



# Ultima IV

РЕНТГЕНОВСКИЙ ДИФРАКТОМЕТР



**Rigaku**

**“Вероятно, самой сложной задачей, стоящей сегодня перед пользователями дифрактометров, является сокращение времени и усилий, затрачиваемых на перестройку системы для решения различных прикладных задач”.**

*доктор Адамс, директор института Нанотехнологий им. Р. Смолли, Университет Райса*

Простой оборудования, связанный с его перенастройкой при проведении разнообразных измерений, снижает гибкость проведения анализа и ставит перед пользователем барьер между желаемым и действительным.

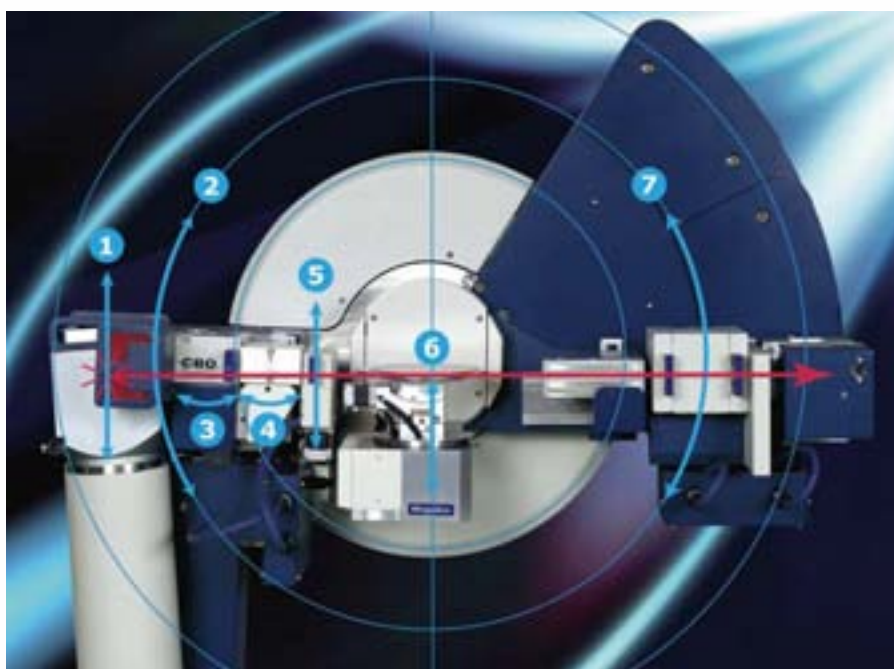
Время, затрачиваемое на перенастройку дифрактометра, это потерянное время, которое могло бы быть потрачено на проведение измерений и обработку данных.

Время и усилия, необходимые для настройки оборудования в значительной степени зависят от удобства проведения юстировки системы.

## **А что, если Ваш дифрактометр проводит юстировку самостоятельно?**

Ultima IV Rigaku предлагает полностью автоматическую юстировку всей системы, включая источник излучения, оптические устройства, гониометр и платформу образца.

Функция автоматической юстировки системы, как во время инсталляции, так и перед проведением рутинных измерений сокращает время и увеличивает производительность анализа.



- 1 Положение источника по высоте
- 2 Угол положения источника
- 3 Положение СВО
- 4 Положение кристалл-монокроматоров
- 5 Положение коммутирующей щели
- 6 Положение рабочей поверхности образца
- 7 Угол положения детектора

Запустив процедуру автоматической юстировки, высвободившиеся минуты Вы сможете провести за чашечкой кофе\*, обдумывая план проведения эксперимента.

\* Кофе не включено в комплект поставки

## Что, если переход от фокусирующей геометрии к геометрии параллельного пучка осуществляется без перенастройки дифрактометра?

Запатентованная Rigaku СВО оптика сконструирована таким образом, чтобы исключить необходимость установки дополнительных компонентов при переходе от фокусирующей геометрии к геометрии параллельного пучка. СВО оптика постоянно встроена в систему с возможностью проведения юстировки и управления переключением пользователем.

СВО оптика позволяет исключить временные затраты при переходе от одной геометрии к другой, допускает ежедневное использование обеих геометрий без необходимости перенастройки системы, не подвержена износу и выходу из строя в результате многочисленных переключений.

