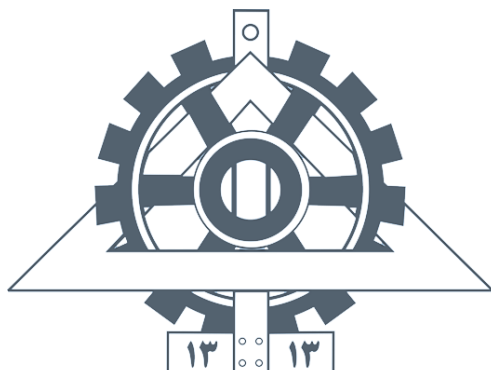




ترم پیپر پروژه درس مشخصه یابی مواد

عنوان پروژه:

Grazing Analysis

استاد:

دکتر محمود سرکاری خرمی

دانشجویان:

علی طوبائی ۸۱۰۷۰۳۰۵۶

مرتضی خدائی ۸۱۰۷۰۳۰۳۸

سهیل نقیبه شهری ۸۱۰۷۰۳۰۷۹

بهمن ۱۴۰۳

مقدمه.....	۴
مفاهیم و ویژگی‌های اساسی GI-XD.....	۴
محدودیت‌های روش‌های سنتی XRD.....	۶
اهمیت GI-XD در شناسایی سطح ماده.....	۶
ضرورت استفاده از GI-XD در تحقیق و صنعت.....	۶
مقایسه GI-XD با روش‌های سنتی پراش اشعه ایکس (XRD).....	۷
اصول Grazing Incidence X-ray Diffraction (GIXD).....	۷
بررسی تخصصی GIXD در شناسایی ماده.....	۸
۱- اندازه‌گیری تنش‌های باقی‌مانده.....	۸
۲- تحلیل سطح و ساختار مرزی.....	۸
۳- شبیه‌سازی پوشش‌های نازک و لایه‌ها.....	۸
۴- تحلیل مواد نانوساختاری.....	۸
روش تحقیق.....	۱۰
تنظیمات آزمایشگاهی.....	۱۰
منبع اشعه ایکس.....	۱۰
گونایومتر.....	۱۰
نگهدارنده و پایداری نمونه.....	۱۱
آشکارساز.....	۱۱
پارامترهای کلیدی GI-XD.....	۱۱
زاویه تابش θ	۱۲
عمق نفوذ d.....	۱۲
بردار پراکندگی q.....	۱۲

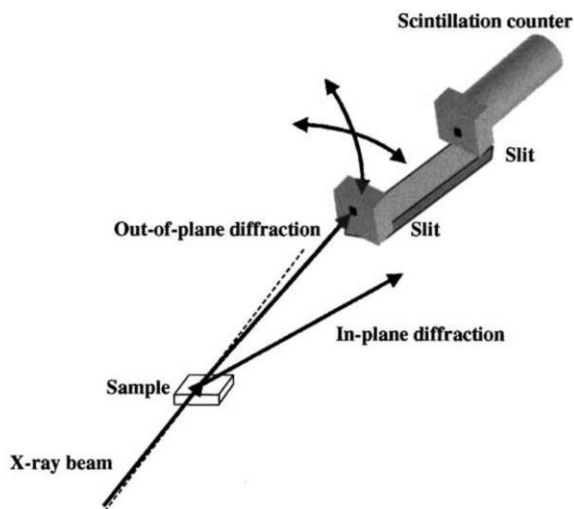
۱۳	
۱۴	 پردازش داده‌ها و مدل‌سازی
۱۴	 حذف نویز پس‌زمینه
۱۴	 مدل‌سازی پیک‌های پراش
۱۴	 تحلیل ساختاری با استفاده از معادله شرر
۱۶	 روش‌های تحلیلی
۱۶	 ۱- تحلیل داده‌های پراکندگی:
۱۶	 ۱-۱- محاسبه ساختار فاکتورها (Structure Factors)
۱۶	 ۱-۲- ساختار فاکتورها برای لایه‌های سطحی و اتم‌های جذب‌شده
۱۶	 ۱-۳- فرم کلی ساختار فاکتورها برای اتم‌ها در لایه‌های مختلف
۱۷	 ۲- روش Patterson
۱۷	 ۳- تحلیل‌های فوریه تفاوتی (Difference Fourier)
۱۸	 ۴- مدل‌سازی و بهینه‌سازی ساختار
۱۸	 نتایج
۱۹	 اهمیت GI-XD در تحقیق و صنعت
۲۰	 مزایای GI-XD نسبت به سایر تکنیک‌ها
۲۱	 چالش‌ها و محدودیت‌های GI-XD
۲۱	 پتانسیل‌های آینده GI-XD
۲۱	 نقش GI-XD در تحقیقات نانوتکنولوژی و مواد پیشرفته
۲۲	 منابع

مقدمه

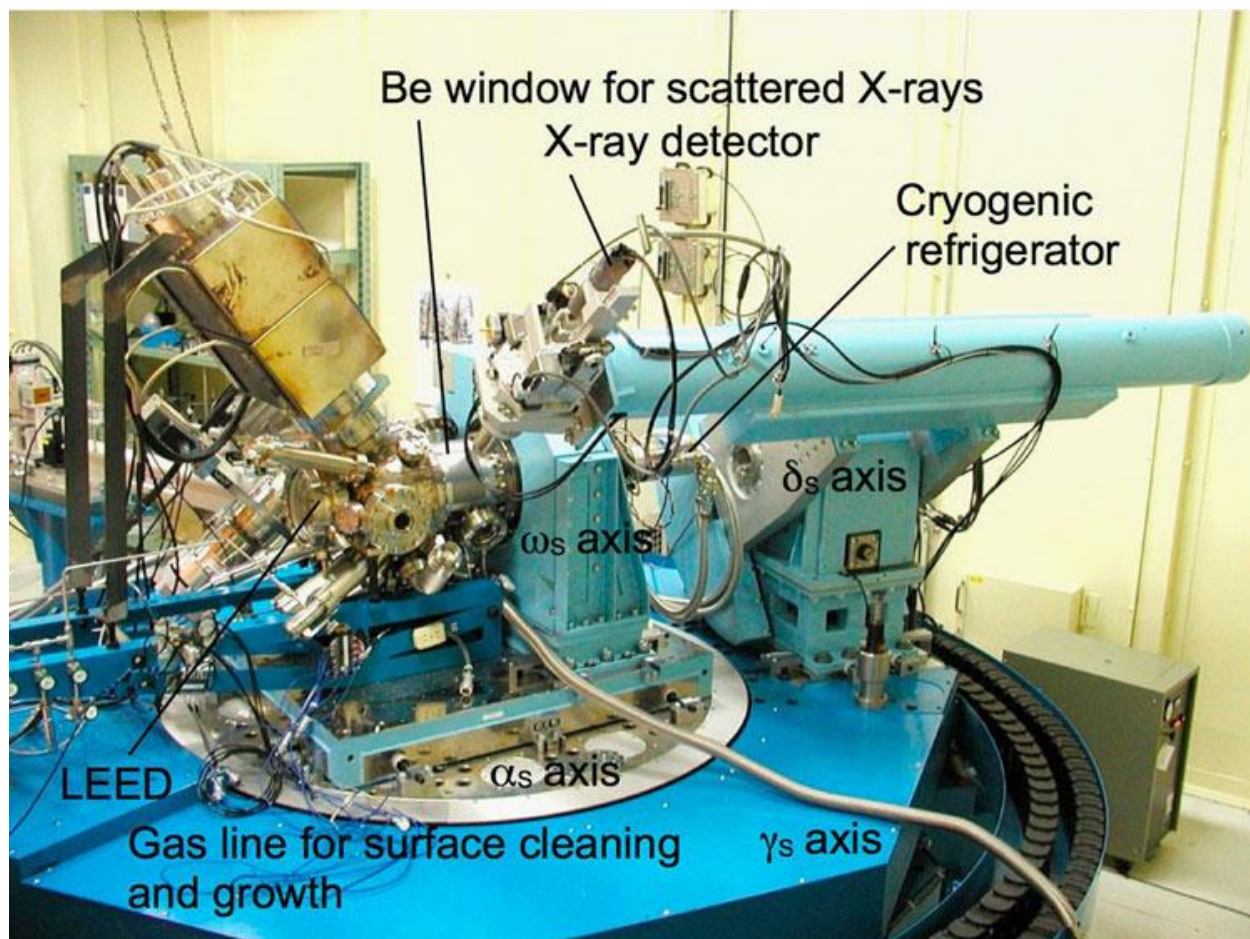
پراش اشعه ایکس در زاویه تابش کم (GI-XD) یکی از پیشرفته‌ترین تکنیک‌های آزمایشگاهی است که به‌ویژه برای تحلیل و مشخصه‌یابی سطحی مواد استفاده می‌شود. برخلاف تکنیک‌های سنتی پراش اشعه ایکس (XRD) که بیشتر به بررسی خواص حجمی مواد می‌پردازند، GI-XD از زاویه تابش کم (کمتر از ۱ درجه) استفاده می‌کند که باعث می‌شود تنها سطح مواد تحت تاثیر قرار گیرد و اطلاعات دقیقی از ساختار سطحی، فازها، تنش‌ها و حتی ساختار نانومتری مواد به‌دست آید. این ویژگی GI-XD را به ابزاری حیاتی برای بررسی لایه‌های نازک، فیلم‌های چندلایه، نانومواد و همچنین پوشش‌های سطحی در صنایع مختلف تبدیل کرده است. از آنجایی که در مواد مختلف، خواص سطحی و داخلی ممکن است تفاوت‌های زیادی داشته باشند، نیاز به استفاده از تکنیک‌هایی برای تحلیل سطح ضروری است. GI-XD توانایی شبیه‌سازی این تفاوت‌ها را با دقت بسیار بالا فراهم می‌آورد، به طوری که حتی ساختارهای سطحی و ترکیبات نانو مقیاس را به راحتی می‌توان تحلیل کرد.

