

АНАЛИЗ МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СТРУКТУР

Ефремова А.Ю.

*Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники,
г. Минск, Республика Беларусь*

Научный руководитель: Яцук В.А. – магистр, ассистент кафедры ПИКС

Аннотация. В данной статье был произведен обзор методов исследования кристаллических структур. На основе проанализированной информации было установлено, что наиболее полные исследования проводятся дифракционными методами. Установлено, что наиболее используемым и оптимальным методом является рентгеноструктурный анализ, однако наиболее подходящим для полного исследования является нейтронография. Денситометрия нейтронного резонанса, дифракция электронов и эллипсометрия же являются более узко-профильными методами анализа.

Ключевые слова: дифракционные методы, дифракция электронов, нейтронография, рентгеноструктурный анализ.

Введение. Применения кристаллов в науке и технике так многочисленны и разнообразны, что их трудно перечислить. Кристаллы используются в компьютерах, мобильных телефонах, аудио- и видеотехнике, в современных устройствах для обработки, хранения и передачи информации, в промышленности микроэлектроники, для производства интегральных схем, для трансформации одного вида энергии в другой, а также для создания когерентных источников света и управления лазерным излучением. В основе описания структуры и свойств металлов и сплавов лежат представления об их кристаллическом строении, что вызвало необходимость анализа деталей структуры на электронно-микроскопическом изображении и в рентгеноструктурном анализе [1].

Основная часть. Наиболее полные экспериментальные исследования структуры металлов и сплавов на атомном уровне их фазового и химического составов проводятся дифракционными методами: рентгеноструктурным анализом, нейтронографией, методом дифракции электронов.

Рентгеноструктурный анализ – это неразрушающий метод анализа атомной или молекулярной структуры материалов, который даёт наибольшую информацию ввиду того, что кристаллы обладают строгой периодичностью строения и представляют собой дифракционную решётку для рентгеновских лучей. Результаты анализа представляются в дифрактограммах. Принцип работы данного метода заключается в нахождении геометрии или формы молекулы с помощью дифракции рентгеновских лучей. Дифракция произойдет только в том случае, если способ взаимодействия рентгеновских лучей и вещества соответствует условиям закона Брэгга: угол падения равен углу рассеяния, а разница в длине пути равна целому числу длин волн [2].

Рентгеноструктурный анализ позволяет: идентифицировать материал на основе его дифракционной картины, измерить средние расстояния между слоями рядов атомов в веществе, определить ориентацию отдельного зерна или кристалла, измерить размер, форму и внутреннее напряжение небольших кристаллических областей, определить кристаллическую структуру неизвестного вещества, получить информацию об отклонениях фактической структуры от идеальной, определить параметры решетки, произвести фазовый анализ в случае поликристаллических материалов и соединений [3].

Основными преимуществами рентгеноструктурного анализа являются: возможность быстро идентифицировать неизвестный минеральный материал, простота приготовления образца, небольшое количество образца для анализа, простая интерпретация полученных дан-

ных, доступность приборов для анализа, возможность сохранения образца (неразрушающий метод).

Методу рентгеноструктурного анализа свойственны следующие ограничения: необходимость достаточной (устойчивой) кристаллизации вещества, соответствующий температурный режим, трудоёмкость, длительность, большое количество вычислительной работы, недостаточная точность определения длин связей и валентных углов, трудность определения положений лёгких атомов и особенно атомов водорода.

Дифракция электронов – это метод, который позволяет определять кристаллическую структуру материалов. Дифракция электронов дает информацию, аналогичную рентгеновской, но зондирующей частицей является электрон, а не фотон. Для получения дифракционной картины пучок зондирующих электронов должен быть ускорен до величины, достаточной для того, чтобы длина волны де Бройля была сравнима с параметром решетки анализируемого кристалла. Электронный пучок будет дифрагировать на образце только в том случае, если последний достаточно тонкий. На основании дифракционных картин можно определить кристаллическую структуру исследуемого образца. Как только этот рисунок достигнут, его сравнивают с рисунком стандартного материала. Этот метод может быть использован, когда частица имеет несколько кристаллических состояний, также используется для изучения кристаллографической структуры в атомном масштабе. Примечательно, что если образец наклонить относительно падающего электронного пучка, можно получить дифракционные картины при нескольких ориентациях кристалла. Таким образом, кристаллическая структура может быть отображена в трех измерениях.

Исходя из этого, можно сделать вывод, что рентгеноструктурный анализ, а не дифракция электронов, является предпочтительным методом определения параметров решетки и положения атомов при анализе поверхности на микромасштабе.

Дифракция электронов почти всегда используется для получения экспериментальных данных по геометрии границ зерен и для изучения нанокристаллических материалов и радиационных повреждений ядерного топлива.

Дифракция электронов обладает следующими преимуществами: облегченный анализ геометрии границ зерен, высокая точность [4].

