cristal. Se o cristal for perfeito a profundidade de penetração na condição de difração é determinada pelo fator de extinção (σ^e) que depende do comprimento de onda e da reflexão. A distância de extinção para um cristal de silício na condição de máximo de difração e reflexão simétrica é da ordem de 20 μm para as reflexões usuais (Pinsker, 1978).

O contraste também pode ser devido a outros fatores: se a superfície for rugosa as irregularidades podem fazer sombra dando origem a um contraste preto e branco. Este efeito é bastante evidente quando o feixe incide muito rasante à superfície do cristal.

Os métodos topográficos geralmente empregados podem ser agrupados em três: os métodos de Berg-Barret, de Lang e de duplo-cristal.

O método de Berg-Barret é o mais simples e pode ser usado tanto na geometria de reflexão quanto de transmissão, sendo mais frequente o seu uso na primeira forma. O feixe de raios X incide na amostra que é posicionada para se obter a difração de um determinado plano da rede para uma linha característica da fonte. Um filme é colocado perpendicular à direção do feixe difratado e a imagem topográfica é obtida. Neste método a imagem resulta de variações locais da intensidade do feixe difratado devido a variações na estrutura do cristal ou da superfície. O método é sensível a cristais com densidade de discordâncias da ordem de $10^6/\text{cm}^2$. Porém, devido à grande divergência do feixe, não é muito sensível ao contraste de orientação e de $\Delta d/d$.

A técnica de Lang é largamente utilizada na geometria de transmissão e é sensível tanto aos contrastes de orientação quanto de extinção. O feixe é colimado e então atinge a amostra sendo difratado. Nesta técnica são utilizadas fendas para diminuir a divergência e o espalhamento.

Apesar dos métodos de Berg-Barret e de Lang serem úteis na determinação de desorientação da rede são menos sensíveis a pequenas variações do parâmetro de rede que podem ser observados na topografia de duplo-cristal não dispersivo.

A técnica de topografia de duplo-cristal é bastante sensível a distorções da rede e, o perfil de difração obtido é estreito. A imagem resulta dos defeitos de ambos os cristais, por esta razão a escolha do cristal monocromador deve ser cuidadosa.

O arranjo não dispersivo é altamente sensível a variações do parâmetro de rede e, variações da ordem de uma parte em 10^5 podem ser observadas. Devido à grande sensibilidade esta técnica com arranjo dispersivo não é adequada a amostras com alta densidade de discordâncias.

Outro uso da topografia de duplo cristal, com maior consequência prática, é a utilização de difrações assimétricas. Emprega-se o primeiro cristal (monocromador) de forma a aumentar a seção transversal do feixe e iluminar toda a amostra. Essas características são previstas com as equações (4) e (6).

As simulações necessárias neste trabalho são calculadas pelo programa XOP 2.3 (Sanchez del Rio & Dejus, 2004) considerando os fundamentos descritos acima.

3. PERFIL DE DIFRAÇÃO E TOPOGRAFIA DE RAIOS X SIMULTÂNEOS

Há na literatura diversos trabalhos que unem as técnicas de análise do perfil de difração e topografia de raios X. Kikuta & Kohra (Kikuta & Kohra, 1966) mediram a variação do parâmetro de rede e a rotação dos planos de cristais de silício medindo a posição do pico do perfil de difração em cada ponto da amostra usando topografia de duplo-cristal com fontes convencionais. Já Lübbert *et al* (Lübbert *et al.*, 2000) mediram os perfis de difração a partir de topografias digitais de *wafers* semicondutores com radiação síncrotron. Neste último trabalho a principal informação obtida foi o desvio na orientação dos planos da rede cristalina, mas não foi observada a variação do parâmetro de rede.

O presente trabalho combina as vantagens da topografia e da análise do perfil de difração simultaneamente. Será desenvolvido de uma forma alternativa ao trabalho de Lübbert *et al.* (Lübbert *et al.*, 2000), sem transladar as amostras usando um monocromador com duas reflexões assimétricas. Dessa forma elimina-se a necessidade do uso de um sistema de translação de alta qualidade uma vez que para arranjos com alta sensibilidade o desvio do ângulo de difração deve ser menor que 1 segundo de arco ao transladar a amostra. Outra vantagem do método a ser apresentado é a possibilidade de aplicá-lo com fontes convencionais.

O objetivo com esta técnica é determinar quais são as contribuições da variação angular devidas à variação do parâmetro de rede e à rotação dos planos, uma vez que ambos causam variação da posição angular do feixe difratado.

O feixe de raios X provindo de uma fonte convencional (gerador de raios X) possui um amplo espectro de comprimentos de onda sendo necessária uma preparação prévia do feixe antes de atingir a amostra. Tanto para a técnica de análise do perfil de

difração quanto para a topografia é conveniente o uso de cristais monocromadores com objetivo de selecionar uma faixa de comprimentos de onda e divergência, principalmente quando se deseja alta resolução. Foram utilizados dois arranjos experimentais: arranjo com o monocromador 4C e com um monocromador de Si (400) com duas reflexões assimétricas.

3.1 Arranjo experimental

O arranjo experimental consiste na utilização de um posicionador angular (“jacaré”) montado sobre um dos eixos de um difratômetro de duplo eixo (Rodrigues *et al.*, 1987). O “jacaré” permite posicionar a normal aos planos cristalinos paralelamente ao plano de difração (ajuste do *tilt*). Inicialmente é usado um detector cintilador para encontrar a reflexão, fazer o ajuste angular e obter a curva do perfil de difração da intensidade integrada.

Após esse procedimento o detector de cintilação é removido e em seu lugar é colocado o detector CCD, posicionado perpendicularmente ao feixe difratado a uma distância de cerca de 7 cm da amostra, como pode ser visto na figura 4.

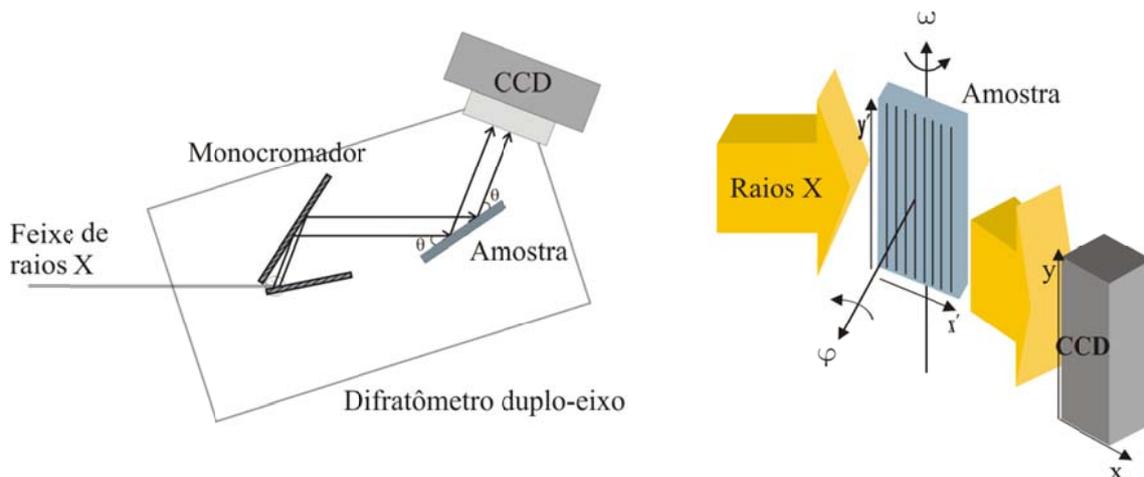


Fig. 4: Esquema da montagem experimental para obtenção da série de topografias para compor o perfil de difração da amostra e representação esquemática dos eixos ω e ϕ .

A amostra é então girada em torno do ângulo de difração no eixo perpendicular ao feixe (eixo ω). A varredura angular é realizada em intervalos da ordem de segundos de arco e em cada ponto do perfil de difração uma imagem é obtida pelo CCD. Cada imagem obtida corresponde a uma topografia digital para cada ângulo do perfil de difração. O controle do posicionamento angular da amostra e da aquisição das imagens é feito pelo sistema SCOPE (Rodrigues *et al.*, 1986). Para cada posição angular da amostra o SCOPE envia um pulso TTL para o sistema de controle do CCD. Após a recepção do sinal é iniciada a aquisição da imagem.

O detector utilizado foi um detector CCD comercial EEV CCD05-30 com 1242 x 1152 *pixels* de conversão direta com *pixels* de 25 μm da Princeton Instruments (Manual de operação, 1996).

Os resultados obtidos são topografias digitais que contêm a intensidade difratada de cada *pixel* em função da posição angular (ω) da curva do perfil de difração $I(x,y,\omega)$.

O método foi aplicado no LORXI e no LNLS. No LORXI há somente um monocromador assimétrico, como na figura 4, enquanto que no LNLS há também o monocromador da linha XRD2, como mostrado na figura 5.

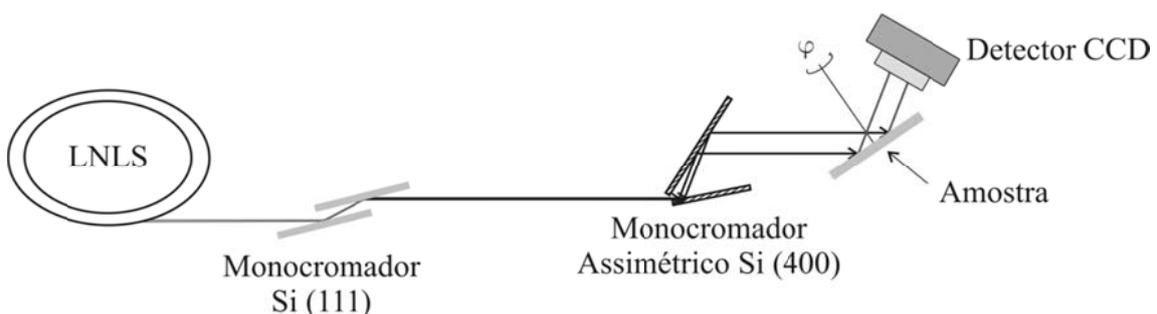


Fig. 5: Esquema da montagem experimental para a aplicação do método de topografia e análise do perfil de difração simultâneos no LNLS.

O arranjo utilizado nas duas situações, LORXI e LNLS, foi o arranjo não dispersivo no qual os planos da amostra são posicionados paralelos aos planos do monocromador.

3.2 Metodologia da análise dos dados

Para cada posição da imagem (*pixel*) as intensidades são extraídas, com o auxílio do programa Visrock (Lübbert, 2007). Para cada *pixel* é obtido um conjunto de dados, da intensidade para cada posição angular ($I(\omega)$) da amostra. Com esses dados são feitas as curvas do perfil de difração da intensidade em função da posição angular $I(\omega)$ para cada *pixel* a partir da série de topografias digitais (um esquema pode ser visto na figura 6). Estas curvas são chamadas de perfil reconstruído. A partir dos perfis obtém-se a largura a meia altura e a posição angular do pico da curva do perfil de difração de cada *pixel*. Como é possível esse procedimento para todos os *pixels* da imagem, outra maneira de mostrar os valores da largura a meia altura e posição dos picos é através de mapas, que dão uma visão mais ampla da presença de defeitos da amostra (Lübbert *et al.*, 2000; Lübbert, 2007).

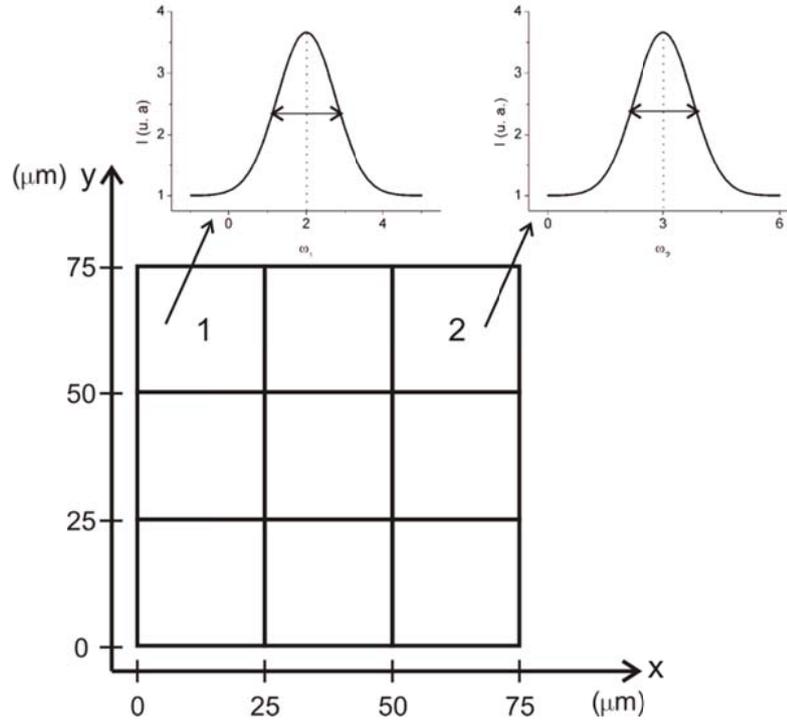


Figura 6: Esquema dos *pixels* e de suas curvas do perfil de difração na topografia digital.

Como o detector é posicionado próximo a amostra, a correlação entre as posições da amostra e os *pixels* do CCD é preservada. Dessa forma o método apresentado permite relacionar cada *pixel* do CCD a um ponto da amostra.

Devido ao ruído eletrônico e as inhomogeneidades do CCD, antes da análise é necessário fazer uma correção dos dados obtidos. Essa correção é feita pelo software de aquisição de dados WinView (WinSpec Manual, 2007) com a subtração da imagem de campo escuro da câmera de cada imagem obtida. A imagem de campo escuro é a imagem obtida quando não há feixe incidindo na câmera e teoricamente seria zero. Na prática a intensidade é diferente de zero e varia de ponto a ponto (*pixel*) como consequência do ruído eletrônico. A fórmula final da intensidade será:

$$I(x_i, y_i) = I_{Dif}(x_i, y_i) - I_{CE}(x_i, y_i) \quad (7)$$

onde $I_{Dif}(x_i, y_i)$ é a intensidade difratada e $I_{CE}(x_i, y_i)$ é a intensidade da imagem de campo escuro para cada posição (x_i, y_i) .

