

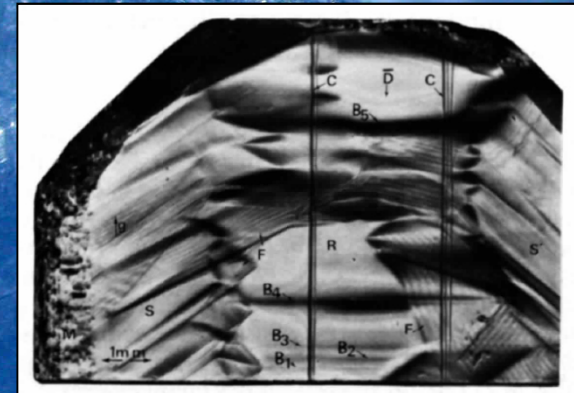
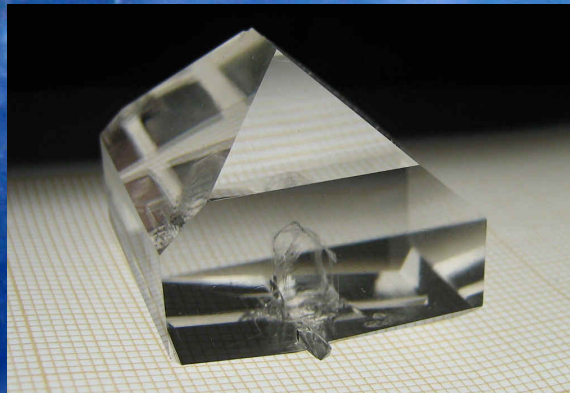
# OBSERVATION DE DÉFAUTS ÉTENDUS PAR TOPOGRAPHIE AUX RX : CAS DES CRISTAUX POUR L'OPTIQUE

**Jérôme DEBRAY**

**Pôle Cristaux Massifs**

Institut Néel, CNRS/Université Grenoble Alpes

J. Zaccaro – B. Ménaert – A. Peña-Revellez



Journée thématique CMDO+/CRISTECH/RECIPROCS , Lyon, 2 & 3 Septembre 2021:  
« Défauts dans les cristaux pour l'optique: Origines, caractérisation et conséquences »



[jerome.debray@neel.cnrs.fr](mailto:jerome.debray@neel.cnrs.fr)





- **Intérêt et principe de la topographie RX**
- **La méthode de Lang : principe et utilisation**
- **Mise en œuvre dans le cas des cristaux optiques**
- **Exemples d'études**



- Imagerie des défauts dans monocristaux.

Croissance cristalline  
&  
Procédés de mise en  
forme

Caractérisation

DRX, MEB/MET, Spectro Raman,  
optique...

Topographie → Analyse structurale  
globale par imagerie

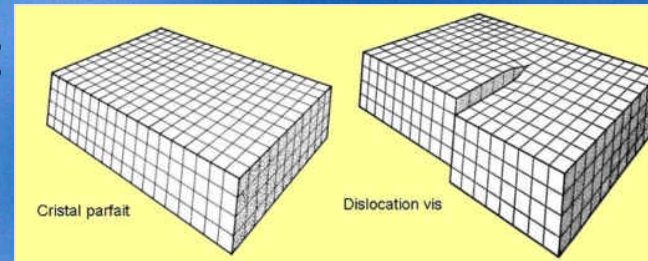


Lignes de  
dislocations  
(GaPO<sub>4</sub>)

Topographie RX (XRT) → volumes, résolution et sensibilité → DRX



- Dislocations :



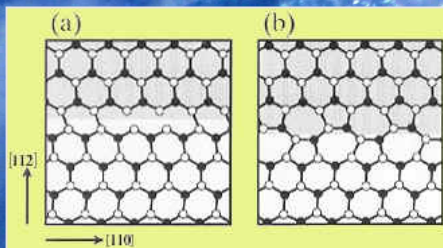
- Inclusions :



- Macles :



- Fautes d'empilement :



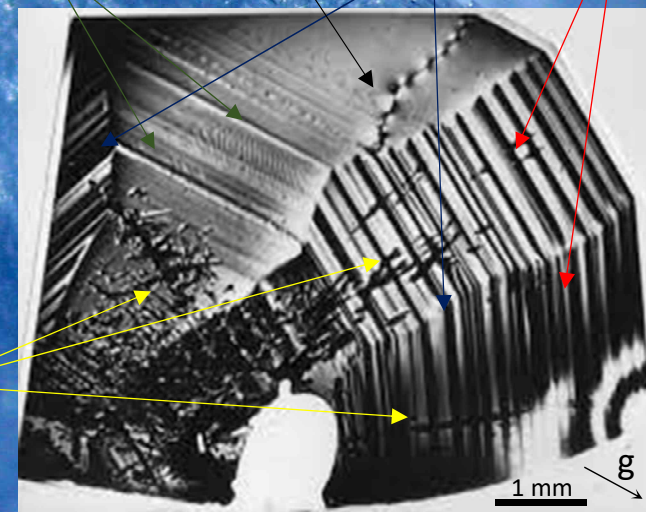
Bandes de dissolution

Départ de « crack »