Основными недостатком этого метода являются: предоставление лишь локальной информации, ограничения на размер и толщину образца (он должен быть прозрачен для электронов), чувствительность результирующих изображений к расфокусировке объектива, сложность анализа, необходимость тщательной и длительной подготовки, нестандартная интерпретация данных [5].

Нейтроннография – дифракционный метод изучения атомной и/или магнитной структуры кристаллов, аморфных материалов и жидкостей с помощью рассеивания нейтронов [6]. Метод нейтронной дифракции очень похож на рентгеновский метод, поскольку он основан на упругих деформациях внутри поликристаллического материала. В методе нейтронной дифракции также используется закон Брэгга, однако при рассеивании нейтроны могут проникать гораздо глубже в образец и взаимодействовать непосредственно с ядром, в результате чего даже элементы с низким атомным номером проявляют высокую интенсивность. В отличие от рентгеноструктурного анализа, результатом исследования данного метода являются карты Фурье [7].

Дифракция нейтронов позволяет: определить структуру материала, количество легких элементов и точное их расположение в структуре, изучить кристаллические твердые тела, газы, жидкости и аморфные материалы, позволяет получить структурную информацию о расположении атомов и магнитных моментов в конденсированных средах, точнее измерить решетки металлов и кристаллических материалов, предоставить полные трехмерные карты остаточных напряжений в материале, предоставить информацию о фазах, различать элементы с различными атомными массами [8].

При изучении метода нейтронной дифракции были выделены следующие достоинства:

возможность отличия изотопов, возможность анализа магнитной структуры, а также измерение содержания легких элементов, таких как водород, возможность проведения анализа, не повреждая образец, возможность проводить исследования как при комнатной, так и при повышенной температуре, возможность получить более точную и подробную информацию [9].

Метод дифракции нейтронов имеет следующие недостатки: невозможность анализа материалов, не имеющих дифракционных пиков, невозможность оптимального анализа сплавов, обладающих низким когерентным рассеиванием, возникновение систематических ошибок, высокая стоимость оборудования, возможность исследований только на крупномасштабных установках, требует образцов подходящего качества и размера [8].

Денситометрия нейтронного резонанса – это еще один метод неразрушающего анализа кристаллов, который используется для количественного определения специальных ядерных материалов (U/Pu) в образцах с неизвестным элементным и изотопным составом, таких как остатки расплавленного топлива, образующиеся при тяжелых авариях ядерных реакторов, то есть для характеристики гетерогенных ядерных материалов даже в присутствии интенсивного гамма-излучения и нейтронного излучения [10].

Исходя из результатов исследований, основанных на моделировании методом Монте-Карло, U и Pu в частицах, подобных остаткам расплавленного топлива, могут быть определены с точностью более 3%. Это обусловлено тем, что точность первую очередь зависит от качества ядерных данных. Помимо этого, также оказывают влияние: толщина частиц, размеры частиц, наличие матричных материалов, поглощающих нейтроны, температура частиц. Такое высокое значение точности может быть достигнуто без необходимости какой-либо пробоподготовки или калибровочных измерений с использованием образцов, которые являются репрезентативными для исследуемого материала. Единственным ограничением является толщина образца, которая для остатков расплавленного топлива будет ограничена толщиной около 2 см.

Данный метод основан на комбинации анализа пропускания нейтронного резонанса, который служит для определения содержания U/Pu , и анализа захвата нейтронного резонанса, необходимого для идентификации поглощающих нейтроны нуклидов. Результаты анализа захвата используются для корректировки данных количественной оценки матричных материалов путем исследования спектров гамма-излучения, полученных в результате реакций поглощения нейтронов и повышения точности количественного определения изотопов (U/Pu) путем анализа резонансных провалов при пропускании нейтронов. При этом результаты анализа захвата используются для учета влияния поглотителей нейтронов на профили пропускания.

Эллипсометрия – это неразрушающий, бесконтактный и неинвазивный оптический метод, основанный на изменении состояния поляризации света при его косом отражении от образца тонкой пленки, который специализация заключается в изучении и анализе толщины и поверхностной плотности верхних слоев на отражающих материалах. Изменение поляризации представлено в виде отношения амплитуд и разности фаз [11]. Измеренный отклик зависит от оптических свойств и толщины отдельных материалов. Основываясь на анализе изменения поляризации света, отраженного от образца, эллипсометрия может дать информацию о слоях, которые тоньше, чем длина волны самого зондирующего света, вплоть до одного атомного слоя. В качестве оптического метода неразрушающие и бесконтактные характеристики эллипсометрии желательны для мягких слоев биоматериалов. Кроме того, поскольку эллипсометрия измеряет отношение интенсивностей вместо чистой интенсивности, она в меньшей степени зависит от нестабильности интенсивности источника света или атмосферного поглощения, и эталонное измерение не требуется, что обеспечивает очень хорошую точность. Данный метод в основном используется для определения толщины пленки и оптических констант, однако он также применяется для характеристики состава, кристалличности, шероховатости, концентрации легирования и других свойств материала, связанных с изменением оптического отклика [12].

