

Наноэлектроника

Практическое занятие 8

к.т.н., доц. Марончук И.И.

ТЕХНИЧЕСКИЕ СРЕДСТВА НАНОТЕХНОЛОГИЙ

Диагностика и методы
исследования
нанообъектов и наносистем

Рентгено - структурный анализ



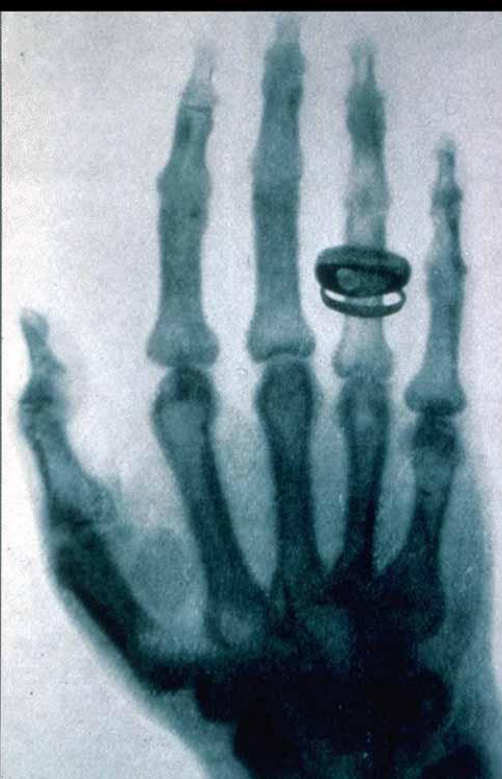
- Рентгеновские лучи открыты Вильгельмом Конрадом Рентгеном в 1895 г., когда он проводил эксперименты по получению катодных лучей в запаянной разрядной трубке, завернутой в черную бумагу.

Открытие X-лучей

В 1895 году Вильгельм Рентген экспериментировал с одной из вакуумных трубок (Крукса). Он вдруг заметил, что некоторые находившиеся рядом кристаллы ярко засветились.



Так как Рентген знал, что лучи, открытые раньше не могли проникнуть через стекло, чтобы произвести этот эффект, он предположил, что это должен быть новый вид лучей, которые он назвал X-лучами, подчеркнув этим необычность их свойств.



EINE NEUE ART
VON
STRAHLEN.

VON

DR. W. RÖNTGEN,

Ö. O. PROFESSOR AN DER K. UNIVERSITÄT WÜRZBURG.

WÜRZBURG.

VERLAG UND DRUCK DER STAHELSCHEM K. MOF- UND UNIVERSITÄTS-
BUC- UND KUNSTHANDLUNG.

1895.

60 S.

В самом деле, невидимые глазом лучи легко проникали через непрозрачную ткань, бумагу, дерево и даже металлы, засвечивая тщательно упакованную фотопленку.

Свой вклад в известность Рентгена внесла также знаменитая **фотография руки его жены**, которую он опубликовал в своей статье.

За открытие лучей, которые носят его имя, В. Рентгену **ПЕРВУЮ** в истории **Нобелевскую премию по физике** (1901 г.)

Лучи, открытые Рентгеном, действовали на фотопластинку, вызывали ионизацию воздуха, не отражались, не преломлялись, но и не отклонялись в магнитном поле.

X-лучи обладали огромной проникающей мощностью, которая ни с чем не была сравнима.

Сразу же возникло предположение, что это **электромагнитные волны**, которые излучаются при резком торможении электронов. Доказательства этому были получены только спустя **15 лет** после смерти Рентгена

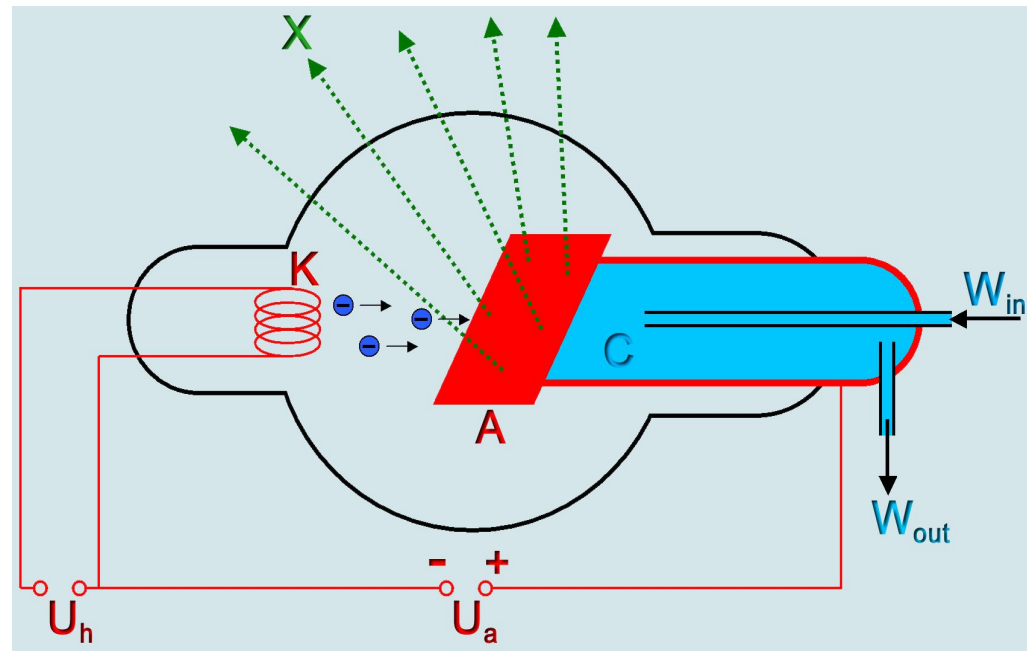
Общие свойства рентгеновских лучей:

- рентгеновские лучи не воспринимаются глазом;
- вызывают свечение некоторых веществ;
- действуют на эмульсию фотопластинок;
- вызывают ионизацию газов;
- рентгеновские лучи проходят сквозь тела, не прозрачные для видимого света;
- рентгеновские лучи распространяются прямолинейно;
- в электрическом и магнитном полях лучи не отклоняются, при прохождении через тела лишь частично рассеиваются.

РЕНТГЕНОВСКАЯ ТРУБКА -

- ...электровакуумный прибор для получения рентгеновских лучей.
- Простейшая рентгеновская трубка состоит из стеклянного баллона с впаянными электродами - катодом и анодом
- Электроны, испускаемые катодом, ускоряются сильным электрическим полем в пространстве между электродами и бомбардируют анод. При ударе электронов об анод их кинетическая энергия частично преобразуется в энергию рентгеновского излучения.

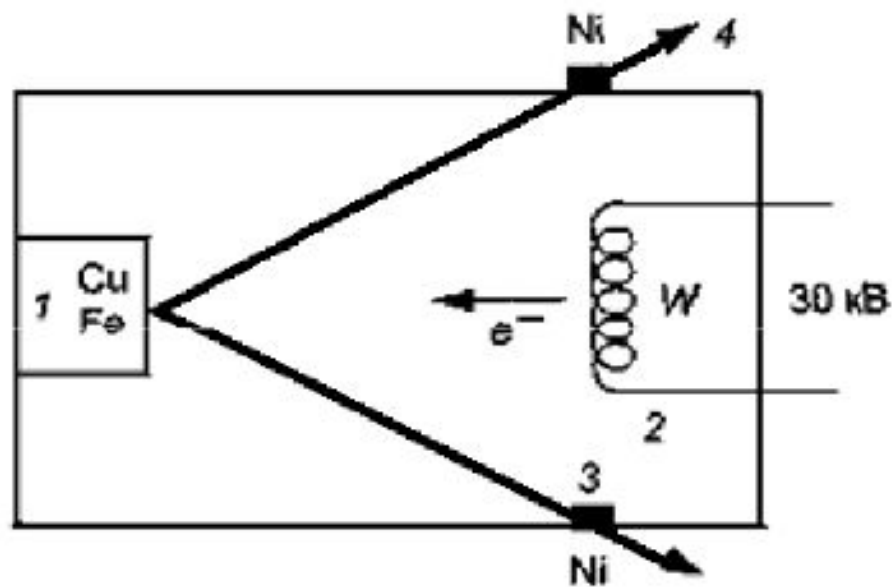
X - рентгеновские лучи, K - катод, A - анод, C - теплоотвод,
 U_h - напряжение накала катода,
 U_a - ускоряющее напряжение,
 W_{in} - впуск водяного охлаждения, W_{out} - выпуск водяного охлаждения





Общий вид
рентгеновских
трубок для
структурного
анализа (а),
дефектоскопии (б) и
медицинской (в)
рентгено-
диагностики

