

РЕНТГЕНОВСКАЯ ДИФРАКТОМЕТРИЯ ОТ АДВИН (БЕЛАРУСЬ): СОСТОЯНИЕ И ПЕРСПЕКТИВЫ

Ю.А. Целков, Н.В. Ржеуцкий, Д.М. Кабанов, В.П. Черкесов
ЗАО «АДВИН Смарт Фэктори», ул. Селицкого 7, Минск 220075, Беларусь,
tselkov@advin-group.com, rzheutski@advin-group.com, kabanov@advin-group.com,
cherkesov@advin-group.com

Представлен обзор развития инструментальной базы для рентгеновской дифрактометрии, создаваемой в белорусской компании АДВИН. Продемонстрированы основные классы приборов и аксессуаров, разрабатываемые на основе дифрактометра POWDIX 600, приведены их характеристики и возможности. Описаны особенности работы, а также управляющее и аналитическое программное обеспечение. Отмечается, что на данном этапе, кроме приборов для порошковой дифрактометрии, разрабатываются и многофункциональные компактные системы для более широкого круга задач. Вместе с тем, компания работает и над созданием установок с увеличенным радиусом гониометра, нацеливаясь в перспективе на решение задач из области дифрактометрии высокого разрешения (HRXRD). В качестве демонстрации возможностей приводятся результаты измерений из различных прикладных областей, таких как сканирование при скользящем падении, измерения остаточных напряжений и рефлектометрия.

Ключевые слова: рентгеновская дифрактометрия; аналитическое приборостроение; рентгеноструктурный анализ; поликристаллы; тонкие пленки.

X-RAY DIFFRACTOMETRY FROM ADVIN (BELARUS): CURRENT STATE AND PERSPECTIVES

Yuriy Tselkov, Mikalai Rzheutski, Dmitry Kabanov, Vasily Cherkesov
CJSC «ADVİN Smart Factory», 7 Selitsky Str., 220075 Minsk, Belarus
tselkov@advin-group.com, rzheutski@advin-group.com, kabanov@advin-group.com,
cherkesov@advin-group.com

An overview of the development of the instrumental base for X-ray diffractometry created by the Belarusian company ADVIN is presented. The main classes of devices and accessories developed on the basis of the POWDIX 600 diffractometer are demonstrated, their characteristics and capabilities are discussed. The devices are equipped with holders for various types of samples, provide rotation and automatic sample change, and a wide range of beam collimation as well as a measurement in a controlled environment at temperatures up to 600°C and vacuum up to 0.1 mbar or in an atmosphere of inert gases. The devices operate in the geometry of θ - θ Bragg-Brentano, is equipped with an internal cooling subsystem, has a precision goniometer with a positioning accuracy of at least 0.01° (2θ) and an independent arm movement, which allows measurements for the asymmetrical arrangement. Analytical software is also provided, which allows solving various tasks of phase and quantitative analysis and is able to work with COD and PDF-2 crystallographic databases.

In addition to devices for powder diffractometry, multifunctional compact systems with variable goniometer radius are also being developed for a wider range of tasks. At the same time, the company is also working on creating an instrument with a larger goniometer radius, aiming, in the future, to solve problems in the field of high-resolution diffractometry (HRXRD). Measurement results from various applications such as GIXRD, residual stress measurements, and reflectometry are presented as a demonstration of the possibilities.

Keywords: X-ray diffractometry; analytical instrumentation; X-ray diffraction analysis; polycrystals; thin films.

Введение

Белорусская компания АДВИН (ранее известная как АДАНИ) уже много лет специализируется на выпуске различного рентгеноскопического и аналитического оборудования. Первый рентгеновский ана-

литический прибор, выпущенный компанией – настольный порошковый дифрактометр PowDiX 600 (рис. 1). Дифрактометр рассчитан на решение стандартных задач фазового анализа, снабжается необходимыми для работы аксессуарами, позволяю-

щими, в том числе, осуществлять гибкую перестройку оптики, и исследовать широкий круг образцов различной консистенции в заданных условиях.



Рис. 1. Рентгеновский порошковый дифрактометр PowDiX 600

Автоматизированное управление позволяет просто и достаточно гибко настраивать различные сценарии работы, включая пакетное выполнение множества задач с автоматической сменой образцов.

