



SmartLab
X-RAY DIFFRACTOMETER



Rigaku

Конструктивные особенности

SmartLab™: Доступность проведения измерений при решении сложных задач

Простота и доступность – основные принципы, положенные в основу дифрактометрического комплекса SmartLab™. Для этого универсального дифрактометра сложный эксперимент перестал означать сложность проведения измерений и обработки данных. Например, при решении задач определения толщины тонких пленок или проведении структурного анализа сложных минералов пользователю не обязательно быть специалистом в области рентгеновской рефлектометрии или знать метод Ритвельда. Решение таких сложных задач рентгенодифракционного анализа стало доступным для неопытного пользователя. Это достигнуто за счет использования мощного запатентованного программного пакета Guidance™, который работает как экспертная система в диалоге с пользователем.

Для опытных специалистов использование возможностей данной экспертной системы позволит значительно повысить эффективность и производительность проведения рентгенодифракционного анализа сложных объектов.

Использование многослойных рентгеновских зеркал: Модульный принцип без модулей

В дифрактометре SmartLab™ для формирования рентгеновских пучков используется запатентованные многослойные рентгеновские зеркала (Cross Beam Optics™). Для перехода от схемы фокусировки по Брэггу-Брентано к геометрии параллельного пучка не требуется установка и юстировка компонент рентгенооптической системы. Переход от одной геометрии к другой осуществляется пользователем с помощью специальной коммутирующей пластины со щелями без последующих настроек и юстировок.

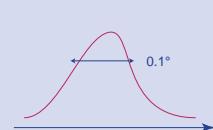


Широкие возможности

Используемые оптические схемы

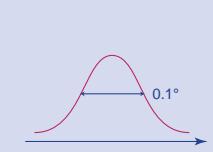
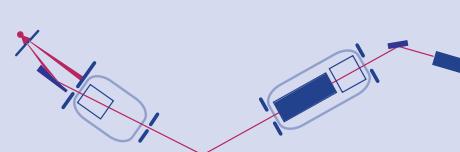
Фокусировка по Брэггу-Брентано

- Качественный и количественный рентгенофазовый анализ
- Структурный анализ
- Определение степени кристалличности
- Определение размеров кристаллитов и искажений решетки



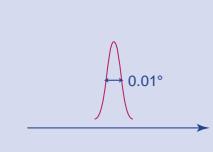
Метод параллельного пучка

- Фазовый и структурный анализ тонких пленок и порошков
- Уточнение параметров элементарной ячейки
- Исследование текстуры, определение величины остаточных напряжений
- Определение толщины пленок, плотности и шероховатости поверхности



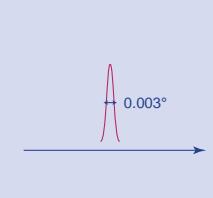
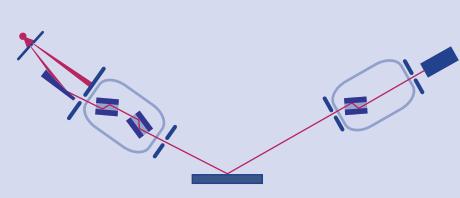
Использование щелевого Ge монохроматора

- Структурный анализ эпитаксиальных пленок
- Определение взаимной ориентации в системе пленка/подложка
- Фазовый и текстурный анализ эпитаксиальных пленок
- Определение толщины, плотности и шероховатости поверхности тонких пленок



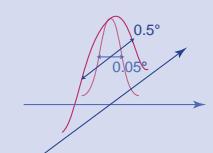
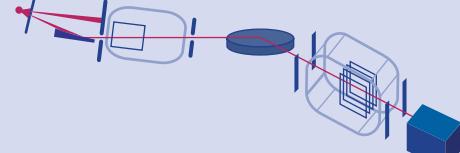
Режим трехкристального спектрометра

- Структурный анализ совершенных по структуре эпитаксиальных пленок
- Определение взаимной ориентации эпитаксиальных пленок
- Оценка структурного совершенства монокристаллических подложек
- Определение толщины, плотности и шероховатости поверхности



Брэгг-Лауз геометрия

- Фазовый и структурный анализ сверхтонких пленок
- Профильный анализ фазового состава по глубине
- Определение профиля деформации
- Текстурный анализ тонких пленок



Анализ тонких пленок

Дифрактометр SmartLab™ позволяет проводить исследования тонких пленок и многослойных структур

Исследование тонких пленок может проводиться в режиме стандартной геометрии, геометрии скользящего падения пучка и в режиме рефлектометра.