مفاهیم و ویژگی‌های اساسی GI-XD

GI-XD در اصل بر پایه زاویه تابش کم و ویژگی بازتاب کامل خارجی بنا شده است. در این روش، اشعه ایکس با زاویه‌ای کم به سطح نمونه تابیده می‌شود و به جای نفوذ به درون ماده، از سطح منعطف و بازتاب می‌شود. این بازتاب منجر به ایجاد یک موج اوانا (Evanescent Wave) می‌شود که تنها چند نانومتر به عمق سطح نفوذ می‌کند و بنابراین تحلیل ساختار سطحی مواد را ممکن می‌سازد. این روش به‌ویژه در بررسی لایه‌های نازک و پوشش‌های چندلایه بسیار مفید است. به همین دلیل، GI-XD یکی از اصلی‌ترین ابزارها در مطالعه نانومواد، مواد نیمه‌هادی، فیلم‌های نازک، و حتی تحقیقاتی در زمینه خوردگی و واکنش‌های سطحی به شمار می‌رود.



شکل ۱- دیاگرام شماتیک از تنظیمات آزمایشی اندازه‌گیری‌های G-GIXD



شکل ۲- محفظه ۱ UHV نصب شده بر روی پراش سنج UHV. یک نمونه در بالای دستگاه نمونه برداری موازی با محور ω_s مجهز به محفظه UHV قرار می گیرد. سطح نمونه عمود بر صفحه افقی است. محفظه حول محور α_s عمودی می چرخد. یک آشکارساز اشعه ایکس به طور مستقل حول یک محور δ_s افقی و یک محور γ_s عمودی می چرخد. یک سیستم سطحی با روش تبخیر پس از تمیز کردن سطح بستر با استفاده از روش ترکیبی کندوپاش Ar^+ و بازپخت ساخته می شود. اندازه گیری اشعه ایکس سطح در محل انجام می شود. عکس از منظر پایین دست مشاهده می شود. قطر پراش سنج حدود ۳ متر است

محدودیت‌های روش‌های سنتی XRD

در روش‌های سنتی XRD، اشعه ایکس به طور عمودی به سطح ماده تابیده و به درون آن نفوذ می‌کند. این در حالی است که ساختار سطحی و لایه‌های نازک ممکن است تحلیل نشوند، چرا که در این تکنیک‌ها، بیشتر بر روی مواد حجمی تمرکز می‌شود GI-XD. این مشکل را با استفاده از زاویه تابش کم و افزایش حساسیت به سطح، برطرف می‌کند.

اهمیت GI-XD در شناسایی سطح ماده

برای بسیاری از کاربردهای صنعتی و تحقیقاتی، اطلاعات دقیق از ساختار سطحی مواد برای عملکرد بهینه آن‌ها بسیار حائز اهمیت است. به‌طور مثال، در صنایع نیمه‌هادی، خواص سطحی می‌توانند بر روند ساخت و کیفیت دستگاه‌ها تأثیرگذار باشند. در مواد نانوساختار، ناهمگونی‌های سطحی می‌توانند تأثیر زیادی بر خواص نهایی ماده، مانند خواص الکترونیکی و مکانیکی آن، بگذارند GI-XD. از این جهت اهمیت پیدا می‌کند که به‌طور خاص بر روی لایه‌های سطحی و مرزهای مشترک مواد متمرکز است.

پراش اشعه ایکس در زاویه تابش کم (GI-XD) یکی از پیشرفته‌ترین و پرکاربردترین تکنیک‌های آزمایشگاهی برای تحلیل ساختارهای سطحی و نانومقیاس مواد است. این تکنیک به‌ویژه برای مشخصه‌یابی فیلم‌های نازک، لایه‌های چندلایه و مواد نانوساختار که خواص سطحی آن‌ها نقش برجسته‌ای در عملکرد کلی دارند، استفاده می‌شود. برخلاف روش‌های سنتی پراش اشعه ایکس (XRD)، که در آن‌ها اشعه ایکس با زاویه عمودی به ماده تابیده می‌شود و به ساختار داخلی مواد نفوذ می‌کند، GI-XD با استفاده از زاویه تابش کم (کمتر از ۱ درجه) بر سطح ماده تمرکز دارد. این ویژگی به GI-XD این امکان را می‌دهد که فقط لایه‌های سطحی و لایه‌های نازک مورد بررسی قرار گیرند، که این خود مزیتی بزرگ در تحلیل ویژگی‌های مواد است.

تکنیک GI-XD بر اساس اصول بازتاب کامل خارجی عمل می‌کند. در این روش، اشعه ایکس به سطح ماده با زاویه‌ای کم تابیده می‌شود و تنها بخشی از آن به درون ماده نفوذ می‌کند، در حالی که بخش عمده‌ای از اشعه ایکس بازتاب می‌شود. این فرآیند باعث می‌شود که اطلاعات دقیق‌تری از ساختار سطحی و لایه‌های ابتدایی ماده به‌دست آید. از آنجا که این تکنیک فقط به لایه‌های سطحی نفوذ می‌کند، به طور خاص در بررسی لایه‌های نازک، فیلم‌های چندلایه، و مواد نانوساختار کاربرد دارد.

ضرورت استفاده از GI-XD در تحقیق و صنعت

در بسیاری از صنایع، از جمله صنعت نیمه‌هادی، صنعت پوشش‌های مقاوم به خوردگی، و نانو تکنولوژی، خواص سطحی مواد و لایه‌های نازک اهمیت زیادی دارند. به‌طور خاص، در صنعت نیمه‌هادی، عملکرد و کیفیت دستگاه‌های الکترونیکی به شدت وابسته به خواص سطحی مواد است. به همین دلیل، توانایی تحلیل دقیق این خواص با استفاده از تکنیک‌های پیشرفته مانند GI-XD بسیار حیاتی است. برای مثال، در پوشش‌های مقاوم به خوردگی، تحلیل سطح می‌تواند اطلاعاتی در مورد ضخامت لایه‌های محافظ و میزان آسیب‌های سطحی به‌دست دهد که در تصمیم‌گیری‌های مهندسی بسیار حائز اهمیت است.

در مواد نانوساختار نیز، خواص سطحی می‌توانند تاثیر زیادی بر عملکرد کلی ماده داشته باشند. به‌طور مثال، خواص مکانیکی و الکترونیکی مواد نانوساختار به شدت وابسته به ساختار سطحی و توزیع ذرات نانو در سطح ماده است. به این ترتیب، GI-XD می‌تواند در این زمینه به‌طور خاص اطلاعاتی دقیق و حیاتی از ساختارهای سطحی و مرزهای مشترک بین فازهای مختلف مواد به‌دست دهد.

مقایسه GI-XD با روش‌های سنتی پراش اشعه ایکس (XRD)

در روش‌های سنتی XRD، اشعه ایکس به‌طور عمودی به سطح ماده تابیده و به درون آن نفوذ می‌کند. این روش بیشتر به بررسی ویژگی‌های حجمی مواد می‌پردازد و سطوح و لایه‌های نازک را در نظر نمی‌گیرد. اما در GI-XD، با استفاده از زاویه تابش کم، فقط به لایه‌های سطحی و ساختارهای نانومتری ماده وارد می‌شود. این ویژگی باعث می‌شود که GI-XD حساسیت بالاتری نسبت به سطوح داشته باشد و توانایی آنالیز لایه‌های نازک و فیلم‌های چندلایه را داشته باشد که در XRD سنتی ممکن نیست.

اصول Grazing Incidence X-ray Diffraction (GIXD)

GIXD یک فرم تخصصی از پراکندگی ایکس‌ری است که در آن اشعه ایکس با زاویه‌ای بسیار کم (معمولاً $< 1^\circ$) نسبت به سطح نمونه تابیده می‌شود. این روش به‌طور خاص برای تحلیل مواد با پوشش‌های نازک، فیلم‌های چندلایه و مواد نانوساختاری مناسب است. اصل اصلی GIXD در پراکندگی اشعه ایکس زمانی است که این اشعه با صفحات اتمی ماده تعامل می‌کند. پس از این تعامل، اشعه‌های پراکنده اندازه‌گیری می‌شوند و الگوی پراکندگی حاصل می‌تواند برای استخراج اطلاعات ساختاری در مورد نمونه استفاده شود.