Com o perfil de difração de cada *pixel* é possível medir a posição angular do pico da curva de dois *pixels* 1 e 2 da figura 6, por exemplo, cuja medida da posição angular será denotada por ω_1^0 e ω_2^0 , e a variação relativa entre as posições angulares $\Delta\omega_{12}^0$, como pode ser visto na figura 7. O índice sobrescrito 0 se refere ao ângulo azimutal $\varphi = 0^\circ$.

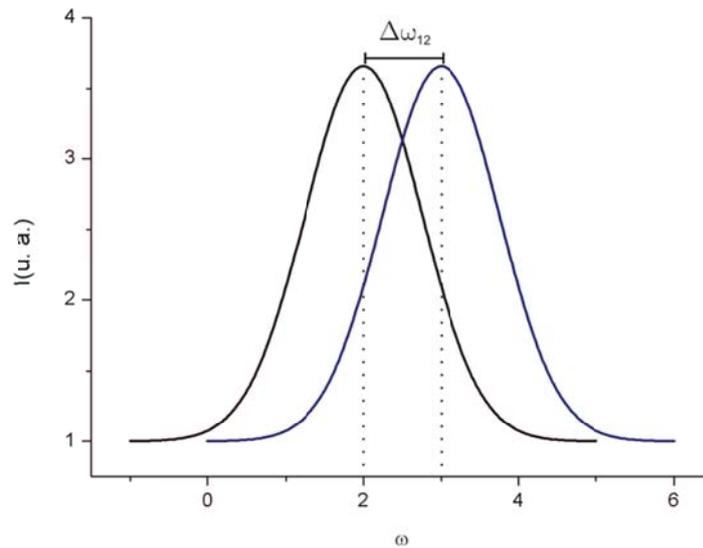


Figura 7: Variação relativa entre as posições angulares dos picos dos perfil de difração dos *pixels* 1 e 2 indicados no esquema figura 5.

Após obter a série de topografias a amostra é girada de 180° em torno da normal a superfície da amostra (eixo φ da figura 4) e outra série de medidas é realizada. Com essa série novamente é medido o perfil de difração de cada *pixel*. A medida da posição angular dos picos das curvas dos *pixels* 1 e 2, agora é denotada por ω_1^{180} e ω_2^{180} . A partir das variações relativas da posição angular dos picos é possível determinar a inclinação da rede e a variação do parâmetro de rede entre os dois *pixels* 1 e 2, que correspondem às posições $1'$ e $2'$ da amostra. Seguindo as aproximações feitas por Kikuta & Kohra (Kikuta & Kohra, 1966), temos as seguintes expressões para a variação relativa entre as posições de dois *pixels*, i e k , quaisquer da imagem:

$$\begin{aligned}\Delta\omega_{ik}^0 &= \omega_i^0 - \omega_k^0 = \Delta\theta_{ik} + \Delta\alpha_{ik} \\ \Delta\omega_{ik}^{180} &= \omega_i^{180} - \omega_k^{180} = \Delta\theta_{ik} - \Delta\alpha_{ik}\end{aligned}\quad (9)$$

onde

$$\begin{aligned}\Delta\theta_{ik} &= \theta_i - \theta_k \\ \Delta\alpha_{ik} &= \alpha_i - \alpha_k\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\Delta\theta_{ik} &= (\Delta\omega_{ik}^0 + \Delta\omega_{ik}^{180})/2 \\ \Delta\alpha_{ik} &= (\Delta\omega_{ik}^0 - \Delta\omega_{ik}^{180})/2\end{aligned}\quad (10)$$

Onde $\Delta\theta$ é a variação da posição angular em consequência de $\Delta d/d$ e $\Delta\alpha$ é a variação devido a inclinação da rede. O parâmetro de rede é dado pela Lei de Bragg e, fazendo a diferenciação da expressão (1) obtém-se uma expressão para determinar a variação local do parâmetro de rede:

$$\frac{\Delta d}{d} = \cot(\theta)\Delta\theta \quad (11)$$

Enquanto que para determinar o raio de curvatura (figura 8) da amostra a expressão é:

$$R = \frac{\Delta S_{ik}}{\Delta\alpha_{ik}\text{sen}(\theta)} \quad (12)$$

onde ΔS_{ik} é a distância entre os dois pontos da imagem do CCD e $\Delta\alpha_{ik}$ é a diferença entre as posições angulares dos picos das curvas dos *pixels* i e k . O fator $\text{sen}(\theta)$ é devido ao posicionamento perpendicular do CCD em relação ao feixe difratado.

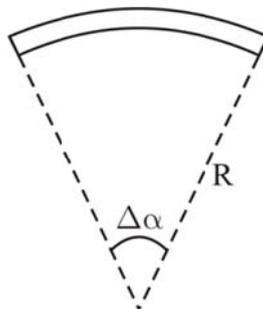


Figura 8: Esquema representando a curvatura da amostra.

Grandes variações no parâmetro de rede poderiam causar a perda da correlação entre a imagem e a amostra, uma vez que o feixe difratado poderia transladar no detector. A translação do feixe no detector (Δx) depende da distância D da amostra ao CCD e da variação da posição angular ($\Delta\theta$) em consequência de ($\Delta d/d$):

$$\Delta x = 2D\Delta\theta = 2D\tan(\theta)\left(\frac{\Delta d}{d}\right) \quad (8)$$

No entanto nas condições experimentais o deslocamento lateral percorrido pelo feixe difratado é menor que o *pixel* do detector (25 μm), uma vez que os resultados mostraram $\Delta d/d < 1,8 \times 10^{-4}$. Essas condições garantem a correlação entre a posição na amostra e o *pixel* no detector.

3.3 Monocromador Quatro Cristais

Uma maneira de se obter um feixe aproximadamente monocromático é a utilização do monocromador quatro cristais (4C) de Ge (220) fixo a torre de raios X. Este monocromador é utilizado de modo a se obter radiação quase paralela e monocromática, CuK_α (8,047 keV). A divergência angular e a cromaticidade do conjunto 4C para a energia de interesse é de 16,1 segundos de arco e $2,9 \times 10^{-4}$ Å, respectivamente (Hönnicke, 2002). A seção do feixe incidente na amostra é determinada pelo tamanho da fenda utilizada antes do 4C, uma fenda circular de 1,5 mm de diâmetro. Nesta situação a seção espacial da imagem difratada $1,3 \times 8,9 \text{ mm}^2$. O formato é elíptico devido às diferenças existentes entre as divergências horizontal e vertical. A divergência vertical é limitada pela fenda de entrada enquanto que a horizontal é devida ao fator instrumental do monocromador 4C. Uma descrição mais detalhada deste monocromador pode ser encontrada no apêndice B.

Com esse monocromador foram obtidos os perfis de difração reconstruídos para uma amostra de referência, um cristal de silício perfeito e espesso difratando os planos

(220) num ângulo de $23,7^\circ$ para a radiação $\text{CuK}\alpha$. O valor obtido da largura a meia altura do perfil de difração reconstruído da intensidade integrada foi $10,5 \pm 0,2$ segundos de arco (figura 9). Este valor é muito próximo ao valor obtido com um detector cintilador, $11,2 \pm 0,2$ segundos de arco. A largura a meia altura de um *pixel* localizado no centro da imagem foi de $10,5 \pm 0,2$ segundos de arco. O valor teórico esperado era $11,2$ segundos de arco e foi determinado com o diagrama de DuMond (DuMond, 1937). Uma demonstração do cálculo é feita no Apêndice B.

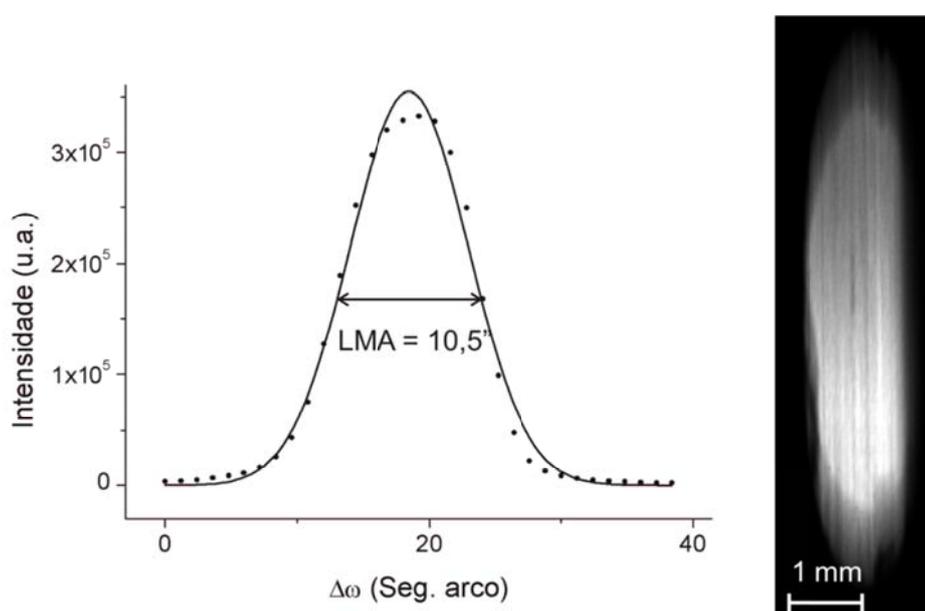


Figura 9: Topografia e perfil de difração da intensidade integrada na área para o cristal de Si (220) obtidos com monocromador 4C e radiação $\text{CuK}\alpha$.

Com este arranjo experimental, foram realizados as primeiras medidas no laboratório com o objetivo de aprendizagem do manuseio do CCD e do programa de análise de dados. No entanto a seção transversal do feixe não foi suficiente para iluminar toda a região de interesse das amostras. Os resultados obtidos com este monocromador forneceram um indicativo das possibilidades que podem ser exploradas com a técnica proposta.

3.4 Monocromador Assimétrico V Si (400) (MAV)

Outra forma de obter radiação monocromática com seção transversal expandida é o uso de um monocromador monolítico com duas reflexões assimétricas em um arranjo não dispersivo. O monocromador foi confeccionado no Laboratório de Óptica de Raios X e Instrumentação (LORXI) a partir de um monobloco de silício *Float Zone* crescido na direção (100). O cristal foi cortado de tal forma, que o feixe difratado pelos planos (400) sofre duas reflexões assimétricas sucessivas expandindo espacialmente o feixe incidente. O ângulo entre os planos (001) e a superfície cortada é $23,5^\circ$. Para a radiação utilizada, CuK_α , o ângulo de entrada, entre o feixe incidente e a superfície, é de 11° e o de saída de 58° . O fator de magnificação é $4,5x$. Como há duas reflexões em série a magnificação total é de $20x$. A figura 10 é uma representação esquemática do monocromador. Este dispositivo possui um sistema elástico para a correção angular devido ao índice de refração. Na extremidade do segundo cristal foram cortados sulcos na forma de um *weak-link* para se obter o sistema elástico. A essa extremidade é fixado um ímã. Próximo a esse ímã é colocada uma pequena bobina ligada a uma fonte de corrente estabilizada. Com o controle da corrente da bobina é possível maximizar a intensidade difratada com a correção do índice de refração.

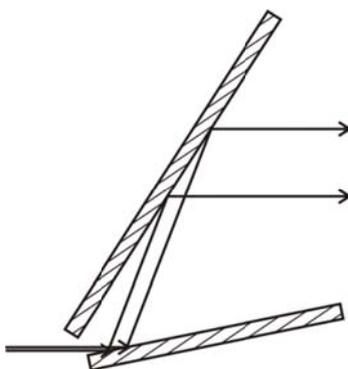


Figura 10: Representação esquemática do monocromador assimétrico V de Si (400) com duas reflexões assimétricas.

A divergência do feixe de saída depende da divergência do feixe de entrada e da largura do perfil intrínseco do cristal. O uso de difrações assimétricas reduz a largura da distribuição angular do feixe refletido pelo monocromador.

No LORXI a fenda utilizada foi de $0,2 \times 9 \text{ mm}^2$ e colimador com comprimento de 600 mm, enquanto que no LNLS o tamanho da fenda era de $0,9 \times 9 \text{ mm}^2$ a uma distância de 9 m do monocromador de Si (111) da linha XRD2 (Giles *et al.*, 2003). Para as condições experimentais no LORXI a divergência angular é 108 segundos de arco.

Para verificar se o monocromador não apresentava defeitos que poderiam alterar as imagens e aplicar a técnica proposta foi medido no LORXI o perfil de difração de um silício perfeito (400). Fez-se a curva com o detector cintilador e com o método proposto e os resultados são apresentados na tabela 1. As curvas e uma topografia são mostradas na figura 11.

A topografia da figura 11 mostra a homogeneidade do feixe que sai do monocromador e, os valores das medidas da LMA mostraram que não há influência do monocromador nos resultados e que estes se devem apenas à amostra.

