

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ

«МОСКОВСКИЙ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ
(ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ)»

Кафедра нанометрологии и наноматериалов

Рентгеновский дифрактометр

Лабораторная работа по курсу:
«Лабораторный практикум по нанодиагностике»

Выполнили:

Студенты 652-ой группы
МАРГОЛИН Илья
НЕХАЕВ Александр
СЁМКИН Валентин
СЕРЕБРЕННИКОВА Светлана
АЛЕКСАНДРОВ Михаил
СЕРЯГИНА Екатерина
КРУЖИЛИН Иван
ЕРЕМЕЕВ Даниил
ТИХОНОВ Сергей

Дата выполнения работы:
2019-ый год

Долгопрудный 2019

Содержание

1	Задание	3
2	Практическая часть	4
2.1	Анализ дифракционного спектра образца корунда SRM1976a	4
2.2	Рентгеновская рефлектометрия	6
2.3	Определение параметров элементарной ячейки	8
3	Выводы	10

1 Задание

1. Построить спектр стандартного образца (корунд SRM1976а), идентифицировать отражения (по называнию найти его сертификат), выполнить профильный анализ (учесть при этом присутствие двух спектральных компонент Cu Kalpha меди). В данной работе у нас была трубка с медным анодом (длина волны около 0.154 нм). Указать неопределенности определения дифракционных максимумов.
2. Сшить кривую рентгеновской рефлектометрии для заданной плёнки (сшивку начинать с области больших углов) оксида алюминия, обработать её в ПО «Bede Refs», определить толщину плёнки, её плотность и шероховатости границ раздела. Плёнка Al_2O_3 была выращена непосредственно на кремнии, поэтому модель простая- Si/Al_2O_3 . Плёнка оксида циркония была выращена на кремнии с естественным оксидом, затем отожжена, поэтому нужно задать модель вида Si/SiO_2 (около 2-8 нм) / ZrO_2 . При моделировании учсть функцию прибора (угловую расходимость пучка можно определить по скану θ . Образец 30 на 26 мм, радиус гониометра 26 см. Примерные параметры slits (щели на первичном пучке) можно взять из обработанной кривой (см. вложение)-их можно поварыровать. Для каждой подгруппы сравнить результат моделирования толщины плёнки Al_2O_3 с приближением по периоду осцилляций (их много, можно учсть все)-при этом надо определить также экспериментальную ошибку.
3. Рассчитать параметры элементарной ячейки для рутения (1 подгруппа) и оксида рутения (2 подгруппа) исходя из полученных дифрактограмм. Тип решетки можно определить по литературе (у рутения она предположительная гексагональная). При этом стоит оценить ошибку определения этих параметров. Положение отражения, разумеется, определить через профильный анализ, наличием двух спектральных компонент в данном случае пренебречь.

2 Практическая часть

2.1 Анализ дифракционного спектра образца корунда SRM1976a

По полученным данным построим спектр стандартного образца - корунд SRM1976a (Рис.1).

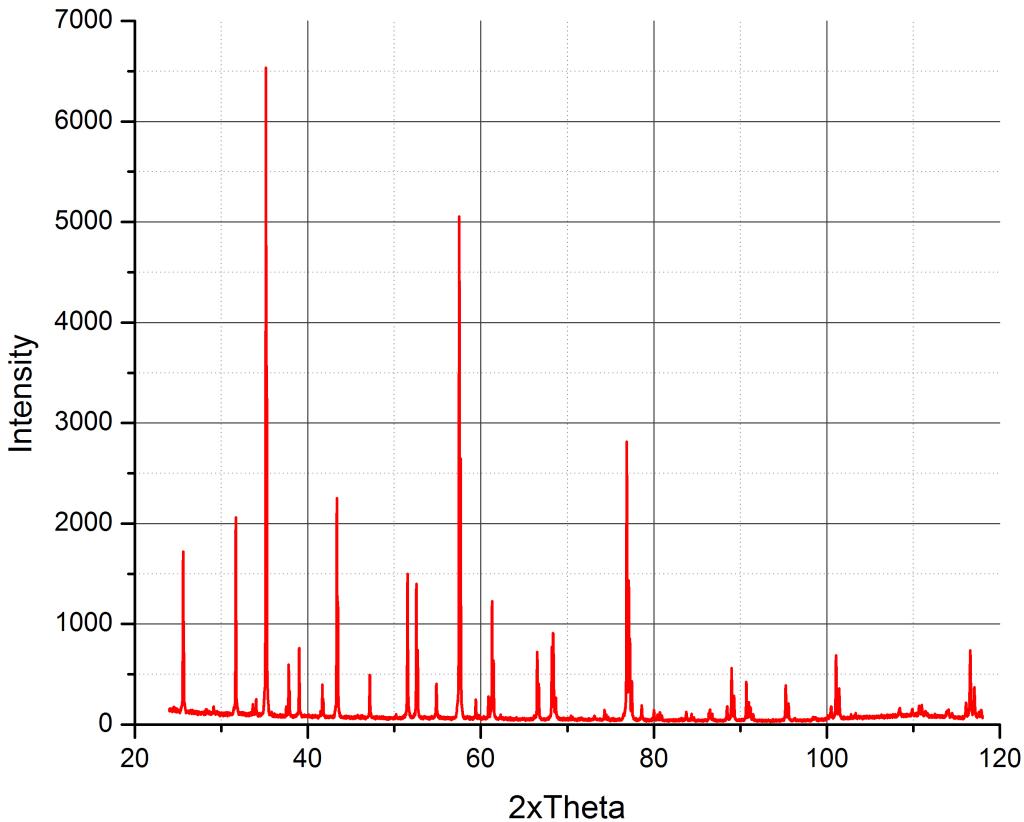


Рис. 1: Дифракционный спектр корунда

Проведём профильный анализ. Пики спектра аппроксимируем распределением Войта: свёртка распределений Гаусса и Лоренца (См. приложение Рис.6 - Рис.22). Для каждого пика проводится аппроксимация суммой двух пиков, что обусловлено двумя компонентами сканирующего излучения с близкими значениями длины волны ($\lambda = 1.541\text{\AA}$ и $\lambda = 1.544\text{\AA}$). Пример анализа пика с наибольшей интенсивностью приведён на Рис.2.

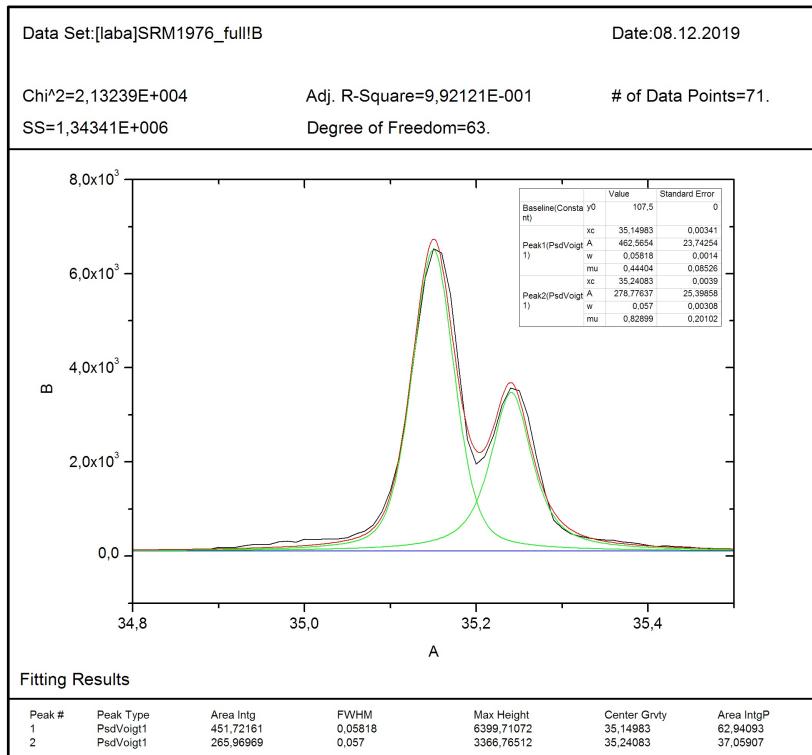


Рис. 2: Theta = 35.150°

Проидентифицируем отражения, сравнив результаты, полученные при обработке спектра, с опорными значениями из сертификата для SRM1976a (Certification of Standard Reference Material 1976B, David R. Black, doi:10.1017/S0885715615000445, Table IV). Результаты и погрешности измерений представлены в Таблице 1.

Таблица 1: Результаты обработки спектра исследуемого образца

$\Theta_{experimental}, ^\circ$	$\Theta_{reference}, ^\circ$	Reflection (hkl)
25.581 ± 0.009	25.575	(012)
35.150 ± 0.003	35.147	(104)
37.782 ± 0.008	37.775	(110)
41.681 ± 0.015	41.673	(006)
43.348 ± 0.008	43.351	(113)
52.550 ± 0.010	52.542	(024)
57.500 ± 0.002	57.495	(116)
61.300 ± 0.013	61.297	(018)
66.516 ± 0.089	66.515	(214)
68.202 ± 0.027	68.207	(300)
76.870 ± 0.006	76.866	(1.0.10)
77.230 ± 0.012	77.229	(119)
88.995 ± 0.131	88.989	(0.2.10)
90.704 ± 0.106	90.699	(0.0.12)
95.240 ± 0.013	95.242	(2.2.6)
101.060 ± 0.984	101.066	(2.1.10)
116.586 ± 1.370	116.091	(324)
116.093 ± 2.851	116.588	(0.1.14)

Полученный для исследуемого образца спектр в пределах погрешности совпадает с известным спектром корунда. Результатами измерения считаем рефлексы соответствующие излучению с длиной волны $\lambda = 1.541\text{\AA}$.

2.2 Рентгеновская рефлектометрия

Так как при измерении кривой рентгеновской рефлектометрии для меньших углов мы получаем слишком большие интенсивности, в ходе замера на пути луча устанавливается металлическая пластина. В результате мы получаем возможность провести измерение, однако полученные данные требуют последующей обработки. Анализируя промежутки, измеренные как с пластиной, так и без нее получаем преобразование, необходимое для сшивки данных (вида $P = ax + b$). Формулы приведены в таблице 2.

Таблица 2: Калибровочные преобразования

	Al_2O_3	ZrO_2
$P_{1 \rightarrow 2}$	$1 \cdot x + 0$	$19.6494 \cdot x + 848.99$
$P_{2 \rightarrow 3}$	$19.304 \cdot x + 1213.84$	$438.805 \cdot x + 574.67$
$P_{3 \rightarrow 4}$	$384.832 \cdot x + 12582.405$	

Полученные данные, с учетом рассчитанных калибровочных преобразований, были обработаны в ПО «Bede Refs». Результаты аппроксимации приведены на рисунках 3 – 4.