The image contains three main parts:
 

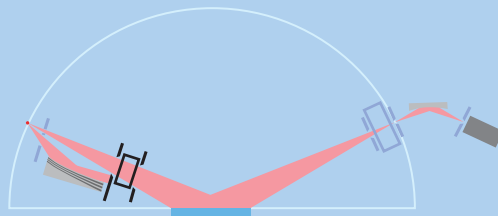
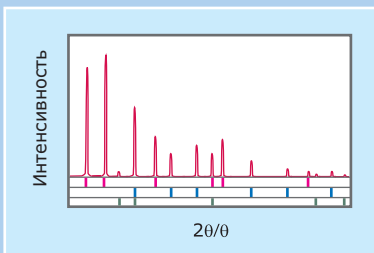
- Top Left:** A diagram labeled "Фокусирующая геометрия" (Focusing geometry) showing a curved detector and a focused beam.
- Top Right:** A diagram labeled "Геометрия параллельного пучка" (Parallel beam geometry) showing a flat detector and a parallel beam.
- Center:** The Rigaku Ultima IV XRD diffractometer with the text "Ultima IV РЕНТГЕНОВСКИЙ ДИФРАКТОМЕТР" (Ultima IV X-RAY DIFFRACTION). Below it are the words "Гибкость" (Flexibility), "Быстрота" (Speed), and "Функциональность" (Functionality) in Russian, and "Functional" in English.

Автоматическая юстировка и СВО оптика повышают производительность и точность результатов

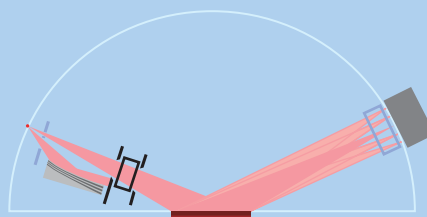
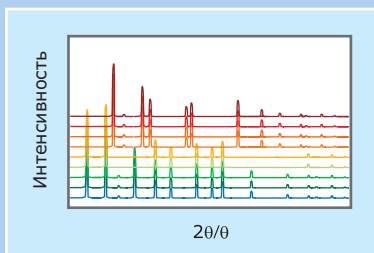
# Конфигурации Ultima IV

СВО оптика, автоматическая юстировка и гибкая модульная конструкция держателей образца, быстрая перенастройка системы для различных задач

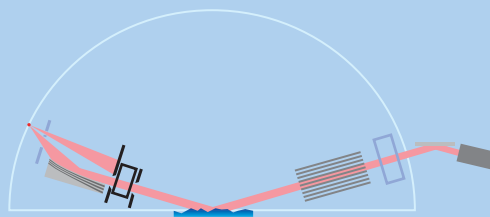
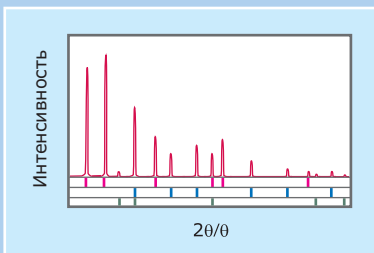
Порошковая дифрактометрия (фокусировка по Брэггу-Брентано)



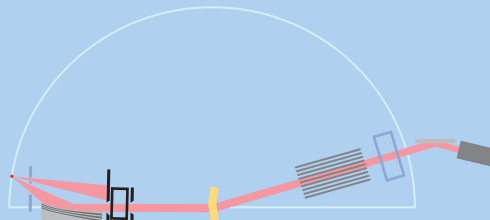
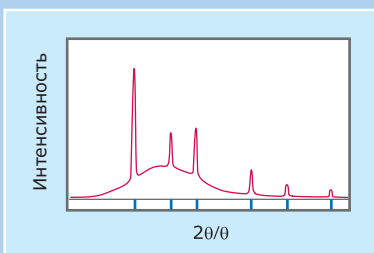
Порошковая дифрактометрия (высокая скорость измерений)



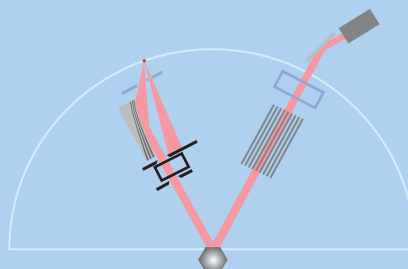
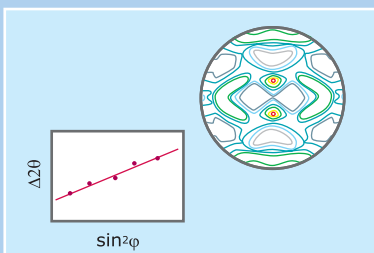
Порошковая дифрактометрия (параллельный пучок)