Схема рентгеновской трубки дифрактометра



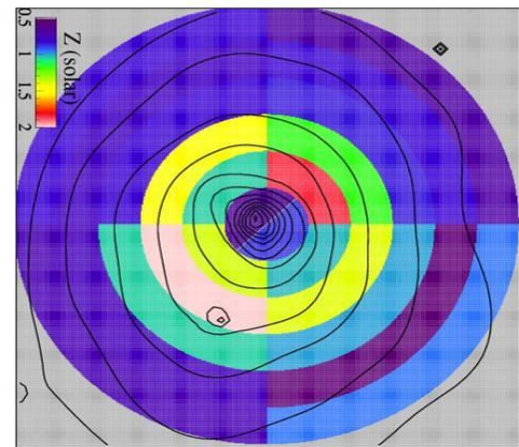
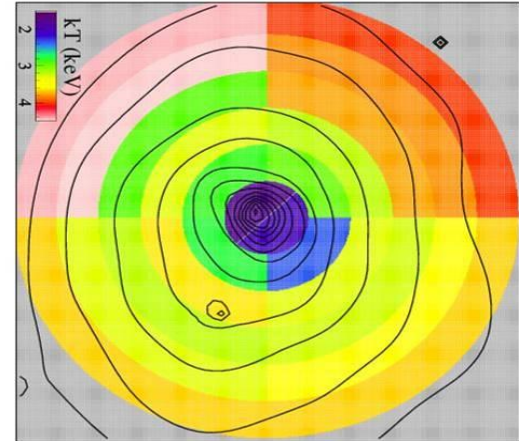
1 – анод; *2* – вольфрамовая нить;
3 – окно из Ni фольги; *4* – рентгеновский луч

Применение рентгеновских лучей

1. В медицине
2. В научных исследованиях:
Рентгеноструктурный анализ
Рентгенофазовый анализ
3. Дефектоскопия

Рентгеновское излучение является **ионизирующим**. Оно воздействует на живые организмы и может быть причиной **лучевой болезни и рака**. По причине этого при работе с рентгеновским излучением необходимо **соблюдать меры защиты**. К возникновению рака ведёт повреждение наследственной информации ДНК. Считается, что поражение прямо пропорционально поглощённой дозе излучения. Рентгеновское излучение является **мутагенным фактором**

Fig. 7.— Temperature (left) and abundance (right) maps of an $2^\circ \times 2^\circ$ region of AWM 7 obtained by spectral fits with a single temperature model. Each annular ring has a radial width of 0.25° . The contours indicate the smoothed $0.5\text{--}10\text{ keV}$ band image.



Рентгеновский структурный анализ – это методы исследования структуры вещества по распределению в пространстве и интенсивностям рассеянного на анализируемом объекте рентгеновского излучения.

Рентгеноструктурный анализ наряду с нейтронографией и электронографией является дифракционным структурным методом. В его основе лежит взаимодействие рентгеновского излучения с электронами вещества, в результате которого возникает дифракция рентгеновских лучей.

Рентгеноструктурный анализ

Методы рентгеноструктурного анализа применяются для изучения кристаллической структуры металлов, сплавов, керамических материалов, а также тонких пленок при проведении экспериментальных исследований и позволяют анализировать следующие важные параметры структуры исследуемых материалов:

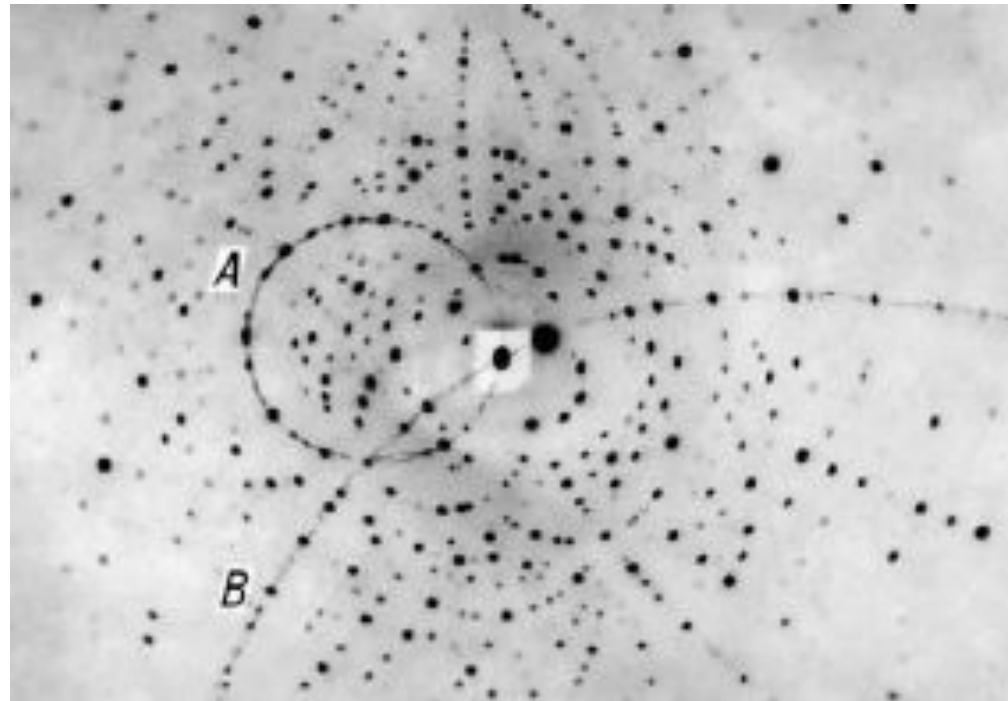
- определение кристаллической структуры (типа элементарной ячейки);
- точное определение параметров элементарной ячейки, макронапряжений;
- определение фазового состава исследуемого материала;
- определение параметров тонкой кристаллической структуры: (микроискажений, размеров областей когерентного рассеяния, плотности дефектов);
- анализ преимущественных ориентировок (текстур) в образце;
- исследование кристаллической структуры и фазового состава тонких пленок.

Историческая справка

- 1859г. Ю. Плюккер - открытие катодных лучей
- 8 ноября 1895г. В.К. Рентген - открытие X-ray. 1907г. «Я уже все написал, не тратьте зря времени.»
- 1913г. Мозли - зависимость частоты характеристических линий от ат. номера.
- 1917г. Баркла Нобелевская премия за «исследование характеристического излучения различных элементов».
- 1922г. Хаддинг - первые РС анализы при электронном возбуждении.
- 1924г. Сигбан Нобелевская премия за «открытия и исследования в области рентгеновской спектроскопии».
- 1927г. Комптон Нобелевская премия за «изменение длины волны электромагнитного излучения вследствие его рассеяния электронами»
- 1928г. Глокер, Шрайберг - первые РФС анализы.

Дифракция рентгеновских лучей на кристаллах была открыта в 1912г. немецкими физиками М. Лауэ, В. Фридрихом и П. Книппингом. Направив узкий пучок рентгеновских лучей на неподвижный кристалл, они зарегистрировали на помещенной за кристаллом фотопластинке дифракционную картину, которая состояла из большого числа закономерно расположенных пятен. Каждое пятно — след дифракционного луча, рассеянного кристаллом. Рентгенограмма, полученная таким методом, носит название лауэграмм

Лауэграмма произвольно установленного монокристалла берилла. (Тонкими линиями показаны зональные кривые.)



Разработанная Лауэ теория дифракции рентгеновских лучей на кристаллах позволила связать длину волны λ излучения, параметры элементарной ячейки кристалла a , b , c углы падающего $(\alpha_0, \beta_0, \gamma_0)$ и дифракционного (α, β, γ) лучей соотношениями:

$$a (\cos\alpha - \cos\alpha_0) = h\lambda,$$

$$b (\cos\beta - \cos\beta_0) = k\lambda,$$

$$c (\cos\gamma - \cos\gamma_0) = l\lambda,$$

где h, k, l — целые числа (миллеровские индексы). Для возникновения дифракционного луча необходимо выполнение приведённых условий Лауэ, которые требуют, чтобы в параллельных лучах разность хода между лучами, рассеянными атомами, отвечающими соседним узлам решётки, были равны целому числу длин волн.

В 1913г. У. Л. Брэгг и одновременно с ним Г. В. Вульф предложили более наглядную трактовку возникновения дифракционных лучей в кристалле. Они показали, что любой из дифракционных лучей можно рассматривать как отражение падающего луча от одной из систем кристаллографических плоскостей (дифракционное отражение). В том же году У. Г. и У. Л. Брэгги впервые исследовали атомные структуры простейших кристаллов с помощью рентгеновских дифракционных методов.

В 1916г. П. Дебай и немецкий физик П. Шеррер предложили использовать дифракцию рентгеновских лучей для исследования структуры поликристаллических материалов.

В 1938г. французский кристаллограф А. Гинье разработал метод рентгеновского малоуглового рассеяния для исследования формы и размеров неоднородностей в веществе.

Рентгеноструктурный анализ.

Принципиальная возможность анализа определяется соизмеримостью длин волн рентгеновского излучения и размеров атомов, ионов и межатомных расстояний, имеющих порядок 0,1 – 0,3 нм.

Объектами исследования могут быть вещества различного агрегатного состояния – твердые, жидкие, газообразные, кристаллические и аморфные.

В основном этот вид анализа применяется для исследования твердых веществ, обладающих кристаллической структурой, т.е. веществ характеризующихся упорядоченным и закономерным расположением в пространстве атомов, ионов, и т.д.