در GIXD دو نوع اصلی پراکندگی معمولاً مشاهده می‌شود:

الف) Specular Reflection: این نوع بازتاب زمانی اتفاق می‌افتد که اشعه ایکس با همان زاویه تابش اولیه بازتاب می‌شود و اطلاعاتی از ساختار کلی لایه‌ها ارائه می‌دهد.

ب) Off-specular Scattering: این پراکندگی زمانی رخ می‌دهد که اشعه از سطح نمونه انحراف پیدا می‌کند و به تحلیل ویژگی‌های سطحی، نقص‌ها و ناهنجاری‌های ساختاری در لایه‌های زیرسطحی می‌پردازد.

Equi-Penetration Grazing Incidence X-ray Diffraction (EP-GIXD)

برای بهبود عمق اطلاعات به‌دست‌آمده از GIXD، تکنیک Equi-Penetration Grazing Incidence X-ray Diffraction EP-GIXD توسعه یافته است. EP-GIXD زاویه تابش را برای هر پیک پراکندگی به‌طور دقیق کنترل می‌کند، به‌طوری که عمق نفوذ اشعه ایکس در طول تجزیه و تحلیل ثابت باقی می‌ماند. این روش به‌ویژه برای تعیین دقیق تنش‌های باقی‌مانده، زبری سطح و ساختار بلوری در لایه‌های نازک یا پوشش‌های سطحی بسیار مؤثر است.

EP-GIXD مزایای زیادی نسبت به روش‌های پراکندگی ایکس‌ری سنتی دارد. این تکنیک اطلاعات دقیق‌تری از لایه‌های سطحی و زیرسطحی فراهم می‌کند و می‌تواند برای اندازه‌گیری پروفایل‌های تنش در طول لایه‌ها استفاده شود. همچنین، EP-GIXD برای مواد لایه‌ای چندگانه کاربرد دارد و به‌ویژه در شبیه‌سازی مواد با خواص پیچیده به‌کار می‌رود.

بررسی تخصصی GIXD در شناسایی ماده

۱- اندازه‌گیری تنش‌های باقی‌مانده

یکی از کاربردهای کلیدی GIXD اندازه‌گیری تنش‌های باقی‌مانده در فیلم‌های نازک و پوشش‌ها است. این تنش‌ها که می‌توانند ناشی از فرآیندهای پوشش‌دهی یا تغییرات محیطی مانند نوسانات دما باشند، تأثیر زیادی بر ویژگی‌های مکانیکی مواد دارند. با استفاده از GIXD، محققان می‌توانند میزان کشش یا فشار را در داخل لایه‌های مختلف اندازه‌گیری کنند و پروفایل تنش را برای تحلیل رفتار ماده تحت شرایط مختلف ایجاد کنند.

برای مثال، از GIXD برای اندازه‌گیری تنش‌های باقی‌مانده در پوشش‌های WC-Co استفاده شده است که در ابزارهای برش کاربرد دارند. این تکنیک توانسته است توزیع تنش‌های باقی‌مانده در عمق پوشش‌ها را به‌دقت تعیین کند.

۲- تحلیل سطح و ساختار مرزی

GIXD همچنین برای تحلیل ویژگی‌های سطح و مرزهای مواد استفاده می‌شود. با استفاده از Off-specular Scattering، می‌توان زبری سطح، نقص‌ها و یکپارچگی ساختاری فیلم‌های نازک را مورد بررسی قرار داد. ترکیب Specular Reflection و Off-specular Scattering تصویر جامعی از سطح ماده به‌دست می‌دهد و GIXD را به ابزاری اساسی برای تحلیل سطوح تبدیل می‌کند. برای مثال، GIXD در مطالعات فیلم‌های پلیمری که نانوذرات در آن‌ها پراکنده شده‌اند، استفاده شده است. این تکنیک توانسته است نحوه توزیع نانوذرات در ماتریس پلیمری و چگونگی تأثیر این توزیع بر خواص کلی ماده را شبیه‌سازی کند.

۳- شبیه‌سازی پوشش‌های نازک و لایه‌ها

یکی دیگر از کاربردهای مهم GIXD در شبیه‌سازی پوشش‌های نازک و لایه‌ها است. این توانایی GIXD برای ارائه داده‌های دقیق از لایه‌های به‌نسبت نازک (تا چند نانومتر) آن را به ابزاری بی‌نظیر برای توسعه و بهینه‌سازی پوشش‌ها تبدیل کرده است. به‌عنوان مثال، از GIXD برای شبیه‌سازی و تحلیل ساختار بلوری و پروفایل تنش در پوشش‌های AlCrTiN استفاده شده است.

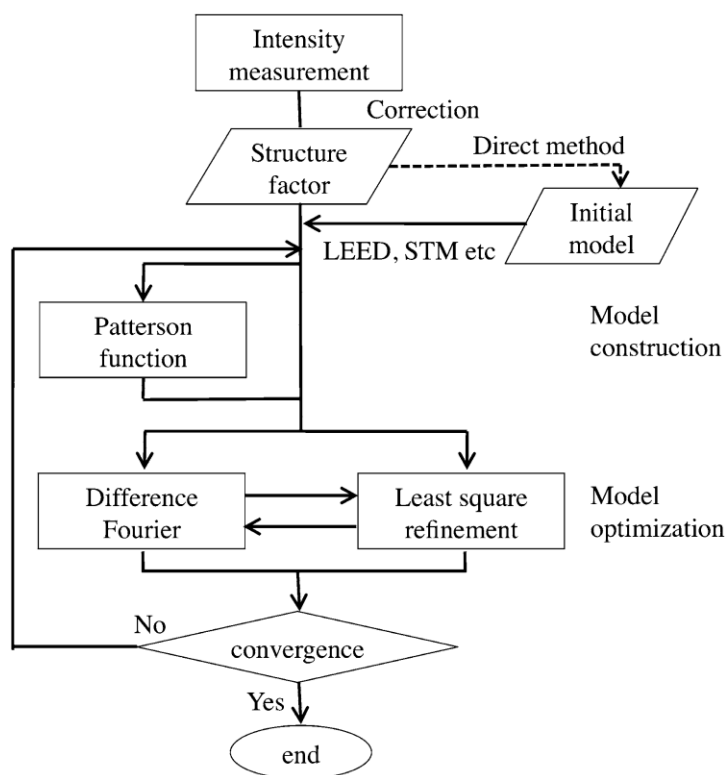
۴- تحلیل مواد نانوساختاری

با پیشرفت نانو تکنولوژی، GIXD تبدیل به ابزاری ضروری برای مطالعه مواد نانوساختاری شده است. این تکنیک توانسته است ویژگی‌های دقیق و اطلاعات ساختاری از مواد نانوساختاری مانند نانوذرات، نانوسیم‌ها و فیلم‌های نانو با ساختار سطحی پیچیده را ارائه دهد.

از مزایای GIXD می‌توان به ویژگی غیرمخرب GIXD اشاره کرد چون تکنیک غیرمخرب است، به این معنا که نمونه‌ها را تغییر نمی‌دهد و می‌توان آن‌ها را بدون آسیب دیدگی تحلیل کرد. این ویژگی به‌ویژه برای مطالعه مواد ارزشمند یا حساس بسیار حائز اهمیت است. از طرفی زاویه کم تابش اشعه ایکس به این معنا است که فقط لایه‌ها و زیرلایه‌های سطحی مورد تحلیل قرار می‌گیرند و این

ویژگی GIXD را برای مواد پوشش‌دار ایده‌آل می‌کند و همچنین دقت فضایی بالا GIXD می‌تواند اطلاعات دقیقی از آرایش اتمی و نقص‌های سطحی در لایه‌ها و ساختار مواد به‌دست آورد که در طراحی و عملکرد مواد نقش حیاتی دارند.

از معایب آن می‌توان به زبری سطح اشاره کرد. زبری سطح می‌تواند موجب پراکندگی‌های اضافی شود که تحلیل آن‌ها را دشوار می‌کند و نیاز به آماده‌سازی دقیق نمونه دارد. در حالی که EP-GIXD دقت عمقی را بهبود می‌بخشد، به‌دست‌آوردن اطلاعات از لایه‌های عمیق‌تر همچنان یک چالش است، به‌ویژه برای فیلم‌های بسیار ضخیم.



شکل ۳- نمودار فرآیند تحلیل ساختار مراحل مختلف تحلیل داده‌های پراکنده‌سازی پرتو ایکس با زاویه گرازی (GIXD) را نشان می‌دهد. این فرآیند شامل دو ورودی اصلی است: فاکتورهای ساختاری و مدل اولیه. مدل اولیه معمولاً از آزمایش‌های قبلی مانند LEED یا STM ساخته می‌شود.