В дифрактометре SmartLab™ используется новый подход к выполнению измерений. Выбор метода измерений, параметры съемки, метод обработки предлагается экспертной системой Guidance на основе данных об элементном составе пленки, толщине и структурном совершенстве, которые вводятся непосредственно оператором в диалоговом режиме.

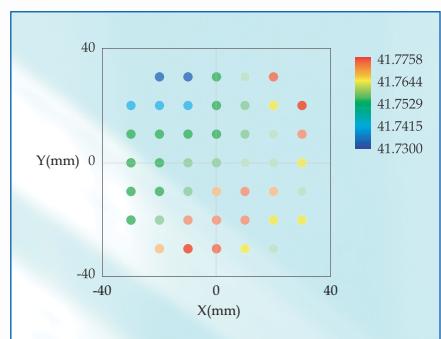
Методики проведения измерений и методы обработки, содержащиеся в пакете Guidance, позволяют решать следующие задачи при исследовании тонких пленок:

- Фазовый состав
- Ориентация/текстура
- Структурное совершенство
- Профиль деформации
- Деформация/напряжения
- Толщина
- Качество интерфейса
- Плотность
- Однородность поверхности

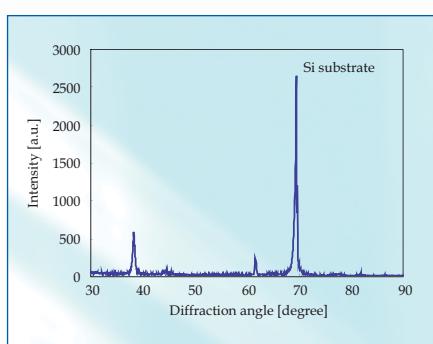
Для образцов с неоднородным составом по поверхности SmartLab позволяет проводить картографический анализ в координатах X-Y с заданным шагом. Для обработки данных и наглядного представления результатов анализа имеется соответствующее программное обеспечение.



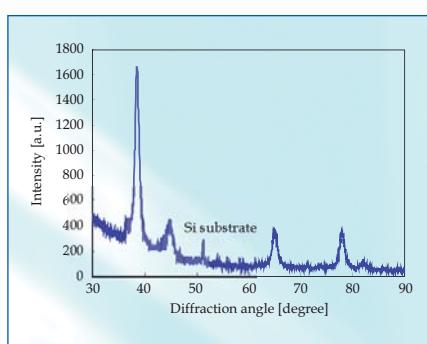
SmartLab, оснащенный 9кВт источником излучения с вращающимся анодом



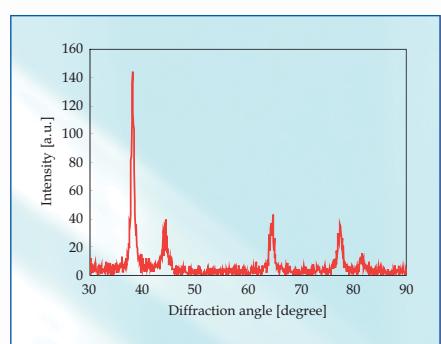
Картографический анализ пленки LiNbO_3



Симметричная геометрия



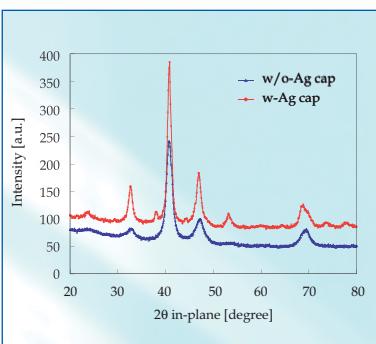
Асимметричная геометрия при скользящем падении пучка



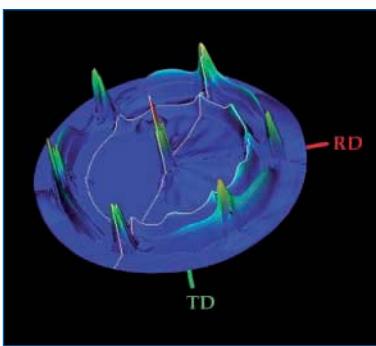
Брэгг-Лауз геометрия при скользящем падении пучка

На рисунках представлены дифрактограммы тонкой пленки золота, нанесенной на кремниевую подложку Si(100), снятые в обычной симметричной геометрии, а также в асимметричной и Брэгг-Лауз геометриях при скользящем падении пучка. В геометрии скользящего падения пучка сигнал формируется в основном в материале пленки, за счет чего значительно повышается интенсивность дифракционных линий и удается отстроиться от сильных рефлексов подложки.