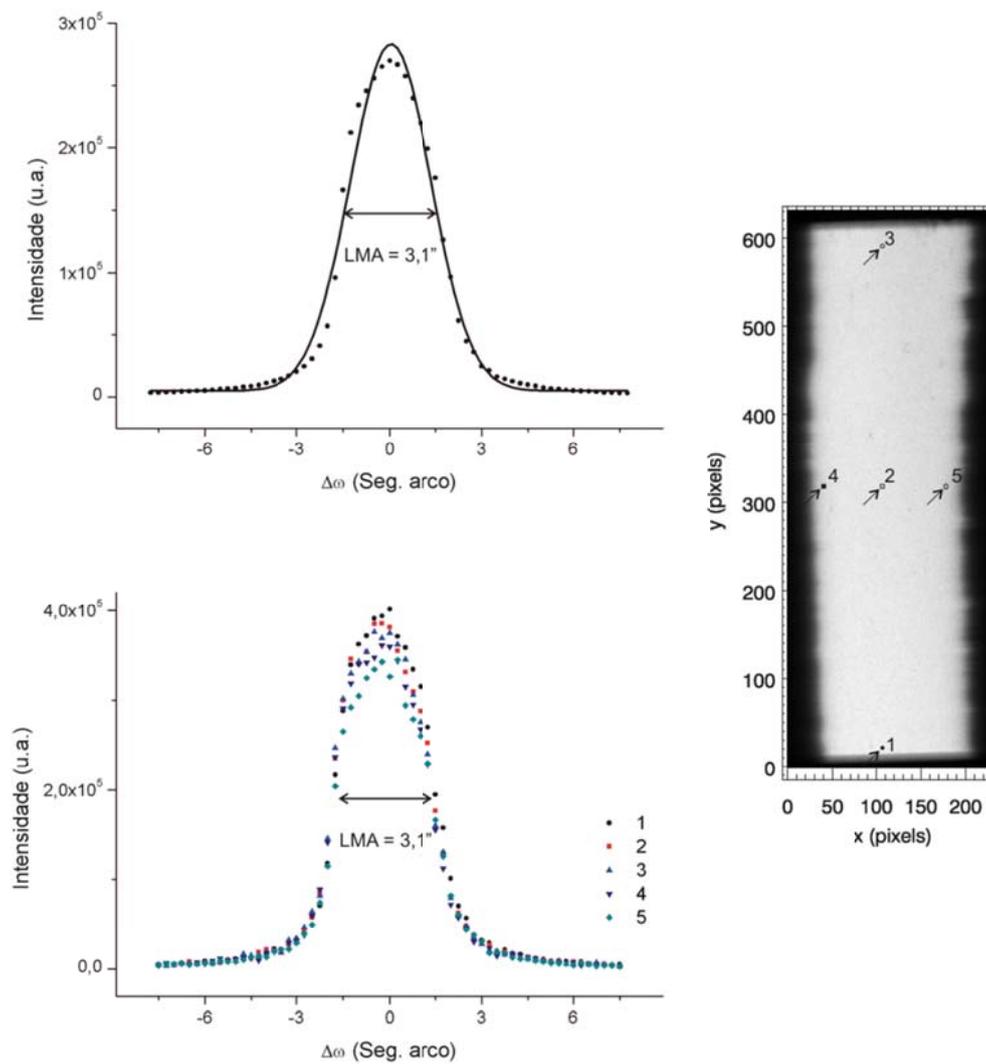


Figura 11: Perfil reconstruído Si 400 da intensidade integrada (no alto) e para cinco *pixels* indicados pelas flechas na topografia.

	LMA (Seg. de arco)
Cintilador	3,3
Int. integrada reconstruída	3,1
Alto da imagem	3,1
Centro	3,1
Em baixo	3,1

Tabela 1: valores da largura a meia altura de três pontos indicados na topografia da figura 10 (Si 400) utilizando o monocromador V.

4. EXEMPLOS DE APLICAÇÃO

Neste capítulo serão apresentados dois exemplos de aplicação da técnica: uma amostra de Si (400) tensionada pela presença de um filme de SiO₂ e uma amostra de Si (400) com nanoindentações.

4.1 Cristal de Silício (400) com camada de SiO₂

A análise do perfil de difração simultâneo à topografia foi aplicada a uma amostra de silício com a superfície paralela aos planos (100) recoberta por uma camada de óxido de silício. A camada foi depositada com uma máscara de formato xadrez, como pode ser visto na figura 12, e com espessura de 330 nm (Apêndice C). A deposição da camada de óxido causa um stress mecânico cuja consequência é a curvatura da rede. Daqui em diante esta amostra será chamada Si (400) xadrez.

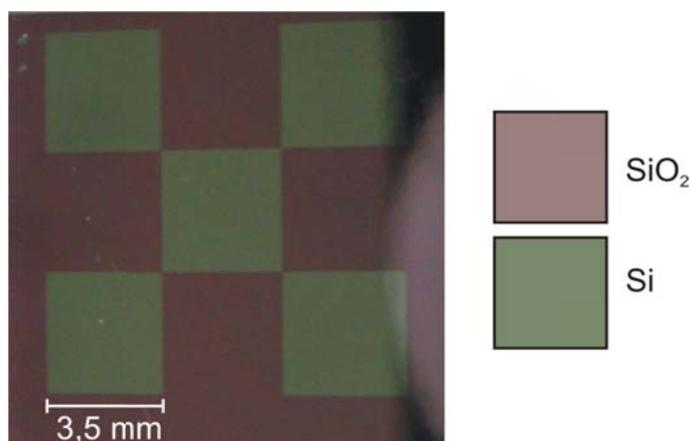


Figura 12: Foto da amostra de Si (400) xadrez.

Foram realizadas as medidas com o MAV de Si (400) no LORXI com radiação convencional CuK_α e no LNLS na estação XRD2 usando energia de 8 keV. A reflexão utilizada foi a 400 cujo ângulo de difração é 34,5° para as energias utilizadas.

4.1.1 Medidas realizadas no LORXI

Foram obtidas duas séries de 100 imagens cada uma, em intervalos angulares de 0,75 segundos de arco e 12,5 minutos de exposição para cada imagem. O CCD foi posicionado a 7,0 cm da amostra.

Na figura 13 pode ser visto o perfil de difração do feixe difratado por toda a área iluminada da amostra, para as situações $\varphi = 0^\circ$ e $\varphi = 180^\circ$. Nesta figura (figura 11) a curva do perfil de difração é larga pois há a contribuição dos feixes difratados por toda a amostra incluindo os defeitos presentes, não sendo possível identificar quais são esses defeitos.

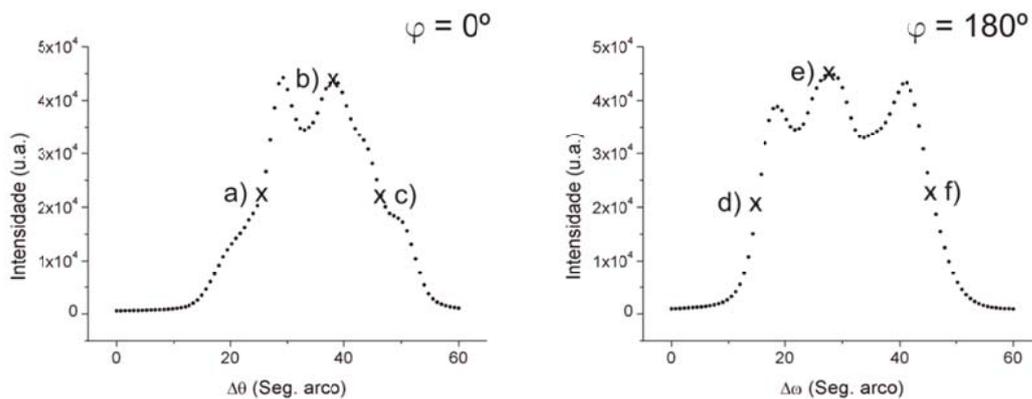


Figura 13: Perfil de difração reconstruído da intensidade integrada para a amostra de Si(400) xadrez para as posições em $\varphi = 0^\circ$ e $\varphi = 180^\circ$ com radiação $\text{CuK}\alpha$.

As topografias para as posições angulares a, b e c indicadas na curva do perfil de difração para $\varphi = 0^\circ$ da figura 13 e, para as posições d, e e f da curva de $\varphi = 180^\circ$ podem ser vistas na figura 14.

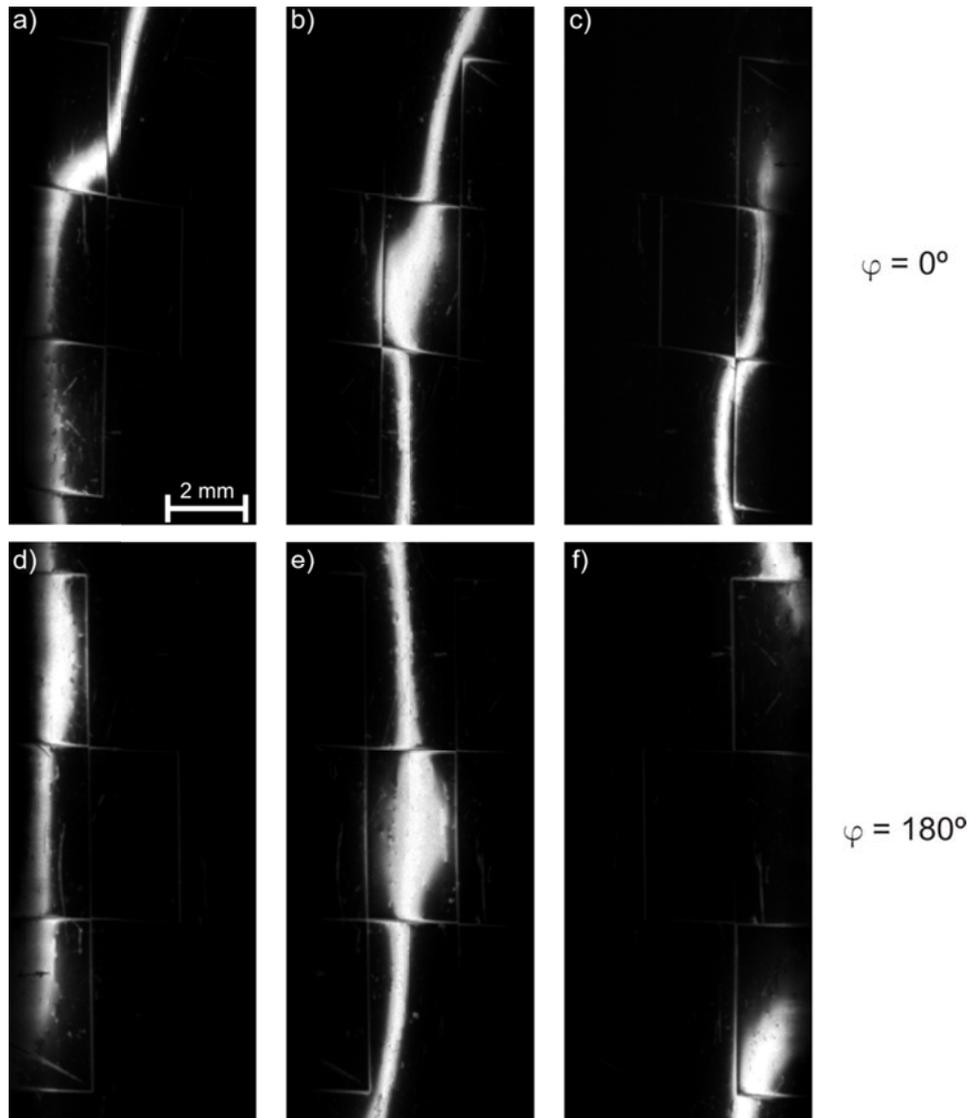


Figura 14: Topografias obtidas com radiação $\text{CuK}\alpha$ em três posições diferentes do perfil de difração da amostra de Si (400) xadrez: a), b) e c) correspondem ao azimute $\varphi = 0^\circ$; d), e) e f) a $\varphi = 180^\circ$.

Observa-se na figura 14 que as topografias não estão iluminadas homogeneamente. Isto se deve à curvatura da amostra e, conforme a amostra gira em torno do eixo ω novas regiões satisfazem a condição de difração. Tendo em vista isso a curvatura da rede será analisada com mais detalhes.

A figura 15 é uma representação da amostra com alguns pontos indicados para os quais serão obtidos os perfis de difração e feita a análise da amostra. Cada ponto representa um *pixel* da topografia digital.

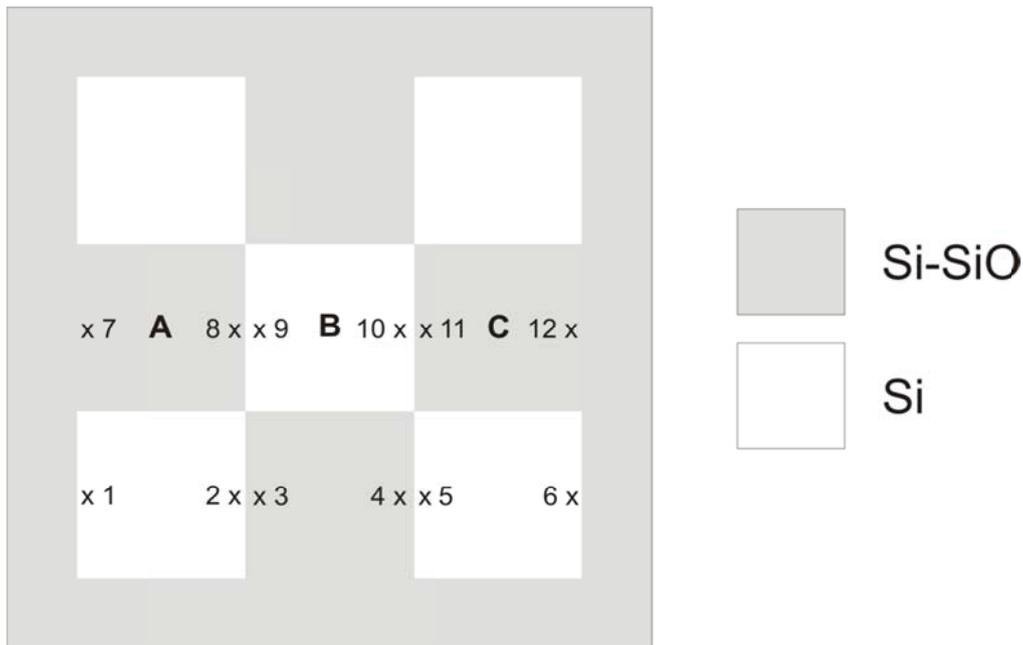


Figura 15: Esquema da amostra de Si (400) xadrez e pontos selecionados.

Para os pontos indicados por A, B e C no centro da figura 15 são mostrados os perfis de difração reconstruídos na figura 16.