فرآیند تحلیل به‌صورت زیر است:

۱- داده‌های تجربی از طریق پراکنده‌سازی پرتو ایکس جمع‌آوری می‌شود.

مدل اولیه با استفاده از نتایج آزمایش‌های دیگر مانند LEED یا STM ساخته می‌شود.

۲- مدل اولیه با فاکتورهای ساختاری مقایسه شده و اصلاح می‌شود.

۳- در نهایت، از روش‌هایی مانند کمینه‌سازی مجذور خطا برای بهینه‌سازی مدل و تطبیق دقیق‌تر آن با داده‌های تجربی استفاده می‌شود.

روش تحقیق

در این بخش، به تفصیل به روش‌های مورد استفاده در انجام آزمایشات پراش اشعه ایکس در زاویه تابش کم (GI-XD) پرداخته می‌شود. این روش به‌ویژه برای تحلیل ساختارهای سطحی مواد و فیلم‌های نازک کاربرد دارد. از آنجایی که GI-XD یکی از تکنیک‌های پیشرفته برای تحلیل مواد سطحی است، برای دستیابی به نتایج دقیق و معتبر، نیاز به تنظیمات دقیق آزمایشگاهی، داده‌برداری با دقت بالا و پردازش پیچیده داده‌ها داریم.

روش تحقیق در این مطالعه شامل تنظیمات آزمایشگاهی، فرآیند جمع‌آوری داده‌ها و مدل‌سازی داده‌ها است که به‌طور مفصل شرح داده خواهد شد. این بخش نشان می‌دهد که چگونه آزمایشات GI-XD برای بررسی ساختارهای سطحی و نانو مقیاس با استفاده از تجهیزات دقیق و مدل‌های محاسباتی پیشرفته انجام می‌شود.

تنظیمات آزمایشگاهی

برای انجام آزمایش‌های GI-XD، استفاده از تجهیزات دقیق و تنظیمات خاص ضروری است. آزمایش‌های GI-XD معمولاً در یک دستگاه پراش اشعه ایکس با منبع تک‌فام و گوناومتر برای کنترل دقیق زاویه تابش انجام می‌شوند. در اینجا به اجزای اصلی آزمایش و نحوه تنظیم آن‌ها پرداخته می‌شود:

منبع اشعه ایکس

در آزمایش‌های GI-XD، از منابع تابش سنکروترونی یا لامپ‌های اشعه ایکس آزمایشگاهی با طول‌موج تک‌فام استفاده می‌شود. سنکروترون‌ها قادرند تابش‌های با شدت و وضوح بالا تولید کنند که برای GI-XD ضروری است. این منابع تابش باید با دقت تنظیم شوند تا زاویه تابش مورد نظر به‌طور دقیق به سطح نمونه وارد شود.

گوناومتر

گوناومتر یک دستگاه مهم در این آزمایشات است که زاویه تابش و زاویه پراکندگی را کنترل می‌کند. در GI-XD، زاویه تابش باید کمتر از ۱ درجه باشد تا ویژگی‌های سطحی به‌طور کامل مورد تحلیل قرار گیرند. دقت در تنظیم زاویه تابش برای نتایج دقیق و قابل تکرار ضروری است.

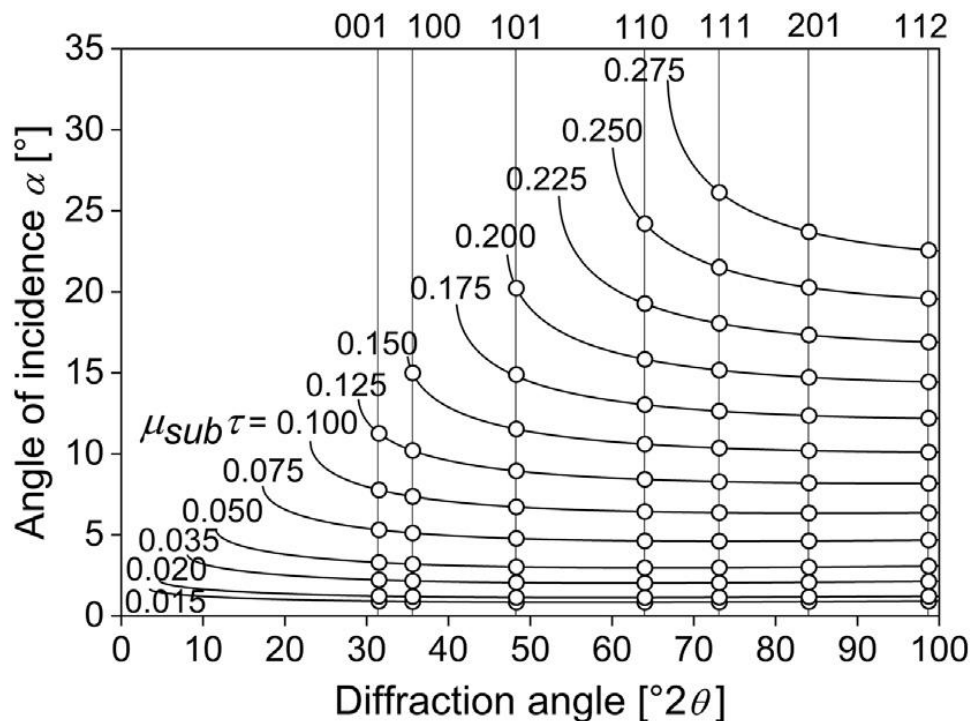
نگهدارنده و پایداری نمونه

نمونه باید به‌طور ثابت و پایدار در محل خود قرار گیرد. هر گونه حرکت یا تغییر موقعیت می‌تواند منجر به نتایج غلط یا عدم دقت در اندازه‌گیری‌ها شود. بنابراین، استفاده از نگهدارنده‌های دقیق و ثابت برای نمونه‌ها ضروری است.

آشکارساز

آشکارسازهای ویژه‌ای برای اندازه‌گیری شدت پراکندگی اشعه ایکس استفاده می‌شوند. این آشکارسازها باید حساسیت بالایی به تغییرات زاویه‌ای و شدت پراش داشته باشند. به‌طور معمول از آشکارسازهایی با دقت بالا و توانایی تشخیص طیف وسیعی از زاویه‌ها و شدت‌ها استفاده می‌شود.

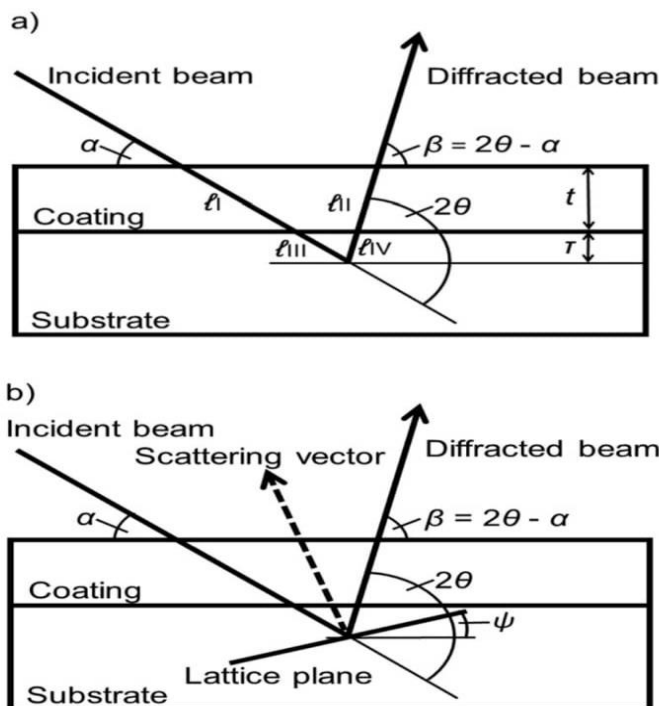
در تصویر زیر، تنظیمات آزمایش GI-XD که برای این تحقیق استفاده شده است، نشان داده شده است.



شکل ۴- زاویه‌های تابش α ، مورد نیاز برای مقادیر خاصی از ضربه تضعیف، که به عنوان تابعی از زاویه پراکندگی 2θ رسم شده‌اند. خطوط عمودی با اندیس‌های hkl در بالای آن‌ها به بازتاب‌های پراکندگی بررسی‌شده از فاز کاربرد تنگستن اشاره دارند.

پارامترهای کلیدی GI-XD

در GI-XD، چندین پارامتر مهم وجود دارد که تأثیر مستقیم بر دقت و صحت نتایج آزمایش دارد. این پارامترها شامل زاویه تابش، عمق نفوذ و بردار پراکندگی هستند که در ادامه توضیح داده می‌شوند.