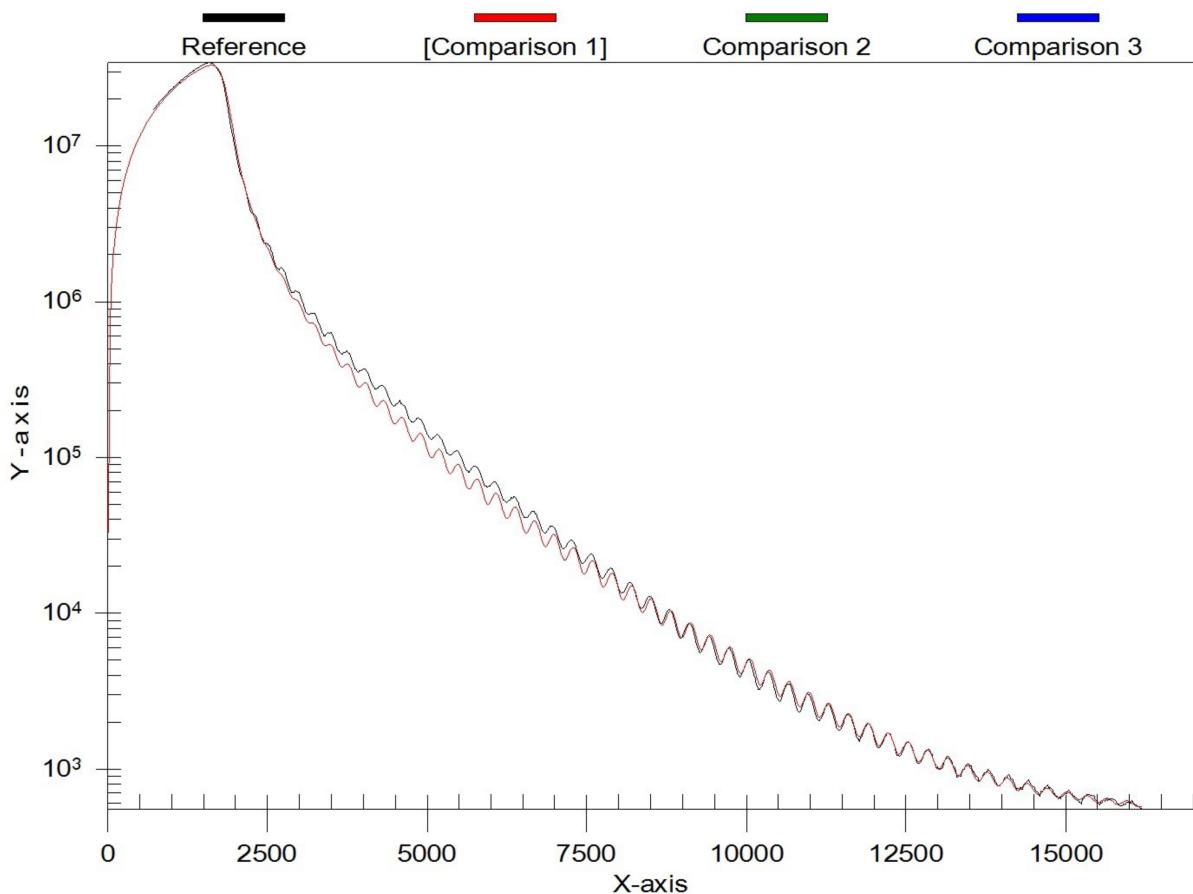


Рис. 3: Al_2O_3

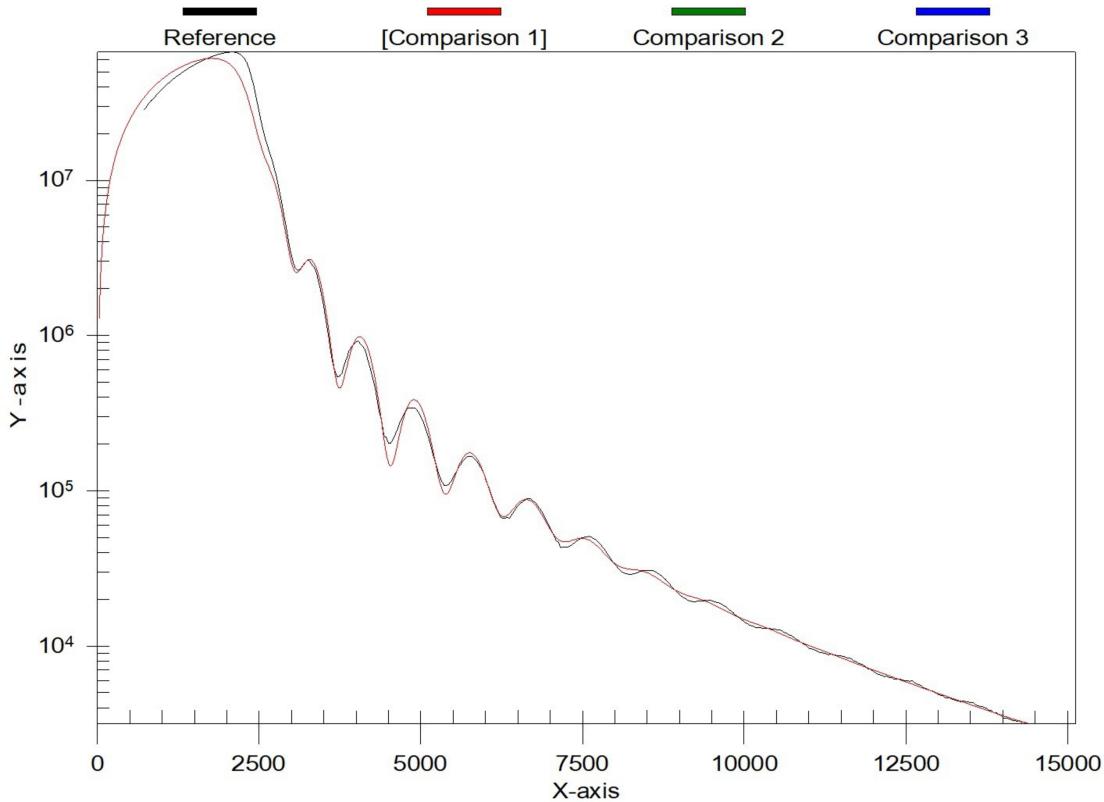


Рис. 4: ZrO_2

В рамках построенной модели были рассчитаны такие параметры образов как:

1. Толщина пленки
2. Шероховатость поверхности
3. Плотность

Полученные результаты и их погрешности приведены в таблицах 3 – 4.

Таблица 3: Полученные результаты рефлектометрии для Al_2O_3

	THICKNESS (\AA)	MATERIAL	X	Y	DENSITY (%)	ROUGHNESS (\AA)	GRADING (\AA)	LAMELLAE	PERIODS
1	890.38 ± 0.16	Al2O3	0.000	0.000	100.00 ± 0.17	5.09 ± 0.11	1.49 ± 0.37	1	
SUB.	∞	Si	0.000	0.000	100.00	4.19 ± 0.31	2.34 ± 0.49	1	

Таблица 4: Полученные результаты рефлектометрии для ZrO_2

Progress	Residuals	GOF Function	Errors						
	THICKNESS (\AA)	MATERIAL	X	Y	DENSITY (%)	ROUGHNESS (\AA)	GRADING (\AA)	LAMELLAE	PERIODS
2	320.24 ± 0.39	ZrO2	0.000	0.000	100.00 ± 0.43	16.40 ± 0.18	0.00	1	
1	71.73 ± 3.20	SiO2	0.000	0.000	2.33 ± 0.00	2.24 ± 0.04	0.00	1	

Рассчитали приближение толщины пленки по периоду осцилляции используя формулу

$$d \approx \frac{\lambda/2}{\theta_{m+1} - \theta_m}$$

как среднее значение по всем осцилляциям. Получили значение (53.0 ± 1.5) нм.

2.3 Определение параметров элементарной ячейки

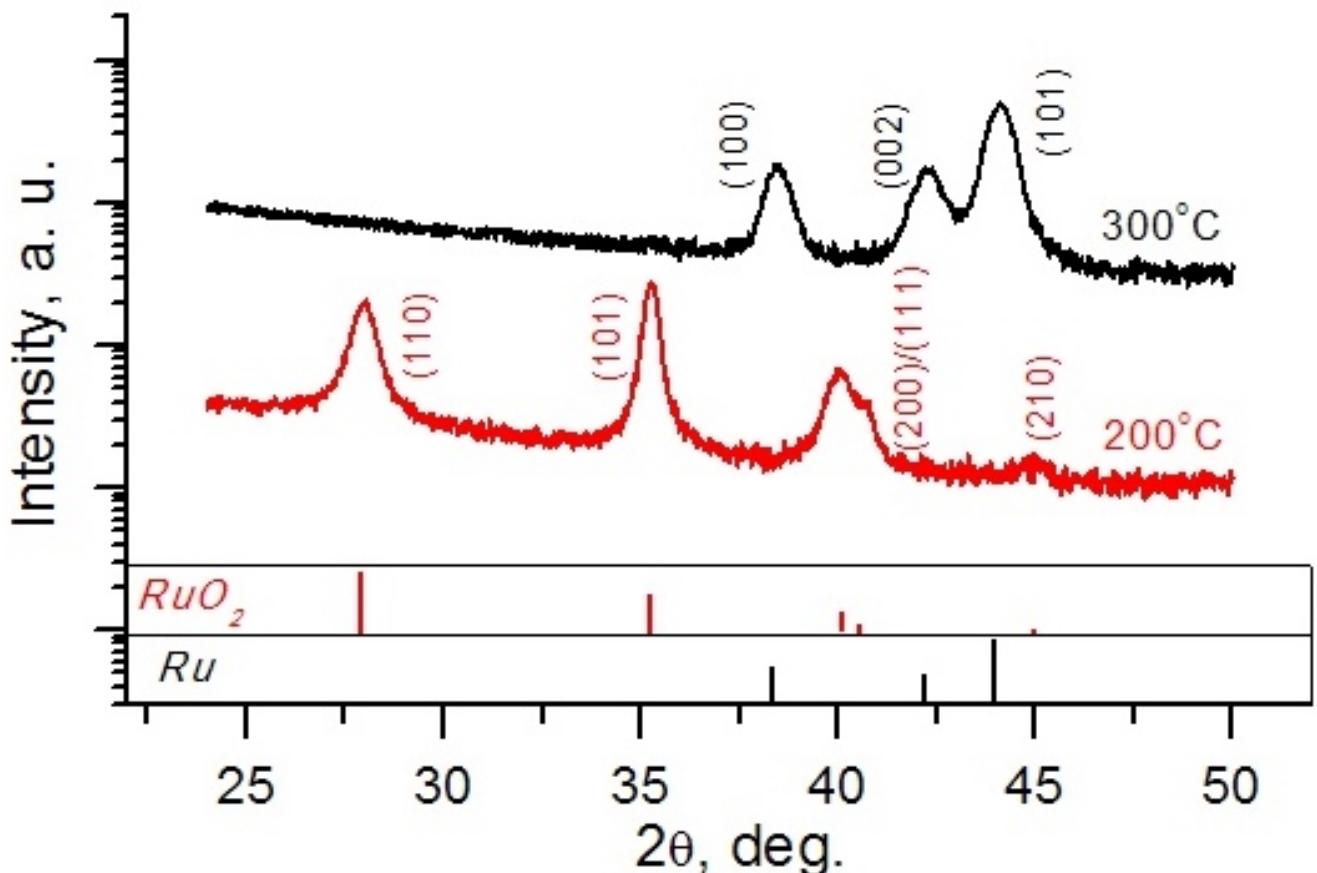


Рис. 5: Дифрактограмма для рутения и оксида рутения

По дифрактограмме определим положения пиков. Для определения межплоскостного расстояния использовалась формула Брегга-Бульфа:

$$2d \sin(\theta) = \lambda$$

Погрешности оценим по формуле для погрешности косвенных измерений:

$$\Delta f = \frac{\partial f}{\partial x} \Delta x$$

- Оксид рутения

У оксида рутения тетрагональная решётка. Формулы для определения межплоскостного расстояния для тетрагональной решётки:

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

$$d_{110} = \frac{0.154 \text{ нм}}{2 \sin(13.514)} = (3.295 \pm 0.014) \text{\AA}$$

$$d_{101} = \frac{0.154 \text{ нм}}{2 \sin(17.635)} = (2.541 \pm 0.008) \text{\AA}$$

$$d_{210} = \frac{0.154 \text{ нм}}{2 \sin(22.448)} = (2.017 \pm 0.005) \text{\AA}$$

Рассчитаем параметры решётки и занесём полученные значения в таблицу. В той же таблице укажем табличные значения:

Таблица 5: Рассчитанные и табличные значения параметров решётки для оксида рутения

$a, \text{\AA}$	$b, \text{\AA}$	$c, \text{\AA}$
Рассчитанные значения		
4.510 ± 0.020	4.510 ± 0.011	3.076 ± 0.007
Табличные значения		
4.544	4.544	3.140

- Рутений

У оксида рутения гексагональная решётка. Формулы для определения межплоскостного расстояния для гексагональной решётки:

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{4(h^2 + hk + k^2)}{3a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

$$d_{110} = \frac{0.154 \text{ нм}}{2 \sin(19.229)} = (2.338 \pm 0.007) \text{\AA}$$

$$d_{101} = \frac{0.154 \text{ нм}}{2 \sin(21.18)} = (2.131 \pm 0.005) \text{\AA}$$

$$d_{210} = \frac{0.154 \text{ нм}}{2 \sin(22.06)} = (2.050 \pm 0.005) \text{\AA}$$

Рассчитаем параметры решётки и занесём полученные значения в таблицу. В той же таблице укажем табличные значения:

Таблица 6: Рассчитанные и табличные значения параметров решётки для рутения

$a, \text{\AA}$	$b, \text{\AA}$	$c, \text{\AA}$
Рассчитанные значения		
2.700 ± 0.010	2.700 ± 0.007	4.262 ± 0.007
Табличные значения		
2,704	2,704	4.282

3 Выводы

1. Получили базовые навыки работы на рентгеновском дифрактометре и обработки полученных с него измерений
2. Провели анализ полученного спектра исследуемого образца. Результаты профильного анализа совпали с известными значениями для стандартного образца корунд SRM1976a.
3. Произвели измерения следующих параметров тонких пленок методом рентгеновской рефлектометрии:
 - Толщина пленки: $(890.38 \pm 0.16)\text{\AA}$ для Al_2O_3 и $(320.24 \pm 0.39)\text{\AA}$ для ZrO_2 .
 - Шероховатость поверхности: $(5.09 \pm 0.11)\text{\AA}$ для Al_2O_3 и $(16.40 \pm 0.18)\text{\AA}$ для ZrO_2 .
 - Плотность: $(100.00 \pm 0.17)\%$ для Al_2O_3 и $(100.00 \pm 0.43)\%$ для ZrO_2 .
4. Рассчитанное значение толщины пленки Al_2O_3 по периоду осцилляций (53.0 ± 1.5) нм не совпадает с полученными при обработке в ПО «Bede Refs».
5. Рассчитали параметры элементарной ячейки для Ru и RuO_2 исходя из полученных рефактограмм. Большая часть полученных параметров в пределах погрешности совпадает с табличными значениями. Некоторые параметры не совпали с табличными предположительно из-за несовпадения типа кристаллической решетки образца и указанной в литературе.