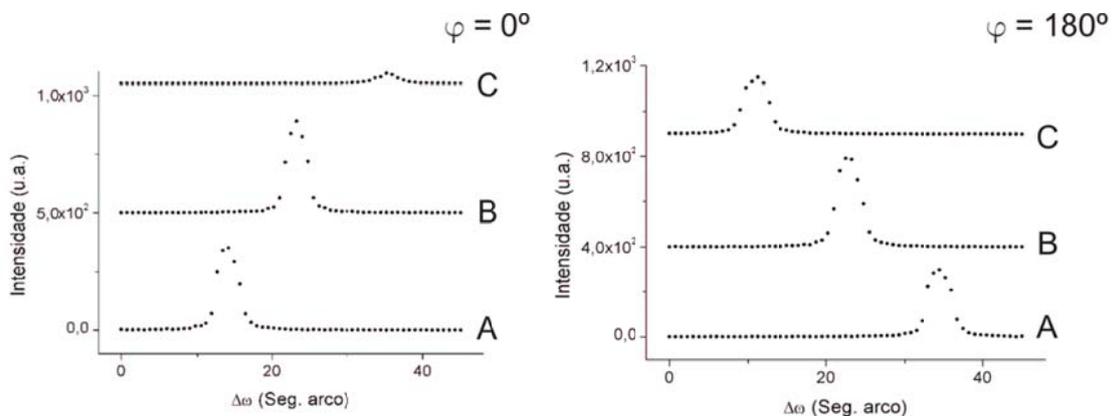


Figura 16: Perfis de difração reconstruídos de três *pixels* A, B e C, indicados na figura 15, da amostra de Si (400) xadrez para os azimutes $\varphi = 0^\circ$ e $\varphi = 180^\circ$ com radiação $\text{CuK}\alpha$.

Na figura 16 observa-se que para o ponto C, em relação ao ponto A, ocorre um deslocamento relativo da posição do pico das curvas para ângulos maiores para a posição $\varphi = 0^\circ$ e que após girar a amostra, o deslocamento relativo entre os mesmos pontos é para ângulos menores. Esse comportamento é de amostras curvadas e demonstra que nesse caso a curvatura da amostra é convexa. A partir dessa observação

será determinada a curvatura da rede devida a deposição da camada de SiO₂ entre os pontos 3 e 4 e 9 e 10 indicados na figura 15. Para os outros pontos não foi possível fazer a análise porque o feixe não atingiu toda a amostra. O tamanho da fenda, 0,2 mm, foi escolhido de maneira a separar as raias K α_1 e K α_2 do tubo de Cu e limitar a divergência angular a largura da raia K α_1 .

A figura 15 foi considerada como referência para a posição inicial ($\varphi = 0^\circ$). Para cada *pixel* indicado na figura 15 foram extraídos os dados da intensidade em função do ângulo de rotação $I(\omega)$ das duas séries de topografias para fazer a reconstrução das curvas do perfil de difração. Após extrair os dados de cada *pixel* as curvas $I(\omega)$ são ajustadas com o programa Origin e, a partir do ajuste das curvas determina-se o valor da posição angular do pico da curva do perfil de difração para cada ponto. Com esses valores é possível determinar o raio de curvatura entre os pontos selecionados usando as expressões (9), (10) e (12). Os parâmetros do deslocamento relativo da posição angular entre dois *pixels* i e k ($\Delta\omega_{ik}$) e o raio de curvatura, bem como a distância entre os *pixels* (Δx_{ik}) são listados na tabela 2.

Os resultados para os pontos selecionados são apresentados na tabela 2.

$i-k$	$\Delta\omega_{ik}^0$ (Seg. de arco)	$\Delta\omega_{ik}^{180}$ (Seg. de arco)	$\Delta\alpha_{ik}$ (Seg. de arco)	Δx_{ik} (mm)	R (m)
3-4	18,2	-20,1	19,2	1,9	36,1 \pm 0,5
9-10	5,1	-5,3	5,2	1,9	129,2 \pm 2,6

Tabela 2: Determinação do raio de curvatura da lâmina de Si (400) xadrez usando topografia e análise do perfil de difração simultâneos com radiação CuK α .

Os valores do raio de curvatura mostram que a deposição de óxido causa a curvatura da amostra nessa região enquanto que onde não há deposição o raio de curvatura é maior e a curvatura é consequência da influência da tensão de outras regiões.

A fim de investigar melhor a amostra foram ajustadas as curvas para pontos localizados próximo à interface, entre as posições 8 e 9 e 10 e 11. Os resultados da variação relativa da posição angular entre os *pixels* estão listados na tabela 3. O que se observa é que próximo a interface o deslocamento relativo entre a posição angular dos picos das curvas de dois *pixels* indica uma variação do parâmetro de rede relativa entre os dois *pixels*. O valor de $\Delta d/d$ entre os *pixels* foi determinado por meio da expressão (11) e os valores também estão listados na tabela 3.

$i-k$	$\Delta\omega_{ik}^0$ (Seg. de arco)	$\Delta\omega_{ik}^{180}$ (Seg. de arco)	$\Delta\theta_{ik}$ (Seg. de arco)	$\Delta d/d$ 10^{-5}
8-9	1,59	1,72	1,66	$1,17 \pm 0,03$
10-11	-0,12	-2,48	-1,30	$-0,92 \pm 0,04$

Tabela 4: Valores da variação da posição angular para pontos localizados próximo a interface Si-SiO₂ e valor da variação do parâmetro de rede entre os pontos.

Foi determinada uma variação no parâmetro de rede da ordem de 10^{-5} . Sendo que na transição da região com óxido para a região sem a camada há um aumento no parâmetro de rede enquanto que há uma diminuição do parâmetro de rede na transição inversa.

4.1.2 Medidas realizadas no LNLS

Nas medidas realizadas no LNLS foram obtidos dois conjuntos de dados da mesma forma que no LORXI. Para obter o segundo conjunto a amostra foi girada de 180° em relação ao primeiro conjunto em torno do eixo φ . Cada série de topografias possui 50 imagens cada uma em intervalos de 2,7 segundos de arco e 5 minutos de exposição com o CCD a uma distância de 4,0 cm. As topografias foram obtidas com energia de 8 keV.

Para cada *pixel* indicado na figura 15 foram extraídos os dados da intensidade em função do ângulo de rotação $I(\omega)$ das duas séries de topografias para fazer a

reconstrução das curvas do perfil de difração. Após o ajuste das curvas com os valores da variação relativa entre a posição angular dos picos entre dois *pixels* o raio de curvatura foi determinado. Os parâmetros do deslocamento relativo da posição angular entre dois *pixels* *i* e *k* ($\Delta\omega_{ik}$) e o raio de curvatura, bem como a distância entre os *pixels* (Δy_{ik}) são listados na tabela 4.

<i>i-k</i>	$\Delta\omega_{ik}^0$ (Seg. de arco)	$\Delta\omega_{ik}^{180}$ (Seg. de arco)	$\Delta\alpha_{ik}$ (Seg. de arco)	Δy_{ik} (mm)	R (m)
1-2	-5,38	3,50	-4,44	1,93	157,8 ± 4,6
3-4	-18,1	22,2	-20,1	1,95	36,5 ± 0,6
5-6	-10,3	11,3	-10,8	1,95	73,5 ± 1,3
7-8	-15,2	16,3	-15,8	1,97	50,3 ± 0,8
9-10	-5,7	7,2	-6,45	1,97	134,8 ± 3,6
11-12	-18,8	21,7	-20,3	1,99	35,2 ± 0,6

Tabela 4: Valores da variação da posição angular entre os pontos indicados na figura 14 e valor do raio de curvatura obtido entre esses pontos para uma lâmina de Si (400). Radiação síncrotron 8 keV e monocromador V Si (400).

Como a área iluminada é maior foi possível fazer a análise para outras regiões da amostra. Para as regiões 3-4 e 9-10 a variação, entre os valores do raio obtidos no LORXI e no LNLS, foi de 1% e 5%.

Os parâmetros relevantes da região localizada na interface estão listados na tabela 5. O que se observa na interface é que houve variação do parâmetro de rede, que pode ser determinado por meio da expressão (11). Os valores de $\Delta d/d$ também estão listados na tabela 5.

<i>i-k</i>	$\Delta\omega_{ik}^0$ (Seg. de arco)	$\Delta\omega_{ik}^{180}$ (Seg. de arco)	$\Delta\theta_{ik}$ (Seg. de arco)	$\Delta d/d$ 10^{-5}
8-9	1,34	2,70	2,02	1,42 ± 0,03
10-11	-1,18	-2,40	-1,79	-1,26 ± 0,04

Tabela 5: Valores da variação da posição angular para pontos localizados próximo a interface Si-SiO₂ e valor da variação do parâmetro de rede entre os pontos.

Assim como no LORXI, no LNLS também foi determinado a variação no parâmetro de rede da ordem de 10^{-5} .

As diferenças entre os valores determinados no LORXI e no LNLS podem ser explicadas porque podem ser *pixels* diferentes em cada situação.

Os resultados obtidos com fonte convencional e radiação síncrotron se mostraram compatíveis, o que mostra que a técnica pode ser aplicada com ambas as fontes.

4.2 Silício perfeito (400) com nanoindentação

Em um *wafer* de silício perfeito com os planos (100) paralelos a superfície foram feitas nanoindentações com duas cargas diferentes no Laboratório de Propriedades Nanomecânicas (LabNano) da UFPR. Com esta amostra foram obtidas as topografias e as medidas de perfil de difração simultâneas.

Na amostra foram feitas vinte e quatro indentações na superfície com carga de 500 nN usando ponta Berkovich distantes 500 μm entre si, distribuídas em forma de matriz 5x5, como pode ser visto na imagem da figura 17 que foi feita por microscopia eletrônica de varredura (MEV) no Laboratório de Ensaios Microscópicos e Mecânicos do LACTEC. Adicionalmente a essas indentações foram feitas mais vinte e cinco no mesmo padrão, mas com carga de 100 nN.

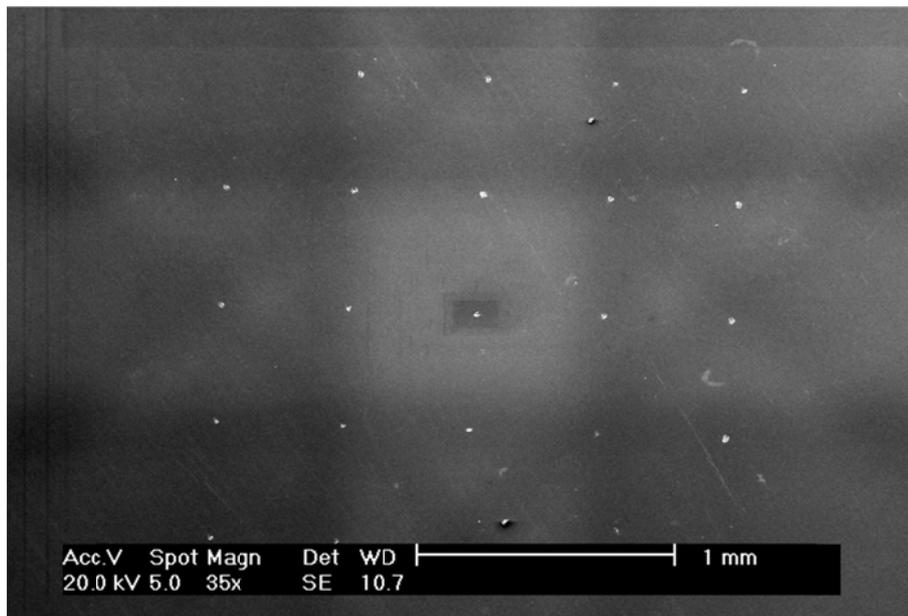


Figura 17: Imagens obtidas com MEV do conjunto de indentações com carga de 500nN feitas no *wafer* de silício (100).

Com essa amostra foram realizadas as medidas de perfil de difração com o monocromador V no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) e no LORXI.

4.2.1 Medidas realizadas no LORXI

A amostra de silício (400) com nanoindentações foi analisada com o MAV e fonte convencional de raios x CuK_α no LORXI. Foram feitos dois conjuntos de topografias, para $\varphi = 0^\circ$ e $\varphi = 180^\circ$. Cada conjunto possui 80 imagens em intervalo de 0,5 segundos de arco e 10 minutos de exposição com o CCD distante 7,0 cm da amostra.

As topografias mostradas na figura 18 correspondem uma seleção da região em torno da série de indentações. As imagens a), b), c), d), e) e f) correspondem as posições angulares indicadas na curva do perfil de difração da intensidade integrada ao lado das topografias. As topografias desta amostra (figura 18) apresentaram uma iluminação não homogênea, o que indica a presença de tensões.

Utilizando o método proposto foi possível obter curvas do perfil de difração local com largura de 3,6 segundos de arco, para *pixels* localizados na região não tensionada, até 8,5 segundos de arco para *pixels* da região da indentação.

Para fazer a análise da região da indentação foi escolhida uma das indentações. A indentação escolhida é indicada pela flecha na figura 18. Da indentação selecionada foi obtida uma imagem com MEV mostrada na figura 19. Na imagem com MEV a superfície danificada mostra uma região aproximadamente circular com raio de 20 μm , enquanto que na topografia de raios x o campo de tensões observado é de 200 x 200 μm^2 .