Secteurs

Stries de croissance

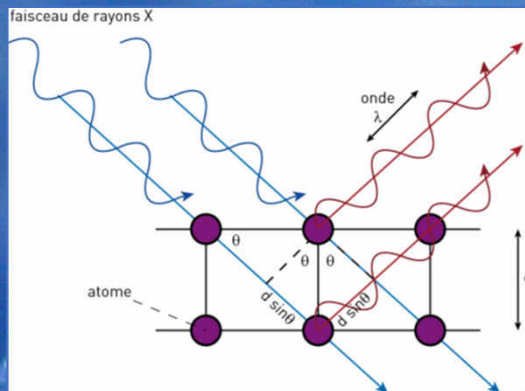
dislocations



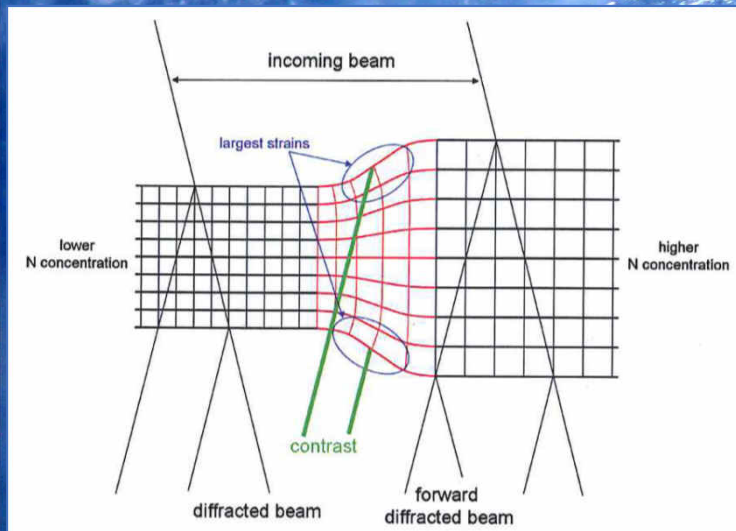
XRT d'un cristal de Ga-YIG cru en flux (Baruchel/ESRF)



- Imager la diffraction (grande sensibilité) pour révéler les défauts cristallins:



- **Image uniforme** (teinte plate) pour un cristal uniforme avec un **réseau parfaitement régulier**



- Apparition de **contrastes** associés à des **distorsions du réseau** (contraste d'orientation, d'extinction: contraintes, défauts, désorientation de grains...), des **changements de phase/de composition** (variation de  $F_{hkl}$ ) ou des variations d'épaisseur de l'échantillon.



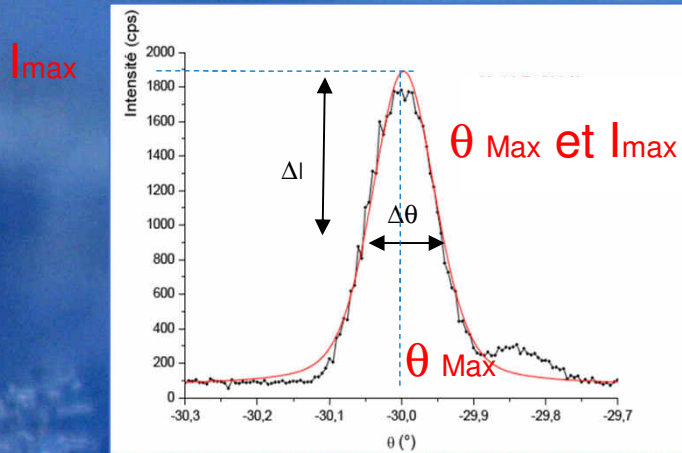
## Origine des contrastes de diffraction

### Système parfait

$$2.d_{hkl} \cdot \sin \theta = \lambda$$

### Système réel

$$\ll 2 \cdot \Delta d_{hkl} \cdot \sin \Delta \theta = \Delta \lambda \gg$$



$\theta_{Max}$  et  $I_{max}$  = conditions optimales

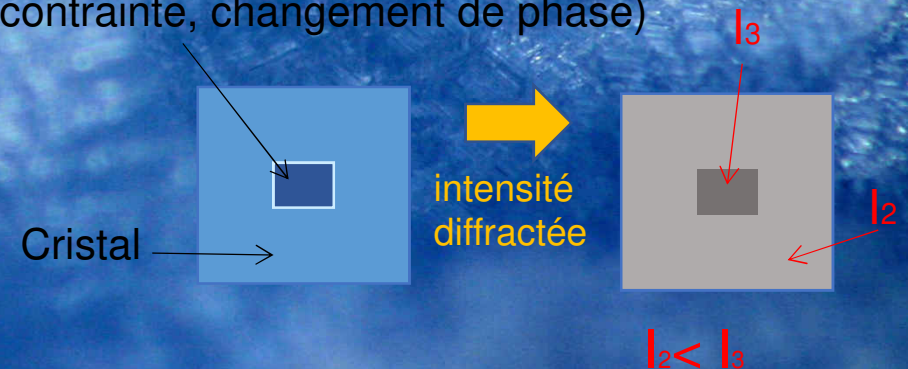
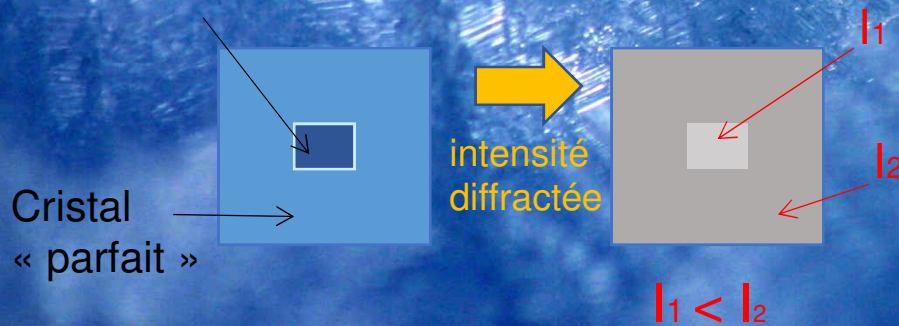
Source fixée  $\rightarrow \Delta \lambda$  fixée et connue