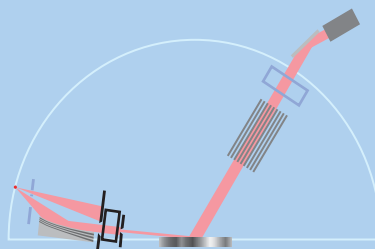
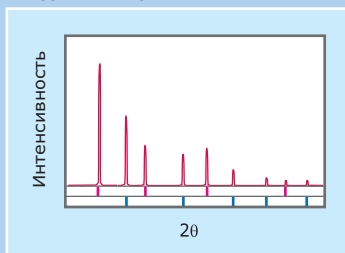
Съемка на просвет



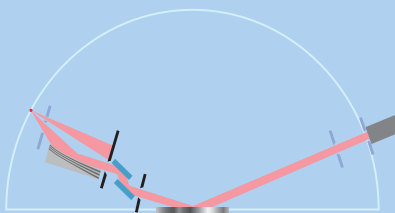
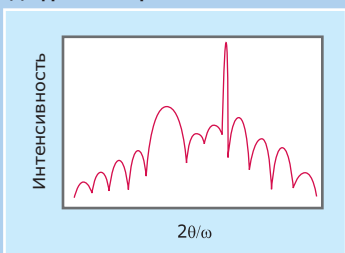
Напряжение и текстура



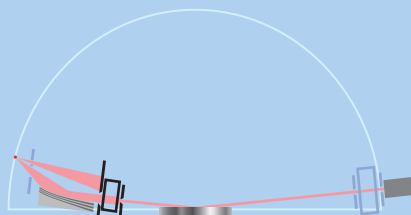
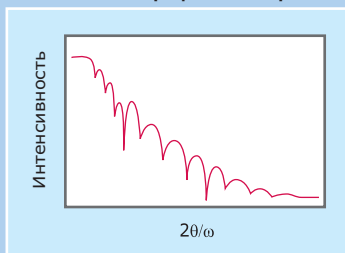
## Дифрактометрия тонких пленок (скользящий пучок)



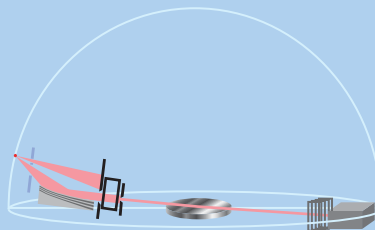
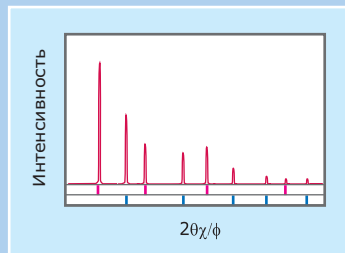
## Дифрактометрия тонких пленок (высокое разрешение)



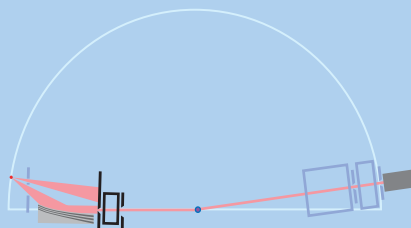
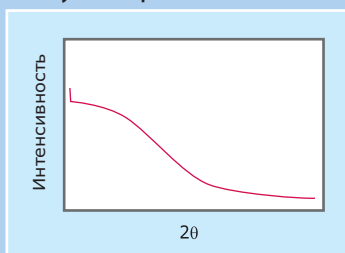
## Рентгеновская рефлектометрия



## Дифрактометрия тонких пленок (In-plane геометрия)



## Малоугловое рассеяние

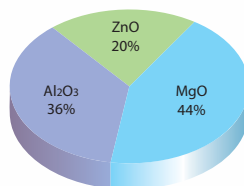
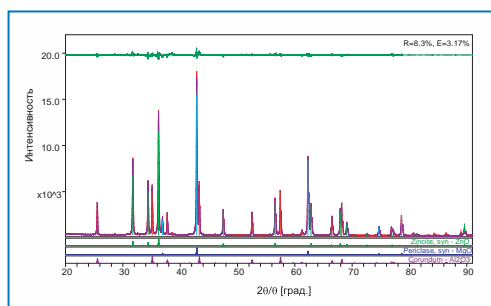