Приложения

Peak Analysis

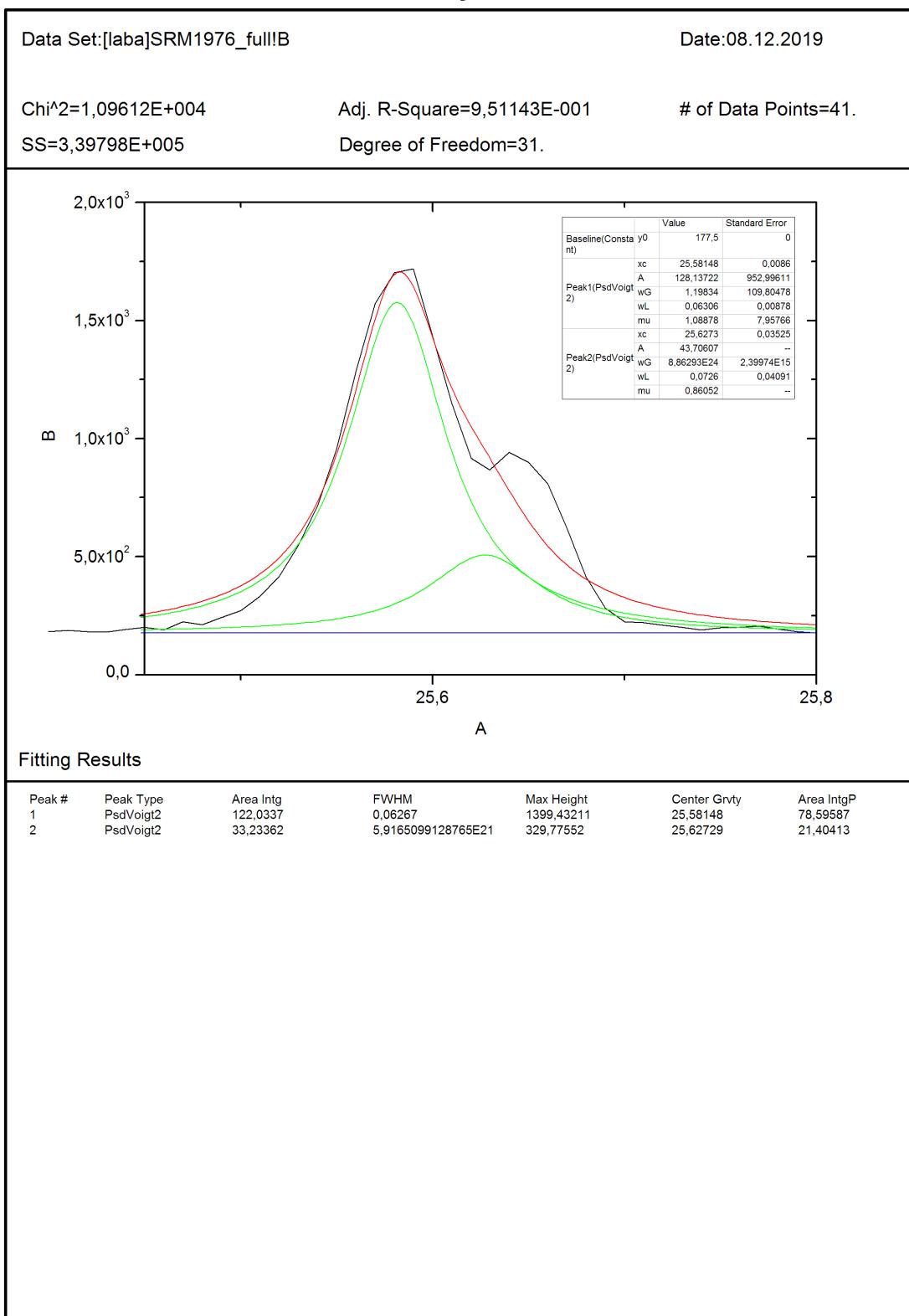


Рис. 6: $\Theta = 25.581^\circ$

Peak Analysis

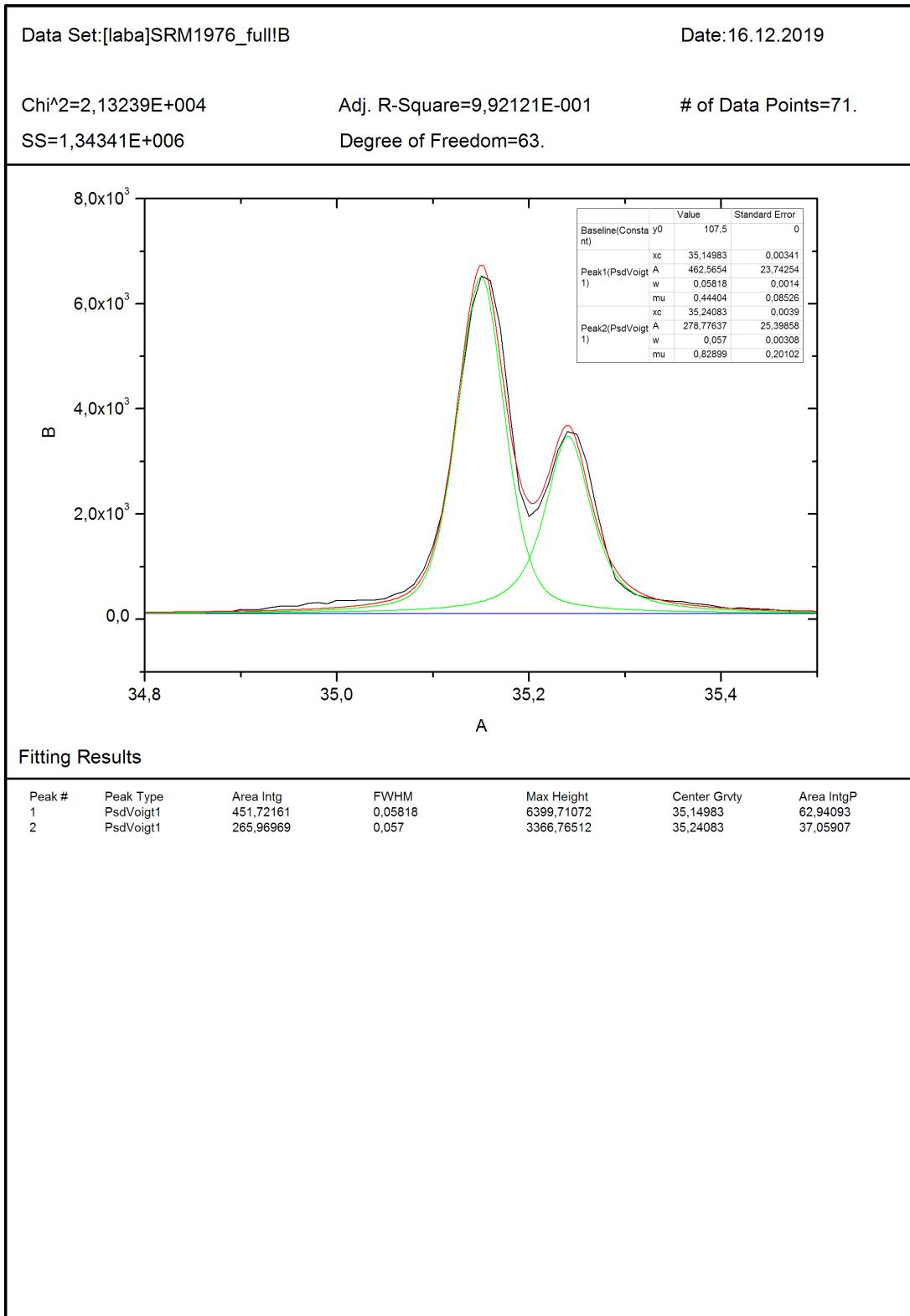


Рис. 7: $\Theta = 35.150^\circ$

Peak Analysis

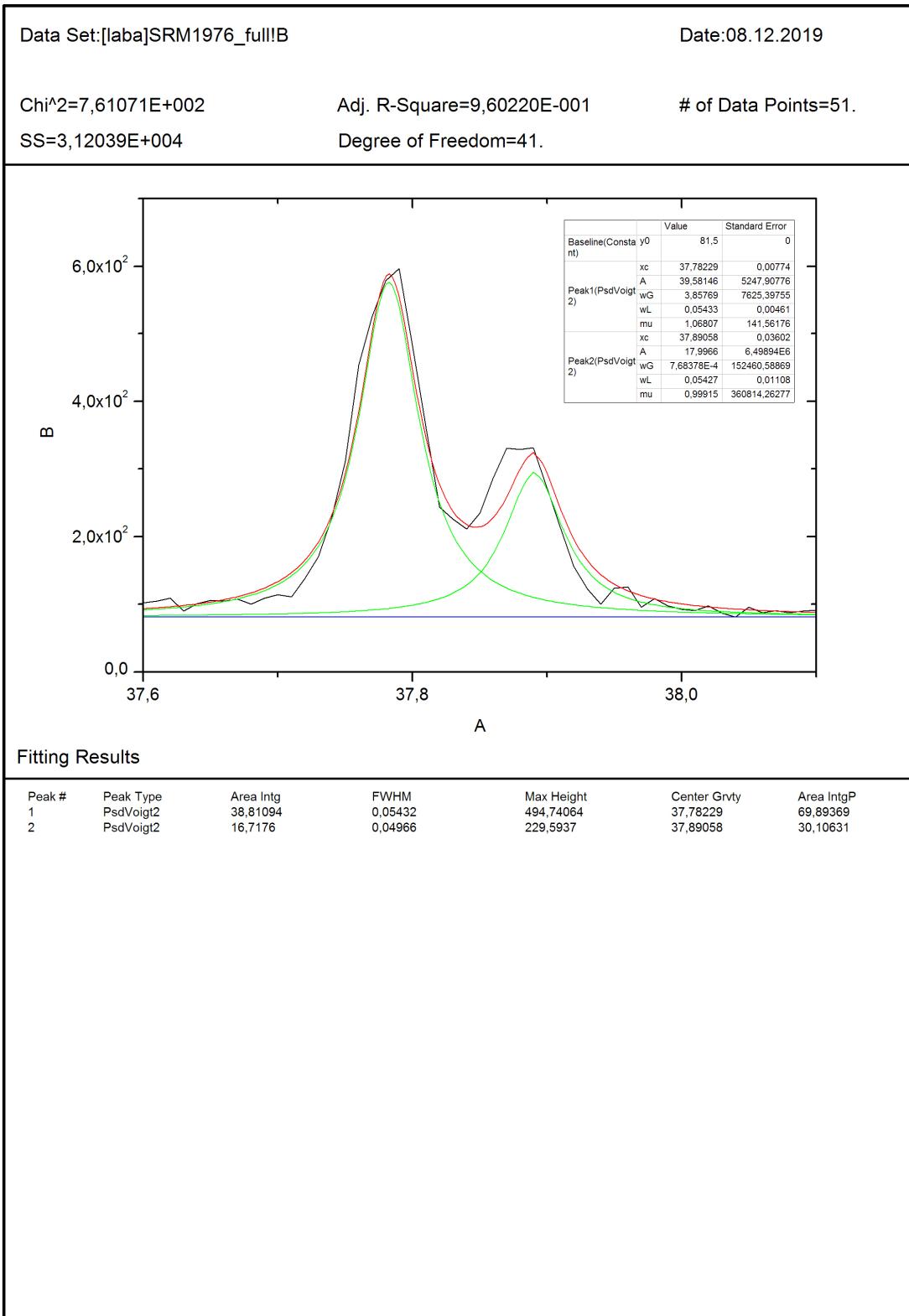


Рис. 8: $\Theta = 37.782^\circ$

Peak Analysis

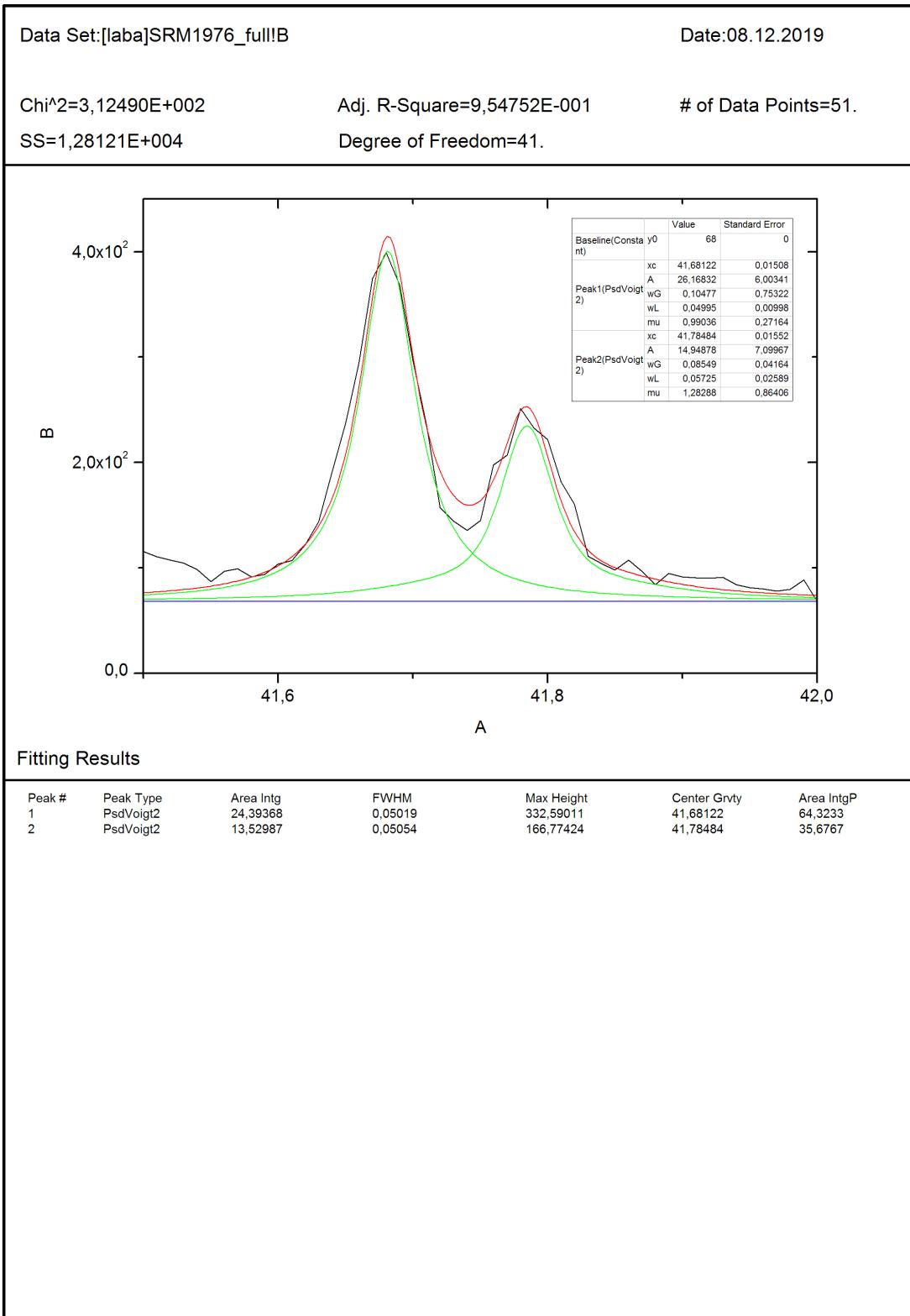


Рис. 9: $\Theta = 41.681^\circ$

Peak Analysis

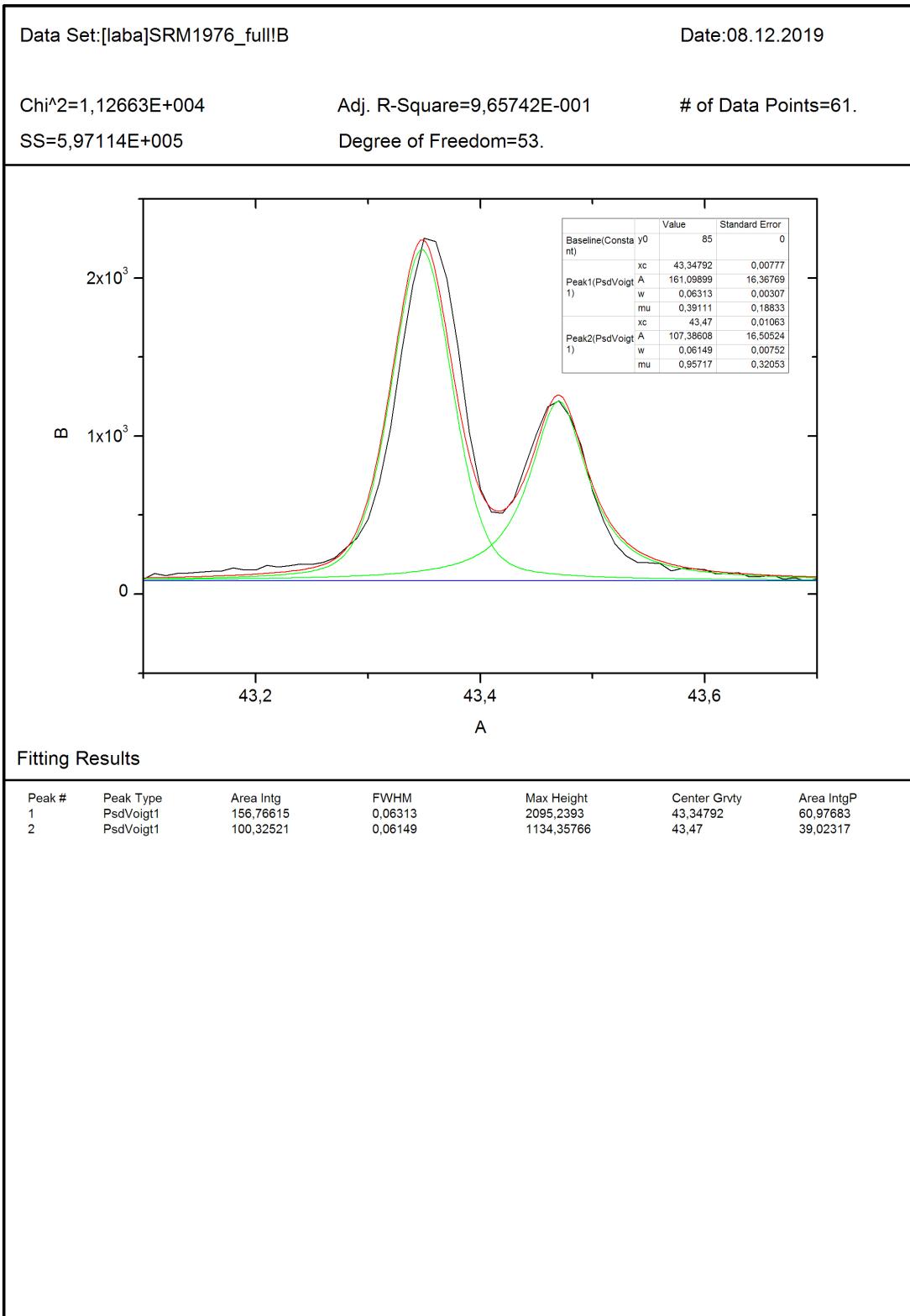


Рис. 10: $\Theta = 43.348^\circ$