$\ll \Delta \theta \gg$  = *Contraste d'orientation*

$\ll \Delta F_{hkl} \gg$  = *Contraste de facteur de structure*

Défaut d'orientation  
(macle, sous grains)

Défaut de structure (dislocation,  
contrainte, changement de phase)



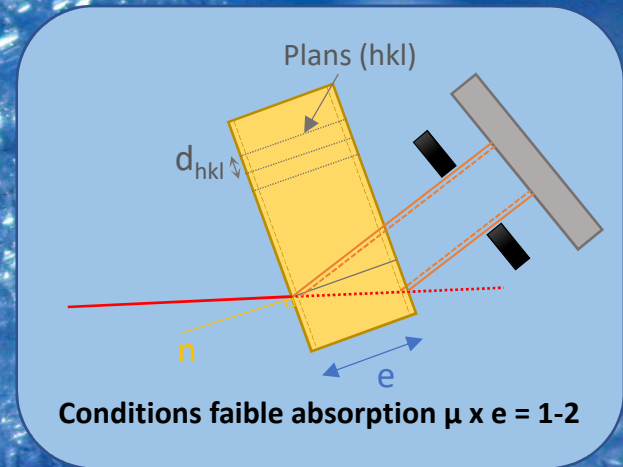
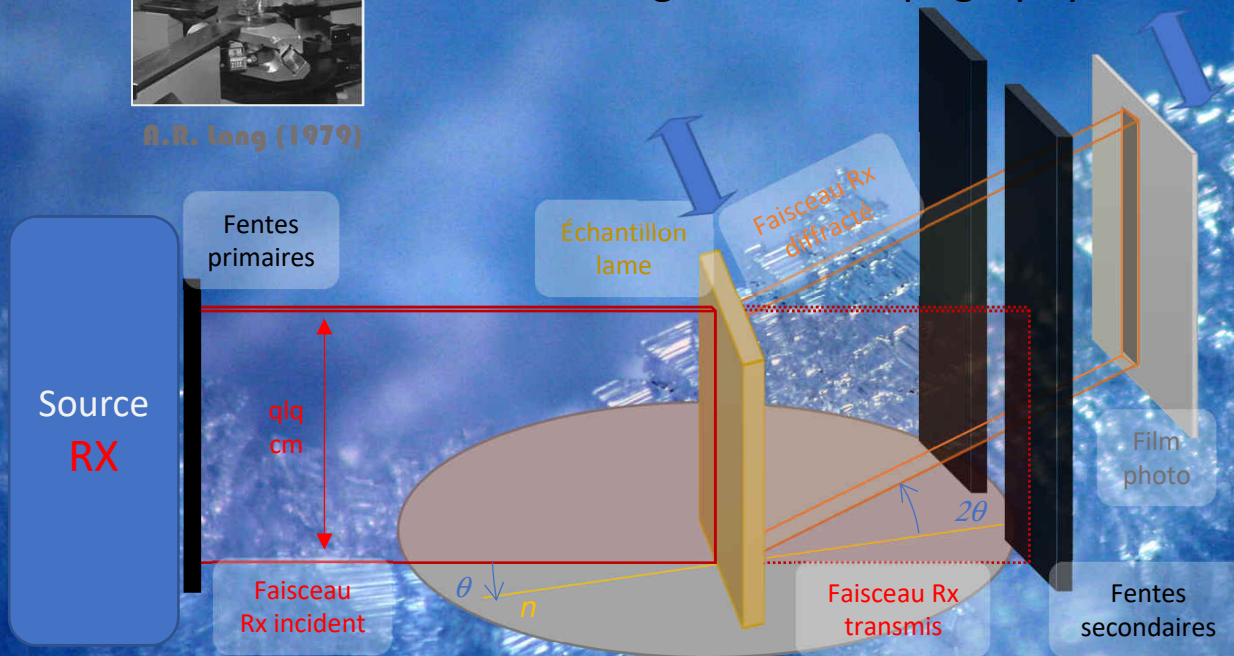


# La méthode dite « de Lang »



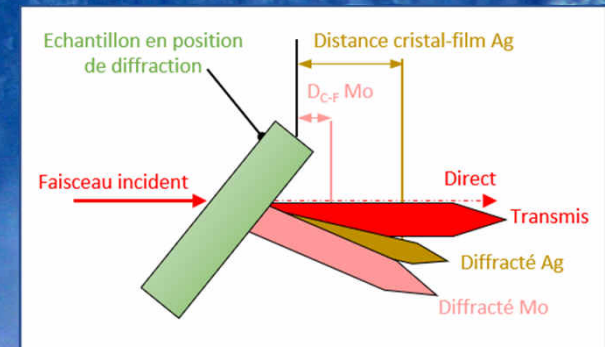
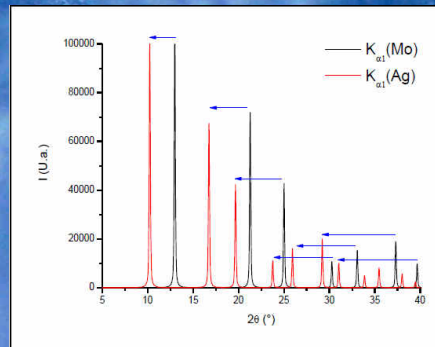
R.R. Lang (1979)