Тонкопленочная дифрактометрия



Дифрактограммы образцов FePt и Ag(1нм)/FePt (верхняя кривая), снятые в Брэгг-Лауз геометрии при скользящем падении пучка



Полясная фигура пленки Bi_2O_3 (111) – отражение

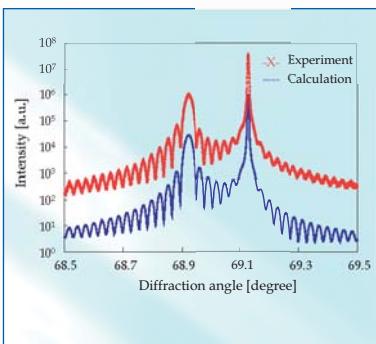
Еще одной отличительной особенностью дифрактометра SmartLab в дополнение к использованию рентгеновской оптики и экспертной системы Guidance является наличие вертикального θ/θ гониометра и использование Брэгг-Лауз геометрии при скользящем падении пучка.

В θ/θ -геометрии образец лежит неподвижно в горизонтальной плоскости, что позволяет проводить исследования пленок Ленгмюра-Блоджетт на поверхности жидкости.

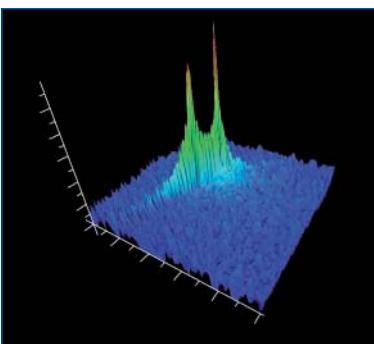
Горизонтальное расположение образца очень удобно при исследовании структурного совершенства монокристаллических полупроводниковых пластин, поскольку они не подвергаются воздействию каких-либо напряжений, что очень важно при проведении прецизионных измерений.

Использование нескольких геометрий съемки позволяет снимать полясные фигуры во всем диапазоне углов α (0 - 90°) и определять взаимную ориентацию решеток эпитаксиальных пленок относительно решетки подложки.

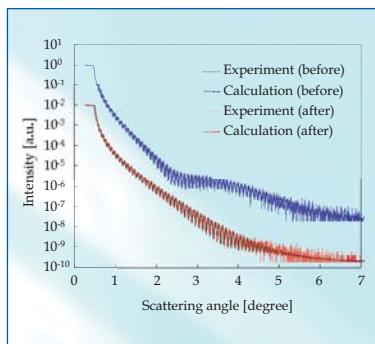
В режиме рефлектометра данные измерений позволяют получать информацию о толщине пленки, значении плотности, шероховатости поверхности и качестве интерфейса между слоями многослойных эпитаксиальных структур.



Кривая дифракционного отражения структуры SiGe/Si (004)



Распределение интенсивности в окрестности узла (224) обратной решетки структуры SiGe/Si



Кривая зеркального отражения пленки $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}$

На основе данных прецизионных измерений программное обеспечение пакета Guidance позволяет строить распределение интенсивности в узлах обратной решетки

Малоугловое рассеяние

Дифрактометр SmartLab™ может быть адаптирован для проведения экспериментов по малоугловому рассеянию

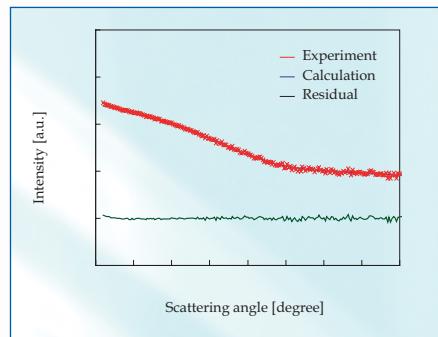
Малоугловое рентгеновское рассеяние широко применяется для исследования структуры наноматериалов. Обычно для решения таких задач, как правило, используется специализированное оборудование и требуются специальные программы для обработки данных.