شکل ۵- الف) و ب) شماتیک هندسه پراکندگی مورد استفاده؛ α زاویه تابش است، β نشان‌دهنده زاویه خروج است، ℓ_I و ℓ_{II} به بخش‌های تابش و خروجی مسیر در پوشش با ضخامت t اشاره دارند، ℓ_{III} و ℓ_{IV} به طول‌های مسیر مربوطه در زیرلایه WC-Co اشاره دارند که برای عمق نفوذ متوسط τ ترسیم شده‌اند؛ 2θ زاویه پراکندگی را نشان می‌دهد، ψ تمایل صفحات شبکه پراکنده‌شونده است؛ بردار پراکندگی به‌عنوان نصف‌الزاویه بین تابش و پرتو پراکنده تعریف می‌شود

زاویه تابش θ

زاویه‌ای که اشعه ایکس با سطح نمونه برخورد می‌کند. این زاویه باید دقیقاً تنظیم شود تا فقط سطح ماده تحت تاثیر قرار گیرد و تحلیل دقیقی از ساختار سطحی حاصل شود.

عمق نفوذ d

عمق نفوذ اشعه ایکس در سطح ماده با توجه به زاویه تابش و طول موج اشعه ایکس محاسبه می‌شود. این عمق باید به‌گونه‌ای باشد که تنها به لایه‌های سطحی نفوذ کند. معادله محاسبه عمق نفوذ به شرح زیر است:

$$d = \lambda / 4\pi \sqrt{n^2 - 1}$$

که در آن λ = طول موج اشعه ایکس و n = ضریب شکست ماده است

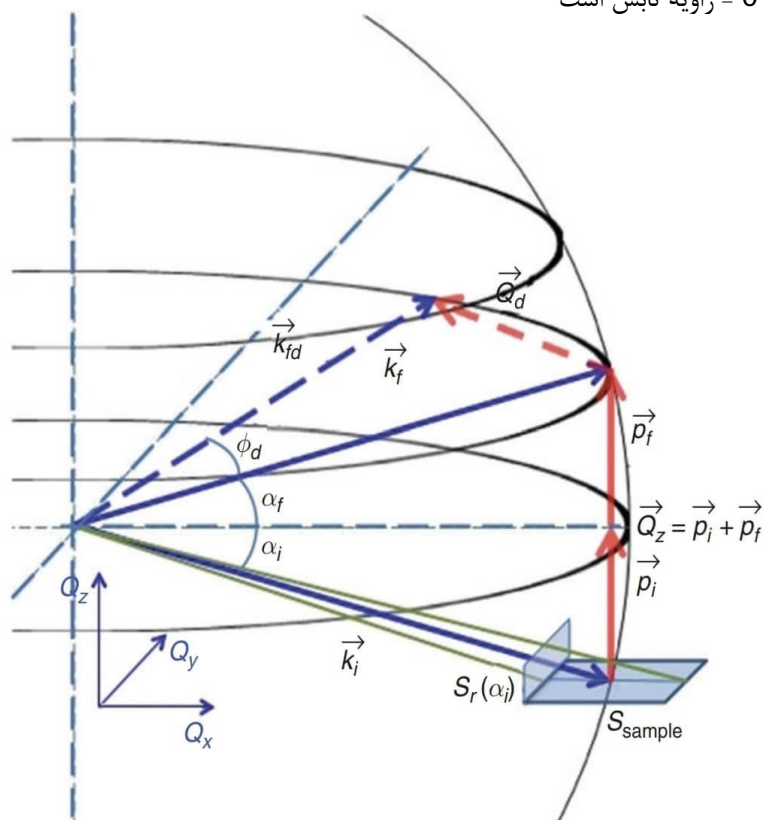
بردار پراکندگی q

بردار پراکندگی در فضای معکوس نشان‌دهنده تغییرات مومنتوم در فرآیند پراش است. این پارامتر برای تحلیل دقیق‌تر ویژگی‌های بلوری و ساختار مواد استفاده می‌شود.

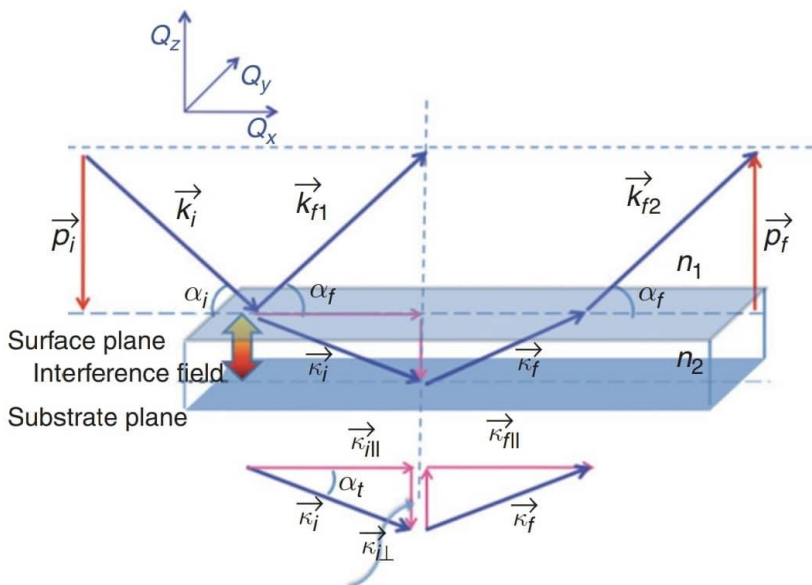
معادله محاسبه بردار پراکندگی به شرح زیر است:

$$q = 4\pi/\lambda \cdot \sin(\theta)$$

که در آن q = بردار پراکندگی، λ = طول موج اشعه ایکس و θ = زاویه تابش است



شکل ۶- نمودار برداری بازتاب مشخص در فضای معکوس با بردارهای خارج از نمونه α_i و α_f زاویه‌های تابش و پراکندگی به سمت و از نمونه هستند $\vec{k}_i$. بردار موج تابشی است، در حالی که $\vec{k}_f$ بردار موج خروجی است؛ $p_i = k_i \sin \alpha_i$ و $p_f = k_f \sin \alpha_f$. انتقال پروژدهای آنها روی عمود سطح هستند $Q_z = p_i + p_f$. انتقال مومنتوم عمود بر سطح را نشان می‌دهد. بردار $\vec{Q}_d$ نمایانگر پراکندگی سطحی در هندسه زاویه grazing است



شکل ۷- قانون اسنل و تداخل داخل یک فیلم روی زیرلایه. نمودار داخل، اجزای بردار موج شکست‌یافته و بازتابیده از زیرلایه را نشان می‌دهد n_1 و n_2 ضریب شکست ماده بالای سطح خلا و لایه نمونه روی زیرلایه هستند. بردارهای $\vec{k}$ و $\vec{p}$ به محیط بالای فیلم تعلق دارند و بردارهای $\vec{k}$ مربوط به محیط شکست یافته در فیلم هستند.

پردازش داده‌ها و مدل‌سازی

پس از جمع‌آوری داده‌های پراش، نیاز به پردازش دقیق آن‌ها برای استخراج اطلاعات مفید از سطح ماده است. این پردازش‌ها شامل حذف نویز پس‌زمینه، مدل‌سازی پیک‌های پراش و تحلیل ساختاری است.

حذف نویز پس‌زمینه

داده‌های پراش معمولاً با نویز همراه هستند که باید قبل از هرگونه تحلیل، حذف شود. این مرحله به حذف سیگنال‌های اضافی و نویزهای ناشی از شرایط محیطی و آزمایشگاهی کمک می‌کند.

مدل‌سازی پیک‌های پراش

برای تجزیه و تحلیل دقیق پیک‌های پراش، از مدل‌های مختلفی مانند گوسی و لورنتزی استفاده می‌شود. این مدل‌ها به شبیه‌سازی دقیق‌تر موقعیت و عرض پیک‌های پراش کمک می‌کنند.