- 1931/Berg : détection de contraintes dans quartz
- 1944/Ramachandran : « topography » dans les spots de Laue
- 1957/Lang : section topography

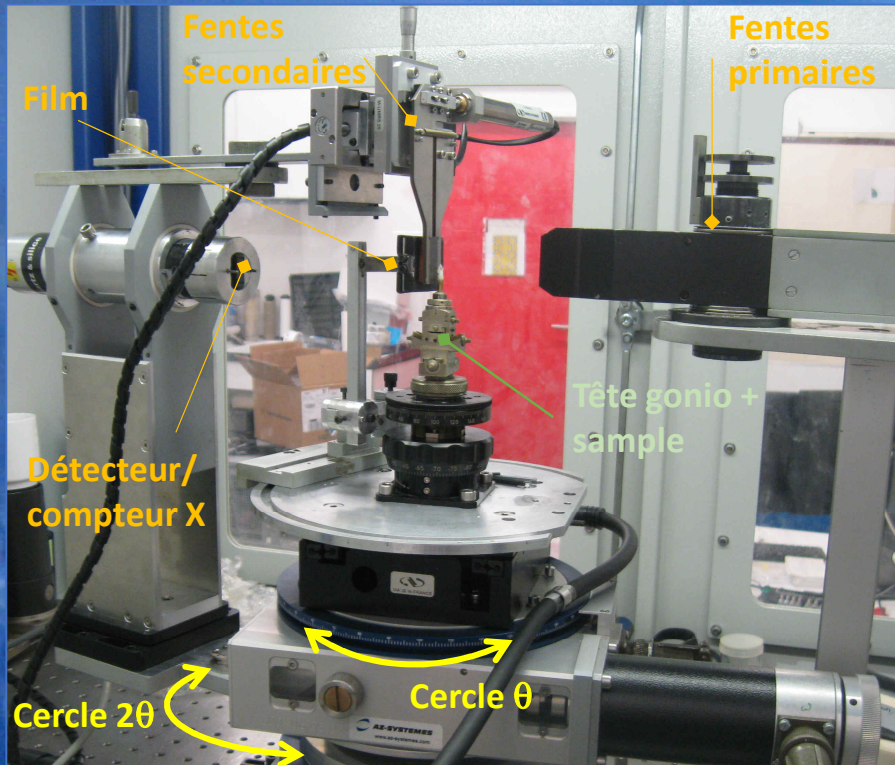


Rapport absorption/source → épaisseur

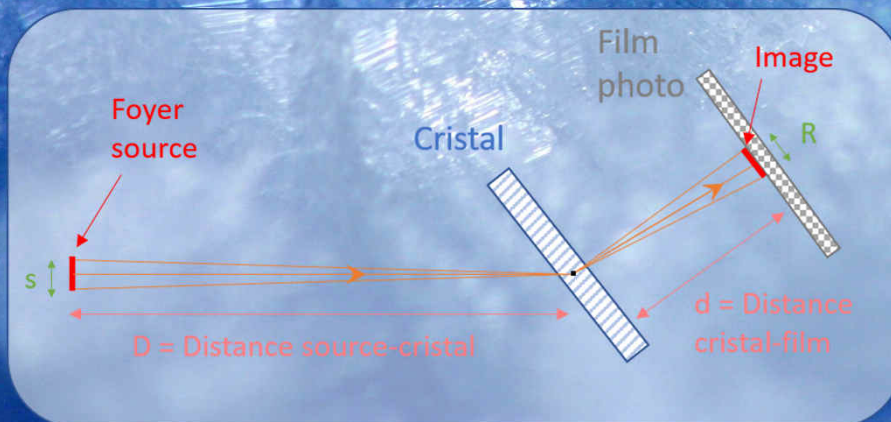
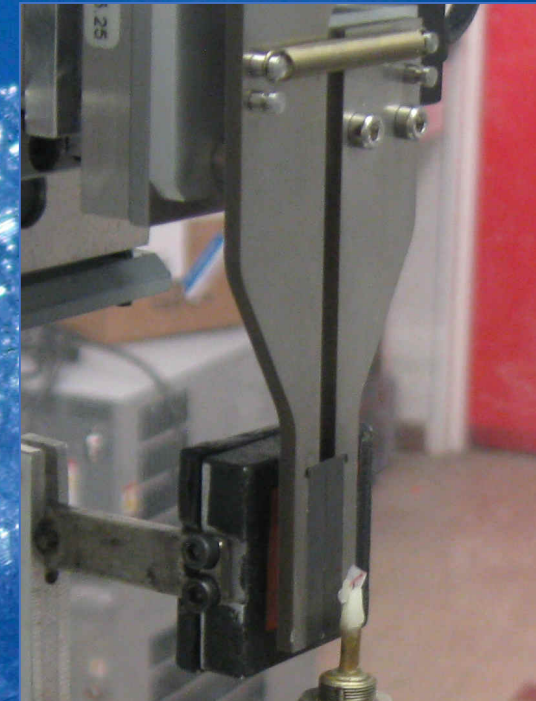
$$e_{CaF2}^{Mo} = 290 \mu m / e_{CaF2}^{Ag} = 573 \mu m$$