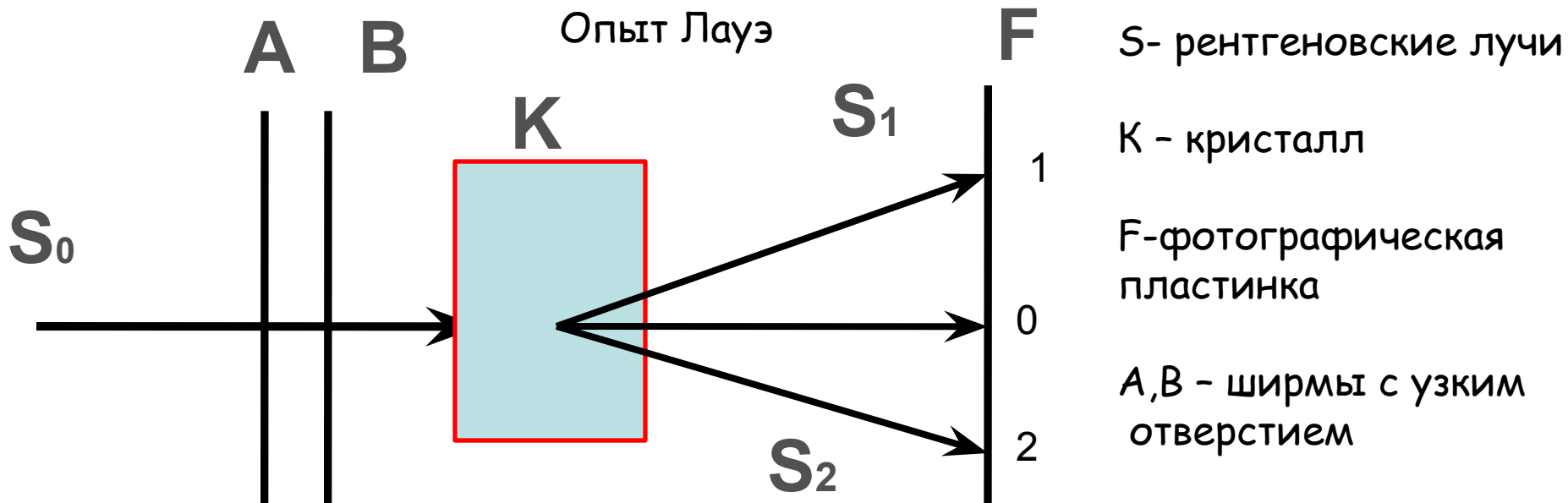
Каждое вещество обладает присущей только ему кристаллической структурой, только для него характерным расположением в пространстве атомов, ионов.

Именно кристаллическая структура определяет индивидуальность каждого минерального вида или соединения, его строение и всей совокупности физических и химических свойств.

Например, одинаковый состав минералов пирит и марказит, кальцит и арагонит, но разное относительное расположение в пространстве атомов, ионов приводит к различию кристаллических структур, индивидуализации каждого минерального вида.

Наличие периодичности в распределении атомов по пространственным плоскостям с различной плотностью заселения делает кристаллическое вещество дифракционной решеткой для рентгеновских лучей.

- Дифракция рентгеновских лучей — рассеяние рентгеновских лучей кристаллами (или молекулами жидкостей и газов), при котором из начального пучка лучей возникают вторичные отклонённые пучки той же длины волны, появившиеся в результате взаимодействия первичных рентгеновских лучей с электронами вещества; направление и интенсивность вторичных пучков зависят от строения рассеивающего объекта.



Принцип работы рентгеновского дифрактометра

При рентгенографических методах исследования строения твердых тел применяются рентгеновские лучи с длинами волн от 0.2 \AA до 20 \AA

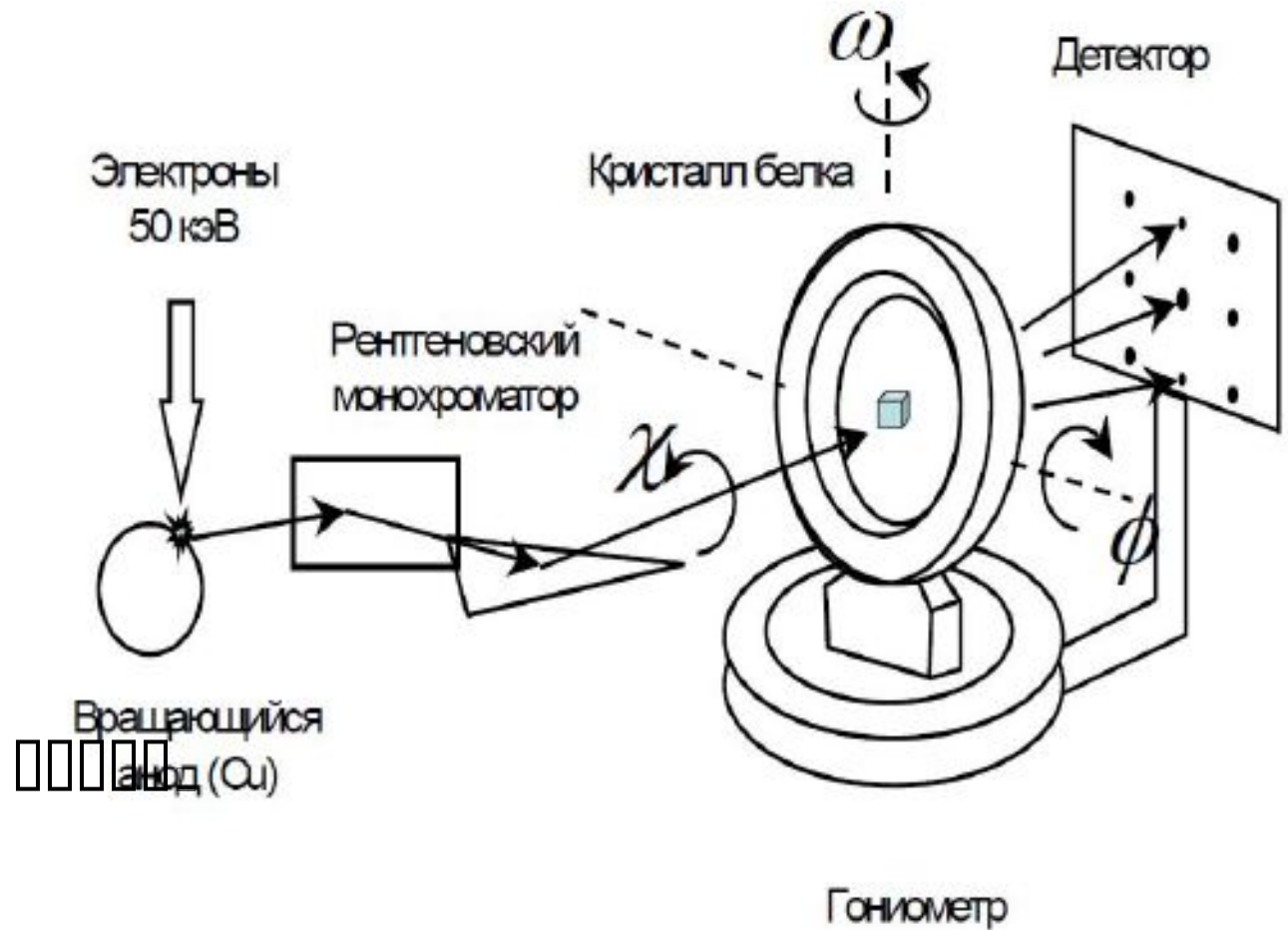
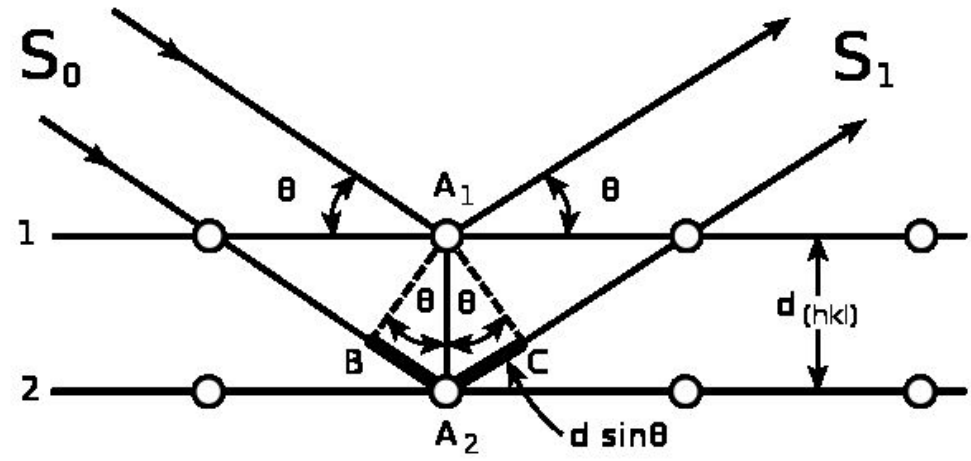


Схема рентгеновского дифрактометра

- Явление взаимодействия рентгеновских лучей с кристаллами можно рассматривать как их отражение атомными плоскостями и интерференцию (сложение интенсивности лучей) отраженных лучей.
- Лучи, отраженные атомными плоскостями, интерферируя ослабляют или усиливают друг друга.