## СВО оптика обеспечивает не имеющую аналогов гибкость и эффективность при реализации различных оптических схем в порошковой дифрактометрии

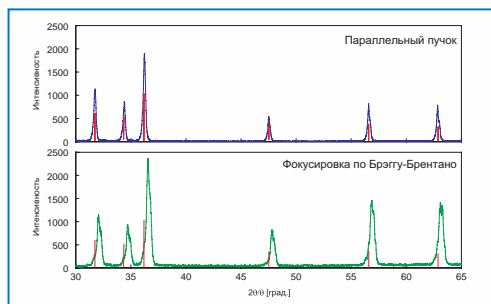
Традиционная порошковая дифрактометрия использует для проведения измерений фокусировку по Брэггу-Брентано, чтобы обеспечить высокое разрешение и высокую интенсивность при анализе порошковых материалов. Для многих объемных образцов с неровной поверхностью предпочтительнее использовать параллельный пучок. Наличие обеих геометрий благодаря использованию СВО оптики обеспечивает исключительную гибкость для пользователя при выборе той или иной конфигурации без перенастройки системы.

Области применения порошковой дифрактометрии:

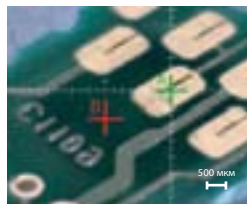
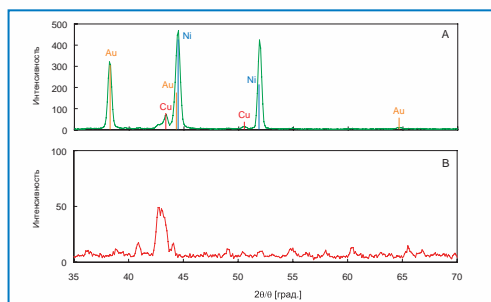
- **Идентификация фаз**
- **Количественный анализ**
- **Степень кристалличности**
- **Размер кристаллитов / анализ напряжений**
- **Прецизионные измерения параметров решетки**
- **Ритвельдовский анализ**



Точный количественный анализ с использованием метода Ритвельда и аппаратными возможностями Ultima IV демонстрирует современный подход к решению таких задач. На рисунке приведены данные количественного анализа смеси порошков ZnO, MgO и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Для обеспечения высокого разрешения использовалась фокусирующая геометрия съемки.



Даже в неблагоприятных условиях, когда образец имеет неровную поверхность, точные измерения могут быть проведены в геометрии параллельного пучка. В приведенном примере образец с крупными размерами кристаллитов, полученный методом фотокатализа, не является проблемным для съемки на UltimaIV с СВО оптикой.



Использование XY подвижного столика и оптической CCD камеры позволяет снимать дифрактограммы в различных точках на поверхности образца. В приведенном примере демонстрируется возможность настройки на различные локальные области печатной платы и получение дифрактограмм в этих точках с использованием геометрии параллельного пучка, формируемого с помощью СВО оптики.

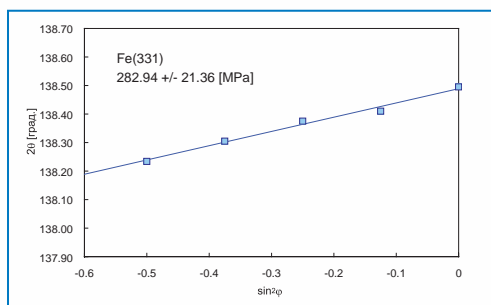
## Автоматическая юстировка образца в сочетании с in-plane геометрией обеспечивает простоту создания конфигурации системы для прецизионного измерения напряжений и текстурного анализа

Автоматическая юстировка позволит легко адаптировать Ultima IV для анализа напряжений и текстуры. Использование in-plane геометрии в сочетании с СВО оптикой дает неоспоримое преимущество при текстурных исследованиях по сравнению с традиционно используемой геометрией.

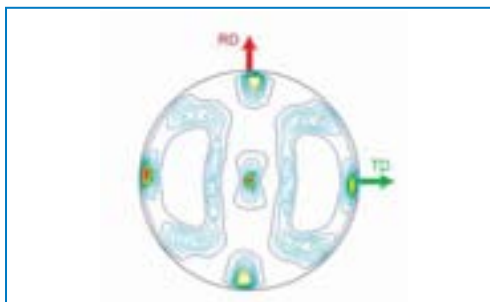
Сбор данных в in-plane геометрии может проводиться с использованием линейного фокуса, что существенно сокращает время проведения измерений и исключает ошибку, связанную с эксцентриситетом для материалов со сложной формой поверхности. Съемка в in-plane геометрии позволяет избавиться от необходимости использования дифракции на просвет в дополнение к дифракции на отражение с целью построения полных полюсных фигур.