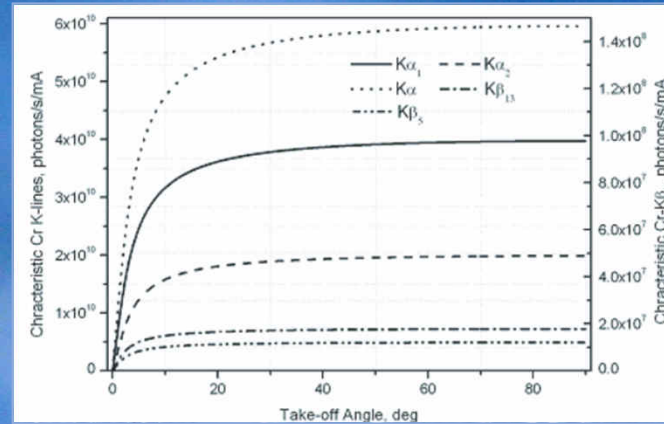
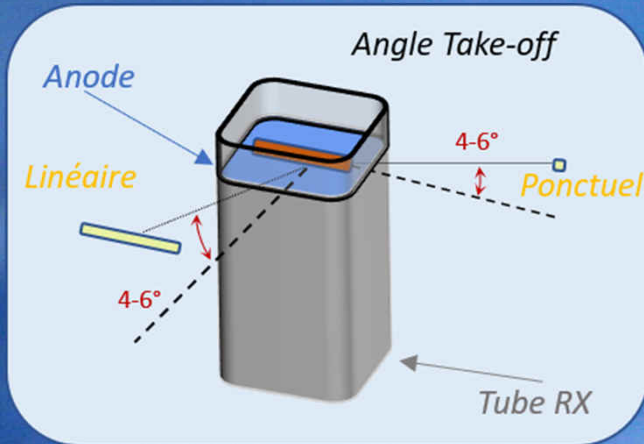
➤ Problématique résolution spatiale : proximité du film



$$R_s = S \times \frac{d}{D}$$

Application :  $R_s = 40\mu\text{m} \times \frac{4}{50} \approx 3\mu\text{m}$





Taille actuelle des filaments = 12x0,4 mm → source apparente 12 mm x 40 μm

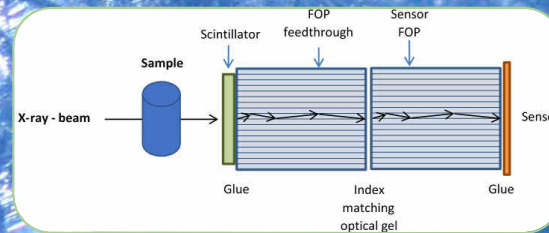
→ Problématique taille du foyer/flux/temps de pose : plusieurs heures à qlq jours

Quels capteurs pour une image? → films photo VS caméra



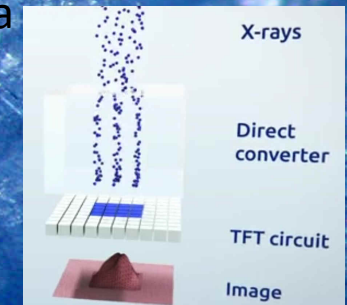
### Films Photo

Résolution : de 1-2 μm à qlq 10aines  
Sensibilité : faible à moyenne  
→ Peu ou plus fournis



### Caméra à scintillateur

Résolution : de 10 à plus. 100aines de μm  
Sensibilité : forte  
→ Rapport taille scintillateur/taille CCD influant



### Caméra à détection directe

Résolution : qlq 10aines à qlq 100aines μm  
Sensibilité : forte  
→ Technologie nouvelle peu résolue



Pourquoi analyser les cristaux pour l'optique en XRT ?

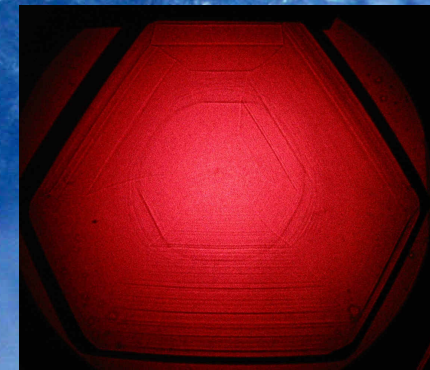
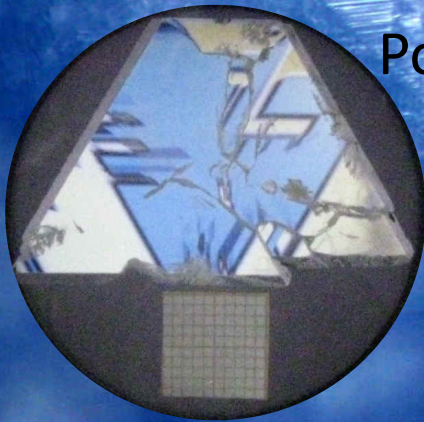
## Caractérisation de la croissance ou de dispositifs optique :

- repérage de zones, feed-back croissance
- Compréhension phénomènes optique cristalline,
- étude de l'endommagement/vieillessement

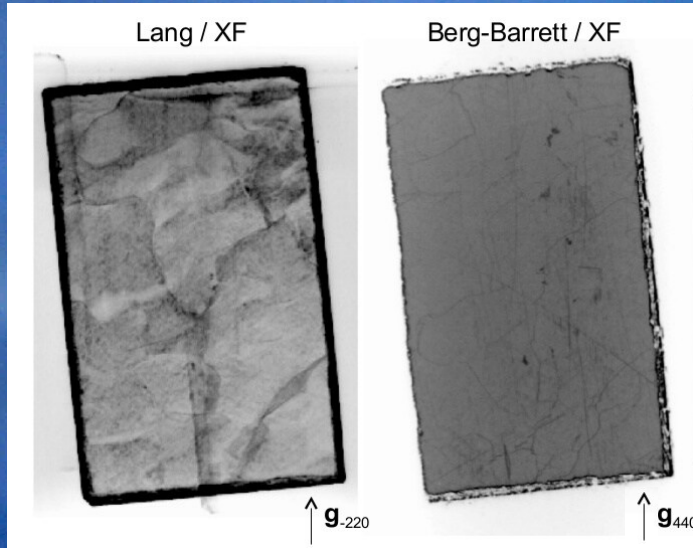
- Problématique absorption linéaire aux RX :

$$e_{BBO} = 65 \mu m, e_{LN} = 160 \mu m, e_{YSO} = 200 \mu m, e_{CaF2} = 290 \mu m, e_{KTP} = 320 \mu m, e_{YCOB} = 400 \mu m, e_{KDP} = 610 \mu m, e_{LBO} = 4,1 \text{ mm}$$