- Отражённое излучение с максимальной интенсивностью наблюдается под определёнными углами к плоскости кристалла: под углами, обеспеченными разностью хода лучей, отражённых смежными параллельными атомными плоскостями, равной целому числу длин волн первичного рентгеновского излучения

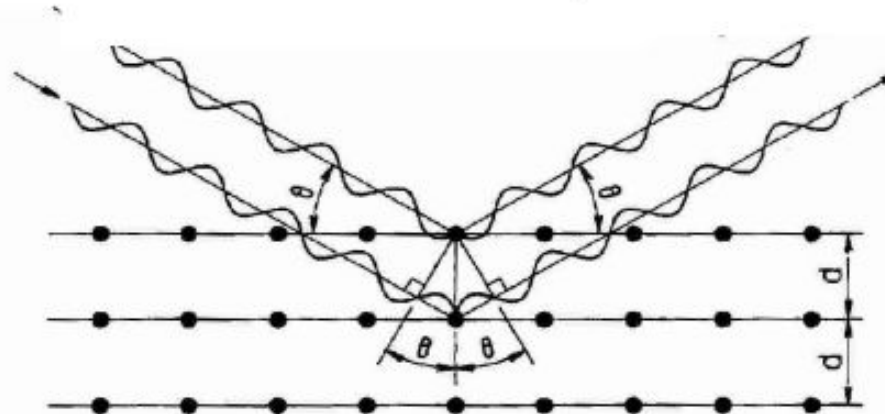
• Предполагается, что рентгеновское излучение рентгеновской трубки монохроматическое, зная длину волны, экспериментально измерив углы отражения, определяют расстояние между параллельными плоскостями, имеющимися в данной кристаллической структуре. Путь, пройденный лучами, отраженными от соседних плоскостей, неодинаков. Разность хода лучей равна при этом $2d \sin\theta$, где d - расстояние между плоскостями, θ - угол падения и угол отражения. В зависимости от величины угла θ отраженные лучи будут складываться или вычитаться, при этом максимальная амплитуда соответствует углам, при которых разность хода лучей соответствует целому числу волн, т.е. условию из формулы Вульфа-Брегга:

$$2 d \sin\theta = n\lambda$$

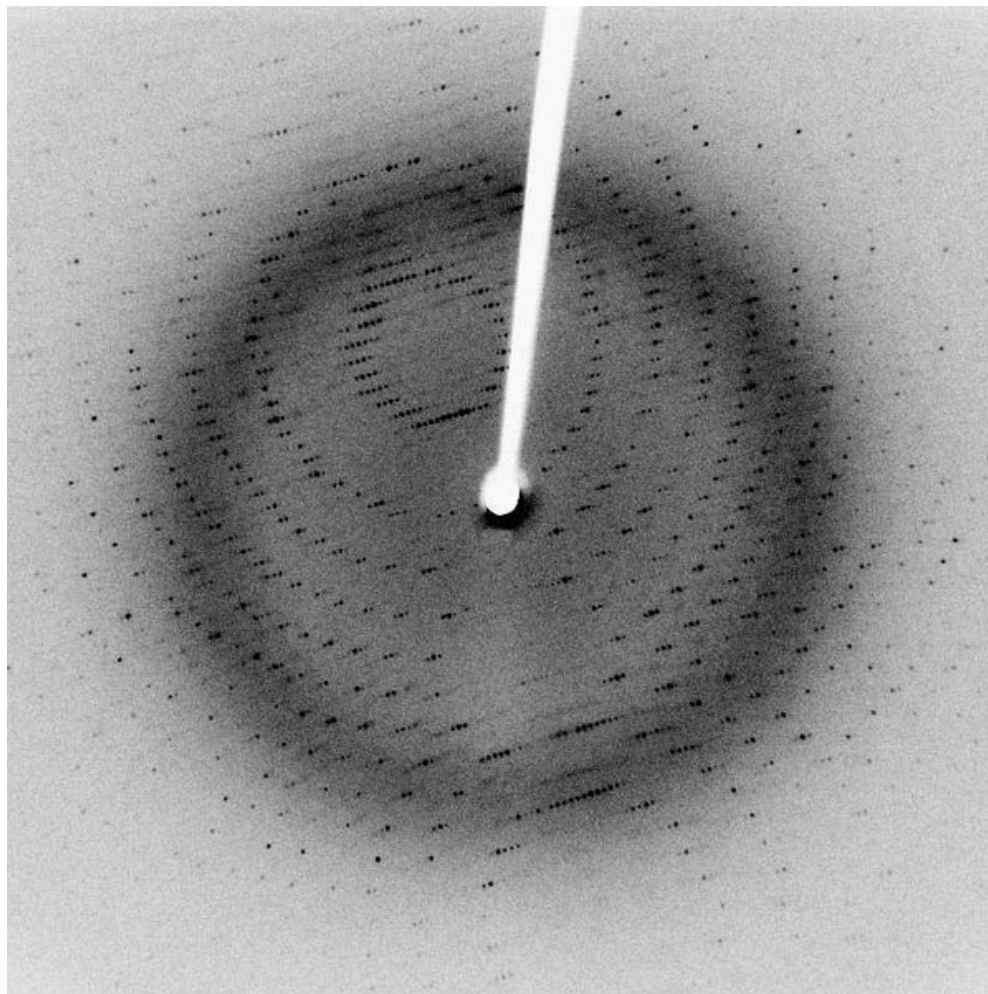
- Кристаллическая структура характеризуется системой параллельных атомных плоскостей, заселенных атомами расстояния между этими плоскостями называют межплоскостными (d), а плотность заселения характеризуется относительной интенсивностью отражения рентгеновских лучей.
- Чем сложнее кристаллическая структура образца, тем больше число плоскостей со своим межплоскостным расстоянием можно проследить в ней.

Падающее рентгеновское излучение

Дифрагированное рентгеновское излучение



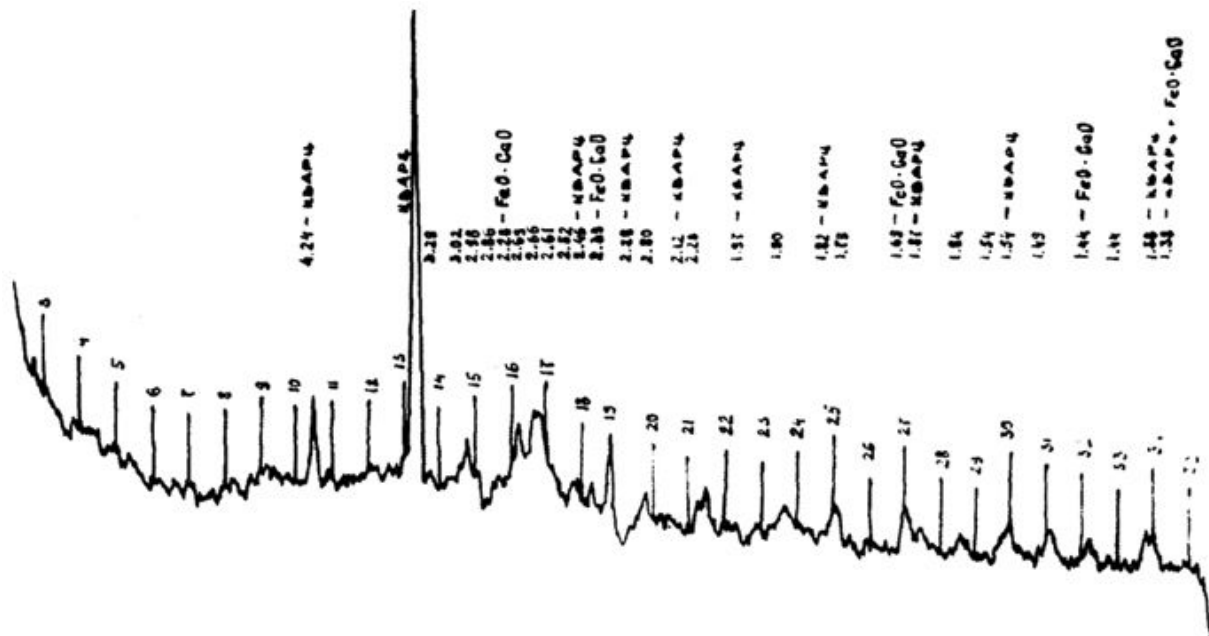
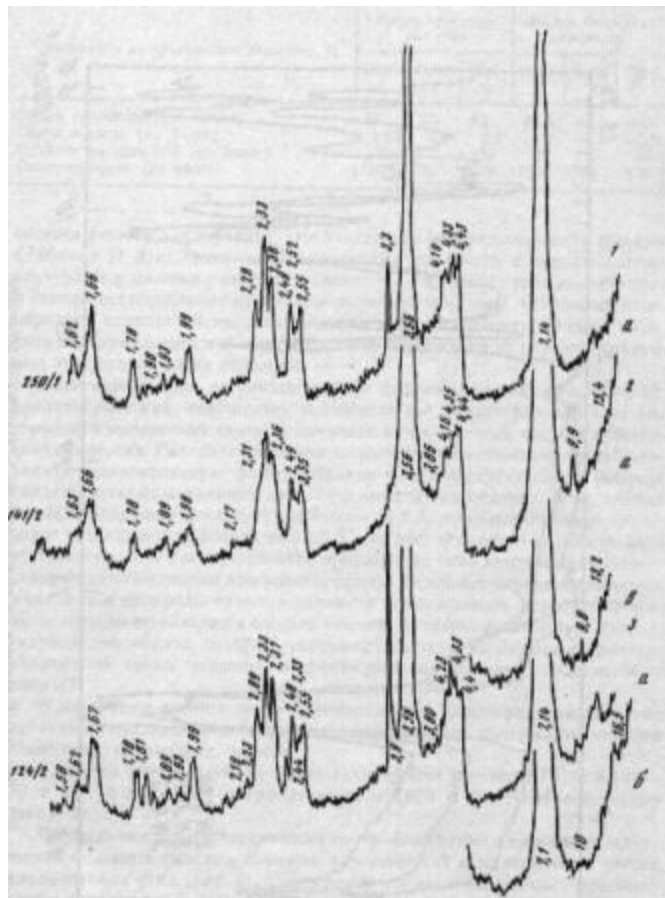
Отражение рентгеновских лучей в кристалле