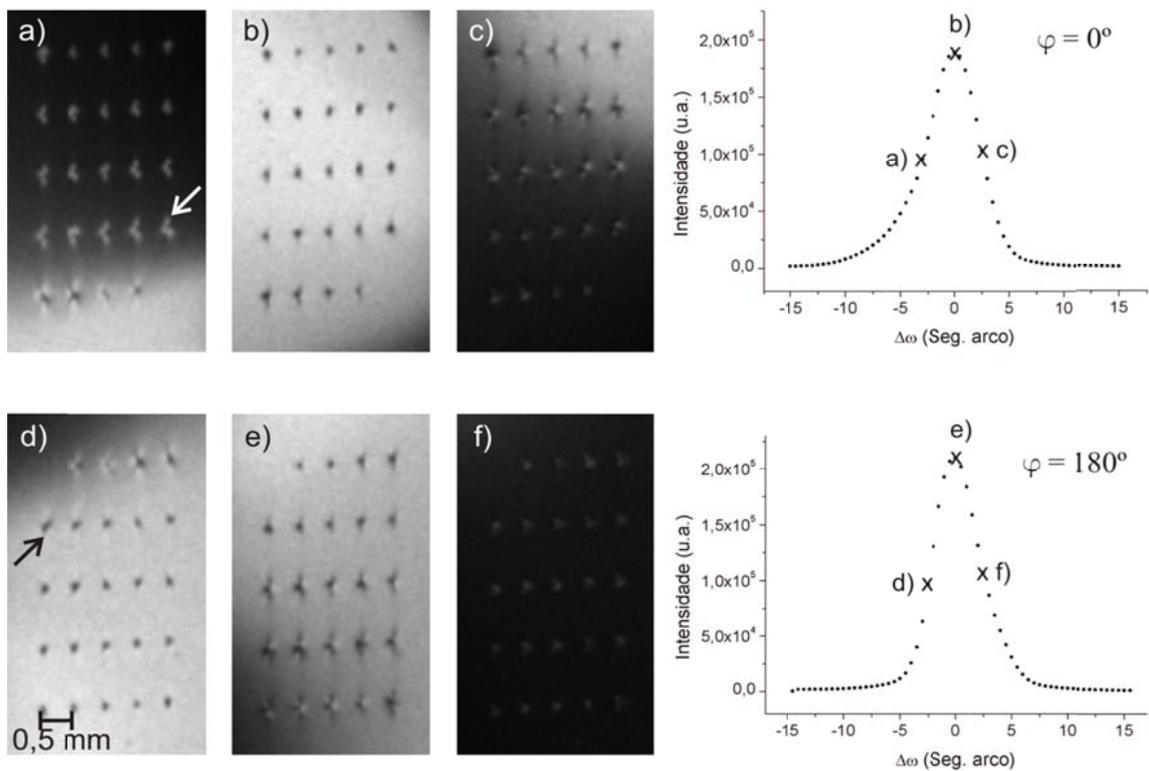


Figura 18: Topografia silício 400 com nanoindentação usando fonte de radiação convencional de $\text{CuK}\alpha$ e as curvas reconstruídas para $\varphi = 0^\circ$ e $\varphi = 180^\circ$.

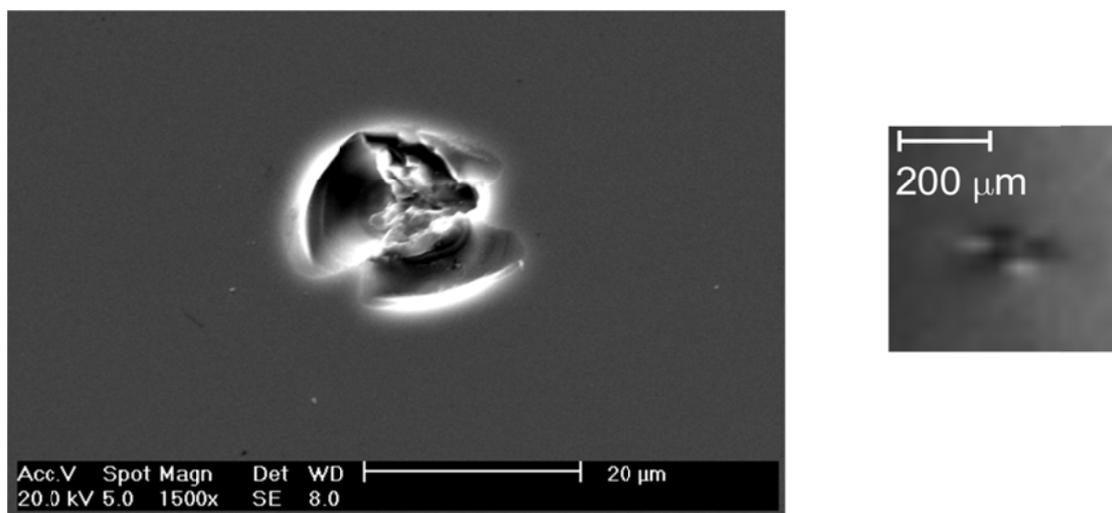


Figura 19: Imagem de MEV e topografia obtida com radiação síncrotron de uma indentação produzida no silício (100).

Na figura 20 é mostrada uma topografia da indentação selecionada e as curvas reconstruídas para os dois *pixels* indicados na topografia.

O *pixel* indicado pelo ponto azul na figura 20 está localizado a 200 μm do *pixel* indicado pelo ponto vermelho que é adjacente a indentação.

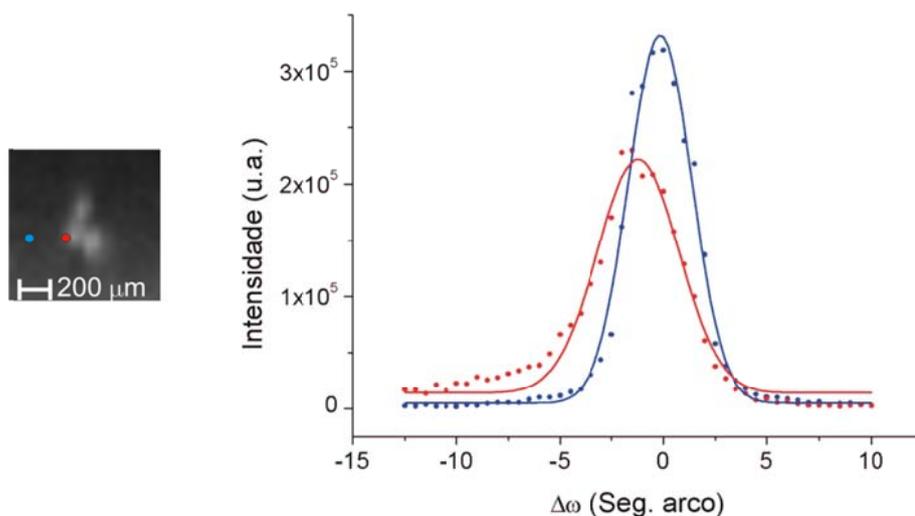


Figura 20: Topografia da indentação selecionada e perfis de difração dos pontos indicados na topografia. A topografia foi obtida com o MAV e radiação CuK α .

A variação angular relativa da posição do pico do perfil de difração entre os *pixels* é $1,1 \pm 0,1$ segundos de arco, que é consequência de um $\Delta d/d = (0,8 \pm 0,1) \times 10^{-5}$ entre esses dois *pixels*.

Para observar de uma forma mais ampla a região em torno da indentação, foram feitos um mapa da largura a meia altura, para se observar como a região está tensionada e um mapa da variação da posição angular relativa entre os *pixels* localizados na região da indentação e fora dessa região para as duas posições em que foram feitas as topografias $\varphi = 0^\circ$ e $\varphi = 180^\circ$. Os mapas são mostrados nas figuras 21 e 22.

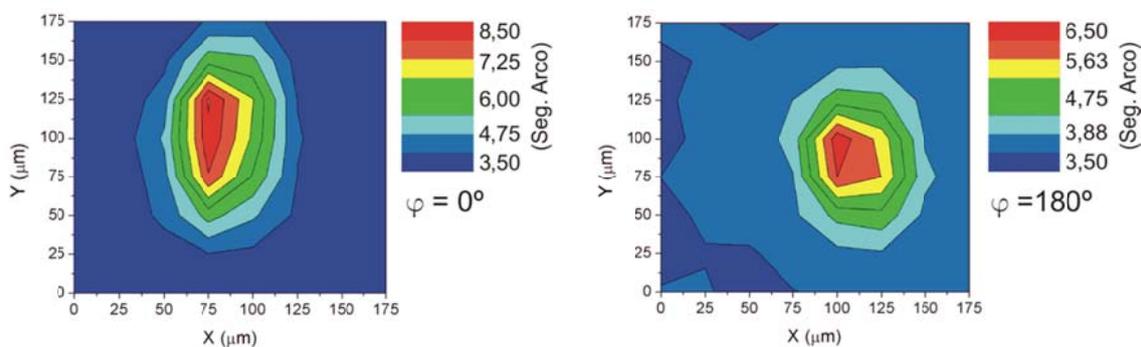


Figura 21: Mapa da largura a meia altura para 8×8 *pixels* da região em torno da indentação.

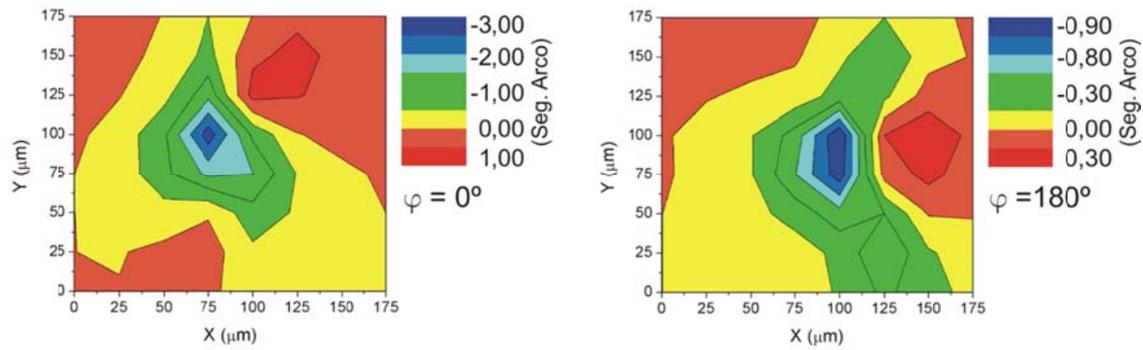


Figura 22: Mapa da variação relativa da posição angular da região em torno da indentação para 8×8 pixels.

O mapa da largura a meia altura (figura 21) mostra que na região da indentação a rede cristalina está bastante tensionada e o mapa da figura 22 mostra a variação relativa da posição angular entre os *pixels* localizados na região da indentação e em volta. Usando os valores da variação relativa da posição do pico do perfil de difração do mapa da figura 22 entre dois *pixels* foi possível determinar valores de $\Delta d/d$ de até $(1,1 \pm 0,4) \times 10^{-6}$.

4.2.2 Medidas realizadas no LNLS

No LNLS foram obtidos dois conjuntos ($\varphi = 0^\circ$ e $\varphi = 180^\circ$) de 40 topografias digitais com o CCD em intervalos angulares de 0,9 segundos de arco com 5 minutos de exposição para cada imagem. O CCD foi posicionado perpendicularmente ao feixe difratado a uma distância de 4,0 cm da amostra. Uma topografia de toda área iluminada pode ser vista na figura 23.

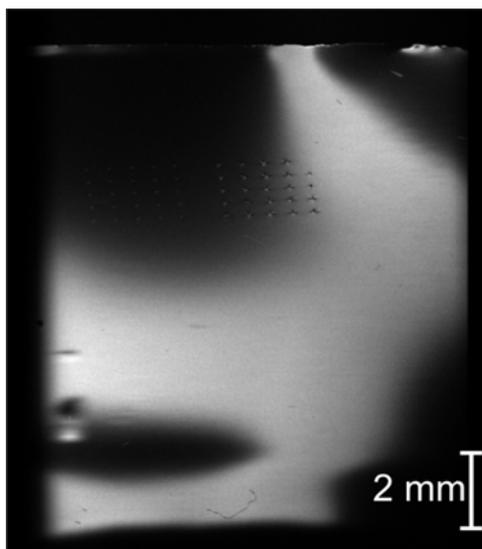


Figura 23: Topografia de toda a área iluminada da amostra de Si (400) com nanoindentações obtida no LNLS com energia de 8 keV.

A topografia da figura 23 mostra uma iluminação não homogênea, o que indica curvatura da amostra e presença de tensões. Como a região de interesse é a indentação a região em volta foi selecionada e na figura 24 são mostradas as topografias dessa região das posições angulares indicadas na curva do perfil de difração para as duas situações, $\varphi = 0^\circ$ e $\varphi = 180^\circ$.

Na tabela 6 estão listados os valores da largura a meia altura das posições indicadas pelas flechas na figura 24.

	LMA (Seg. arco)	
	$\varphi = 0^\circ$	$\varphi = 180^\circ$
Indentação	10,5	12,8
Fora	3,3	4,0

Tabela 6: valores da largura a meia altura das curvas obtidas com radiação síncrotron (8 keV) para amostra de Si (400) com nanoindentações.

Estes valores da largura a meia altura são uma medida da qualidade cristalina da amostra nessas regiões. E o que se observa é que no *pixel* central da indentação a região está altamente tensionada.