Преимущество эллипсометрии заключается в способности метода сообщать о толщине и оптических свойствах оксидов металлов, привитых органических молекул или адсорбированных белков с хорошей точностью неразрушающим образом.

Заключение. Проведенный анализ методов исследования кристаллических структур показал, что каждый из существующих методов обладает своими достоинствами и недостатками. Представленные методы позволяют сполна исследовать кристаллические структуры, однако каждый из них специализируется на определенном роде исследованиях. На основе представленного обзора можно сделать вывод о том, что наиболее универсальным является метод рентгеноструктурного анализа.

Список литературы

1. Фарбер, В.М., Архангельская, А.А. Дифракционные методы анализа [Электронный ресурс] / В. М. Фарбер, А.А. Архангельская // Учебное пособие. – 2004. – Режим доступа: <https://study.urfu.ru/Aid/Publication/24/1/diffract.pdf>. – Дата доступа: 14.03.2023.
2. What is X-ray diffraction [Электронный ресурс] // SciMed – Режим доступа: <https://www.scimed.co.uk/education/what-is-x-raydiffraction-xrd/>. – Дата доступа: 14.03.2023.
3. Diffraction basics [Электронный ресурс] // Iowa State University – Режим доступа: <https://www.cif.iastate.edu/services/acide/xrd-tutorial/xrd#:~:text=XRD%20is%20an%20important%20method,of%20polycrystalline%20materials%20and%20compunds>. – Дата доступа: 15.03.2023.
4. Electron diffraction [Электронный ресурс] // Science direct – Режим доступа: <https://www.sciencedirect.com/topics/electron-diffraction>. – Дата доступа: 23.03.2023.
5. Дифракция электронов [Электронный ресурс] // Libre Text Chemistry – Режим доступа: https://chem.libretexts.org/Courses/Franklin_and_Marshall_College/Introduction_to_Materials_Characterization_CHM_412_Collaborative_Text/Diffraction_Techniques/Electron_Diffraction. – Дата доступа: 23.03.2023.
6. Нейтронография [Электронный ресурс] // Химическая энциклопедия – Режим доступа: http://www.chemport.ru/data/chemipedia/article_2379.html. – Дата доступа: 23.03.2023.
7. Neutron diffraction [Электронный ресурс] // ISIS Neutron and Muon Source – Режим доступа: <https://www.isis.stfc.ac.uk/Pages/Neutrondiffraction.aspx#:~:text=Neutron%20diffraction%20is%20a%20form,of%20radiation%20gives%20complementary%20information>. – Дата доступа: 23.03.2023.
8. Neutron diffraction [Электронный ресурс] // Aalto University Wiki – Режим доступа: <https://wiki.aalto.fi/display/SSC/Neutron+diffraction>. – Дата доступа: 23.03.2023.
9. Neutron diffraction [Электронный ресурс] // Neutrons for society. – Режим доступа: <https://www.ill.eu/neutrons-for-society/neutron-techniques/neutron-diffraction>. – Дата доступа: 23.03.2023.
10. Harada, H., M. Koizumi, M., Tsuchiya, H. An introduction to Neutron Resonance Densitometry [Электронный ресурс] / H. Harada, M. Koizumi, H. Tsuchiya // Учебное пособие. – 2014. – Режим доступа: [chrome-extension://oemmnndcbldboiebfnladdacbfmadadm/https://www.jaea.go.jp/04/isdn/activity/2015-03-04/ShortSummary_2014.pdf](https://www.jaea.go.jp/04/isdn/activity/2015-03-04/ShortSummary_2014.pdf). – Дата доступа: 14.03.2023.
11. What is ellipsometry [Электронный ресурс] // Ellipsometry solution – Режим доступа: <https://www.jawoollam.com/resources/ellipsometry-tutorial/what-is-ellipsometry>. – Дата доступа: 17.03.2023.
12. Spectroscopy ellipsometry: Basic concepts [Электронный ресурс] // Horiba scientific. – Режим доступа: <https://www.horiba.com/ind/scientific/technologies/spectroscopic-ellipsometry/spectroscopic-ellipsometry/>. – Дата доступа: 17.03.2023.

UDC 538.911

CONTROL OF MICROCONTROLLER UNDER THE INFLUENCE OF ELECTROSTATIC DISCHARGE

Yafremava A. Y.

Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics, Minsk, Republic of Belarus

Yashchuk V.A. – master, associate professor of the Department of ICSD

Annotation. In this article was made a review for the research of methods of crystal structure research. Based on the analyzed information, it was found that the most complete studies are carried out by diffraction methods. It has been established that the most used and optimal method is X-ray diffraction analysis, but neutron diffraction is the most suitable for a complete study. Neutron resonance densitometry, electron diffraction and ellipsometry are more narrow-profile methods of analysis.

Keywords: diffraction methods, electron diffraction, neutron diffraction, X-ray diffraction analysis.