Лауэграмма

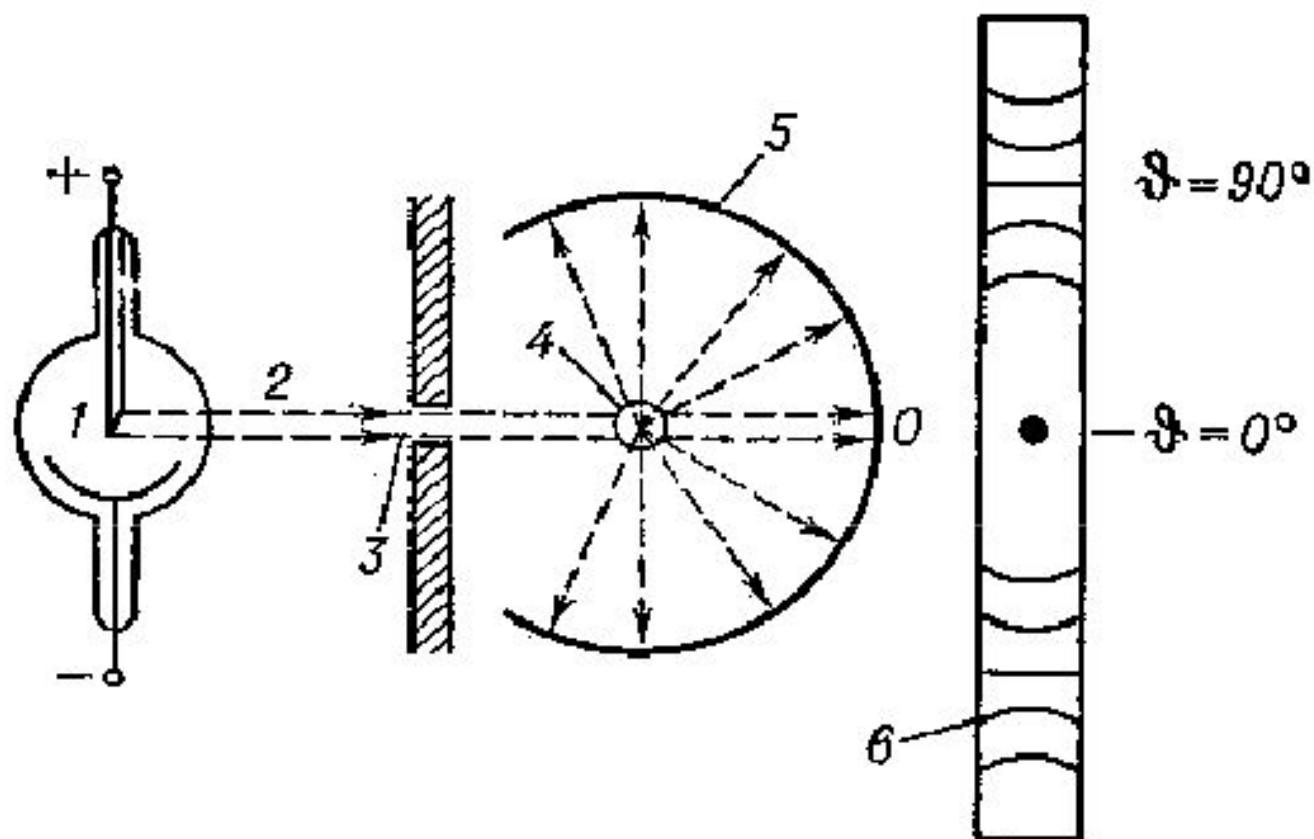
Согласно Закону Брэгга каждая точка (или отражение) в этой дифракционной картине формируется интерференцией рентгеновских лучей, проходящих через кристалл. Эти данные могут быть использованы для определения атомной структуры кристаллов.

Дифрактограмма золы сухого отбора Барнаурской ТЭЦ 3



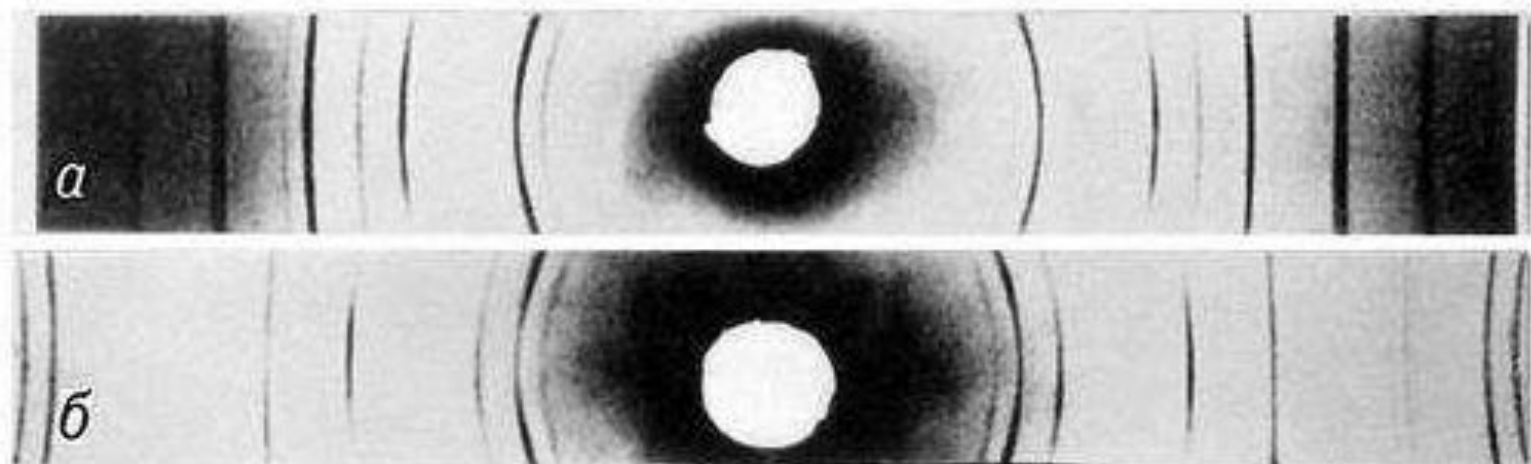
Дифрактограммы каолинитовых глин
фракций 0,001 мм Стульневской
впадины

Схема съемки рентгенограммы по методу Дебая - Шеррера

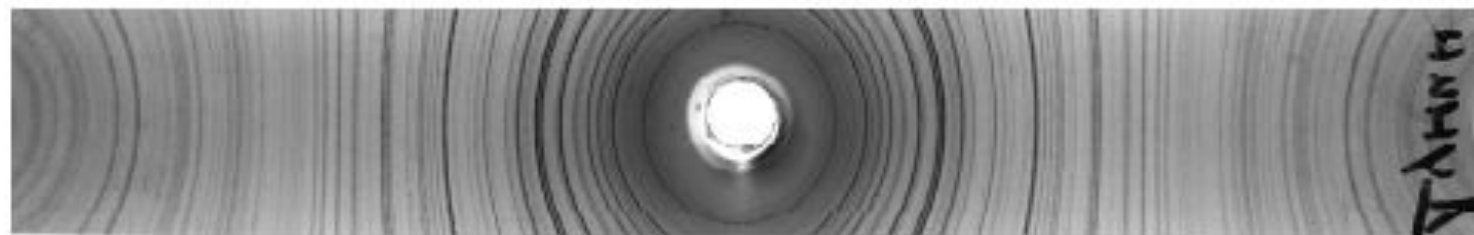


1 — рентгеновская трубка; 2 — пучок монохроматического рентгеновского излучения; 3 — диафрагма (щель); 4 — кристалл; 5 — фотоплёнка; 6 — рентгенограмма; O — след, оставляемый лучами, проходящими кристалл насквозь.