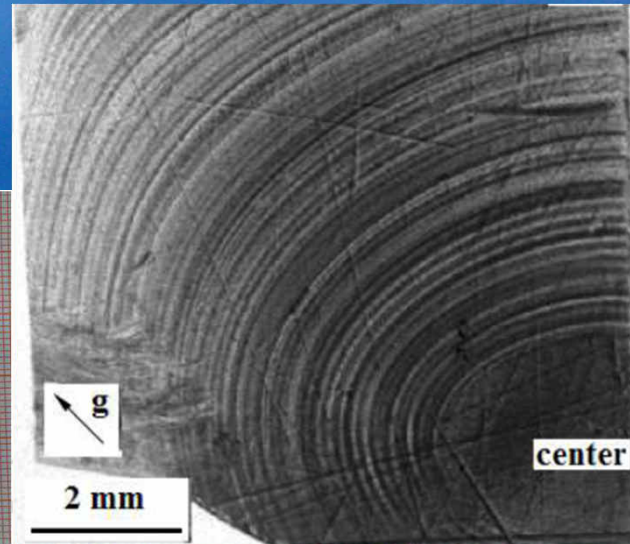
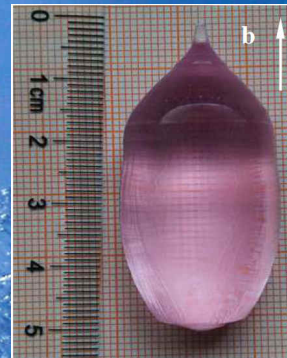
- Couplage avec des méthodes optiques traversantes :  
Polarisation croisée, ombroscopie



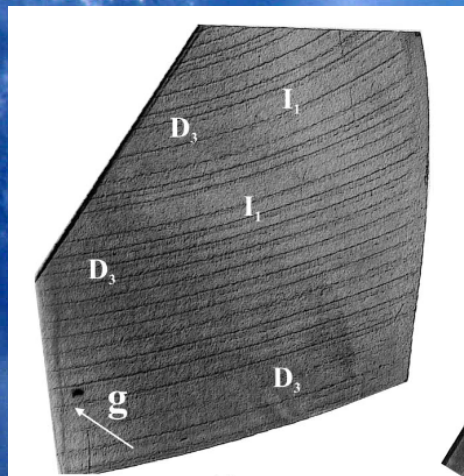




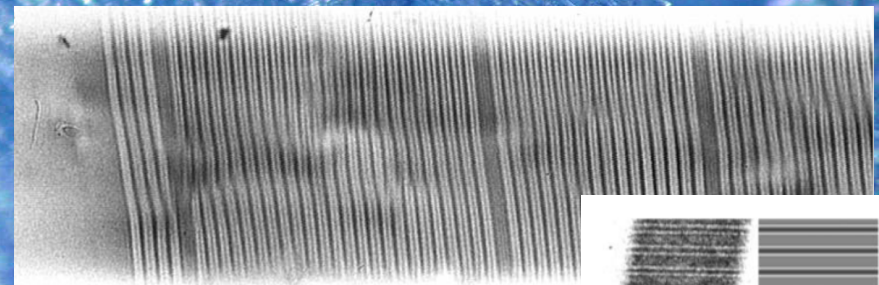
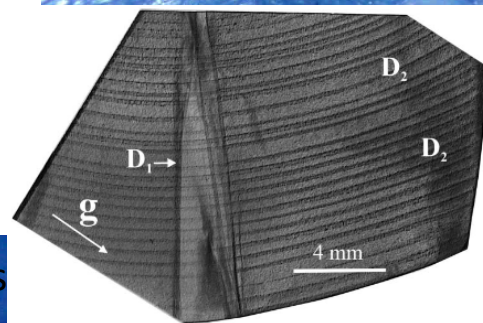
CaF<sub>2</sub> : A. Takase (Rigaku 2014)



Yb:Er:YCOB - : D. Zhong & al. (jpcs 2018)

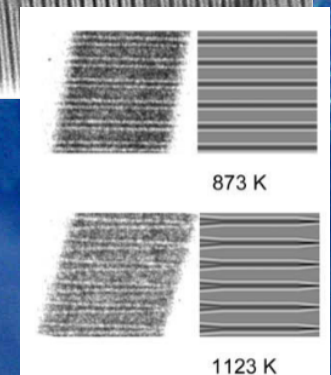


pp-LN : M. Gonzalez-Mañas & al. (J.Appl.Cryst. 2005)