تحلیل ساختاری با استفاده از معادله شرر

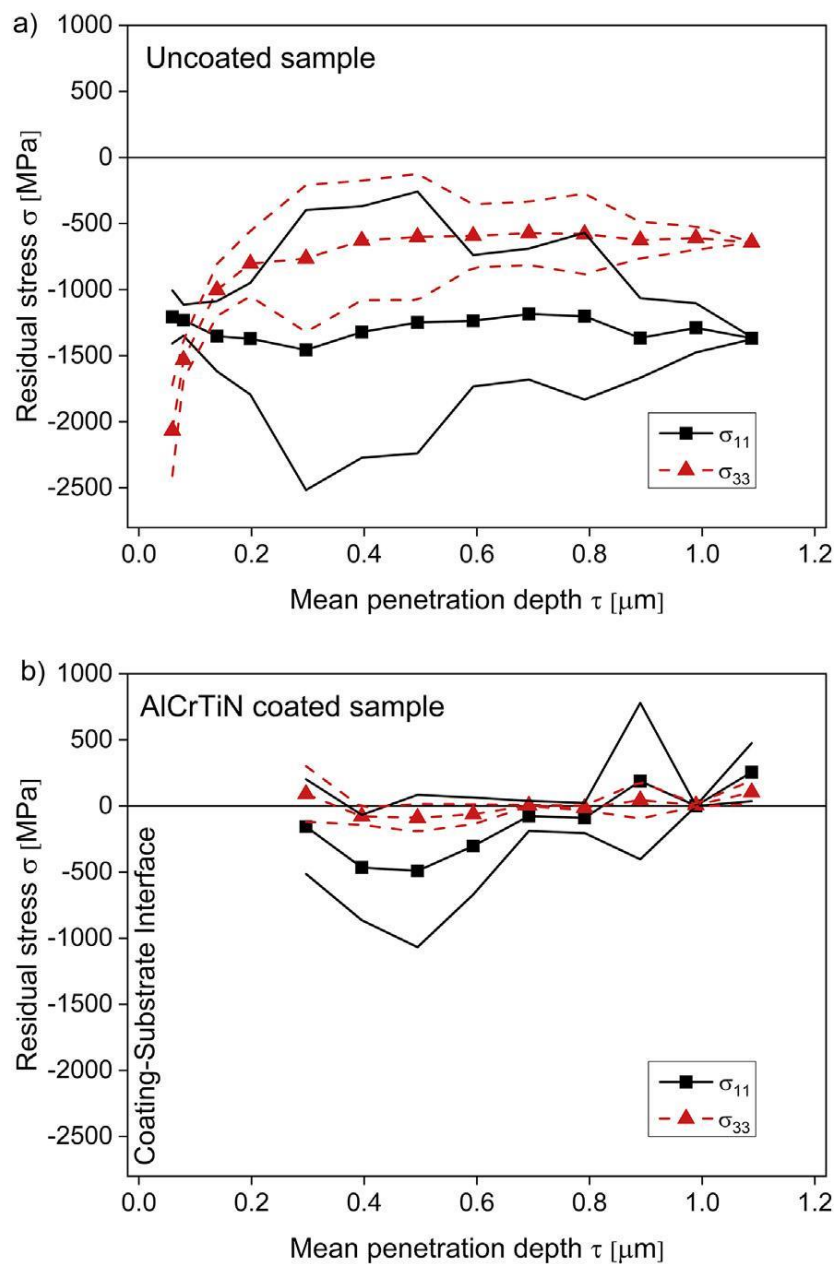
در تحلیل پراکنده‌سازی پرتو ایکس با زاویه گرازی (GIXD)، معادله شرر (Scherrer Equation) برای محاسبه اندازه دانه‌های کریستالی از پهنای پیک‌های پراکنده استفاده می‌شود. این معادله به‌ویژه در تجزیه و تحلیل لایه‌های نازک و مواد با ساختارهای ریزدانه‌ای کاربرد دارد.

معادله شرر به صورت زیر است:

$$D = K\lambda/\beta \cos(\theta)$$

که در آن D = اندازه بلور، K = ضریب شکل (تقریباً برابر با ۰.۹)، β = پهنای پیک پراکنده است (به‌طور معمول در واحد رادیان اندازه‌گیری می‌شود) و θ = نصف زاویه براگ (یا زاویه پراکنده) است که برای پیک‌های پراکنده از ساختار کریستالی اندازه‌گیری می‌شود.

پهنای پیک (β) به‌طور مستقیم با اندازه دانه‌ها ارتباط دارد؛ هرچه اندازه دانه‌ها کوچکتر باشد، پهنای پیک‌ها بزرگتر است. این معادله برای تعیین اندازه متوسط دانه‌ها در مواد کریستالی مفید است، به‌ویژه زمانی که خواسته می‌شود اندازه دانه‌های تشکیل‌دهنده یک سطح یا لایه نازک محاسبه شود. در استفاده از این معادله، اندازه دانه‌ها به‌طور معمول در مقیاس نانو (نانومتر) محاسبه می‌شود و برای مواد نانوساختار و فیلم‌های نازک که دارای دانه‌های کوچکی هستند، کاربرد فراوان دارد.



شکل ۸- تنش‌های باقی‌مانده تعیین‌شده در فاز WC در جهتی موازی با سطح نمونه σ_{11} (نشان‌داده شده با مربع‌ها) و عمود بر سطح نمونه σ_{33} (مثلث‌ها) که به‌عنوان تابعی از عمق نفوذ متوسط τ رسم شده‌اند برای الف) نمونه بدون پوشش، و ب) نمونه پوشش داده شده با ۲.۳ میکرومتر AlCrTiN. خط‌ها به‌طور جداگانه با خطوط ممتد و نقطه‌چین نشان داده شده‌اند.

روش های تحلیلی

۱- تحلیل داده های پراکندگی:

برای تعیین ساختارهای سطحی، نیاز است که داده های تجربی حاصل از پراکندگی پرتو ایکس جمع آوری شده و سپس با استفاده از مدل های نظری و تجربی تحلیل شوند. یکی از مهم ترین قسمت های این تحلیل ها استفاده از Rod های قطع بلور (CTR) است که در آن ها سیگنال های پراکندگی از سطوح مختلف در یک محیط بلوری بررسی می شوند.

۱-۱- محاسبه ساختار فاکتورها (Structure Factors)

ساختار فاکتور، که به صورت فیزیکی مرتبط با شدت پراکندگی است، به شدت از موقعیت اتم ها در شبکه بلوری و نحوه ترتیب آن ها در سطح تأثیر می گذارد. برای تحلیل دقیق تر، این فاکتورها باید از شدت های پراکندگی تجربی به دست آیند. برای یک سیستم بلوری که از قسمت سطحی و بخش bulk (جامد) تشکیل شده است، ساختار فاکتور نمونه به صورت زیر محاسبه می شود

$$F_{\text{sample}} = F_{\text{bulk}} + \exp(-2\pi i Q \cdot \Delta r) F_{\text{surf}}$$

۱-۲- ساختار فاکتورها برای لایه های سطحی و اتم های جذب شده

در اینجا، یک مدل ساختاری برای سیستم های جذب شده (مانند اتم های جذب شده بر روی سطح) معرفی می شود. در این مدل، فاکتورها برای اتم های موجود در لایه های سطحی و جذب شده به صورت زیر محاسبه می شوند

$$G_{\text{adsorbed}} \exp(2\pi i L z_{\text{ad}}) + \text{surface layers } F + \text{bulk } F = \text{sample } F$$

۱-۳- فرم کلی ساختار فاکتورها برای اتم ها در لایه های مختلف

در این مرحله، ساختار فاکتورها برای اتم ها در لایه های مختلف به شکل زیر محاسبه می شود

$$G_{\text{bulk}} \exp(-2\pi i L n) \sum_{n=1}^{\infty} = \text{bulk } F$$

$$G_{\text{surface layers}} \exp(2\pi i L z_i) \sum_{n=1}^N = \text{surface layers } F$$

G_{bulk} و $G_{\text{surface layers}}$ فاکتورهای ساختاری برای بخش bulk و لایه های سطحی هستند.

z_i موقعیت عمودی اتم ها در لایه های مختلف سطحی را نشان می دهد.

۲- روش Patterson

روش Patterson برای تحلیل ساختارهای سطحی به‌ویژه برای سیستم‌هایی که فازها (phase) در دسترس نیستند، استفاده می‌شود. در این روش، تابع Patterson برای محاسبه موقعیت‌های اتمی از طریق فاکتورهای ساختاری استفاده می‌شود

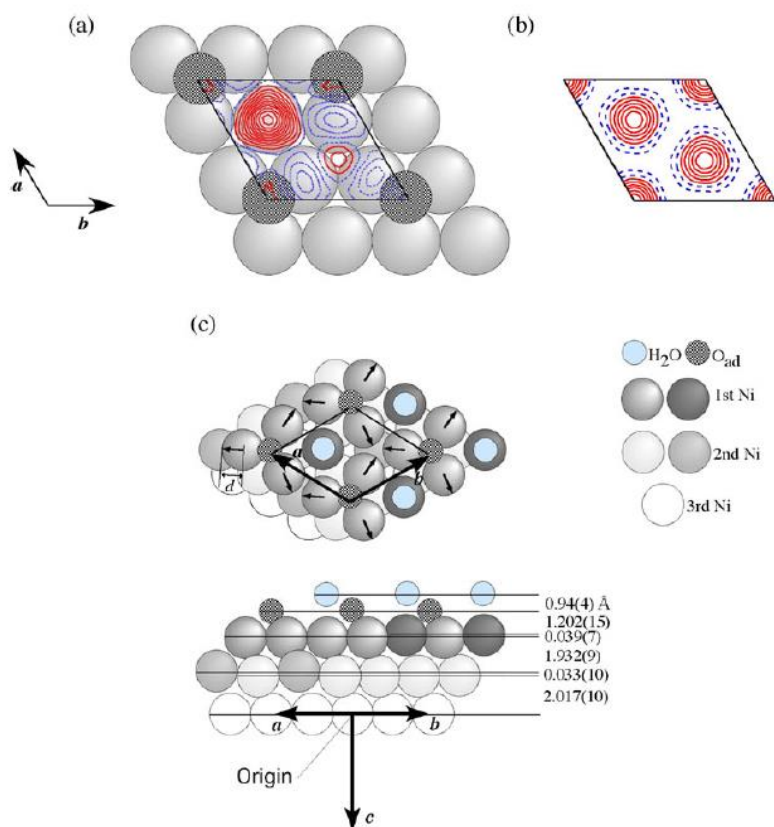
$$(|Lz + Ky + F_{\text{exp}}|^2 \cos(2\pi i(Hx) \sum_{HKL} \frac{1}{V} = P(x, y, z)$$