Peak Analysis

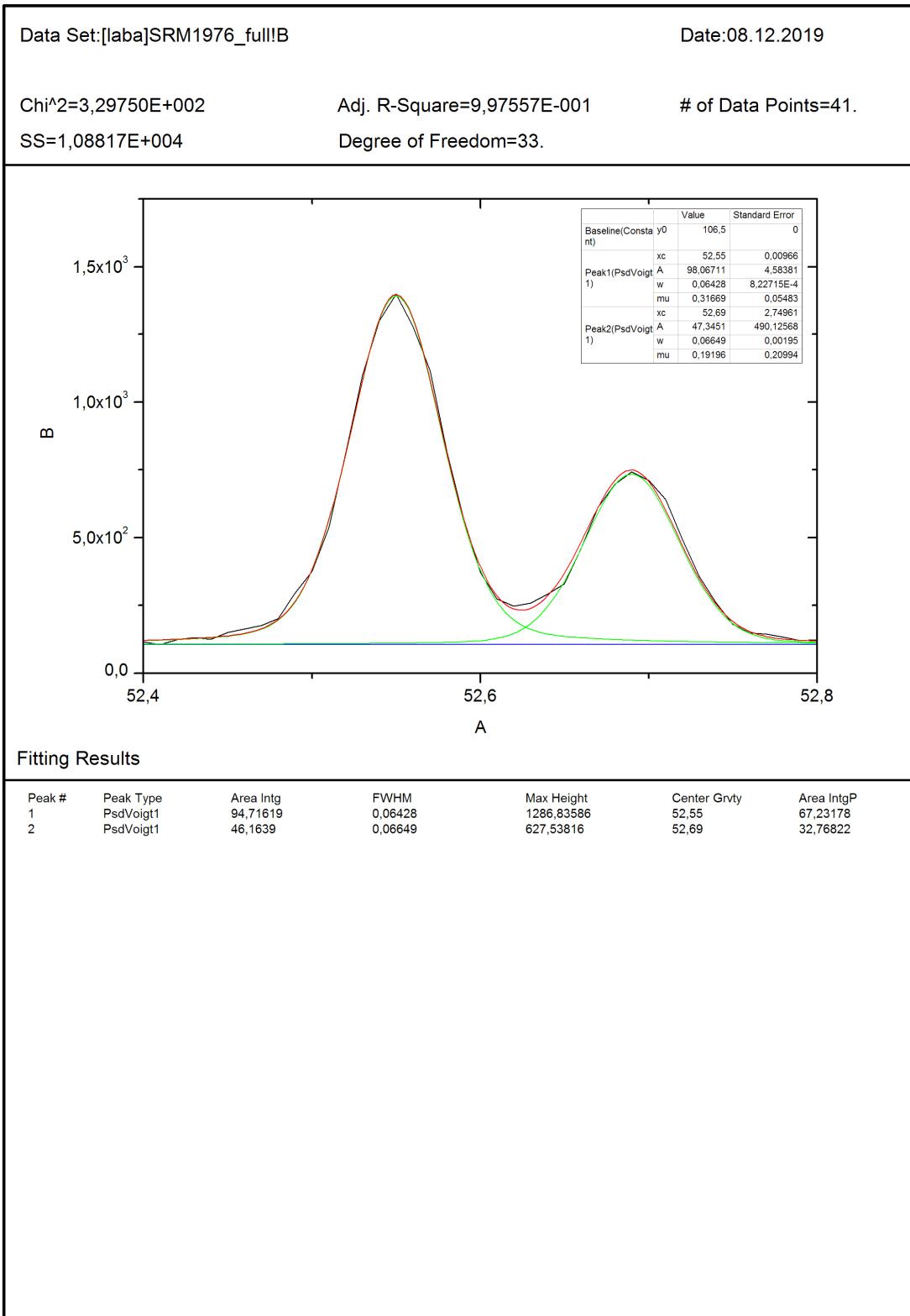


Рис. 11: $\Theta = 52.550^\circ$

Peak Analysis

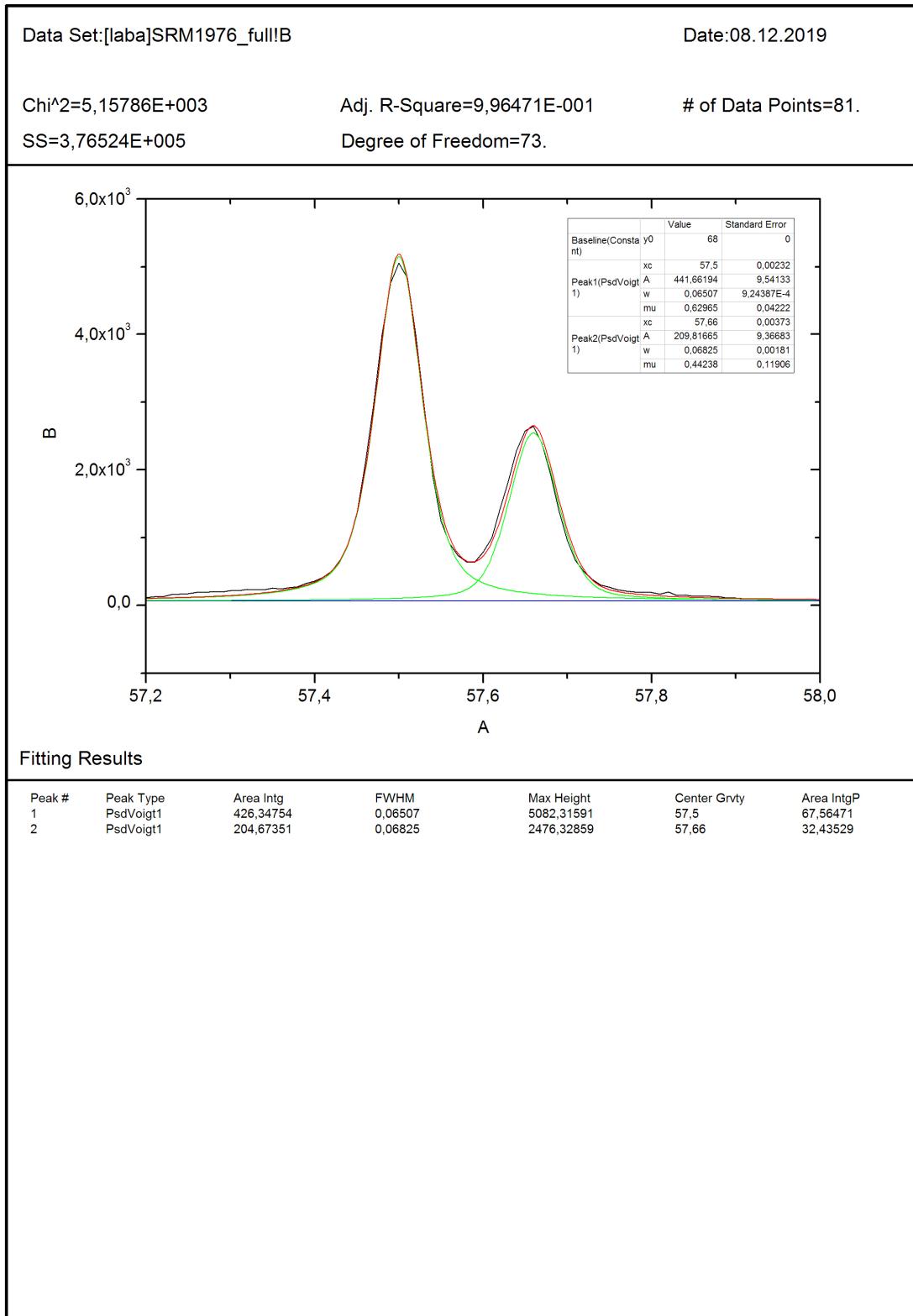


Рис. 12: $\Theta = 57.500^\circ$

Peak Analysis

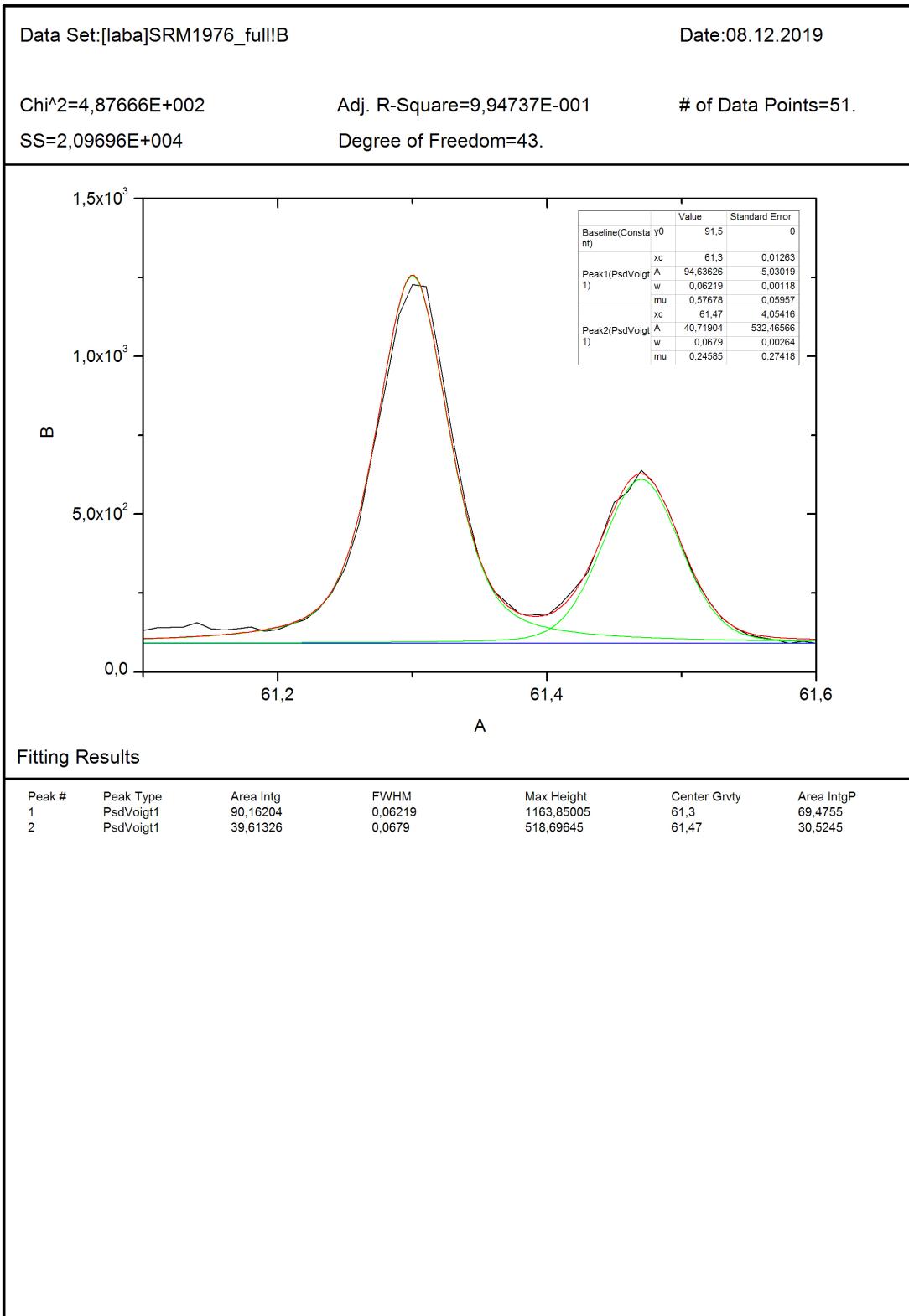


Рис. 13: $\Theta = 61.300^\circ$

Peak Analysis

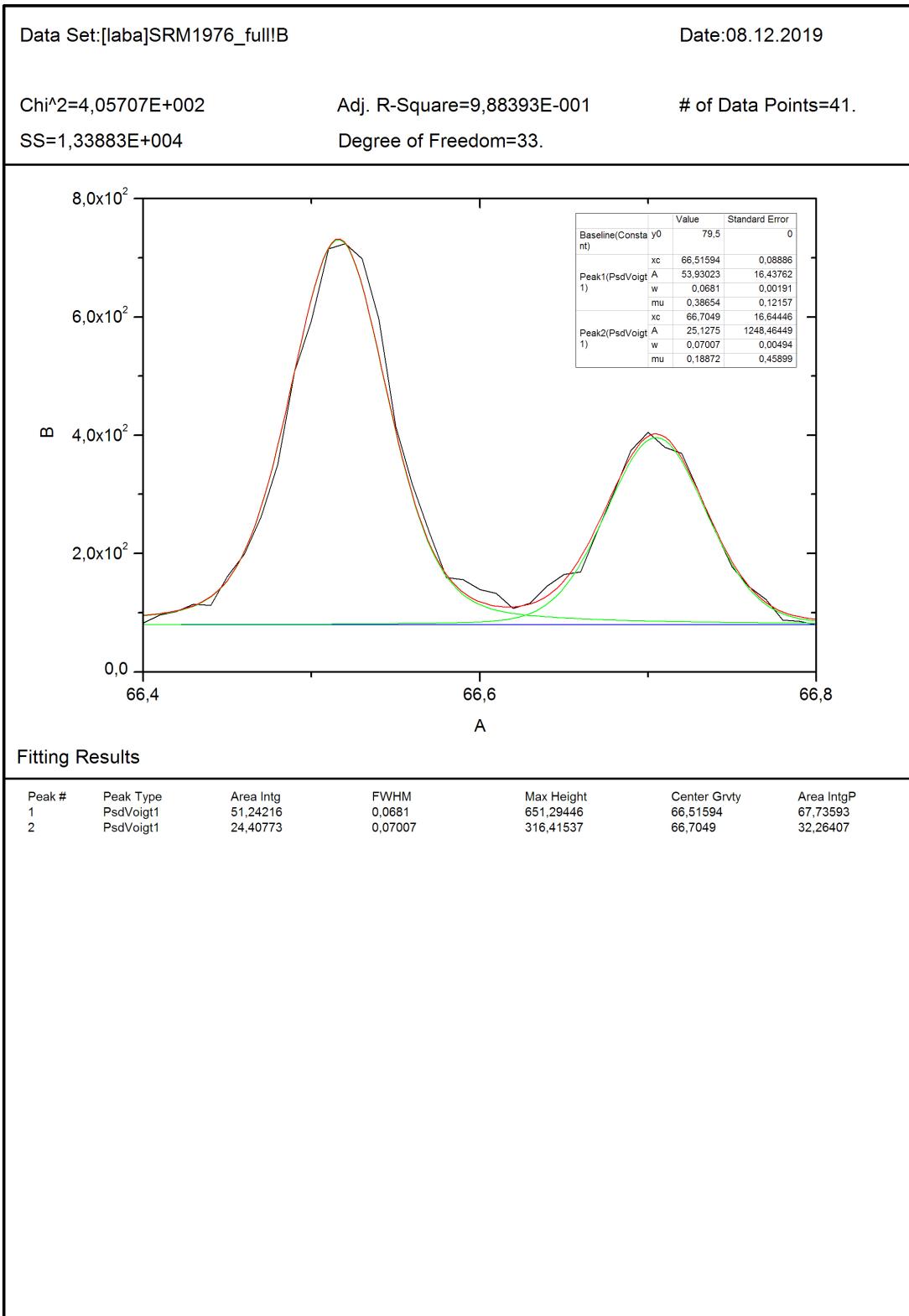


Рис. 14: $\Theta = 66.516^\circ$

Peak Analysis

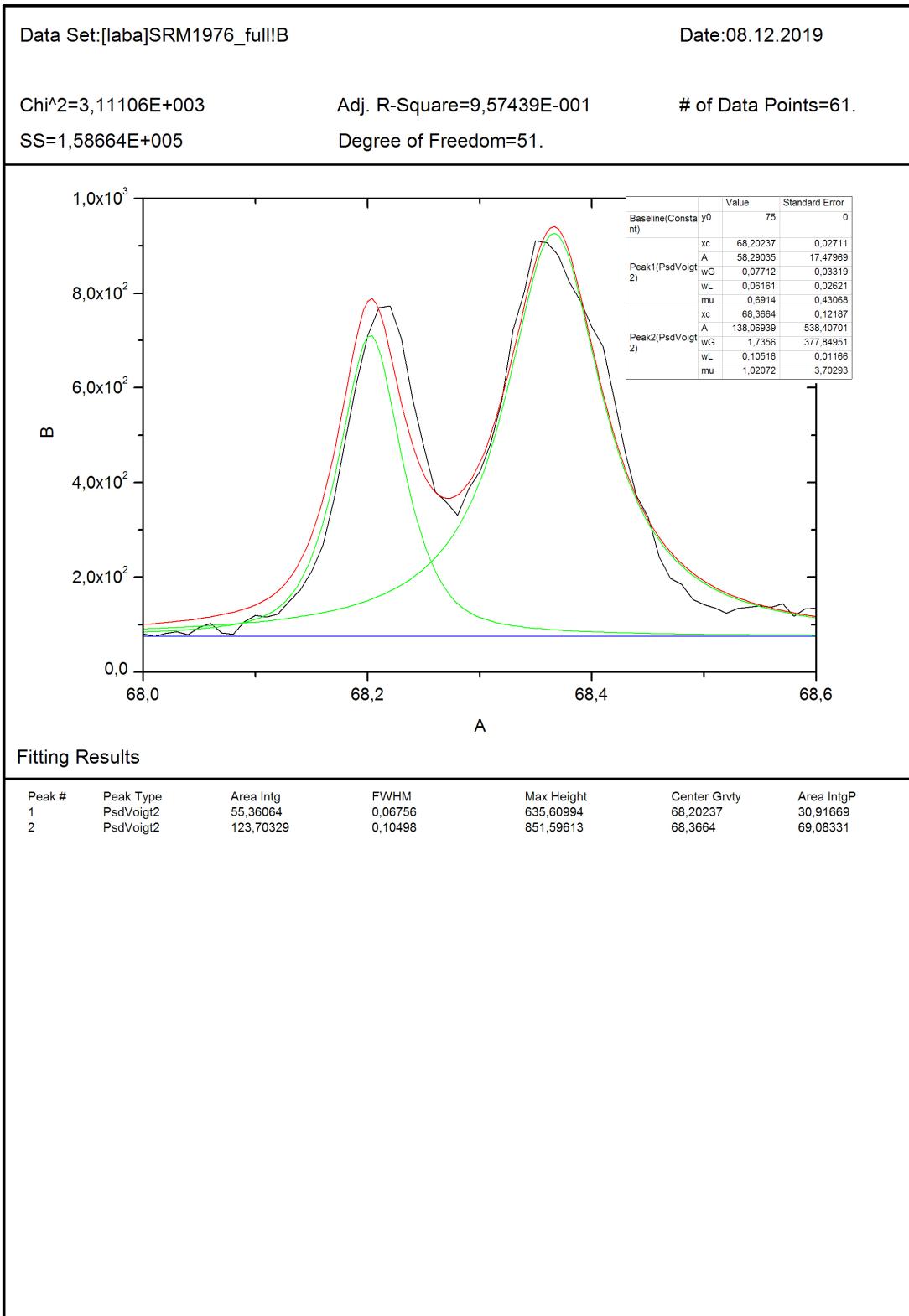


Рис. 15: $\Theta = 68.202^\circ$