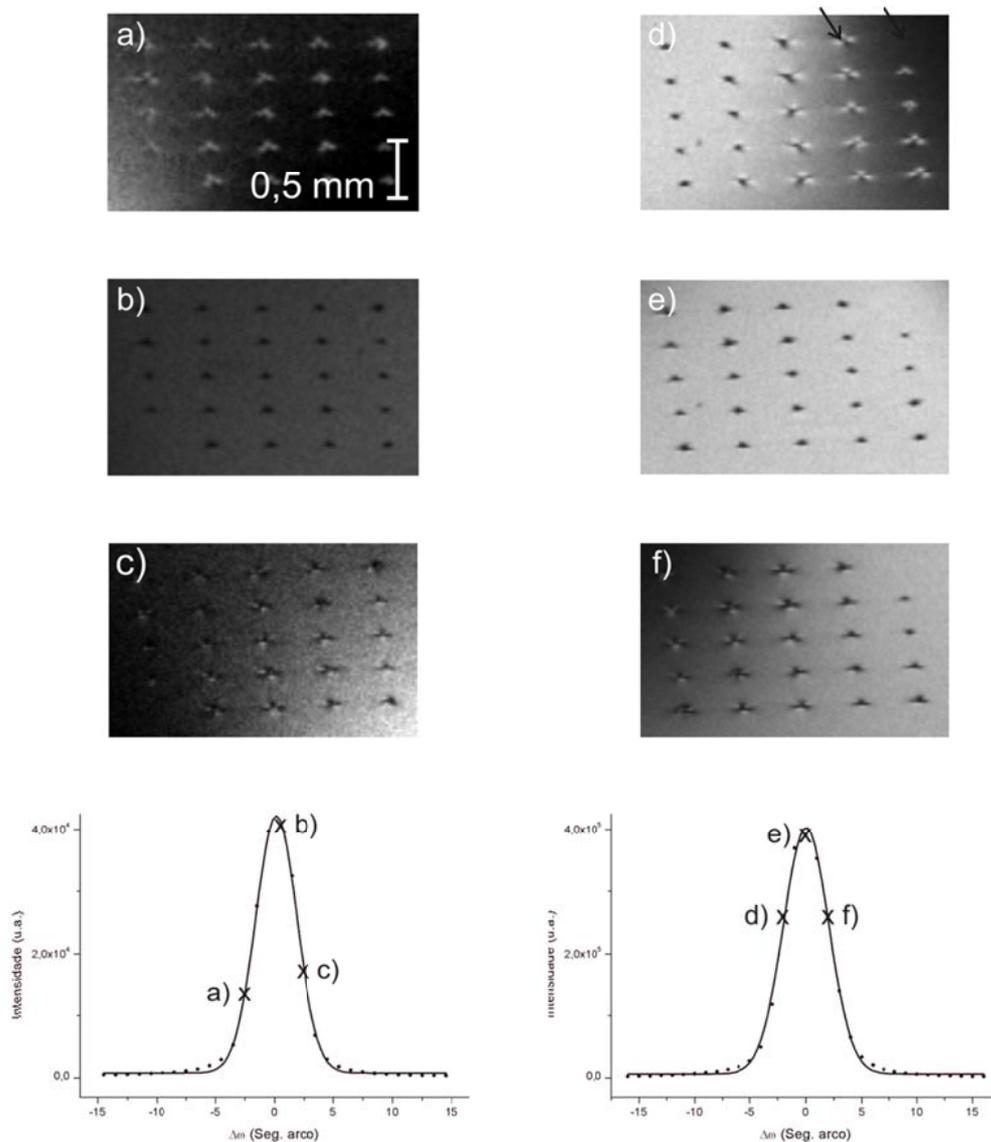


Figura 24: Topografias e perfil de difração reconstruído da amostra de silício (400) com nanoindentações.

Nesta situação também foi analisada a mesma indentação das medidas do LORXI e, uma topografia e os perfis de difração de dois *pixels* próximos a região são mostrados na figura 25. Neste gráfico é possível observar uma variação relativa da posição do pico entre os dois *pixels* indicados pelos pontos na topografia da indentação ao lado. O ponto azul, longe da indentação, e o vermelho, próximo. Entre estes *pixels* a variação relativa da posição angular foi de $1,13 \pm 0,06$ segundos de arco e, o valor de $\Delta d/d$ correspondente a essa variação é de $0,8 \pm 0,04 \times 10^{-5}$.

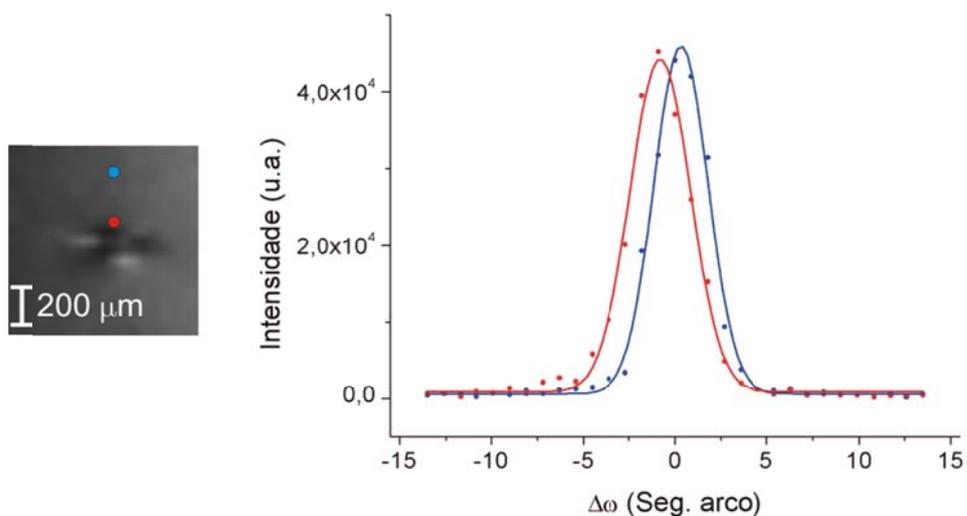


Figura 25: Topografia de uma indentação e perfil de difração reconstruído de dois *pixels* (indicados na topografia) na região de uma indentação produzida na amostra de Si(400). A topografia foi feita no LNLS com energia de 8 keV.

Para a região em torno dessa indentação selecionada foram feitos mapas da largura a meia altura (figura 26) e da variação relativa da posição angular do pico (figura 27) para uma região de 8×7 *pixels* em torno da indentação selecionada.

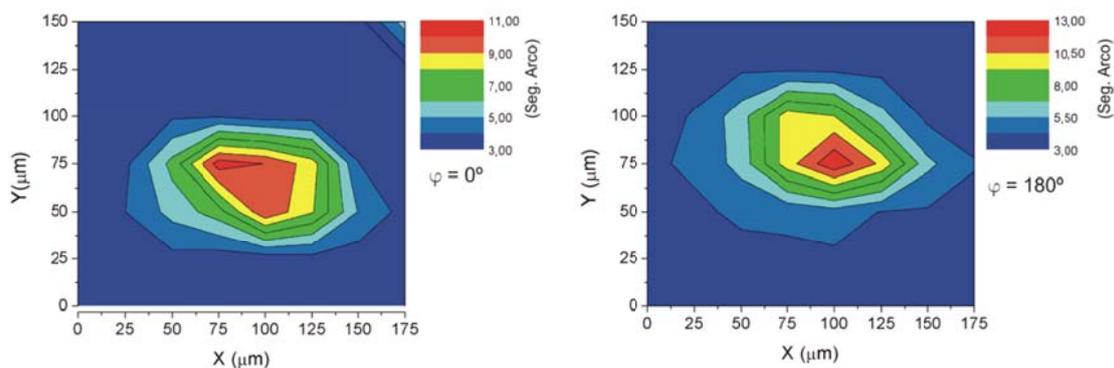


Figura 26: Mapa da largura a meia altura para a indentação indicada na figura 24.

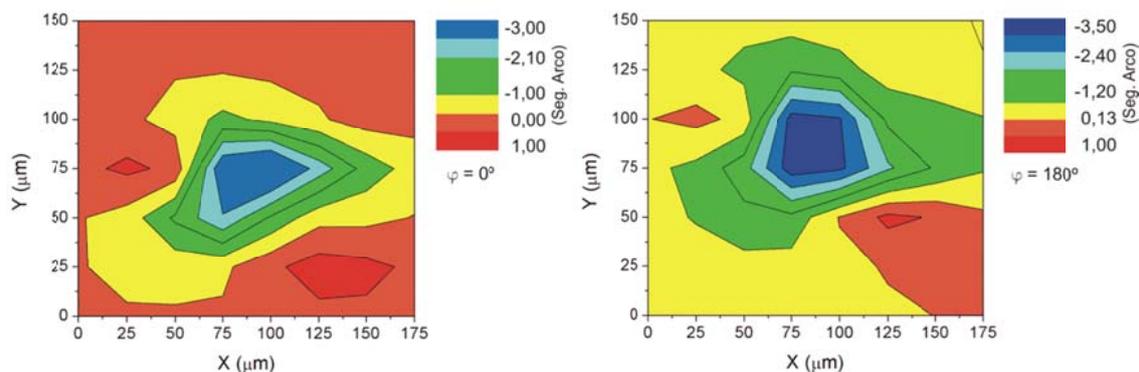


Figura 27: Mapa da posição angular para a indentação indicada na figura 24.

Analisando os mapas da largura a meia altura observa-se que na região da indentação há um aumento da largura indicando a presença de discordâncias provocadas pela nanoindentação. Já nos mapas da posição angular há o deslocamento do pico do perfil de difração para ângulos menores e, como esse comportamento se repete ao girar a amostra de 180° pode-se concluir que esse deslocamento é consequência da variação do parâmetro de rede local. Uma vez que o ângulo diminui o parâmetro de rede aumenta.

A partir do mapa da variação da posição do pico é possível determinar a variação do parâmetro de rede em torno da indentação usando a equação (16). Para a indentação selecionada foi observado o valor para $\Delta d/d$ de $1,8 \times 10^{-5}$.

Esses resultados mostram a vantagem do método proposto em relação aos trabalhos com microscopia de raios X (Larson, *et al.*, 2002; Yang, *et al.*, 2004) e microdifração de feixe branco (Feng, *et al.*, 2008) em cristais de cobre e topografia de feixe branco em cristais de silício (Allen, *et al.*, 2010) que apenas detectaram a rotação dos planos nas regiões próximas a indentação.

5. CONCLUSÃO

Neste trabalho foi apresentado um novo método para análise estrutural de monocristais que une as vantagens das técnicas de topografia e difratometria de raios X. A técnica foi aplicada com fontes convencionais de raios X e com radiação síncrotron apresentando resultados compatíveis com ambas as fontes.

O método proposto por Lübbert *et al.* (Lübbert *et al.*, 2000) foi aprimorado com o uso de um monocromador assimétrico para expandir espacialmente o feixe e aumentar a área iluminada das amostras. A área iluminada das amostras pode ser em torno de 2 cm². Dessa forma é possível analisar toda a amostra sem a necessidade do uso de sistemas de translação que tem consequências negativas.

Com fontes convencionais, a utilização do monocromador 4C na preparação do feixe limita a análise de áreas maiores que 10 mm². Por isto MAV foi desenvolvido e aplicado tanto com luz síncrotron quanto com fonte convencional, demonstrou ser de grande utilidade e os resultados obtidos com as duas fontes foram semelhantes mostrando que a técnica pode ser utilizada tanto com luz síncrotron como com fonte convencional. A princípio as medidas com luz síncrotron poderiam ser mais rápidas devido ao fluxo disponível, no entanto há a limitação do detector que atinge a saturação em 65.000 contagens levando à utilização de atenuadores de feixe na linha. Assim, para o arranjo experimental utilizado, não há diferença entre os tempos de exposição no LNLS e em laboratório.

Embora o CCD apresente uma saturação em torno de 60.000 contagens, implicando na necessidade de realizar várias exposições para uma mesma posição angular, a utilização do CCD diminui o tempo médio de exposição comparado a filmes convencionais (um comparativo é apresentado no Apêndice E). Além disso, a imagem

digital registrada pelo CCD é fundamental para o processamento dos dados utilizado neste trabalho.

Foi comprovado que o método pode ser aplicado a vários tipos de amostras com deposição de filmes e com deformações plásticas, além de medir o raio de curvatura de amostras de cristais “perfeitos”.

Os resultados obtidos da amostra de silício com deposição de SiO₂ mostraram a tensão devida a camada de óxido, o que fica evidente nas medidas do raio de curvatura. As regiões sem a deposição da camada apresentaram um raio de curvatura maior, 119 m que naquelas onde havia óxido, cujo valor foi 35 m. Além da curvatura foi possível observar, no arranjo não dispersivo de alta sensibilidade, variações no parâmetro de rede da ordem de 10⁻⁵ na interface entre as regiões com e sem camada de SiO₂ enquanto que a sensibilidade do método é da ordem de 10⁻⁶.

No cristal de silício com nanoindentações foi possível visualizar que a dimensão do campo de tensões é da ordem de 200 x 200 μm², enquanto que a imagem microscopia eletrônica da superfície mostra uma área danificada de 20 x 20 μm². Também foi observado que na região da indentação a largura a meia altura das curvas aumenta e que a posição dos picos se desloca para ângulos menores com relação a área não danificada. Esse deslocamento, em torno de 1 a 2 segundos de arco, indica um aumento do parâmetro de rede médio cujo valor de $\Delta d/d$ é 10⁻⁵ nessa região.

Baseado nesses resultados podemos fazer as seguintes sugestões para trabalhos futuros:

- a) Desenvolver um programa para o cálculo da variação do parâmetro de rede que permita a sua visualização em forma mapa.
- b) Explorar o uso de reflexões de altas ordens.

- c) Analisar as vantagens do uso de reflexões assimétricas nas amostras de modo a investigar uma menor profundidade de amostras com nanoindentações.
- d) Fazer uma análise mais aprofundada dos efeitos provocados na rede cristalina pela indentação em amostras de silício.
- e) Usar detector de imagem com menor *pixel*.

APÊNDICE A

PARÂMETROS DA TEORIA DINÂMICA DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Para a faixa dos raios x, o índice de refração de um meio qualquer difere muito pouco da unidade e é nessa diferença que se encontra a física do processo de espalhamento dos raios x pela matéria. Frequentemente, expressa-se o índice de refração por uma quantidade complexa, onde a parte real está associada ao desvio da trajetória do feixe de raios x, e a parte imaginária está associada ao coeficiente de atenuação linear.

As primeiras teorias da interação entre as ondas transmitidas e refletidas por materiais cristalinos foram propostas por Darwin (1914), Ewald (1916) e Laue (1931). Laue assumiu que a susceptibilidade elétrica (χ) é uma constante complexa e proporcional a densidade eletrônica. E desde então há diversos trabalhos sobre a teoria dinâmica de difração de raios X (Zachariasen, Pinsker, Authier). No desenvolvimento das expressões foi seguida a notação de Pinsker.

Neste apêndice será desenvolvido os parâmetros utilizados nas expressões das curvas de refletividade e da largura a meia altura.

A. 1 Susceptibilidade elétrica

A susceptibilidade elétrica (χ) é uma constante complexa definida como uma função periódica tridimensional com o mesmo período da rede cristalina. Esta é, então, dada por:

$$\chi = \sum_m \chi_m \exp[-2\pi i \left(\frac{\mathbf{u} \cdot \mathbf{r}}{h_m} \right)] \quad (\text{A1})$$

Para o caso de dois feixes considera-se apenas o valor de χ_0 , referente ao feixe

incidente e, apenas um valor de $\chi_m (\chi_h)$, correspondente ao plano de difração utilizado.