۳- تحلیل‌های فوریه تفاوتی (Difference Fourier)

در این مرحله، از روش تحلیل‌های فوریه تفاوتی برای شناسایی اتم‌های گمشده استفاده می‌شود. این روش به کمک داده‌های ساختاری به‌دست‌آمده از آزمایش‌های پراکندگی، الگوهای الکترونی را برای اتم‌های گمشده محاسبه می‌کند

$$((Lz + Ky + F_{\text{exp}}) \cos(2\pi i(Hx) - |F_{\text{calc}}|) \sum_{HKL} \frac{1}{V} = \Delta\rho(x, y, z)$$

این تصویر نشان‌دهنده نقشه چگالی الکترونی تفاوتی است که برای اصلاح مدل‌های ساختاری سطحی استفاده می‌شود. با این نقشه‌ها، می‌توان اتم‌های گمشده را شناسایی کرده و ساختار سطحی را به‌طور دقیق‌تر تحلیل کرد.



شکل ۹- (الف) نمودار نقشه کانطور درون صفحه تفاوت چگالی الکترون بالای سطح $\text{\AA}$ محاسبه شده با روش سنتر تفاوت فوریه در ارتفاع $2/\circ$ خطوط پیوسته و خطوط چین نشان K در 140° $p(2 \times 2)$ -Ni(111)-O دهنده چگالی الکترون‌های مثبت و منفی هستند که به ترتیب در هر 0.5° که از $p(2 \times 2)$ ترسیم شده‌اند. (ب) تابع پترسون برای سلول واحد $3\text{-}\text{\AA}$ محاسبه می‌شود. $L = 0.3$ فاکتورهای ساختار داخل صفحه اندازه‌گیری شده در خطوط توپر و خطوط نقطه چین به ترتیب نشان دهنده سطح کانطور مثبت و منفی هستند. (ج) ساختار سطح بر اساس پارامترهای بهینه برای آب فلش‌ها K پس از بازپخت تا 140° $p(2 \times 2)$ -Ni(111)-O جذب شده جهت تغییر اتمی را از موقعیت توده نشان می‌دهند.

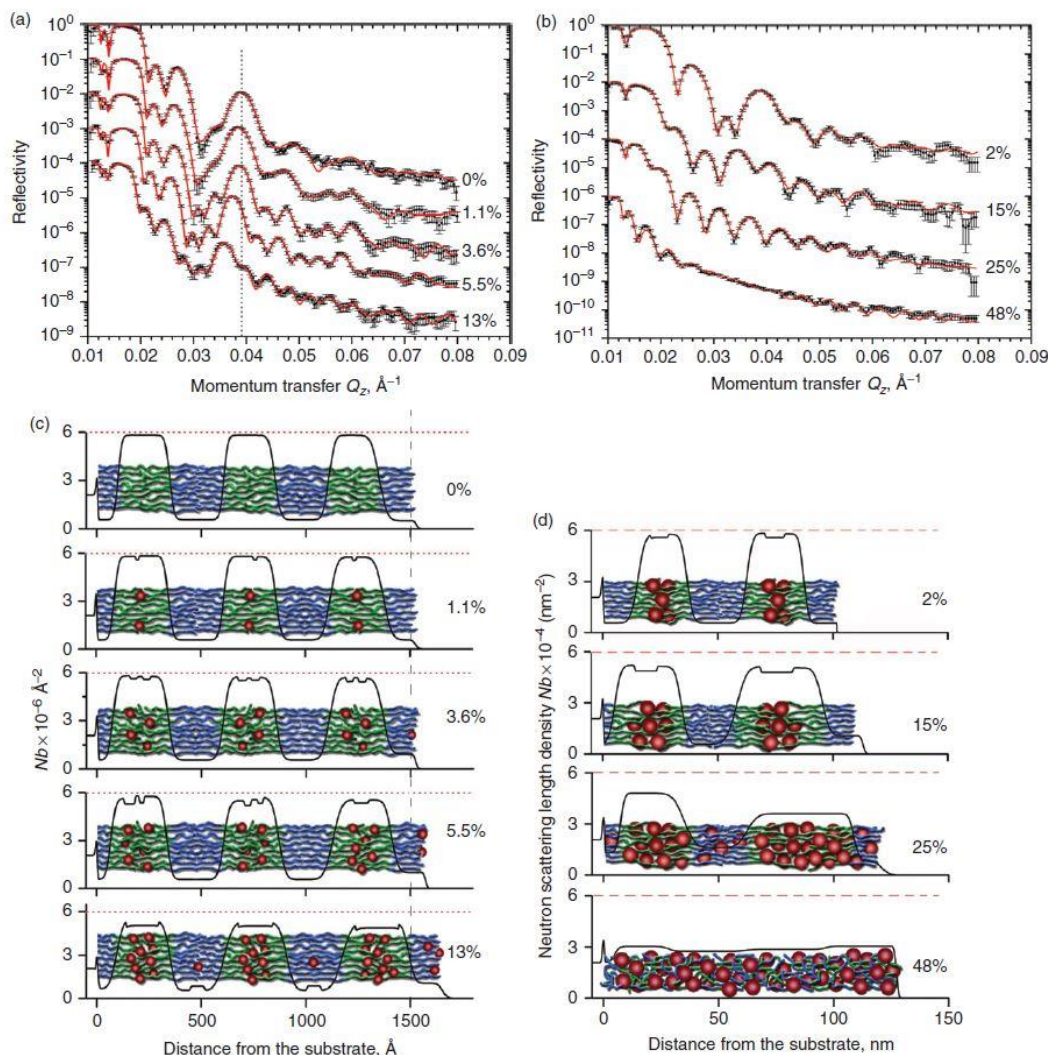
۴- مدل سازی و بهینه سازی ساختار

پس از محاسبه و تصحیح فاکتورها، باید یک مدل اولیه برای ساختار سطحی ایجاد کرده و آن را با داده های تجربی مقایسه کرد. سپس از روش کمینه سازی مجذور خطا (Least Squares) برای بهینه سازی مدل استفاده می شود تا بهترین تطابق ممکن بین مدل و داده های تجربی ایجاد شود.

$$\frac{\sum_{HKL} \frac{1}{N-p} \left(\frac{|F_{\text{calc}}|^2 - |F_{\text{exp}}|^2}{|F_{\text{calc}}|^2} \right)^2}{\sum_{HKL} \frac{1}{N-p}} = \chi^2$$

نتایج

در این بخش، به جمع بندی و تحلیل نتایج به دست آمده از مطالعه پراش اشعه ایکس در زاویه تابش کم (GI-XD) پرداخته می شود. GI-XD به عنوان یک تکنیک پیشرفته، قادر است اطلاعات دقیق و ارزشمندی از ساختارهای سطحی، تنش ها و ویژگی های بلوری مواد در مقیاس نانو ارائه دهد. در این بخش، مزایا، محدودیت ها و پتانسیل های آینده این تکنیک برای تحقیقات علمی و کاربردهای صنعتی مورد بررسی قرار می گیرد.

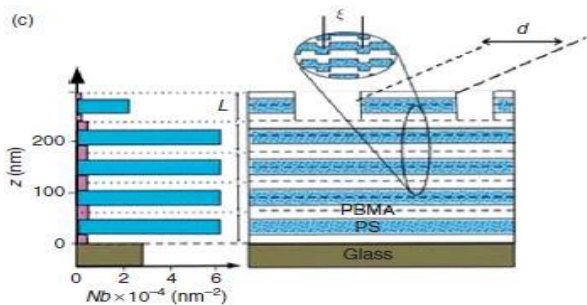
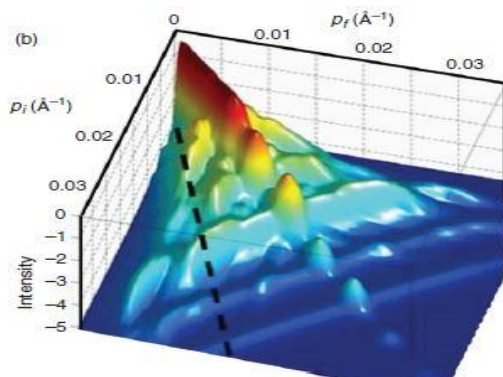
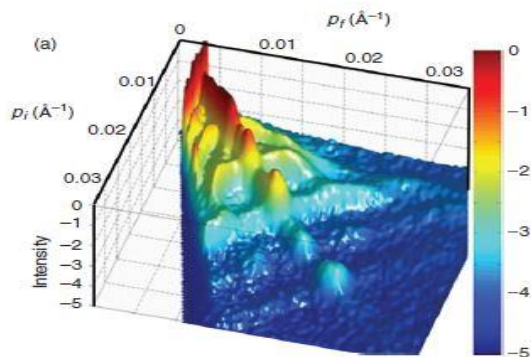


شکل ۱۰- این تصاویر نتایج تجربی از تحلیل داده‌های specular reflection و off-specular scattering در نمونه‌های فیلم پلیمری (PS-d-b-PBMA) با و بدون نانوذرات را نشان می‌دهند. در این تصاویر، مشخص است که حضور نانوذرات در فیلم‌های پلیمری باعث تغییر در پروفایل SLD (چگالی طول پراکندگی) و اختلال در الگوهای لایه‌ای می‌شود. همچنین، پراکندگی‌های off-specular به وضوح اطلاعات بیشتری از نحوه توزیع و نظم نانوذرات در فیلم‌های پلیمری ارائه می‌دهند.