Peak Analysis

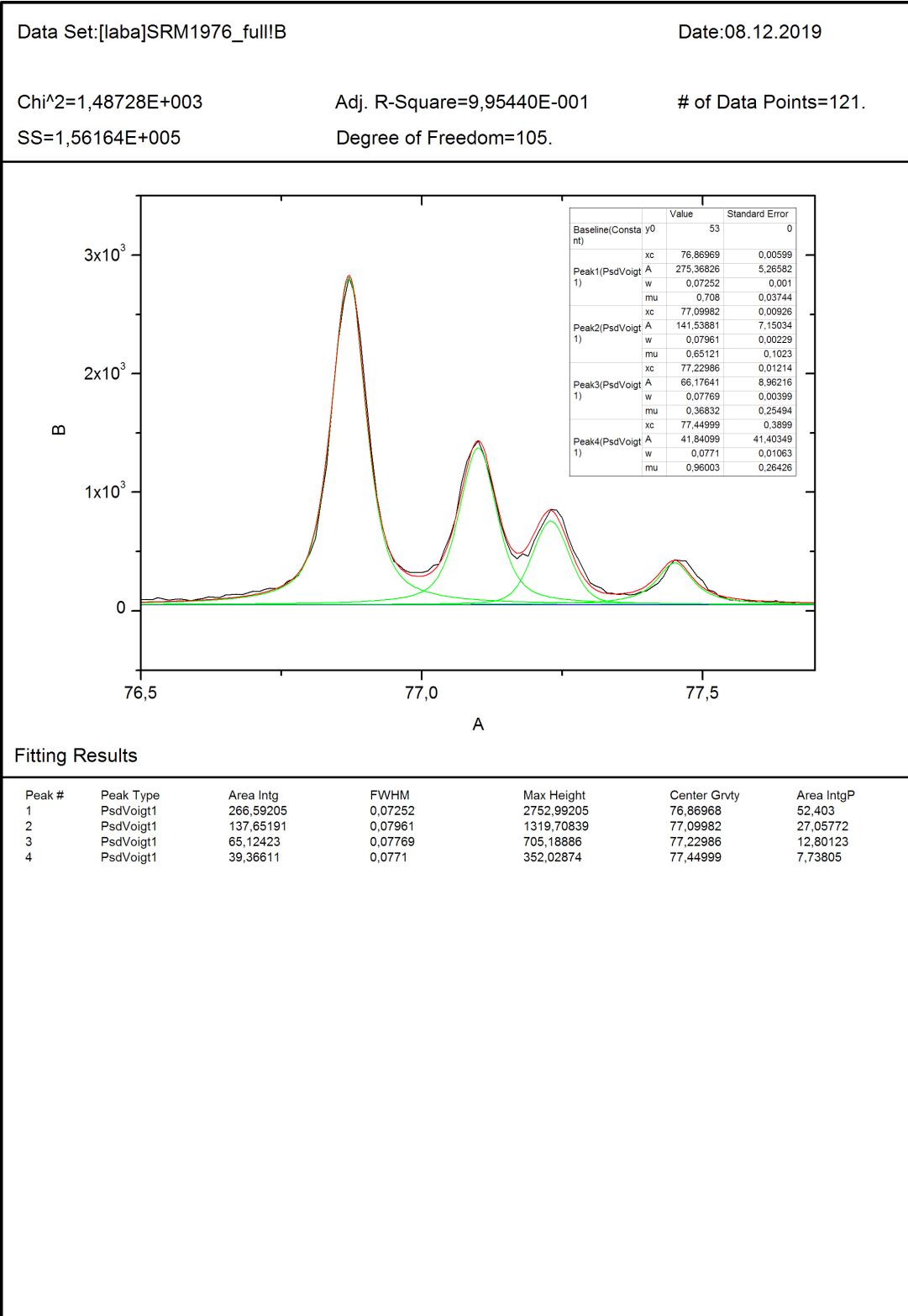


Рис. 16: $\Theta = 76.870 + 77.230^\circ$

Peak Analysis Title

Data Set:[laba]SRM1976_full!B

Date:08.12.2019

BaseLine:[laba]Baseline6!B"Baseline Y1"

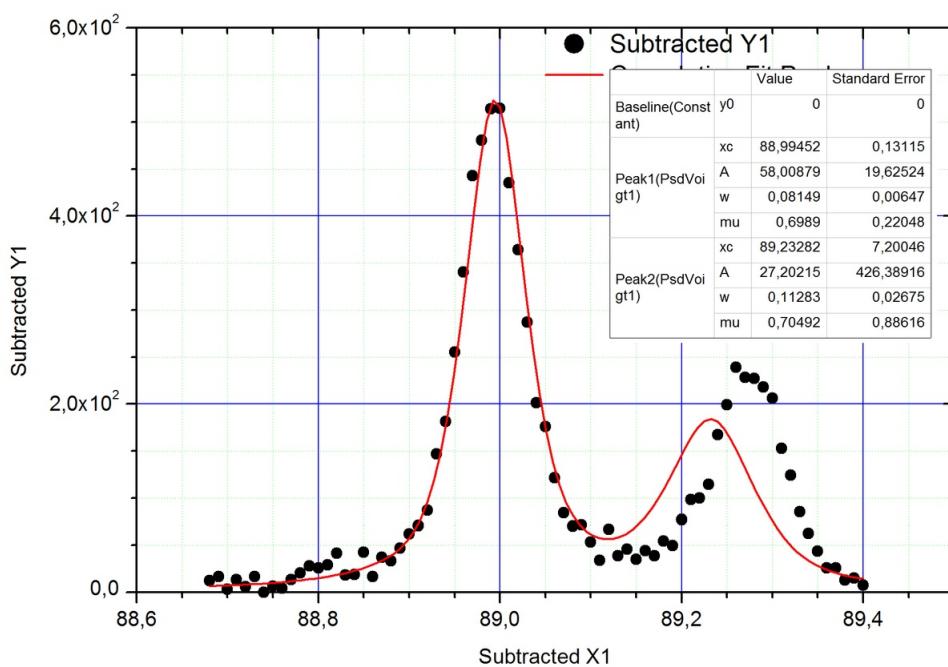
$\chi^2 = 1,94635 \times 10^3$

Adj. R-Square=8,86016E-001

of Data Points=73.

SS=1,26512E+005

Degree of Freedom=65.



Fitting Results

Peak #	Peak Type	Area Fit	Area FitT	Area FitTP	Area Intg	Area IntgP