Области применения:

- **Определение напряжений (метод  $\sin^2\Psi$ )**
- **Определение напряжений по двум осям**
- **Прямые полюсные фигуры**
- **Полюсные фигуры, полученные в in-plane геометрии**
- **Обратные полюсные фигуры**
- **Полюсные фигуры, полученные съемкой на просвет**
- **Определение функции распределения ориентаций**



При измерении остаточных напряжений ключевым является определение положения пика. Поскольку смещение образца относительно оси гониометра влияет на положение пика, использование СВО оптики для формирования параллельного пучка и автоматической юстировки образца повышает их точность. На рисунке представлен традиционный график зависимости  $2\theta(\sin^2\Psi)$  для железной гайки. На дифрактометре Ultima IV с СВО оптикой высокоточная съемка образца такой сложной формы проводится очень легко.



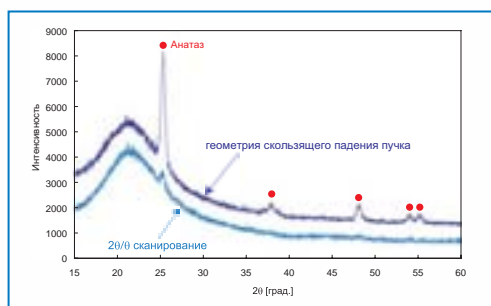
Реализация in-plane геометрии обеспечивает предельную гибкость при построении полюсных фигур. На рисунке слева приведена полюсная фигура (111) медной пластины, демонстрирующая преимущества съемки в in-plane геометрии. Здесь удалось получить данные во всем угловом диапазоне  $\alpha = 0$  до  $90^\circ$  без необходимого перехода к точечному фокусу, перенастройки системы и переставления образца для съемки на просвет.

## СВО оптика в сочетании с приводом для сканирования в плоскости образца (In-plane) позволила создать наиболее полную среди существующих в мире дифракционных систем для исследования тонких пленок

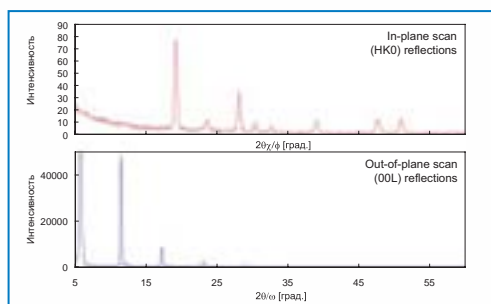
Возможность осуществления сканирования в двух взаимно-перпендикулярных плоскостях без необходимости перенастройки системы является революционным прорывом в дифрактометрии тонких пленок. Использование In-plane геометрии позволяет проводить анализ пленок толщиной до 1 нм. В такой геометрии можно определять параметры решетки в плоскости образца, а также определять ориентационные соотношения в системе пленка / подложка, что недоступно при использовании стандартной геометрии.

Области применения:

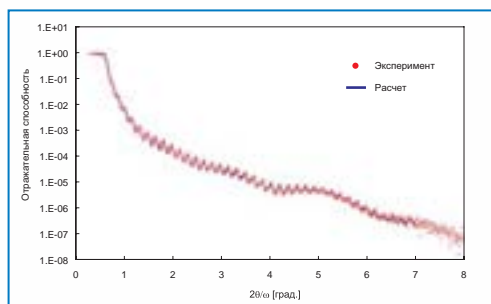
- Идентификация фаз
- Текстура / ориентация
- Структурное совершенство
- Деформация / напряжение
- Толщина
- Качество интерфейса
- Плотность



Использование геометрии скользящего падения пучка является исключительно важным при анализе пленок полученных фотокатализом. Использование СВО оптики позволяет проводить измерения и порошков и объемных материалов. На рисунке слева показано преимущество использования геометрии скользящего падения пучка по сравнению с обычной симметричной геометрией  $\theta/2\theta$  сканирования. На дифрактограмме при съемке в геометрии скользящего падения пучка отчетливо наблюдаются рефлексы от тонкой пленки, которые не удастся зарегистрировать в обычной геометрии.