Полученные в результате съемки данные имеют универсальный формат, что делает несложным их обработку в различных кристаллографических пакетах. Вместе с тем, в состав дифрактометра входит также и свой собственный аналитический программный пакет, позволяющий проводить качественный и количественный фазовый анализ с использованием распространённых кристаллографических баз данных.

Актуальность развития направления рентгеновского приборостроения для нужд кристаллографии обусловлена высокой востребованностью на рынке соответствующих приборов, в том числе и PowDiX 600.

Сегодня можно условно выделить три основных направления темы рентгеноструктурного анализа, развиваемые в АД-ВИН: порошковые аппараты (PowDiX 600), многофункциональные аппараты (PowDiX Pro), аппараты высокого разрешения.

В данной работе представлен обзор этих направлений, показано расширение возможностей и классов решаемых задач, а также приведены примеры полученных результатов.

Базовая версия – PowDiX 600

Этот компактный прибор имеет гониометр с фиксированным радиусом 150 мм, позволяющий определять положение пиков с точностью не хуже 0.01° (2θ). Для питания источника рентгеновского излучения используется высоковольтный генератор с мощностью до 600 Вт. В прибор встроена автономная система охлаждения, с циркуляцией дистиллированной воды. Внутри рабочего пространства удобно размещены сменные оптические компоненты и держатели образцов (рис. 2).

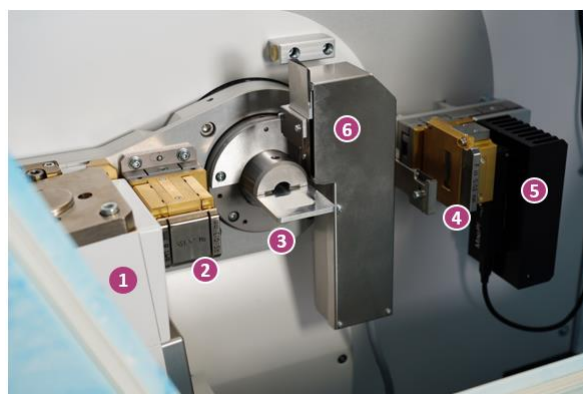


Рис. 2. Внутреннее рабочее пространство дифрактометра PowDiX 600. 1-рентгеновская трубка, 2, 4-оптические элементы, 3-образец, 5-детектор, 6-коллиматор-нож (опционально)

Оптическая фокусировка по Бреггу-Брентано реализована по схеме θ - θ , что позволяет сканировать образцы с неустойчивой консистенцией.

Матричный детектор позволяет работать в режимах с разной размерностью (точечный, линейный, 2-мерный).

На рис. 3 показан пример съемки стандартного образца оксида алюминия (корунда). При подборе соответствующей оптики возможно достижение полуширины пиков на уровне 0.03° .

В качестве аксессуаров (применимых также и в Pro-версии) можно отметить возможность измерений в контролируемой

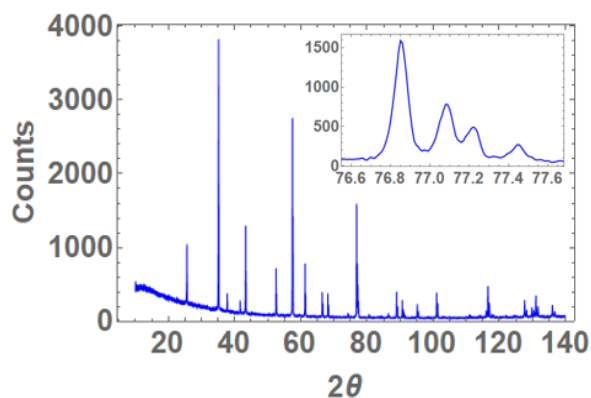


Рис. 3. Дифракционный профиль стандартного образца NIST SRM 1976с (корунд). На врезке – увеличенный фрагмент наложения двух K_{α} -дуплетов

среде с использованием высокотемпературной приставки. Для примера на рис. 4 приведены дифрактограммы кристаллического кварца, измеренные при различных температурах и демонстрирующие фазовый переход между фазами α и β , происходящий при температуре около 573°C .