**Дебаеграммы алюминия (а и б),
полученные соответственно на K_{α} - и K_{β} -
излучении меди.**

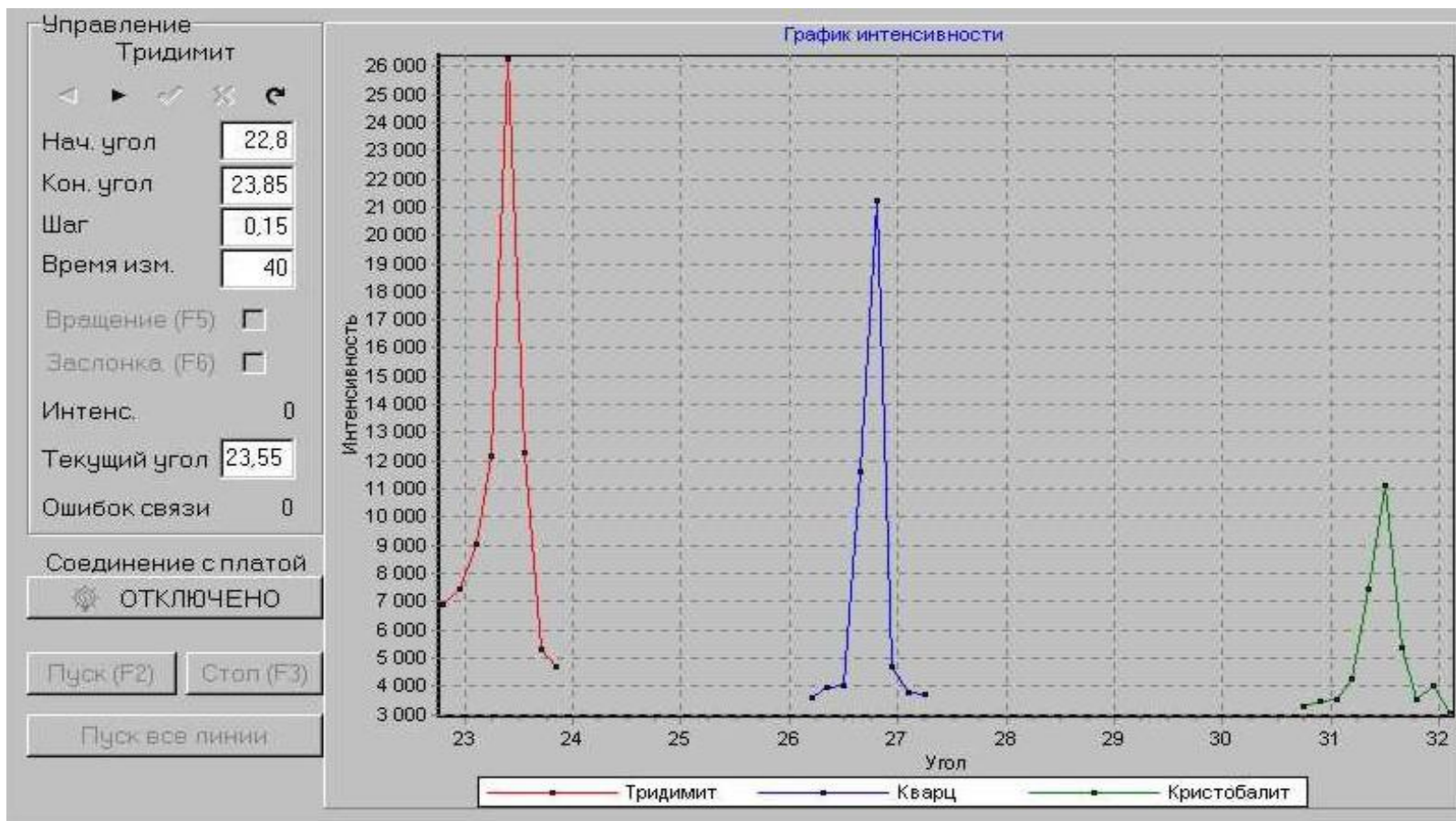


Дебаеграмма форстерита



В результате съёмки получается порошковая рентгенограмма.

Образцы по рентгенограммам определяют путем сравнения с дебаеграммами эталонных образцов.



Дифрактограмма полученная на установке ДРОН

Рентгенограмма-зарегистрированное на светочувствительном материале (фотоплёнке, фотопластинке) изображение объекта, возникающее в результате взаимодействия рентгеновских лучей с веществом. При освещении объекта рентгеновскими лучами может происходить поглощение, отражение или дифракция рентгеновских лучей. Пространственное распределение их интенсивности после взаимодействия и фиксируется на рентгенограмме. Рентгенограммы, дающие «теневое» изображение объекта, получаются вследствие неодинакового поглощения рентгеновских лучей разными участками исследуемого объекта (абсорбционные рентгенограммы) и используются для исследования биологических объектов (в частности, в медицине), для обнаружения различных дефектов в материалах и конструкциях (Дефектоскопия), для выяснения неоднородностей состава неорганических материалов (проекционная рентгеновская микроскопия).

Дифракционные рентгенограммы, получающиеся в результате дифракционного рассеяния рентгеновских лучей кристаллическими образцами, используются для решения задач рентгеновского структурного анализа. В зависимости от типа исследуемого вещества (поли- или монокристаллы), характера используемого рентгеновского излучения (непрерывного спектра или монохроматическое), а также от геометрических условий съёмки дифракционные рентгенограммы носят различные названия.

Рентгенограммы вращения (качания) — дифракционные картины, зарегистрированные при вращении или качании кристалла во время съёмки; вейссен-бергограммы, кфорограммы — рентгенограммы, получаемые при синхронном вращении монокристалла и перемещении фотоплёнки; косселеграммы, получаемые в широкорасходящемся пучке монохроматического рентгеновского излучения; рентгеновские топограммы .

Экспериментальные методы рентгеноструктурного анализа.

Для создания условий дифракции и регистрации излучения служат рентгеновские камеры и рентгеновские дифрактометры. Рассеянное рентгеновское излучение в них фиксируется на фотоплёнке или измеряется детекторами ядерных излучений. В зависимости от состояния исследуемого образца и его свойств, а также от характера и объёма информации, которую необходимо получить, применяют различные методы рентгеноструктурного анализа.

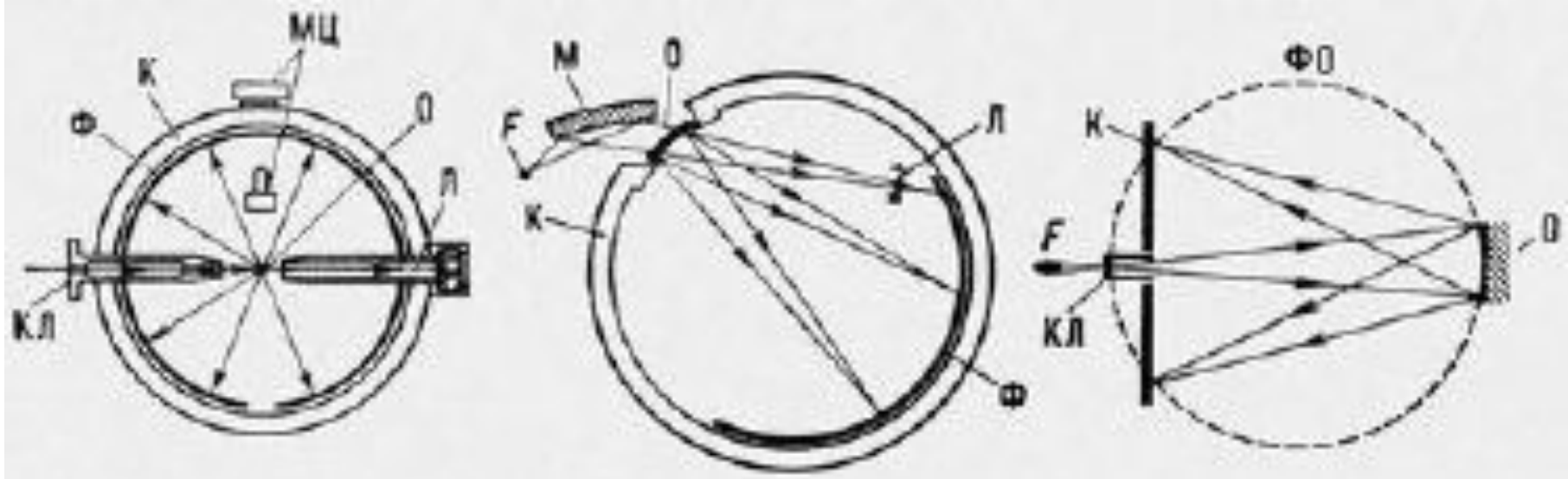
Монокристаллы, отбираемые для исследования атомной структуры, должны иметь размеры $\sim 0,1$ мм и по возможности обладать совершенной структурой.

Рентгеновская камера - прибор для изучения или контроля атомной структуры образца путём регистрации на фотоплёнке картины, возникающей при дифракции рентгеновских лучей на исследуемом образце. Рентгеновские камеры применяют в рентгеновском структурном анализе. Назначение рентгеновской камеры — обеспечить выполнение условий дифракции рентгеновских лучей (условие Брега-Вульфа) и получение рентгенограмм

Источником излучения для рентгеновской камеры служит рентгеновская трубка. Рентгеновские камеры могут быть конструктивно различными в зависимости от специализации камеры (рентгеновские камеры для исследования монокристаллов, поликристаллов, для получения малоугловых рентгенограмм, для рентгеновской топографии и др.). Все типы рентгеновские камеры содержат коллиматор, узел установки образца, кассету с фотоплёнкой, механизм движения образца (а иногда и кассеты). Коллиматор формирует рабочий пучок первичного излучения и представляет собой систему щелей (отверстий), которые вместе с фокусом рентгеновской трубки определяют направление и расходимость пучка (т. н. геометрию метода). Вместо коллиматора на входе камеры может устанавливаться кристалл-монокроматор (плоский или изогнутый). Монокроматор выбирает в первичном пучке рентгеновское излучение определённых длин волн; аналогичный эффект может быть достигнут установкой в камере селективно поглощающих фильтров.