Использование рентгеновской оптики для формирования строго параллельного рентгеновского пучка позволяет проводить измерения угловых спектров вблизи нулевого пучка. Данные малоуглового рассеяния для решения обратных задач обрабатываются с помощью пакета NANO-Solver.

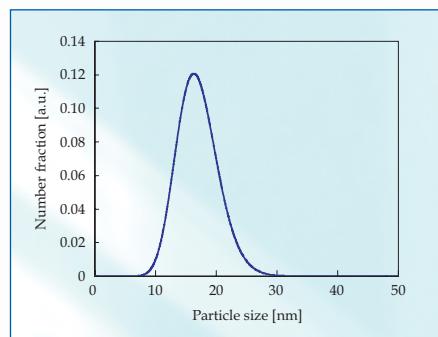
Методом малоуглового рассеяния решаются следующие задачи:

- Распределение частиц по размерам в растворах
- Распределение частиц по размерам в объемных материалах
- Определение формы частиц и комплексов
- Определение функции корреляции распределения электронной плотности.

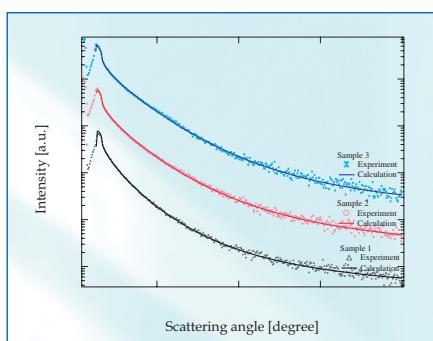
Методом малоуглового рассеяния могут анализироваться частицы размером от 1нм до 100нм. Использование врачающегося анода позволяет значительно повысить чувствительность измерений в случае слабого контраста электронной плотности.



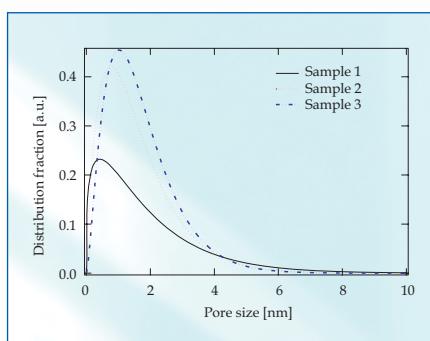
Кривая малоуглового рассеяния на частицах золота с концентрацией 0.0054%
Tanaka Kikinzoku Kogyo K.K.



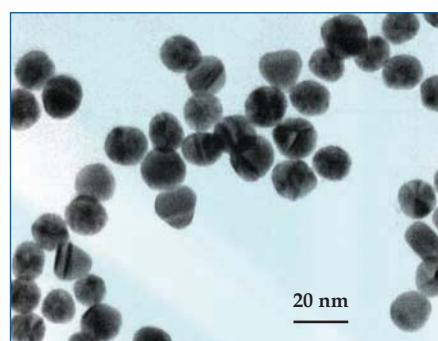
Кривая распределения частиц по размерам



Кривая зеркального отражения от пленок разной толщины, нанесенных на кремниевые подложки



Кривая распределения пор по размерам



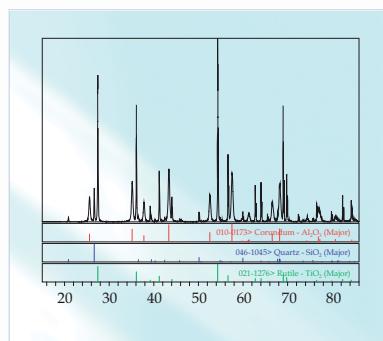
Изображение частиц золота, полученное с помощью просвечивающего электронного микроскопа

С помощью пакета прикладных программ NANO-Solver можно определять функцию распределения частиц и пор по размерам в наноразмерных материалах и определять длину корреляции в материалах с неоднородным распределением плотности

Порошковая дифрактометрия



SmartLab с поворотным столиком



Результаты рентгенофазового анализа.
Надежно идентифицированы фазы
корунда, кварца и рутила

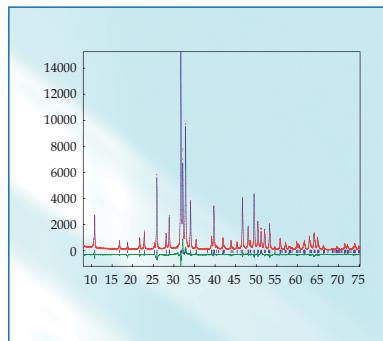
Решение задач порошковой дифрактометрии

Юстировка в полностью автоматическом режиме, использование современной рентгеновской оптики и мощный программный пакет Guidance™ в совокупности образуют интеллектуальную систему для получения наиболее полной информации об исследуемом объекте. Дружественный интерфейс программы позволяет легко управлять работой дифрактометра, проводить измерения с использованием различных геометрий съемки, проводить исследования широкого класса материалов.