اهمیت GI-XD در تحقیق و صنعت

GI-XD به‌عنوان یکی از تکنیک‌های پیشرفته تحلیل سطحی، توانسته است در طی سال‌های اخیر به ابزاری کلیدی برای مشخصه‌یابی مواد در مقیاس‌های نانو و میکرو تبدیل شود. برخلاف روش‌های سنتی XRD که تنها به خواص حجمی مواد پرداخته و تحلیل سطحی را نادیده می‌گیرند، GI-XD با استفاده از زاویه تابش کم تنها به لایه‌های سطحی ماده نفوذ می‌کند و از این طریق می‌تواند اطلاعات دقیق‌تری از ویژگی‌های سطحی و ترکیبات نانوساختاری به‌دست آورد.

این تکنیک در بسیاری از صنایع، از جمله صنعت نیمه‌هادی‌ها، پوشش‌های مقاوم به خوردگی، و نانوتکنولوژی کاربرد دارد. در این صنایع، ویژگی‌های سطحی مواد می‌توانند تاثیر زیادی بر عملکرد کلی ماده و دستگاه‌های الکترونیکی داشته باشند. برای مثال، در صنعت نیمه‌هادی‌ها، که نیاز به کنترل دقیق خواص سطحی دارند، GI-XD می‌تواند به تحلیل ساختار و ویژگی‌های سطحی کمک کرده و بر کارایی دستگاه‌ها تأثیر مثبت بگذارد.



شکل ۱۱- در این تصویر، پراکندگی Off-specular از فیلم‌های پلیمری و پوشش‌های چندلایه بررسی شده است. نمودارها نشان می‌دهند که چگونه پیک‌های برگه (Bragg peaks) در پراکندگی Specular و Off-specular مشاهده می‌شوند و بر اساس آن، ساختار لایه‌ها تجزیه و تحلیل می‌شود.

مزایای GI-XD نسبت به سایر تکنیک‌ها

GI-XD مزایای زیادی نسبت به دیگر تکنیک‌های مشابه مانند XRD سنتی دارد. یکی از بزرگترین مزایای آن این است که تنها بر روی سطح مواد تمرکز دارد و از این رو قادر است اطلاعات دقیقی در مورد لایه‌های سطحی و فیلم‌های نازک به‌دست آورد. در روش‌های XRD سنتی، که به تحلیل مواد حجمی می‌پردازد، اطلاعات سطحی مورد نیاز به‌طور کامل در دسترس نیست.

دیگر مزیت مهم GI-XD غیرمخرب بودن آن است. این ویژگی به‌ویژه در تحقیقات مربوط به مواد حساس و نانو ساختارها اهمیت زیادی دارد. برخلاف برخی از تکنیک‌های دیگر که برای بررسی ساختار مواد نیاز به آماده‌سازی خاصی دارند، GI-XD امکان تحلیل مواد را بدون آسیب به نمونه فراهم می‌آورد.

چالش‌ها و محدودیت‌های GI-XD

اگرچه GI-XD یکی از پیشرفته‌ترین تکنیک‌ها برای تحلیل سطحی است، اما با محدودیت‌ها و چالش‌هایی نیز روبه‌رو است. یکی از بزرگترین مشکلات این تکنیک، نیاز به تنظیم دقیق زاویه تابش است. به دلیل اینکه GI-XD تنها به سطح ماده نفوذ می‌کند، هرگونه تغییر در زاویه تابش می‌تواند منجر به خطا در نتایج و تحلیل‌های سطحی شود. بنابراین، دقت در تنظیم زاویه تابش از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است.

هزینه‌های بالای تجهیزات نیز یکی دیگر از محدودیت‌های GI-XD است. این تکنیک معمولاً نیاز به استفاده از منابع تابش سنکروترونی دارد که خود هزینه‌بر هستند. همچنین، برای انجام آزمایش‌های GI-XD با دقت بالا، نیاز به دستگاه‌های آشکارسازی پیشرفته و گزارش‌دهی دقیق از نتایج وجود دارد که می‌تواند هزینه‌های عملیاتی را افزایش دهد.

پتانسیل‌های آینده GI-XD

با وجود چالش‌ها و محدودیت‌های ذکرشده، پتانسیل‌های آینده GI-XD بسیار چشمگیر است. پیشرفت‌های فناوری‌های سنکروترونی و مدل‌سازی‌های محاسباتی می‌تواند دقت و حساسیت این تکنیک را به‌طور چشمگیری افزایش دهد. به‌ویژه، استفاده از منابع تابش جدید که قادر به ایجاد پرتوهای با کیفیت بالاتر هستند، می‌تواند موجب افزایش دقت تحلیل‌ها و سرعت آزمایشات GI-XD شود.

علاوه بر این، الگوریتم‌های یادگیری ماشین و هوش مصنوعی می‌توانند در پردازش داده‌ها و تحلیل خودکار الگوهای پراش GI-XD به‌کار گرفته شوند. این الگوریتم‌ها می‌توانند به شناسایی پیک‌های پراش، تحلیل ترکیب فازی، و حتی پیش‌بینی خواص سطحی مواد کمک کنند.

نقش GI-XD در تحقیقات نانوتکنولوژی و مواد پیشرفته

GI-XD به‌ویژه در تحقیقات نانوتکنولوژی و مواد پیشرفته که خواص سطحی آن‌ها نقش مهمی در کارکرد کلی ماده دارند، اهمیت ویژه‌ای دارد. در مواد نانوساختار، که ویژگی‌های سطحی می‌توانند تأثیر زیادی بر خواص الکترونیکی و مکانیکی ماده داشته باشند، GI-XD قادر است ساختار نانویی مواد را با دقت بالایی مورد بررسی قرار دهد. این اطلاعات می‌تواند در طراحی مواد جدید با ویژگی‌های خاص و پوشش‌های مقاوم به خوردگی استفاده شود.

در مجموع، پراش اشعه ایکس در زاویه تابش کم (GI-XD) به‌عنوان یک تکنیک قدرتمند برای تحلیل ساختارهای سطحی و نانومقیاس، مکانیزم‌های غیرمخرب را در اختیار پژوهشگران قرار می‌دهد. این تکنیک توانایی ارائه اطلاعات دقیق از لایه‌های سطحی، توزیع تنش‌ها، ساختار بلوری، و ترکیب فازی مواد را فراهم می‌آورد و به‌ویژه در صنایع الکترونیکی، نانوتکنولوژی، و پوشش‌ها کاربرد دارد. با پیشرفت‌های تکنولوژیکی و توسعه روش‌های جدید پردازش داده‌ها، پتانسیل GI-XD برای استفاده در مطالعات پیچیده‌تر و تحقیق در مواد پیشرفته به‌طور چشمگیری افزایش خواهد یافت.

- 1- Lauter, R. et al(٢٠١٢) . Advanced Methods in X-ray Diffraction, Journal of Materials Analysis.
- 2- Arnaud, M. et al(١٩٨٩) . Thin Film Surface Analysis, Materials Science Review.
- 3- Takahashi, H. et al(٢٠٠٢) . G-GIXD Characterization of GaN, Journal of Crystal Growth.
- 4- Angerer, P. et al(٢٠١٩) . Residual Stress Profiling with EP-GIXD, International Journal of Refractory Metals.
- 5- Cullity, B. D., & Stock, S. R(٢٠٠١) . Elements of X-ray Diffraction, Prentice Hall.
- 6- Warren, B. E(١٩٩٠) . X-ray Diffraction, Dover Publications.
- 7- Fewster, P. F(٢٠٠٣) . X-ray Scattering from Semiconductors, Imperial College Press.
- 8- Als-Nielsen, J., & McMorrow, D(٢٠١١) . Elements of Modern X-ray Physics, Wiley.