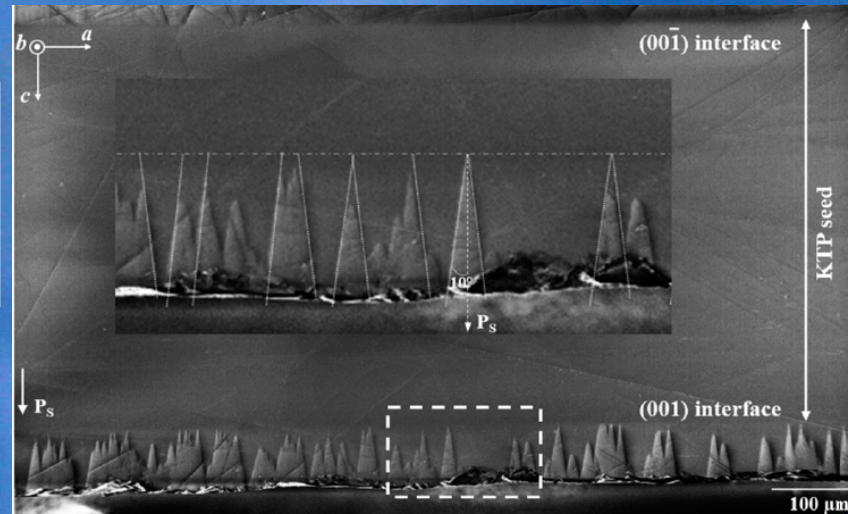
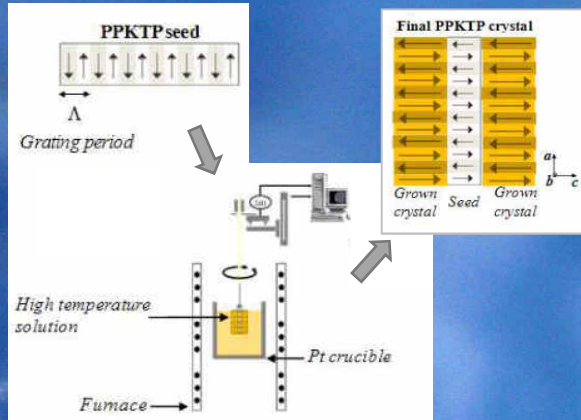
pp-KTP : P. Rejmánková-Pernot & al. (PRL. 1998)

C.Canalias & al. (J. Appl. Cryst. 2011)



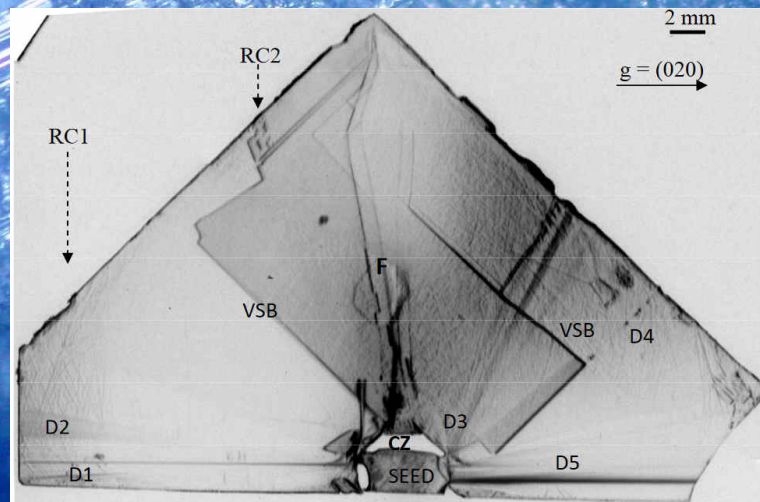


- pp-KTiOPO<sub>4</sub>

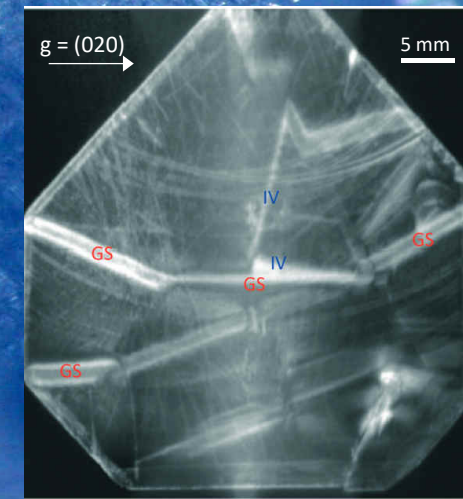


A. Peña & al. (CrystEngComm 2018)

- K(H<sub>x</sub>D<sub>1-x</sub>)<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>



J. Zaccaro & al. (Cryst. Growth Des. 2014)



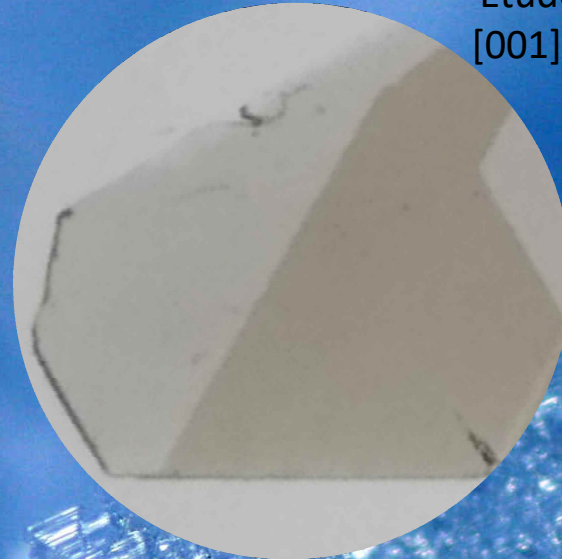
J. Zaccaro & al. (CrystEngComm, 2019)