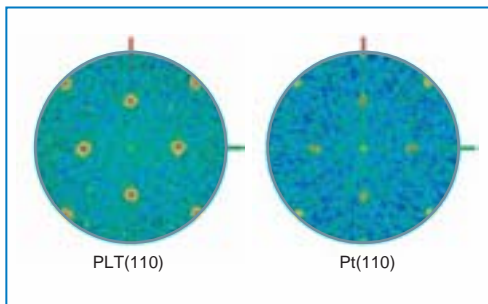


Использование геометрии съемки в двух взаимно-перпендикулярных плоскостях позволят получать полную информацию о текстуре тонких пленок. На рисунке приведены данные сканирования в плоскостях (00L) и (HK0) для пленки Pentacene толщиной 50 нм, нанесенной на кремниевую подложку. Съемка в in-plane геометрии проводилась при угле падения рентгеновского пучка  $0.18^\circ$  и в итоге позволила получить уникальную информацию об ориентации тонкой пленки.

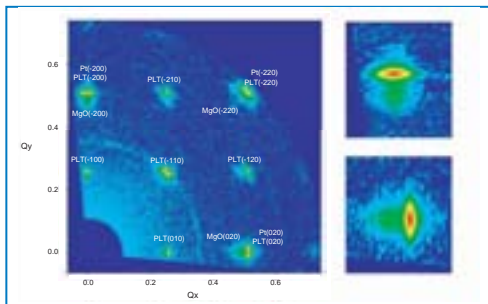


Рентгеновская рефлектометрия (XRR) используется для определения толщины пленок, шероховатости поверхности, качества интерфейса и плотности в многослойных структурах. Перестройка системы буквально одним касанием и автоматическая юстировка системы является решающей при переводе системы в режим рефлектометра, что в итоге обеспечивает простоту проведения измерений. На рисунке слева приведены экспериментальная и расчетная кривые зеркального отражения окисленных слоев GaAs, GaAs, InGaAs на подложке GaAs.

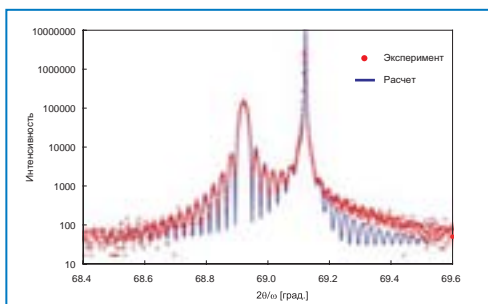




Для тонкопленочных материалов текстурный анализ позволяет определять взаимную ориентацию решетки напыленной пленки относительно решетки подложки. На рисунке в качестве примера приведены полюсные фигуры, снятые в плоскости образца для монокристаллической подложки Pt и нанесенной на нее тонкой пленки  $(\text{Pb, La})\text{TiO}_3/\text{Pt}/\text{MgO}$ . Наглядно видна взаимная ориентация между пленкой и подложкой. Отличительной особенностью здесь является использование геометрии съемки в плоскости образца, что позволяет построить полную полюсную фигуру для подложки и тонкой пленки.



Возможно, самым полезным измерением для точного объяснения свойств тонких пленок на основе данных рентгеновской дифрактометрии является использование карт электронной плотности. Карта электронной плотности дает наиболее полную информацию о деталях эпитаксиальных гетероструктур. Она может быть использована для объяснения ориентации, напряжений и степени совершенства тонких пленок. В приведенном примере использовано сканирование в плоскости, параллельной поверхности тонкой пленки.



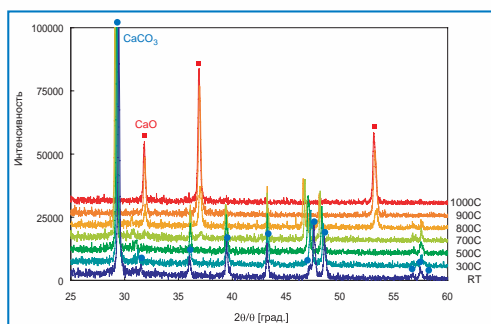
Для дифрактометрии высокого разрешения СВО оптика в сочетании с автоматически настраиваемыми щелевыми монохроматорами обеспечивают высокую коллимацию и интенсивность рентгеновского пучка, что в итоге позволяет создать оптимальную для использования конфигурацию оптической системы. На рисунке слева представлена кривая дифракционного отражения высокого разрешения подложки и легированного поверхностного слоя.