A.2 Parâmetros γ_0 e γ_h

As variáveis ψ_0 e ψ_h representam os ângulos formados entre a normal à superfície e os feixes incidente e difratado, respectivamente (figura A1). Para o caso Bragg simétrico, $\psi_0 = \pi/2 - \theta_0$ e $\psi_h = \pi/2 + \theta_0$, logo $|\gamma_0| = |\gamma_h|$. θ_0 é o ângulo onde ocorre a difração. Este ângulo é levemente diferente do ângulo de Bragg (θ), devido à diferença do índice de refração do ar e do meio (cristal) utilizado.

$$\gamma_o = \cos \psi_o \quad , \quad \gamma_h = \cos \psi_h \quad (A2)$$

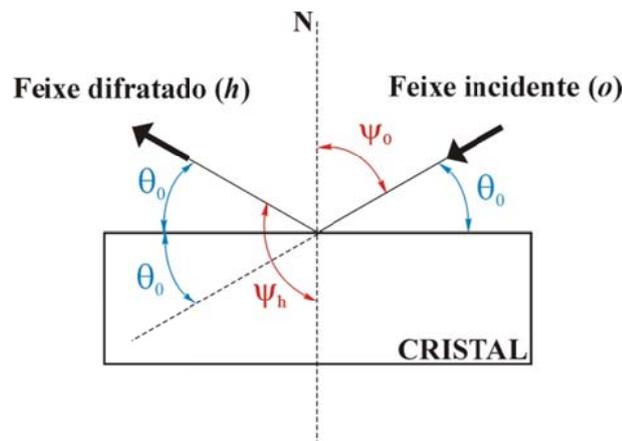


Figura A1: Representação esquemática de um cristal em condição de difração, mostrando o ângulos de incidência e difratado em relação à normal à superfície (ψ_0 e ψ_h). Os mesmos são utilizados para determinação dos cossenos diretores (γ_0 e γ_h). θ_0 é o ângulo de difração.

A. 3 Relação entre η e a variável angular η

Uma variável angular frequentemente utilizada é η (ou $\Delta\theta = \theta_0 - \theta$), que representa um incremento em ψ_0 (ou θ_0). Para simplificar um pouco as expressões finais, serão definidas aqui duas variáveis angulares (α e β) dadas por:

$$\alpha = \left| \frac{k}{K} \right| \eta \sin(2\theta) = \left(1 - \frac{|\chi_0|}{2} \right) \eta \sin(2\theta) \quad (A3)$$

$$\beta = 2\alpha - \chi_0 \left(1 + \frac{|\gamma_h|}{\gamma_0} \right) = 2(\alpha - \chi_0) \quad (\text{A4})$$

Onde θ é o ângulo de Bragg. Dessa forma tem-se para a variável y :

$$y = \frac{\beta}{2C|\chi_h|} = \frac{2(\alpha - \chi_0)}{2C|\chi_h|} = \frac{-\chi_0 + \frac{k}{K}\eta \text{sen}(2\theta)}{C|\chi_h|} = \frac{-\chi_0 + \left(1 - \frac{|\chi_0|}{2}\right)\eta \text{sen}(2\theta)}{C|\chi_h|}$$

$$\Rightarrow y = \frac{\chi_0(b-1) - \alpha b}{2C|b|^{\frac{1}{2}}|\chi_h|} \quad (\text{A5})$$

Onde $b = \gamma_0/\gamma_h = 1/m$, m é a constante de magnificação e C é a constante de polarização: $C = 1$ para polarização σ e $C = \cos(2\theta)$ para polarização π .

A.4 Refletividade em Caso Bragg para cristal Semi-infinito

A refletividade, para um monocristal perfeito, é dada, de acordo com a TD, pela razão das amplitudes das ondas difratadas e incidente no meio. A curva de refletividade (R) é conhecida como curva de Darwin-Prince. Esta é dada pela seguinte expressão:

$$R = L - \sqrt{L^2 - 1} \quad (\text{A6})$$

Separando a parte real e a parte imaginária de y (com $y_r = -y_z$), tem-se:

$$y_z = -\frac{\beta_r}{2C|\chi_{hr}|} \quad ; \quad g = -\frac{\beta_i}{2C|\chi_{hr}|} \quad (\text{A7})$$

onde β_i e β_r são as partes reais e imaginárias do parâmetro β , dado por (A4). Com essas duas variáveis, a expressão para L é dada por:

$$L = \frac{\sqrt{\left(y_z^2 + g^2 - 1 + \left(\frac{|\chi_{hi}|}{|\chi_{hr}|} \right)^2 \right)^2 + 4 \left(y_z g - \frac{|\chi_{hi}|}{|\chi_{hr}|} \right)^2 + y_z^2 + g^2}}{1 + \left(\frac{|\chi_{hi}|}{|\chi_{hr}|} \right)^2} \quad (\text{A8})$$

Onde a constante χ_{hi} é a parte imaginária de χ_h .

APÊNDICE B

MONOCROMADOR 4C DE GE(220)

O monocromador quatro cristais (4C), inicialmente proposto por DuMond (DuMond, 1937) e utilizado por Bartels (Bartels, 1983) pode ser usado para medir o perfil de difração de qualquer cristal com alto grau de resolução angular (Slusky & Macrander, 1987). O arranjo pode ser visualizado na figura B1.

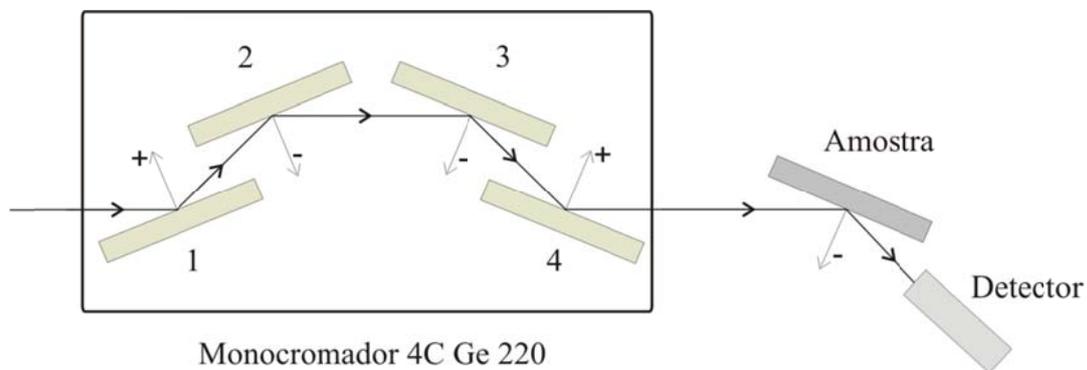


Figura B1: Esquema do monocromador 4C mais o quinto cristal (+,-,-,+,-)

O uso do monocromador 4C permite a comparação das curvas do perfil de difração de uma reflexão com outra da mesma amostra e extrair informações relacionando os resultados experimentais aos perfis calculados. Portanto é necessário que seja possível calcular o fator instrumental do monocromador.

O feixe que sai do monocromador 4C é quase paralelo e monocromático e depende do cristal e da reflexão utilizados. Os modelos teóricos sugerem uma correlação ou convolução do perfil instrumental com o perfil da amostra.

DuMond desenvolveu um modo gráfico para entender as distribuições angular e espectral resultantes de reflexões sucessivas em arranjos de múltiplos cristais. Neste mesmo trabalho DuMond (DuMond, 1937) fez uma previsão da diminuição da intensidade em função do número de reflexões (n). Sua estimativa é que há uma perda

de intensidade por um fator aproximado de n^{-2} . É importante salientar que o método de DuMond ignora o efeito da divergência vertical do feixe.

Dois modelos podem ser usados para determinar o perfil instrumental de um monocromador 4C e a sua influência no perfil de difração de um quinto cristal: o modelo geométrico, que segue o diagrama de DuMond e o analítico. No trabalho de Slusky e Macrander foi demonstrado que as expressões para intensidade final difratada pelo quinto cristal são as mesmas para o método geométrico e analítico. Möller (Möller, 1994) faz um tratamento analítico mais rigoroso e chega a bons resultados quando comparados aos perfis obtidos experimentalmente. Tendo em vista que o método geométrico fornece resultados aproximados ao método analítico será usado aqui o método geométrico para determinar a largura dos perfis de difração do quinto cristal (amostra).

O diagrama da figura B2 é o resultado para o dispositivo usado no desenvolvimento do trabalho, um 4C de Ge 220 e radiação $\text{CuK}\alpha$. O quadrilátero na figura 2 representa o feixe resultante das quatro reflexões. As curvas O1, O2, O3 e O4 representam as regiões de difração dos cristais 1, 2, 3 e 4 respectivamente. As curvas O1 e O2 se sobrepõem, uma vez que os cristais 1 e 2 são paralelos assim como O3 e O4. As curvas O1 e O2 seguem a equação $\lambda = 2d \sin(\theta)$. As curvas O3 e O4 são refletidas no eixo λ e deslocadas por duas vezes o ângulo de Bragg, seguindo a equação $\lambda = -2d \sin(\theta - 2\theta_B)$.

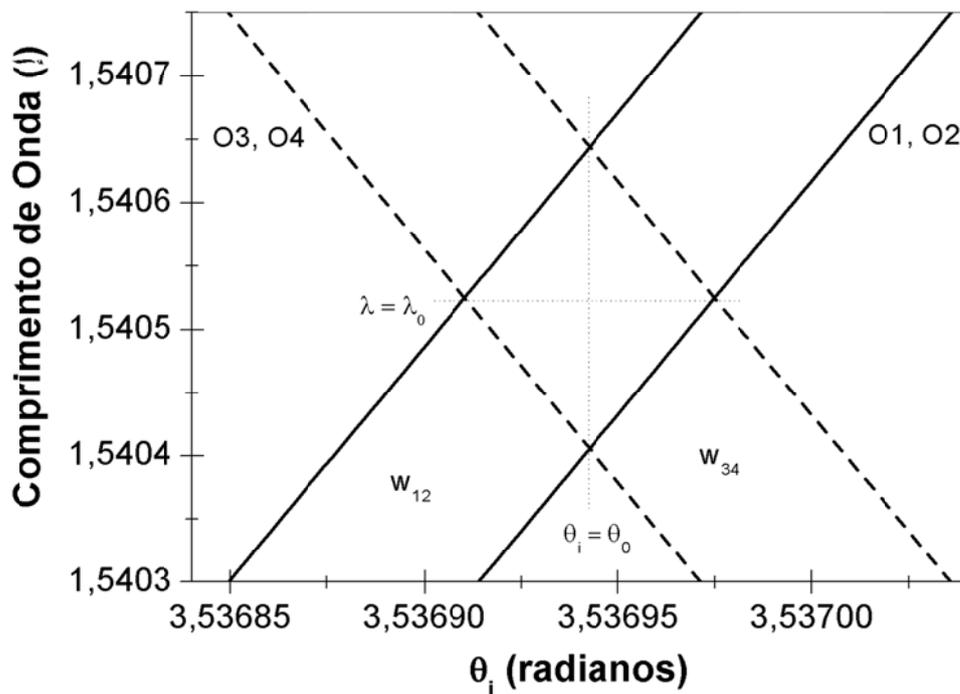


Figura B2: Diagrama de DuMond para o arranjo 4C Ge(220).

O aumento da região de intersecção mostra que as curvas são bandas de largura finita, correspondendo a largura angular dos perfis de difração calculados pela teoria dinâmica (w_{12} e w_{34}). O comprimento de onda e a distribuição angular do feixe após as quatro reflexões é o produto das intensidades das bandas na região de intersecção.

Considerando um quinto cristal diferente dos outros quatro o diagrama é o mostrado na figura B3. A dependência funcional deste quinto cristal segue a função $\lambda = -2d_5 \text{sen}(\theta - \eta)$ ou $\lambda = -2d_5 \text{sen}(-\theta + \eta)$ para os arranjos (+--++) e (+--+ -) respectivamente. O ângulo η é o ângulo entre os planos de difração do primeiro e do quinto cristal, que muda enquanto a amostra é girada.

O máximo das primeiras reflexões coincidirá com o máximo da quinta reflexão em λ_0 quando $\eta = \theta_B - \theta_{B5}$ para o arranjo (+--++) e quando $\eta = \theta_B + \theta_{B5}$ quando (+--+ -). O perfil de intensidade da quinta reflexão é correspondente a curva O5 do diagrama da figura B3.

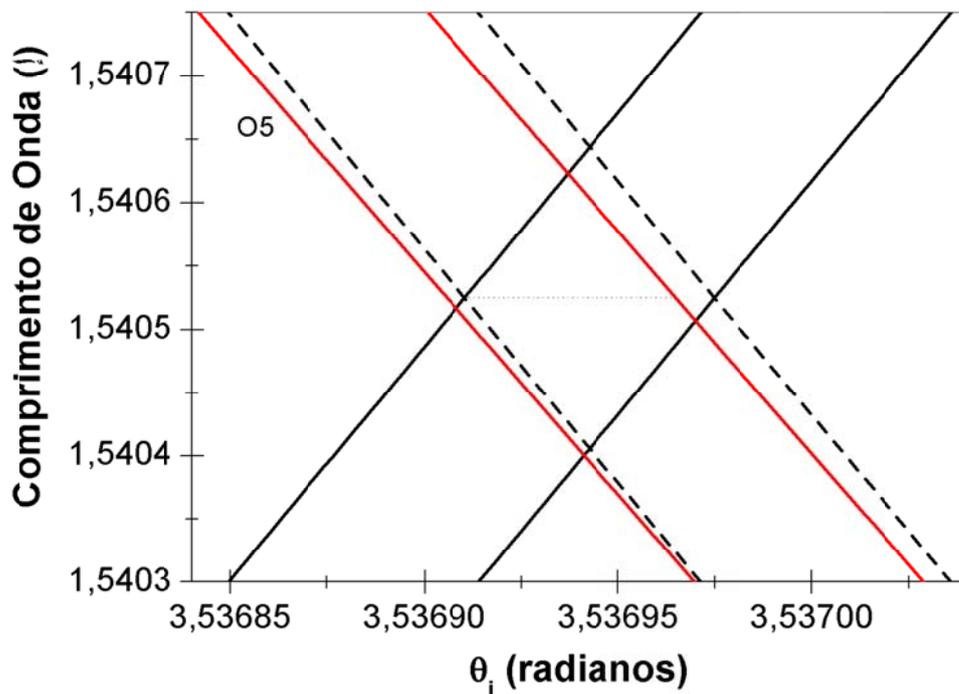


Figura B3: Diagrama de DuMond para o arranjo com cinco cristais, CuK α , 4C Ge(220) e quinto cristal Si(220) no esquema (+,-,-,+,-)

A largura angular e a distribuição de comprimento de onda do feixe após as cinco reflexões é o produto de todas as cinco intensidades e corresponde a uma integral que envolve operações de correlação e convolução entre os cinco perfis (Slusky & Macrander, 1987; Möller, 1994).