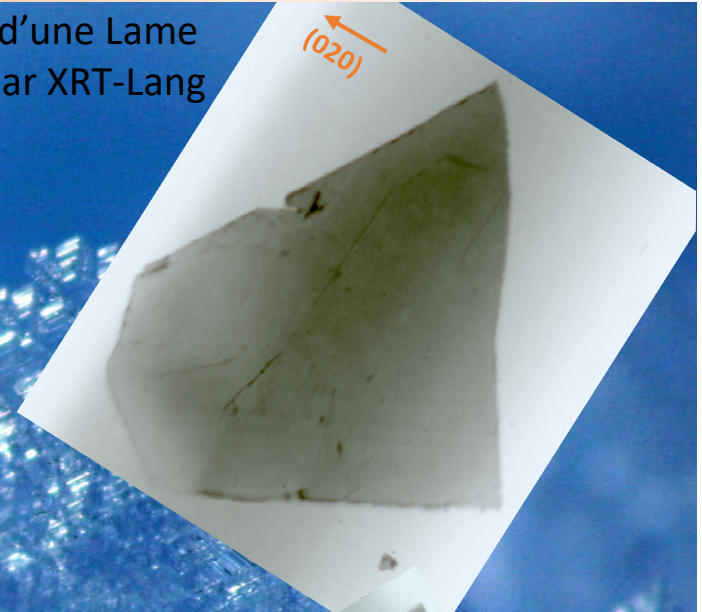
- $\alpha$ -GeO<sub>2</sub> twins



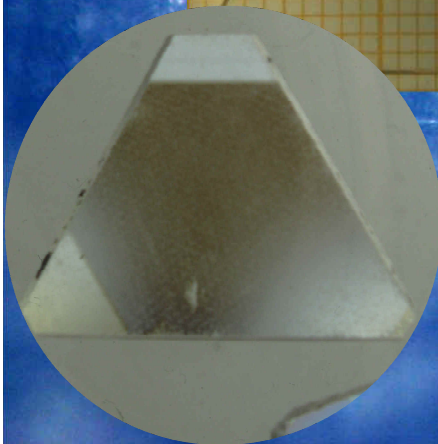
$\alpha$ -GeO<sub>2</sub> massif



Etude d'une Lamelle [001] par XRT-Lang



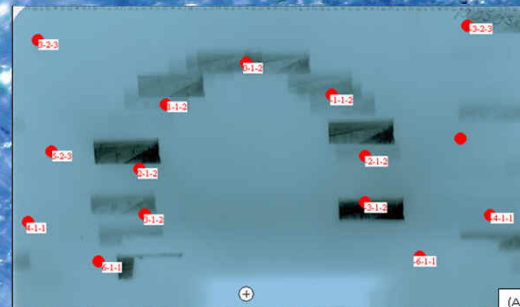
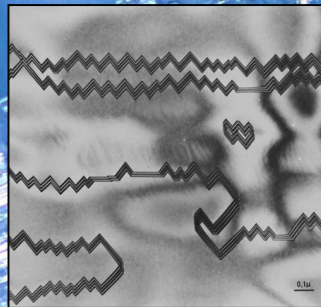
Lamelle [001] observée sous polariseurs





- Sur la méthode :
  - Accès aisé → en laboratoire (préparation lames!)
  - Analyse globale et grand champ
  - Sensibilité élevée
  - Complémentarité méthodes caractérisation optiques
- Comparaison aux autres méthodes :
  - MEB/TEM : + résolue, mais champ et volume très limités (qlq  $\mu\text{m}$ )
  - SWBT : Bonne résolution, champ large & analyses simultanées

*Faute d'empilement dans  
InP vue au MET (CEMES)*

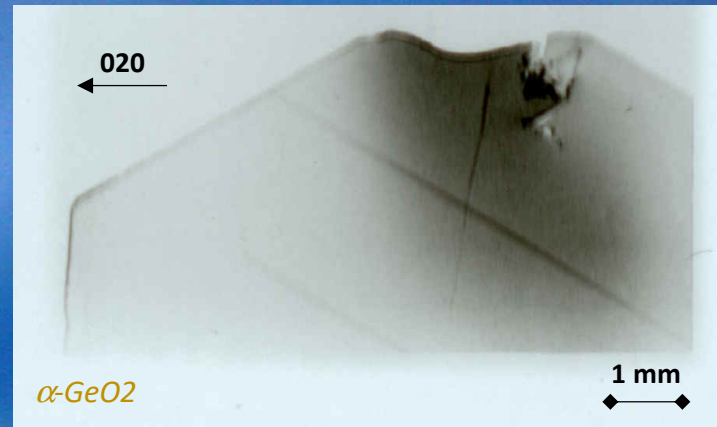


*Cliché synchrotron  
sur KDP ( $t_{\text{pose}} = 2''$ )*

## • BIBLIO/SOURCES

- Tanner B.K. X-ray diffraction topography, Pergamon Press 1976
- Bowen D. K., Tanner B. K.: High resolution X-ray diffractometry and topography, Taylor & Francis Ltd 1998.
- Sources images : LiNbO<sub>3</sub> (*J. Appl. Cryst.* (2005). **38**, 1012-1019)  
CaF<sub>2</sub> ([www.slideshare.net/AyaTakase/x-ray-topography-applications](http://www.slideshare.net/AyaTakase/x-ray-topography-applications))  
YCOB (*Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 2018)  
ppKTP (*J.Appl.Cryst.* 2011. 44, 462–466 & *Phys. Rev. Lett.* 81, 3435, 1998)





*MERCI!*  
*QUESTION ?*