## Климатические приставки Rigaku значительно расширяют функциональные возможности прибора и область применения рентгеновских методов.

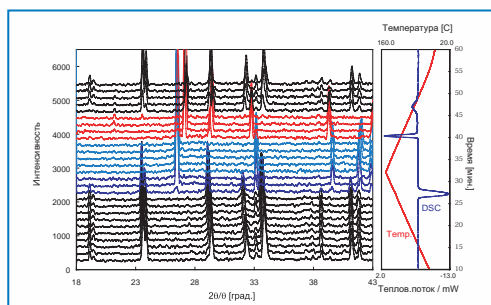
Приставки предназначены для проведения измерений образцов в специальных условиях внешних воздействий при исследовании различных новых функциональных материалов. Ultima IV имеет широкий набор конфигураций, реализуемых на основной платформе дифрактометра, включая первый в мире серийно выпускаемый совмещенный прибор XRD/DSC.

Условия внешнего воздействия включают в себя:

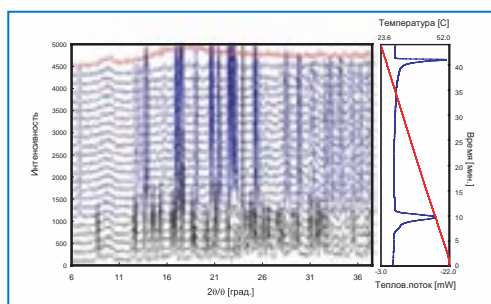
- **Высокие температуры**
- **Низкие температуры**
- **Влажную атмосферу**
- **Реактивные газы**
- **Совмещенный прибор XRD/DSC**  
(дифференциальная сканирующая калориметрия)



Сбор данных при различных температурах позволяет получать структурную информацию о материалах в тех же условиях, в которых они используются. Приведенные в качестве примера сравнительные дифрактограммы, снятые на дифрактометре Ultima IV с использованием СВО оптики и высокоскоростного детектора, демонстрируют фазовый переход от CaCO<sub>3</sub> к CaO под воздействием температуры. Как видно из приведенных дифрактограмм, фазовый переход происходит приблизительно при температуре 800°C.



Одной из уникальных функций Ultima IV является проведение рентгенодифракционного анализа (XRD) одновременно с дифференциальной сканирующей калориметрией (DSC). Возможность проведения таких измерений на одном и том же образце в едином эксперименте является исключительно важным при изучении фазовых переходов в различных материалах. На рисунке слева показаны данные XRD/DSC анализов, проведенных при разных температурах. В приведенном примере соединение KNO<sub>3</sub>, как видно из графиков, имеет три четких обратимых твердотельных перехода.



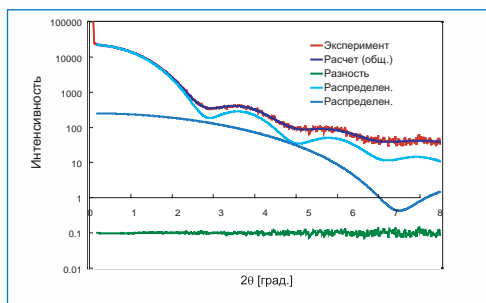
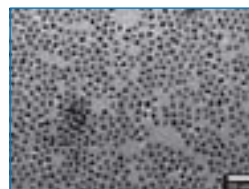
Ultima IV может быть адаптирована для проведения одновременного XRD/DSC анализа при разной влажности. В такой конфигурации можно изучать реакции гидратации в зависимости и от температуры и от влажности. На рисунке слева приведены сравнительные дифрактограммы образца, снятые при изменении температуры в диапазоне от 50°C до 275°C при постоянной влажности. В приведенном примере на графике, помимо дифрактограмм, отображены кривые изменения температуры и теплового потока. Данные XRD анализа наглядно подтверждают образование кристаллической фазы в процессе обезвоживания.

## Малоугловое рентгеновское рассеяние (SAXS) высоко востребованно при анализе наноматериалов

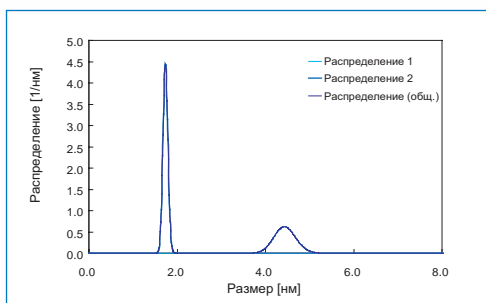
Использование запатентованных многослойных рентгеновских зеркал (СВО) для формирования параллельного пучка в дополнение к методам рассеяния в большеугловой области и дифракционным методам позволяет проводить малоугловые исследования с точностью вплоть до 0.1 единицы  $q$  (65нм).щего падения пучка (GISAXS).