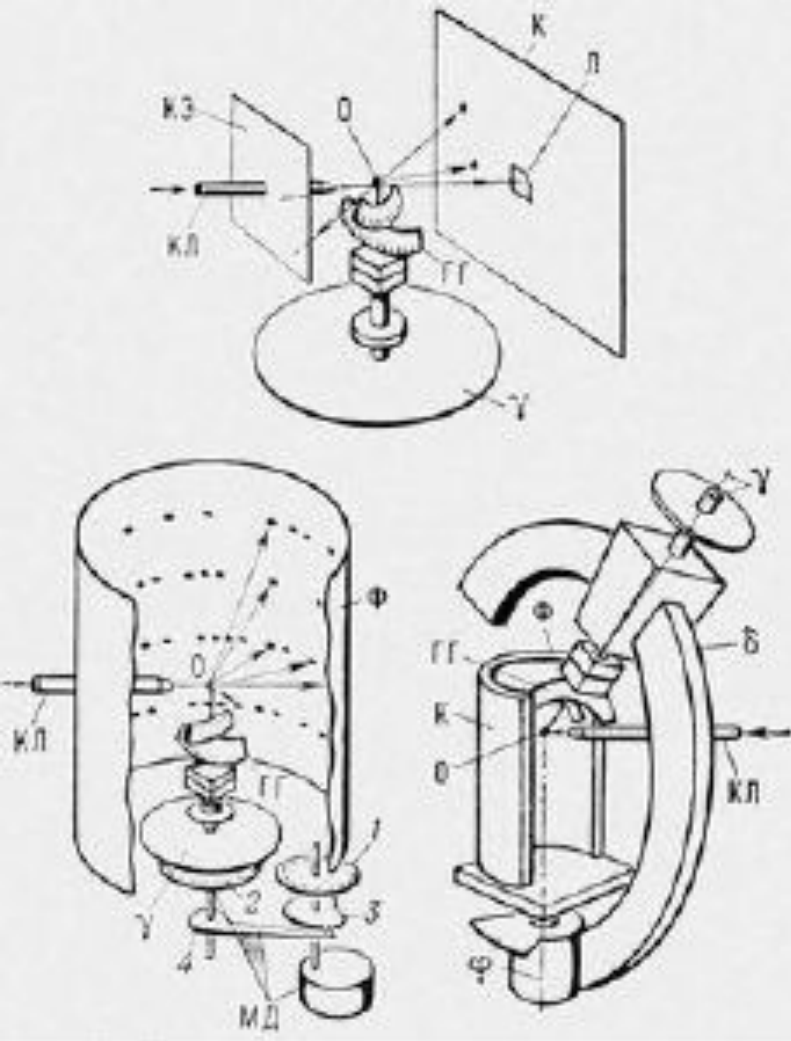
Рентгеновская позволяет изучать структуру вещества как в нормальных условиях, так и при высоких и низких температурах, в глубоком вакууме, атмосфере специального состава, при механических деформациях и напряжениях и т.д. Держатель образца может иметь приспособления для создания необходимых температур, вакуума, давления, измерительные приборы и защиту узлов камеры от нежелательных воздействий.

Рентгеновские камеры для исследования поликристаллов и монокристаллов существенно различны. Для исследования поликристаллов можно использовать параллельный первичный пучок (дебаевские Р. к.; рис. а;) и расходящийся (фокусирующие Р. к.; рис. б и в). Фокусирующие Р. к. обладают большой экспрессностью измерений, но рентгенограммы, получаемые на них, регистрируют лишь ограниченную область углов дифракции. В этих Р. к. в качестве источника первичного излучения может служить радиоактивный изотопный источник.



Основные схемы рентгеновских камер для исследования поликристаллов: а — дебаевская камера; б — фокусирующая камера с изогнутым кристаллом-монохроматором для исследования образцов «на просвет» (область малых углов дифракции); в — фокусирующая камера для обратной съёмки (большие углы дифракции) на плоскую кассету. Стрелками показаны направления прямого и дифрагированного пучков. О — образец; F — фокус рентгеновской трубки; М — кристалл-монохроматор; К — кассета с фотоплёнкой Φ ; Л — ловушка, перехватывающая неиспользованный рентгеновский пучок; ΦO — окружность фокусировки (окружность, по которой располагаются дифракционные максимумы); КЛ — коллиматор; МЦ — механизм центрировки образца

Рентгеновские камеры для исследования монокристаллов конструктивно различны в зависимости от их назначения. Существуют камеры для ориентировки кристалла, т. е. определения направления его кристаллографических осей (рис. а.); Рентгеновские камеры вращения-колебания для измерения параметров кристаллической решётки (по измерению угла дифракции отдельных отражений или положению слоевых линий) и для определения типа элементарной ячейки (рис. б и в); Рентгеновские камеры для отдельной регистрации дифракционных максимумов (развёртки слоевых линий), называются рентгеновскими гониометрами с фоторегистрацией; топографические Рентгеновские камеры для исследования нарушений кристаллической решётки в почти совершенных кристаллах. Рентгеновские камеры для монокристаллов часто снабжены системой отражательного гониометра для измерений и начальной установки огранённых кристаллов.



Основные схемы рентгеновских камер для исследования монокристаллов: а — камера для исследования неподвижных монокристаллов по методу Лауэ; б — камера вращения. На фотоплёнке видны дифракционные максимумы, расположенные по слоевым линиям; при замене вращения на колебание образца число рефлексов на слоевых линиях ограничено интервалом колебаний. Вращение образца осуществляют с помощью шестерёнок 1 и 2, колебания его — через капоид 3 и рычаг 4; в — рентгеновская камера для определения размеров и формы элементарной ячейки. О — образец; ГГ — гониометрическая головка;

γ — лимб и ось поворота гониометрической головки; КЛ — коллиматор; К — кассета с фотоплёнкой Φ; КЭ — кассета для съёмки эпиграмм (обратная съёмка); МД — механизм вращения или колебания образца; φ — лимб и ось колебания образца; δ — дуговая направляющая наклонов оси гониометрической головки.

Для исследования аморфных и стеклообразных тел, а также растворов используют Р. к., регистрирующие рассеяние под малыми углами дифракции (порядка нескольких угловых секунд) вблизи первичного пучка; коллиматоры таких камер должны обеспечить нерасходимость первичного пучка, чтобы можно было выделить излучение, рассеянное исследуемым объектом под малыми углами. Для этого используют сходимост пучка, протяжённые идеальные кристаллографические плоскости, создают вакуум и т.д. Р. к. для изучения объектов микронных размеров применяют с острофокусными рентгеновскими трубками; в этом случае расстояние образец — фотоплёнка можно значительно уменьшить (микрокамеры).

Рентгеновский дифрактометр - прибор для измерения интенсивности и направления рентгеновского излучения, дифрагированного на кристаллическом объекте. Рентгеновский дифрактометр применяется для решения различных задач рентгеновского структурного анализа. Он позволяет измерять интенсивности дифрагированного в заданном направлении излучения с точностью до 10-х долей процента и углы дифракции с точностью до 10-х долей минуты. С помощью Рентгеновский дифрактометр можно производить фазовый анализ олиокристаллических объектов и исследование текстур, ориентировку монокристалльных блоков, получать полный набор интенсивностей отражений от монокристалла, исследовать структуру многих веществ при различных внешних условиях и т.д.

Пробоподготовка

- Предварительно образец тщательно растирают в агатовой ступке; полученный порошок прессуют в столбик диаметром 0,5-1,0 мм и высотой 7-10 мм. Столбик укрепляют на препаратодержателе рентгеновской камеры и тщательно центрируют.
- В порошковом образце содержится множество мельчайших кристалликов с различной ориентировкой. Среди них всегда есть такие, которые расположены под определенными углами к рентгеновскому лучу и, следовательно, дают отражение. Чтобы количество таких кристалликов было еще больше, дно камеры с препаратодержателем и образцом во время съемки вращается.

Рентгеноструктурный анализ позволяет решать следующие задачи:

- определение кристаллической структуры минерала или синтетической фазы (характеристики элементарной ячейки - определение сингонии, симметрии, межплоскостных расстояний);
- диагностика по структурным параметрам минерала или синтетической фазы.
- изучение изоморфных серий твердых растворов, их полноты и типа (упорядоченности), выявление блочного изоморфизма;
- изучение наличия различных видов дефектности (напряжений, вакансий, встрооек, сверхструктуры);

- оценка степени дисперсности и величины кристаллов порошковых образований;
- изучение устойчивости кристаллической структуры минерала и характера фазовых превращений при различного рода воздействиях - температурных, радиационных и т.п.
- фазовый качественный анализ с диагностикой фаз и количественный с оценкой содержания фазовых компонентов;
- изучение рентгеноаморфных и аморфных фаз.