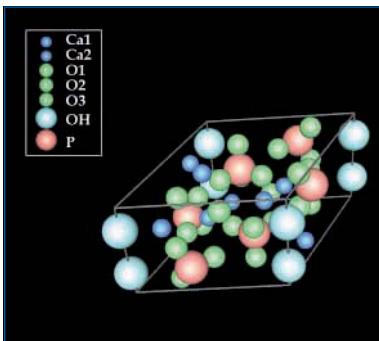
Программно доступно решение следующих задач:

- Качественный фазовый анализ
- Количественный рентгенофазовый анализ
- Определение степени кристалличности
- Определение среднего размера кристаллитов и неоднородной деформации
- Прецизионные измерения периодов d_{hkl}
- Ритвельдовский анализ

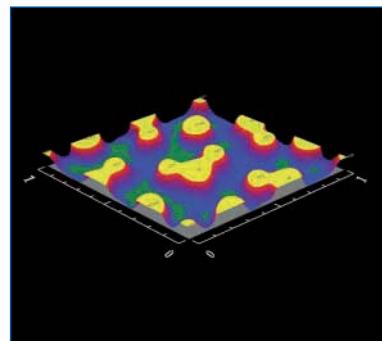
В рамках пакета программ обработки осуществляется определение положения пиков и их интенсивностей, проводится автоматизированный рентгенофазовый анализ многокомпонентных систем с использованием базы данных ICDD PDF2. Количественный рентгенофазовый анализ может проводиться тремя методами: методом калибровочного графика или методом добавок, методом внешнего стандарта и методом Ритвельда



Ритвельдовский анализ
гидроокисла апатита



Кристаллическая структура



Карта электронной плотности
a-b плоскость, c = 0.25
метод максимальной энтропии

На рисунках выше приведены результаты ритвельдовского анализа гидроокисла апатита, представлен вид кристаллической структуры и приведены данные расчета электронной плотности. Анализ данных съемки в фокусирующей геометрии и геометрии параллельного пучка позволяют получать наиболее полную информацию о структуре сложных молекулярных систем.

Технические характеристики

Источник излучения	Максимальная мощность	3кВт для трубы отпаянного типа	9кВт для вращающегося анода
	Напряжение Ток	20 - 60 кВ 2 - 60 мА	20 - 45 кВ 10 - 200 мА
	Стабильность	Не более $\pm 0.005\%$ при колебаниях напряжения сети в пределах $\pm 10\%$	
	Материал анода	Cu (другие по заказу)	
	Размер фокуса	0.4 x 12 мм линейный / точечный (другие по заказу)	0.4 x 8 мм линейный (другие по заказу)
	Защита от излучения	Система блокировок и заслонок обеспечивает полную безопасность при работе персонала	
Гониометр	Режим сканирования	Связанный $\theta d/\theta s$ или независимый $\theta d, \theta s$	
	Радиус гониометра	300мм (стандартное значение) другой – по заказу	
	Минимальный шаг	0.0001°	
	Гониометрическая головка	χ : -5~95° с шагом 0.001° ϕ : -720~720° с шагом 0.002° Z : -4~1 мм с шагом 50 мкм X-Y-Z подвижный столик (опция): 20 мм шаг 50 мкм 100 мм шаг 50 мкм 150 мм шаг 50мкм Поворотный столик Rx, Ry (опция): -5~5° шаг 0.002°	
	Размер образца	Максимальный диаметр 200мм, толщина 6мм (для образцов толщиной 24 мм - по заказу)	
	Падающий пучок	Многослойное зеркало (СВО), щелевой Ge-монохроматор с двукратным и четырехкратным брэгговским отражением	
Оптическая система	Дифрагированный пучок	Варьируемые, дистанционно-управляемые SS и RS, щелевой Ge кристалл-анализатор с двукратным отражением	
Детектор	Сцинтилляционный счетчик	Кристалл-сцинтиллятор NaI(Tl), фотоумножитель с предусилителем	