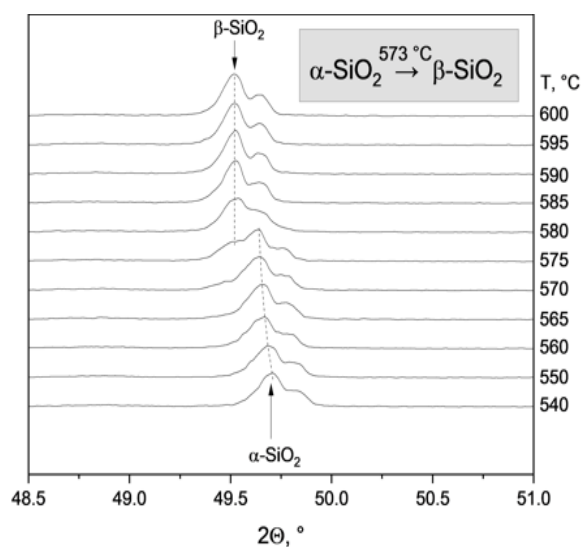


Рис. 4. Пример съемки фазового перехода $\alpha \rightarrow \beta$ кварца

При измерениях на малых углах может понадобиться фильтрация от околофокусного паразитного излучения трубки, что можно сделать при помощи автоматического коллиматора-ножа. Пример соответствующей съемки показан на рис. 5.

Для увеличения качества сигнала можно применять монохроматор на диффигированном пучке (рис. 6).

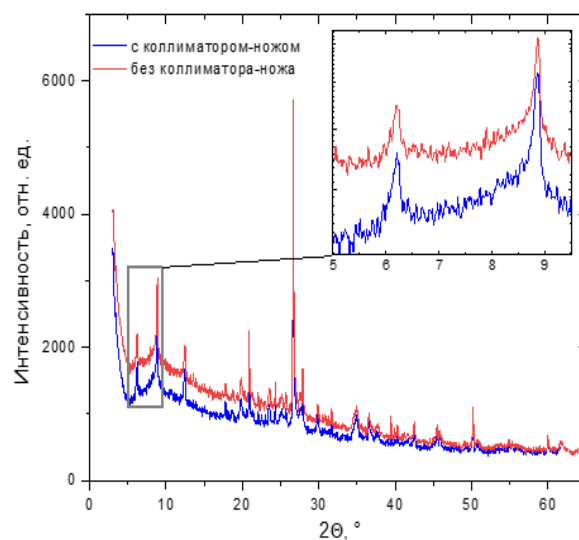


Рис. 5. Результаты измерений, демонстрирующие эффект от использования коллиматора-ножа

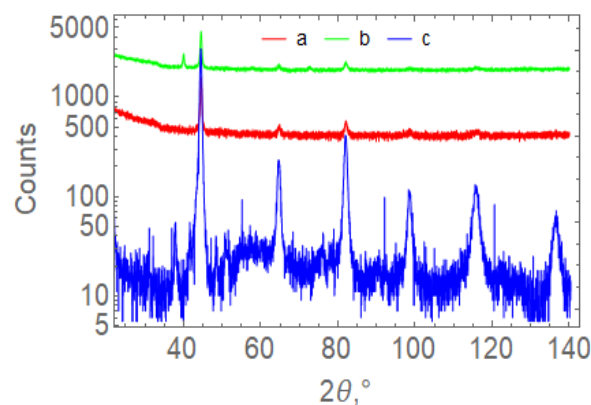


Рис. 6. Спектральная фильтрация: а – при помощи Ni-фильтра, б – без фильтрации, с – с монохроматором

Обработку полученных данных можно проводить в поставляемом вместе с прибором аналитическом программном обеспечении (ПО) «Алмаз», которое позволяет выполнять базовые операции предобработки (сглаживание, фильтрация линий $K_{\alpha 2}$ и K_{β} , коррекция на Лоренц-фактор и поляризацию, вычитание фона и поиск пиков). Данное ПО позволяет проводить качественный и количественный фазовый анализ, а также уточнение параметров решетки методами полнопрофильного анализа (Ритвельд, Поли, Ле Бейл). «Алмаз» работает с кристаллографическими базами COD и PDF2.