- В последнее время все шире внедряются методы регистрации рентгеновского излучения с помощью счетчиков, что позволило разработать и осуществить серийный выпуск наиболее совершенной рентгеновской аппаратуры - рентгеновских дифрактометров с автоматической регистрацией картины рентгеновского рассеяния.
- Созданы автоматические дифрактометры с программным управлением. Современные дифрактометры высокого качества производят в России под маркой ДРОН-8



Дифрактометр ДРОН-7

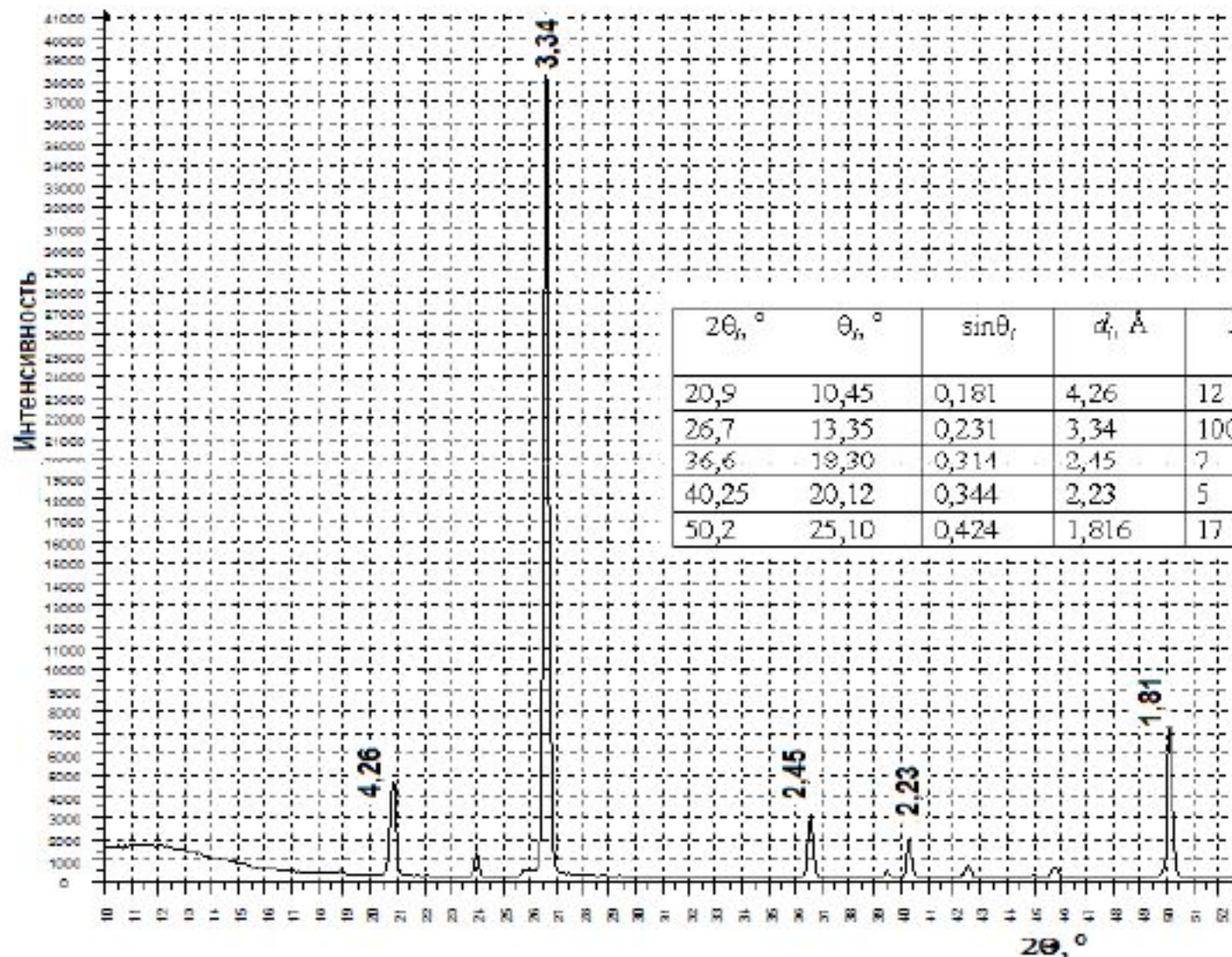
Качественный фазовый анализ

Определение фазового состава образца является наиболее распространённой и сравнительно легко решаемой задачей рентгеноструктурного анализа. Каждая фаза имеет свою кристаллическую решётку, а значит, характеризуется и определённым набором межплоскостных расстояний. Поэтому для решения вопроса о том, какая фаза присутствует в пробе, нет необходимости в определении её кристаллической структуры, а достаточно сравнить полученный из дифрактограммы ряд межплоскостных расстояний с табличными значениями из базы данных (ASTM Diffraction Data File). Совпадение (в пределах ошибок эксперимента) опытных и табличных значений d/n и относительной интенсивности линий позволяет однозначно идентифицировать присутствующую в образце фазу.

Карточка из картотеки ASTM

$\alpha\text{-SiO}_2$	d (Å)	l	h	k	l
Silicon Oxide	4.2600	80	2	0	0
	3.7500	30	1	1	0
Quartz	3.3500	100	1	0	1
	2.460	60	1	1	0
	2.2800	60	0	1	2
	2.2400	50	1	2	0
	2.1300	40	2	0	1
	1.5400	70	2	1	1
	1.3700	80	1	0	4
1.2600	40	2	2	0	

Рентгенограмма кварца



Количественный фазовый анализ

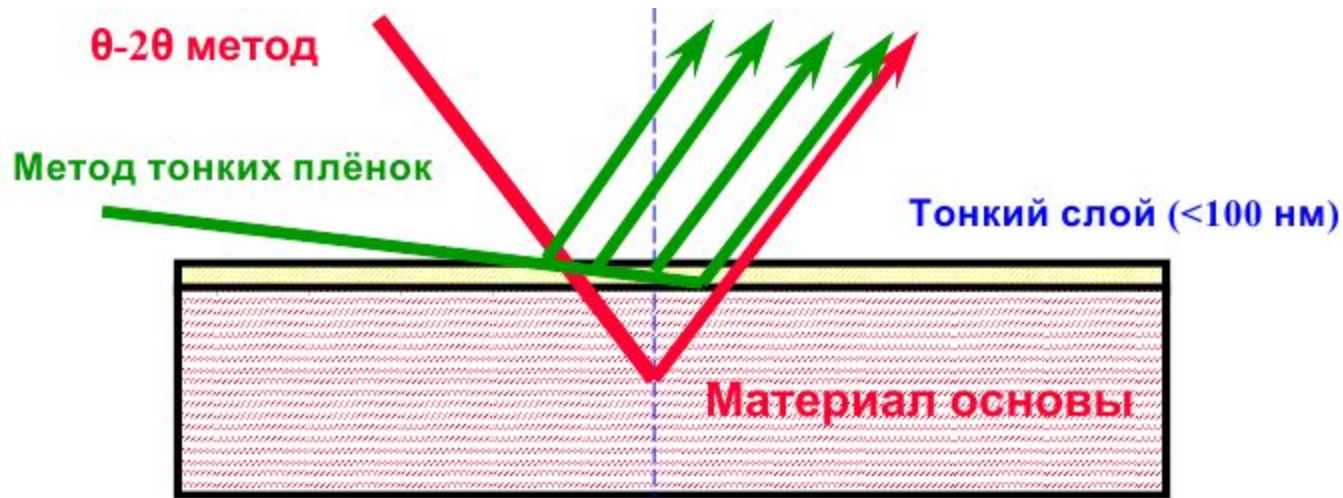
Количественный фазовый анализ, т.е. определение количества какой-либо одной или ряда фаз в многофазных композициях, основан на том, что интенсивность линий данной фазы пропорциональна, кроме всех факторов интенсивности, и объемной доле данной фазы в смеси.

Анализ основан на количественном сравнении интенсивности линий разных фаз друг с другом или с интенсивностью линии эталона, снимаемого в тех же условиях.

В этой связи в настоящее время для количественного фазового анализа главным образом используется рентгеновский дифрактометр.

Исследование тонких пленок и покрытий

Для изучения структуры и фазового состава тонких пленок и покрытий с помощью рентгеноструктурного анализа применяют метод скользящего пучка



Преимущества:

- более высокая интенсивность по сравнению с обычной методикой;
- отсутствуют пики от материала основы;
- можно измерять толщину слоёв.

Заключение

Дифракционные методы исследования и, в первую очередь, рентгеновский дифракционный анализ, являются основным источником сведений о структуре вещества на атомном уровне.

Достоинства рентгеноструктурного метода (РСА)

В отношении требований, предъявляемых к образцу, лучше всего дело обстоит в случае РСА:

Поток электронов полностью поглощается при прохождении через слой в несколько микронов;

Рентгеновские лучи дают достаточную интенсивность рассеяния при пересечении слоя в мм.

Поэтому для рентгеноструктурных исследований нет жестких требований к размерам образца.

Недостатки рентгеноструктурного метода (РСА)

Необходим опыт оператора при расшифровке и интерпретации полученных данных.

Просмотрим несколько видеофильмов по теме!

1. Методы рентгеноструктурного анализа, Часть 1:

http://www.youtube.com/watch?v=r2x_I8XMsyU

2. Методы рентгеноструктурного анализа, Часть 2:

<http://www.youtube.com/watch?v=rWGQDox37Lc>