Методом малоуглового рассеяния исследуются:

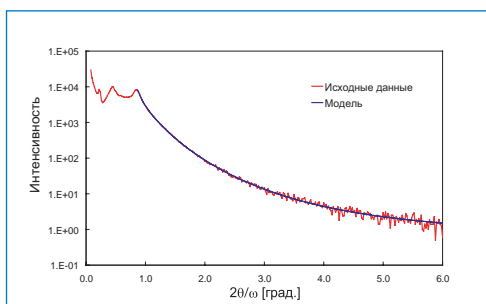
- **Макромолекулярная структура и ориентация полимеров**
- **Распределение размера наночастиц в растворах**
- **Распределение размера частиц и пор наноматериалов**
- **Морфология и ориентация молекул в нанокompозитах**



Малоугловое рассеяние является мощным методом, используемым для определения размеров и формы частиц в растворах. Требования к точности определения формы и размера важны и постоянно возрастают во всем мире при исследовании наноматериалов. В дифрактометре Ultima IV реализован переход от обычной геометрии съемки в широком диапазоне углов, используемой в традиционной дифрактометрии, к геометрии сверхмалых углов, который осуществляется буквально одним касанием к коммутирующей пластине.



На рисунке представлены экспериментальные и рассчитанные с помощью пакета программ обработки данных NANO-Solver кривые малоуглового рассеяния частиц с бимодальным распределением по размерам. Как видно из рисунка, имеется очень хорошее соответствие между экспериментальными и расчетными данными, подтверждающее правильность предложенной модели.



В дополнение к методу съемки на просвет дистанционно-управляемая и автоматически юстируемая платформа образца может быть установлена в положение для проведения измерений в режиме рефлектометра. На рисунке представлена кривая зеркального отражения слоя Ni толщиной 10нм на кремниевой подложке с внедренными в него атомами углерода. На экспериментальную кривую рассеяния наложена расчетная кривая. Как видно из рисунка, имеет место хорошее соответствие между экспериментальными и расчетными данными, что позволяет сделать вывод о разбросе частиц Ni по размерам в широком диапазоне от 2 до 10нм.

## Ultima IV

### Технические характеристики

<b>Источник излучения</b>	Максимальная мощность	3 кВт
	Напряжение на трубке	20 - 60 кВ
	Ток трубки	2 - 60 мА
	Материал анода	Cu (другие: по заказу)
	Размер фокуса	0.4 x 12 мм (другие: по заказу)
<b>Гониометр</b>	Метод сканирования	$\theta_s/\theta_d$ связанные или $\theta_s, \theta_d$ независимые
	Радиус гониометра	185 или 285 мм
	Диапазон углов сканирования $2\theta$	-3 - 162° (может быть другим в зависимости от конфигурации)
	Минимальный шаг	0.0001°
<b>Оптическая система</b>	Щели на выходной пучок	Фиксир. или автомат.варьируемые
	Щели на дифрагир. пучок	Фиксир. или автомат.варьируемые
	Приемные щели	Фиксир. или автомат.варьируемые
	Юстировка оптических систем	Автоматическая юстировка трубки по высоте, гониометра, оптики и детектора
	Монохроматор	Двухпозиционный графитовый кристалл-монохроматор Си-излучения (другие: по заказу)
<b>Детектор</b>	Детектор	Сцинтилляционный счетчик (другие: по заказу)

Rigaku Americas Corporation  
 9009 New Trails Drive  
 The Woodlands, TX 77381 USA  
 Phone: 281-362-2300  
 FAX: 281-364-3628  
 E-mail: [info@Rigaku.com](mailto:info@Rigaku.com)

Корпорацию Ригаку в России и странах СНГ представляет

**Soliste Corporation**

123610, Россия, Москва, Краснопресненская наб., 12, М-2, офис 1548  
 Тел.: +7-495-967-0959 Факс: +7-495-967-0960 e-mail: [info@soliste.ru](mailto:info@soliste.ru) URL: <http://www.soliste.ru>

### Cross Beam Optics