Многофункциональная модель – PowDiX Pro

Главными особенностями этой модели являются усовершенствованный гониометр, радиус которого может варьироваться в пределах от 150 до 210 мм, а также увеличенная максимальная мощность источника рентгеновского излучения, которая составляет 1200 Вт. Кроме того, новый гониометр имеет расширенные угловые диапазоны движения обоих плеч гониометра, что дает новые возможности проведения различных типов рентгеноструктурного анализа, использующих несимметричные режимы сканирования (рис. 7).



Рис. 7. Пример съемки с несимметричным расположением плеч

Следует отметить, что усовершенствованный гониометр и более мощный источник излучения размещаются в габаритах прибора базовой настольной версии.

Многофункциональная версия позволяет работать со всеми аксессуарами базовой версии, но кроме того, она снабжается дополнительными узлами, позволяющими проводить новые типы измерений. Для исследования текстуры используется автоматизированный столик с двумя степенями свободы (высота Z, угол поворота вокруг нормали к поверхности образца ϕ). При работе в режимах, требующих использования квазипараллельного пучка, могут использоваться параболическое зеркало (зеркало Гебеля) и коллиматор экваториальной расходимости (доступны различные исполнения коллиматора с углами расходимости 0.17° и 0.34°). Все эти аксессуары

позволяют существенно расширить круг решаемых задач.

Так, на рис. 8 показана возможность проведения измерений остаточных напряжений в металлической пленке молибдена, осажденной на стеклянную подложку. Близкая к линейной зависимость положения дифракционного пика от угла ψ позволяет надежно оценить величину остаточных напряжений σ .

На рис. 9 показаны дифракционные профили многослойной поликристаллической структуры солнечной панели, измеренные в режиме скользящего падения (GIXRD). Хорошо видно, что при уменьшении угла скольжения ω между первичным пучком и поверхностью образца, приповерхностные слои (ZnO) проявляют себя более выражено.

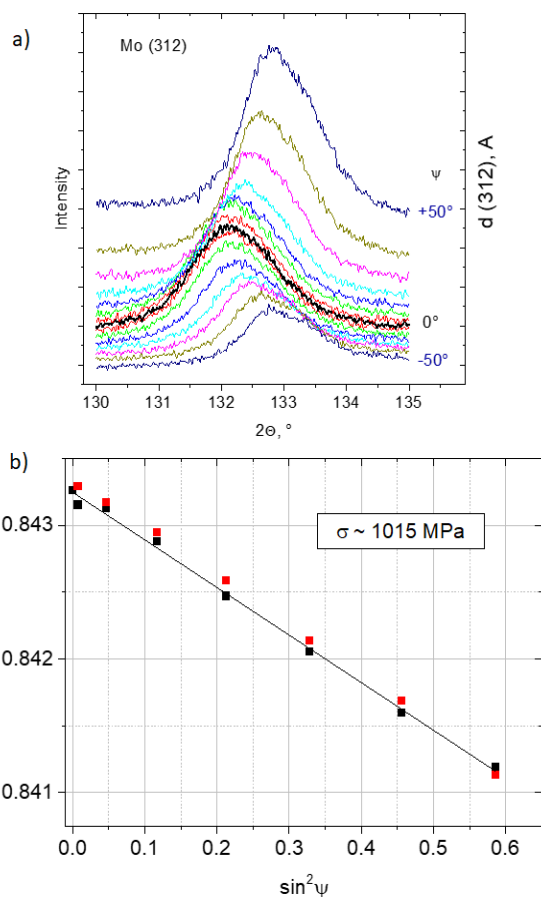


Рис. 8. Измерение остаточных напряжений: а - смещение дифракционных пиков и б - оценка напряжений по методу зависимости от $\sin^2(\psi)$. Точки разного цвета соответствуют разному знаку угла наклона ψ