1	PsdVoigt1	-89,49386	-826,91628	-1038,24229	55,05344	69,12285
2	PsdVoigt1	26,04259	-476,61547	-598,41891	24,59235	30,87715

Рис. 17: $\Theta = 88.995^\circ$

Peak Analysis

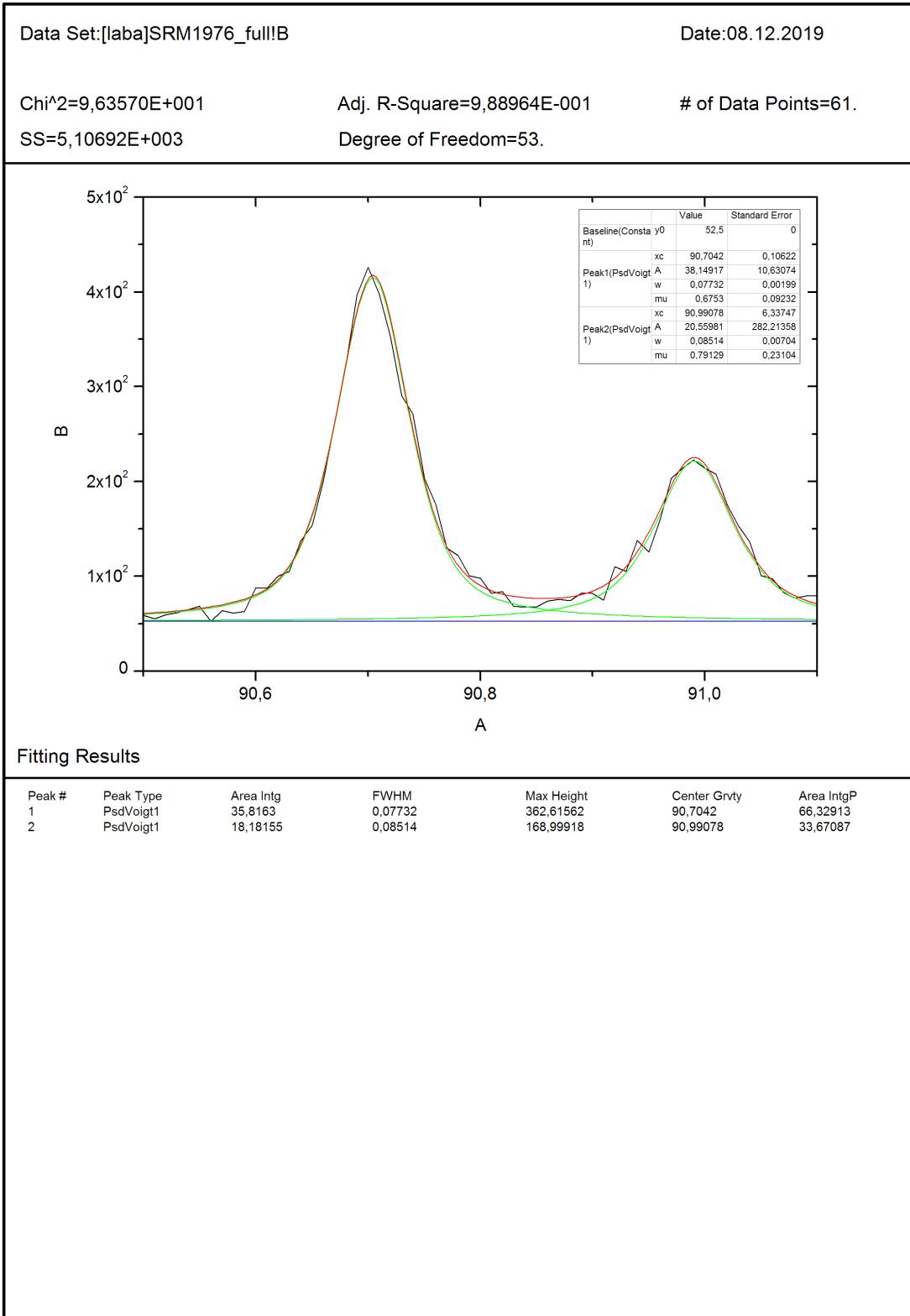


Рис. 18: $\Theta = 90.704^\circ$

Peak Analysis Title

Data Set:[laba]SRM1976_full!B

Date:08.12.2019

BaseLine:[laba]Baseline4!B"Baseline Y1"

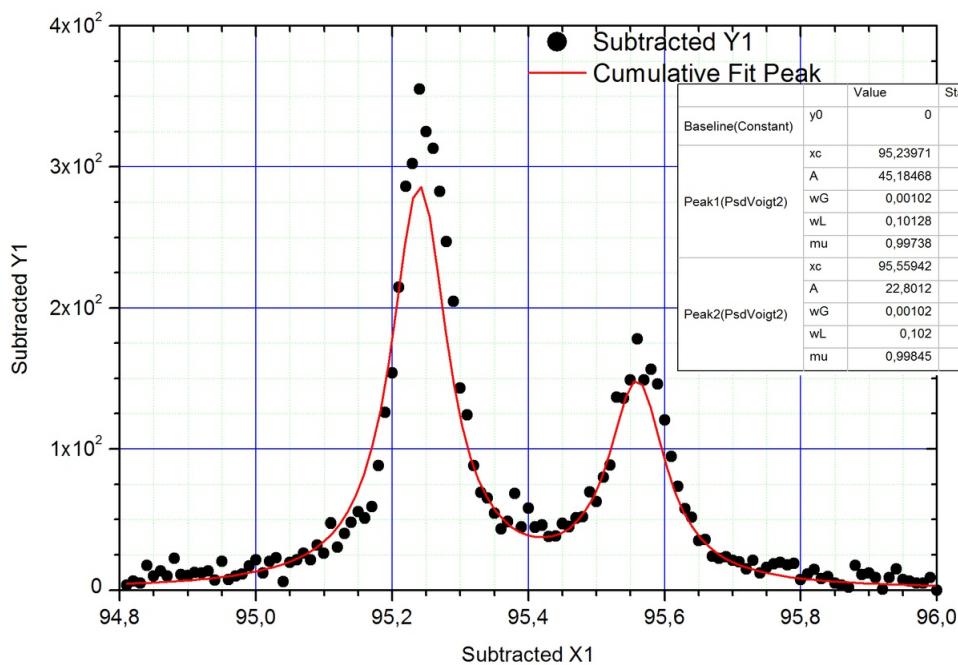
Chi^2=3,29412E+002

Adj. R-Square=9,43782E-001

of Data Points=120.