APÊNDICE C

DETERMINAÇÃO DA ESPESSURA DA CAMADA DE ÓXIDO DE SILÍCIO

Como não havia informações a respeito da amostra de silício com deposição de uma camada de silício decidiu-se fazer imagens de microscopia de força atômica (AFM) para determinar a espessura média da camada. Na figura C1 estão as imagens das superfícies e na figura C2 uma imagem da interface e as medidas de diferença de altura entre as duas superfícies. O valor médio medido da espessura da camada foi de 300 nm.

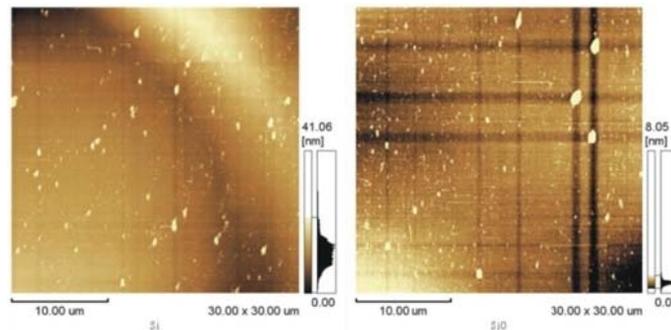


Figura C1: imagem de AFM da superfície da amostra de silício com deposição de óxido de silício.

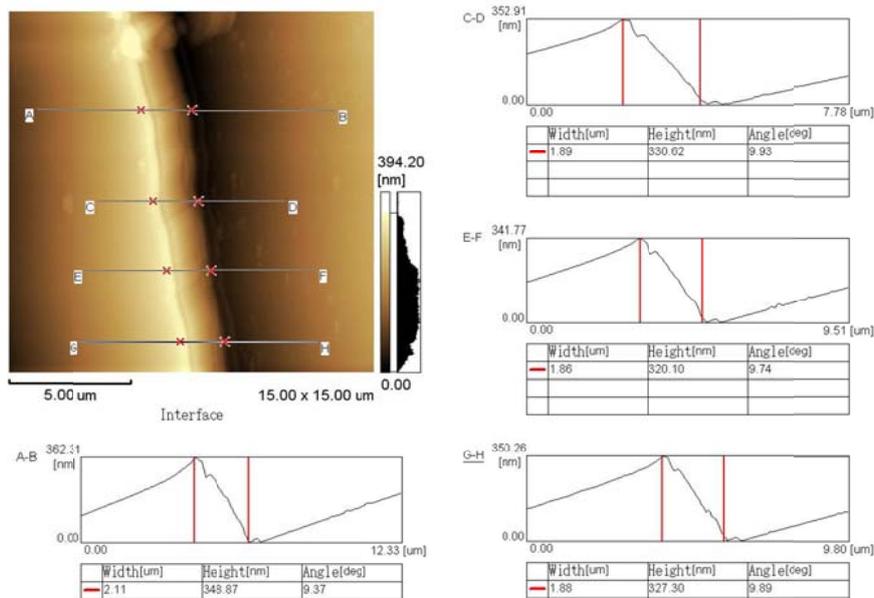


Figura C2: imagem de AFM da interface e medidas da espessura.

APÊNDICE D

COMPARATIVO ENTRE FILMES FOTOGRÁFICOS

E IMAGENS DIGITAIS

Para comparar as imagens obtidas com filme de raios X e com CCD foram feitas topografias da amostra de silício com nanoindentação no LORXI usando o monocromador V e radiação $\text{CuK}\alpha$. Foram usados filme de dentista Kodak Dental intraoral E-Speed, filme Kodak M5 e CCD. Os filmes foram digitalizados pelo *scanner* HP Scanjet 3800 com resolução de 300 dpi e 2400 dpi. As topografias foram feitas em três posições da curva da figura D1.

A escolha da resolução de 300 dpi foi pelo fato desta fornecer uma imagem com área próxima daquela vista na imagem feita com o CCD. A resolução de 2400 dpi foi feita porque resulta em uma área maior onde podem ser melhor visualizados os detalhes.

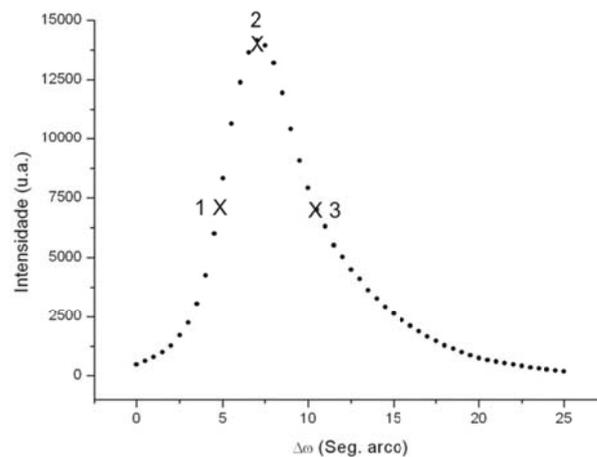


Figura D1: perfil de difração obtido com detector de cintilação com a indicação das posições em que foram obtidas as topografias.

Os tempos de exposição em cada posição da curva e para cada filme estão na tabela D1 e as topografias obtidas na posição 2 estão na figura D2.

	Tempo de exposição (minutos)		
Posição	Filme M5	Filme dentista	CCD
1	140	45	12
2	60	15	12
3	140	45	12

Tabela D1: tempo de exposição das topografias obtidas com filme e CCD em cada posição do perfil de difração.

Os valores para os tempos de exposição da tabela D1 mostram que o tempo de exposição do CCD e do filme de dentista na situação de máximo de difração é semelhante, no entanto a imagem do CCD não necessita de revelação o que diminui o tempo para se ver o resultado.

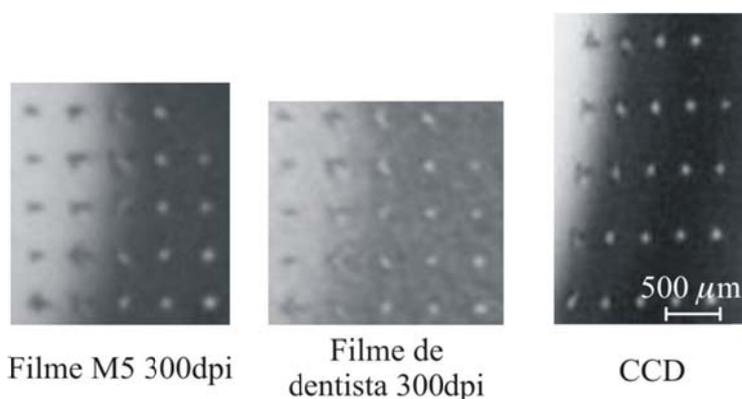


Figura D2: topografias obtidas na posição 2 do perfil de difração com CCD e filmes M5 e de dentista.

Em cada topografia da figura 2 foi selecionada a indentação analisada neste trabalho (figura D3).



Figura D3: topografias da indentação obtidas na posição 2 do perfil de difração.

Na imagem seguinte (figura D4) são mostradas as topografias da indentação obtidas nos filmes M5 e de dentista digitalizadas com resolução de 2400 dpi.

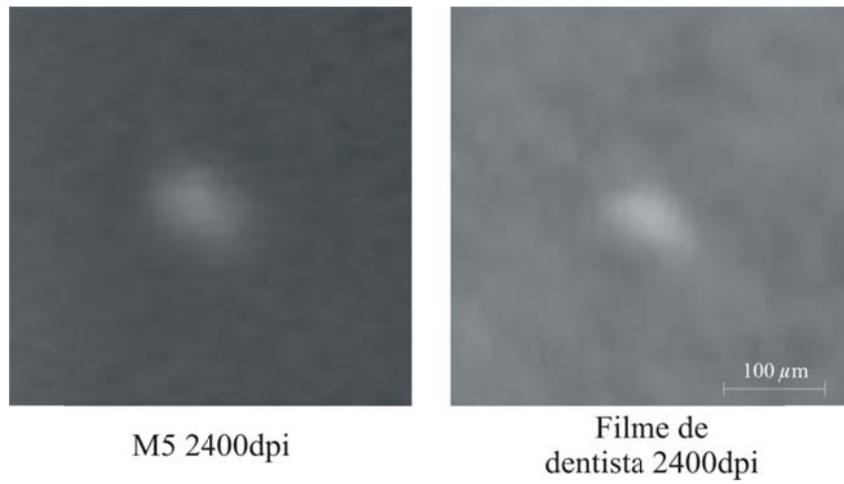


Figura D4: topografias indentações nos filmes de dentista e M5 digitalizada com resolução de 2400 dpi.

APÊNDICE E

Participação em Eventos

XXXIII Encontro Nacional da Física da Matéria Condensada. Águas de Lindóia-SP, 2010.

Trabalhos apresentados em conferências

Mazzaro, I; Tasca, K.R.; Cusatis, C. **Crystal characterization with simultaneous X-ray topography and rocking-curve.** XXXIII Encontro Nacional da Física da Matéria Condensada. Águas de Lindóia-SP, 2010.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Allen, D.; Wittge, J.; Zlotos, A.; Gorostegui-Colinas, E.; Garagorri, J.; McNally, P. J.; Danilewsky, A. N. and Elizald, M. R. Observation of nano-indent strain fields and dislocation generation in silicon wafers using micro-Raman spectroscopy and white beam X-ray topography. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 268 383-387 (2010).

Authier, A. **Dynamical theory of x-ray diffraction**. Oxford University Press Inc., New York, 2001.

DuMond, J.W.M. **Theory of the Use of More than Two Successive X-Ray Crystal Reflections to Obtain Increased Resolving Power**. Phys. Rev. 52, 872-883, 1937

Feng, G.; Budiman, A.S.; Nix, W. D.; Tamura. N. and Patel, J. R. **Indentation size effects in single crystals copper as reveals by synchrotron x ray microdiffraction**. Journal Applied Physics, 104, 43501, 2008

Giles, C., Yokaichiya, F., Kycia, S.W., Sampaio, L.C., Ardiles-Saravia, D.C., Francoa, M.K.K. and Neuenschwanderb, R.T. **High-resolution X-ray diffraction beamline at the LNLS for the study of charge, orbital and magnetic structures**. J. Synchrotron Rad., 10, 430-434, 2003.

Hönnicke, M. G. **Autodeteção da condição de Bragg em detector de raios X e sua aplicação em retrodifração**. Dissertação de mestrado Universidade Federal do Paraná, Curitiba, Brasil (2002)

Kikuta, S. and Kohra, K. **Measurements on Local Variations in Spacing and Orientation of the Lattice Plane of Silicon Single Crystals by X-Ray Double-Crystal Topography**. Jpn. J. Appl. Phys., 5, 11, 1966.

Larson, B. C.; Yang, W.; Ice, G. E.; Budai, J. D.; Tischler, J. Z. **Three-dimensional X-ray structural microscopy with submicrometre resolution**. Nature 415, 887-890 (2002).

Lübbert, D; Baumbach,T; Härtwig, J; Boller, E; Pernot, E. **µm-resolved high resolution X-ray diffraction imaging for semiconductor quality control.** Nucl. Instr. And Meth. In Phys. Res. B 160, 521-527, 2000.

Lübbert, D.; Ferrari, C.; Mikulik, P.; Pernot, P.; Helfen, L.; Verdi, N.; Korytár, D. and Baumbach,T. **Distribution and Burgers vectors of dislocation in semiconductor wafers investigated by rocking-curve imaging.** J. Appl. Cryst, 38, 91-96, 2005.

Lübbert D. and Baumbach, T. **Visrock: a program for digital topography and X-ray microdiffraction imaging.** J. Appl. Cryst. 40, 595-597, 2007.

Manual de operação **TE/CCD Detector Operation Manual**, Princeton Instruments, Version 1, Revision E, 1996.

Manual de usuário, **WinSpec/32 User's Manual**, Princeton Instruments, Version 2.5.22.0, 2007.

M. Sanchez del Rio and R. J. Dejus. **Status of XOP: an x-ray optics software toolkit.** SPIE Proceedings Vol. 5536 pp. 171-174 (2004).

Pinsker, Z.G. **Dynamical scattering of x-rays in crystals.** Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 1978.

Rodrigues, A.R.D; Scorzato, C. R.; Cusatis, C.; SBPC Supl. Ciên. e Cult., 38, 7, 428, 1986.

Rodrigues, A.R.D.; Cusatis, C.; Mazzaro, I. **Construção, Calibração e Exemplos de Aplicações de um Difrator de Duplo Eixo.** Revista de Física Aplicada e Instrumentação Vol 2, nº 4, 1987.

Tanner, B.K. **X-ray diffraction topography.** Pergamon Press, 1976.

Yang, W.; Larson, B. C.; Tischler, J. Z.; Ice, G. E.; Budai, J. D. and Liu, W. **Differential-aperture X-ray structural microscopy: a submicron-resolution three-dimensional probe of local microstructure and strain.** Micron 35 431-439 (2004).