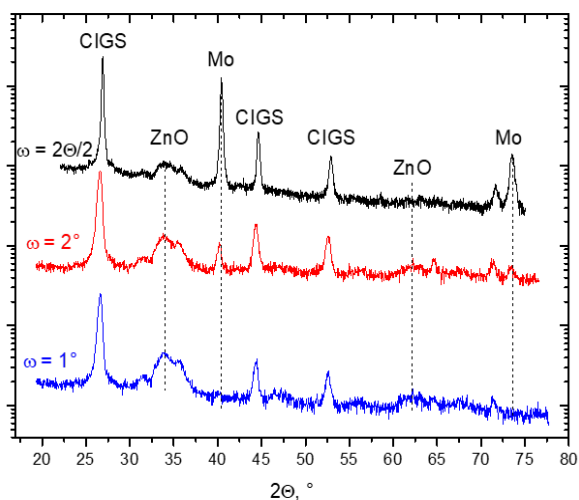


Рис. 9. Пример съемки при скользящем падении элементов солнечной панели (ω – угол скольжения)

На рис. 10 показан пример рефлектометрии эпитаксиального слоя, для которого можно наблюдать характерные осцилляции Киссига, позволяющие оценить толщину слоя.

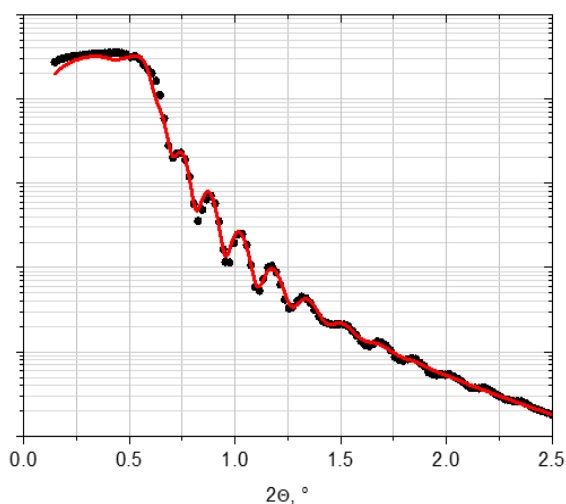


Рис. 10. Рефлектометрия для эпитаксиального слоя AlN на сапфировой подложке

Дифрактометр высокого разрешения

В качестве ближайших перспектив отметим масштабирование имеющихся технологических решений на более габаритные системы, которые потребуются для увеличения углового разрешения и, в целом, для решения задач дифрактометрии высокого разрешения. Пример подобной разработки показан на рис. 11.

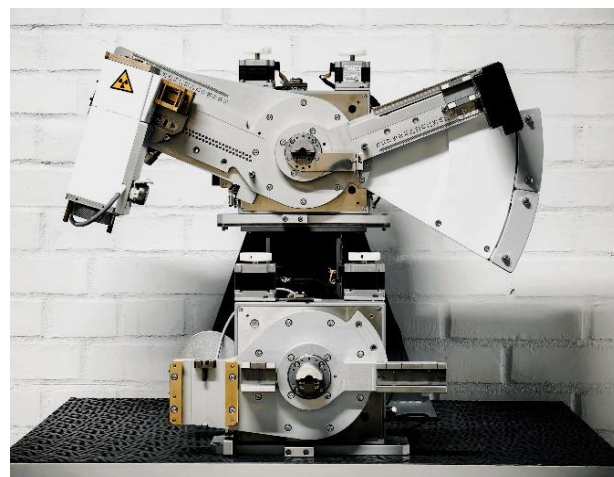


Рис. 11. Гониометр для перспективной системы с радиусом 300 мм. Для сравнения внизу показан гониометр базовой системы

Заключение

Продемонстрированы основные результаты развития направления рентгеновской дифрактометрии в компании АДВИН. Приведены характеристики выпускаемых в настоящее время настольных дифрактометров, включая модель PowDix Pro, которая обладает расширенным функционалом и, помимо порошковых измерений, позволяет осуществлять анализ тонкопленочных структур (рефлектометрия, дифракция при скользящем падении), оценку остаточных напряжений в поликристаллических материалах, а также измерение текстуры. Обладая гониометром с увеличенным радиусом (150 – 210 мм) и более мощным источником рентгеновского излучения (1200 Вт), настольная модель PowDix Pro составляет достойную конкуренцию многофункциональным стационарным дифрактометрам без опции высокого разрешения от других производителей.

Следует отметить также активную работу по дальнейшему расширению линейки производимых компанией дифрактометров, направленную на создание аппаратов высокого разрешения.