SS=3,62353E+004

Degree of Freedom=110.



Fitting Results

Peak #	Peak Type	Area Fit	Area FitT	Area FitTP	Area Intg	Area IntgP
1	PsdVoigt2	43,84375	-17,78724	-27,85023	42,42931	66,43337
2	PsdVoigt2	22,15321	-68,67545	-107,52807	21,43816	33,56663

Рис. 19: $\Theta = 95.240^\circ$

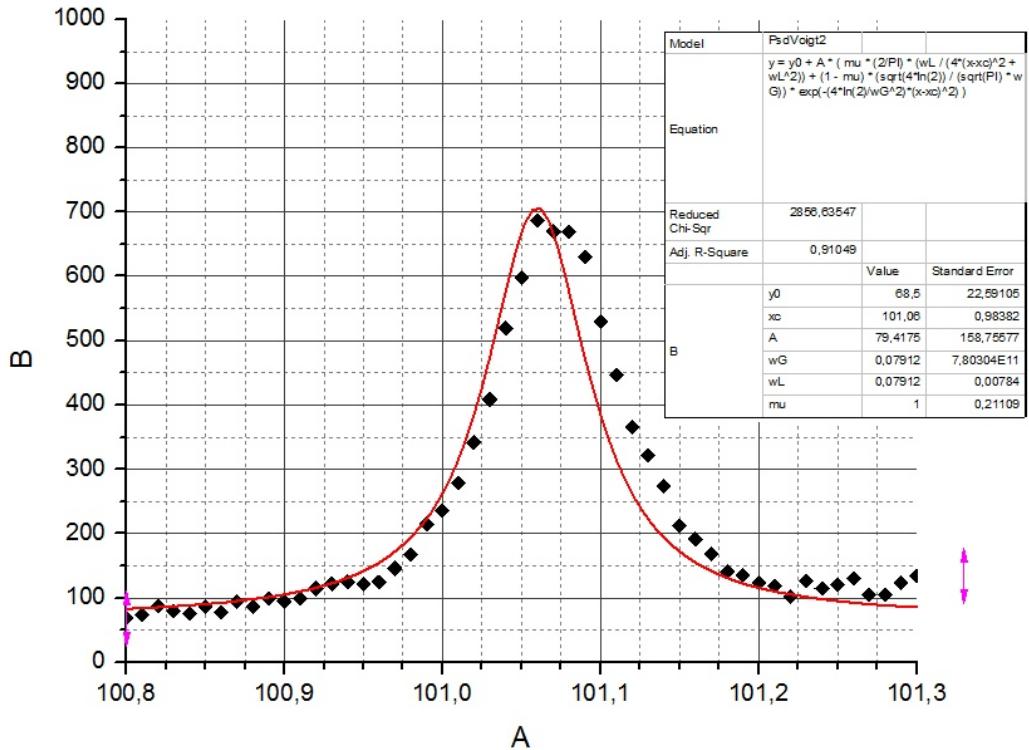


Рис. 20: $\Theta = 101.060^\circ$

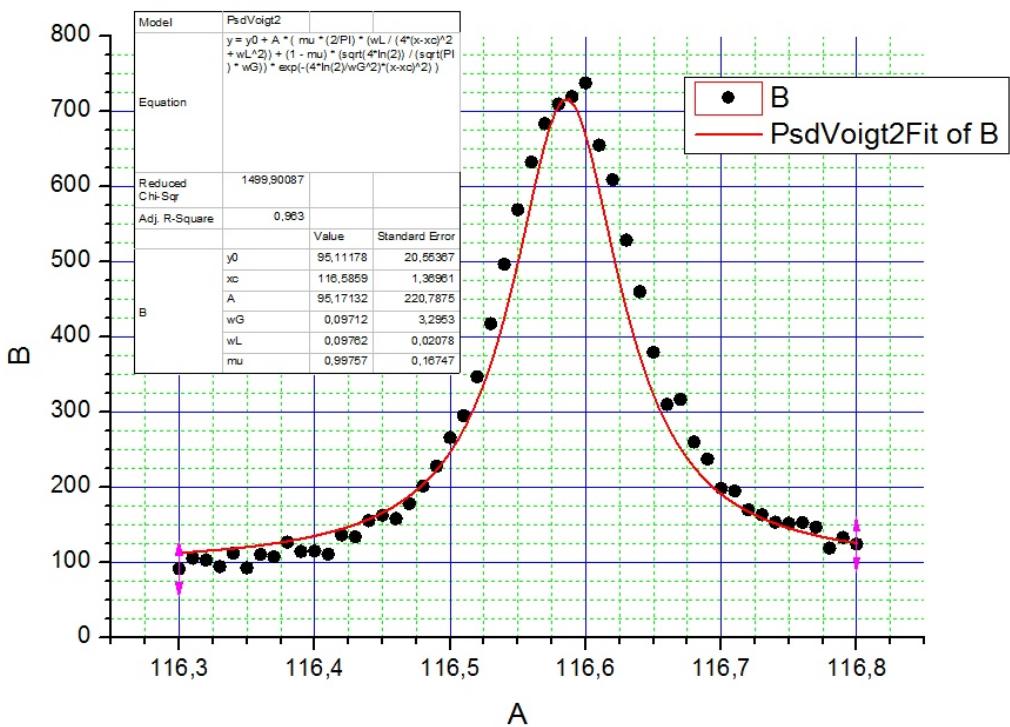


Рис. 21: $\Theta = 116.586^\circ$

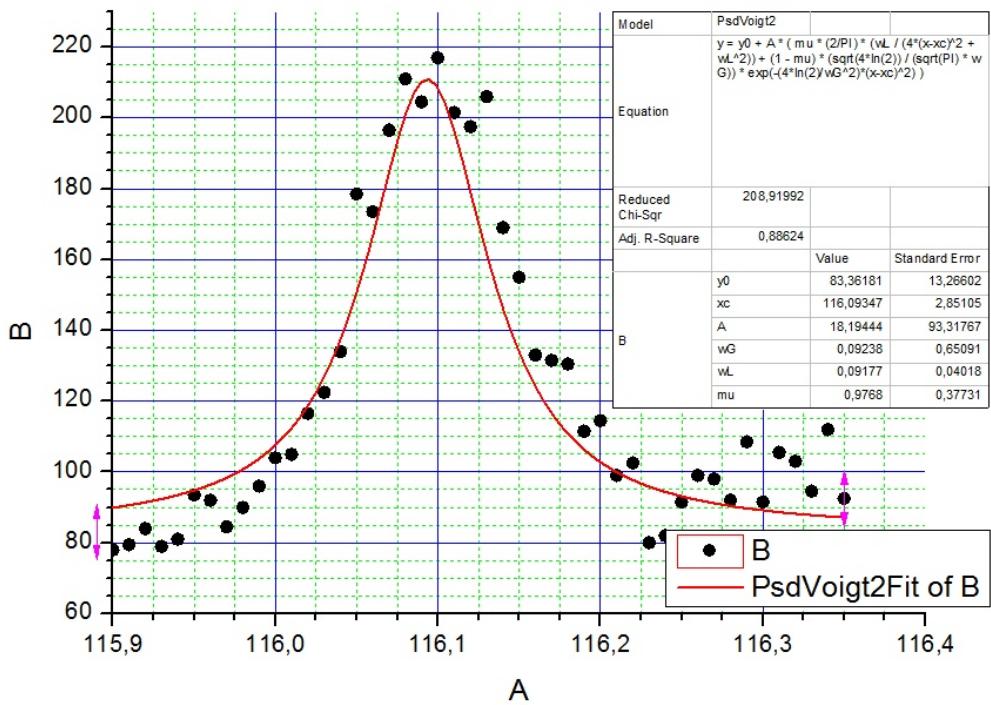


Рис. 22: $\Theta = 116.093^\circ$

Рабочий процесс

Приведём график зависимости счастливых нас, делающих эту лабу, от времени проведения лабы:



Рис. 23: Счастливые мы (1)

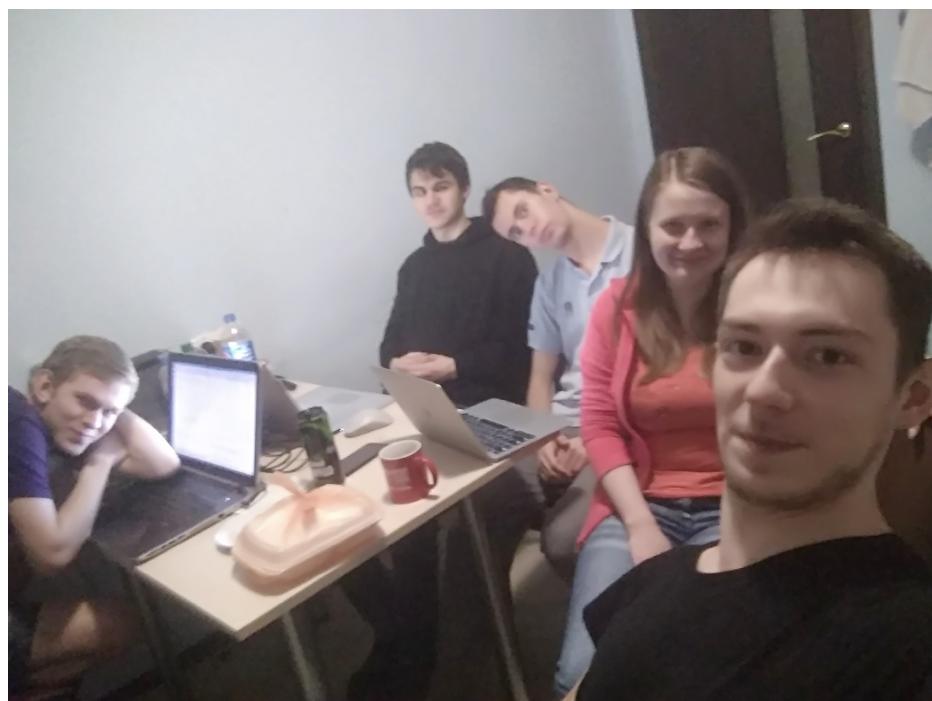


Рис. 24: Счастливые мы (2)