

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2166184

Российским агентством по патентам и товарным знакам на основании Патентного закона Российской Федерации, введенного в действие 14 октября 1992 года, выдан настоящий патент на изобретение

РЕНТГЕНОВСКИЙ РЕФЛЕКТОМЕТР

Патентообладатель(ли):

Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН

по заявке № 99113789, дата поступления: 23.06.1999

Приоритет от 23.06.1999

Автор(ы) изобретения:

*Шурьянский Александр Георгиевич,
Пиршин Игорь Владимирович*

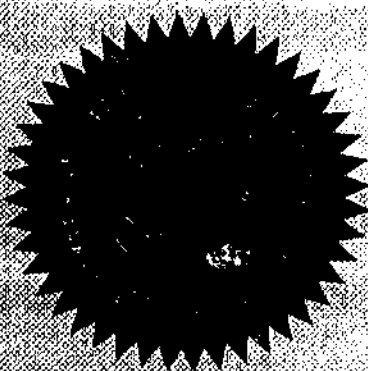
Патент действует на всей территории Российской Федерации в течение 20 лет с 23 июня 1999 г. при условии своевременной уплаты пошлины за поддержание патента в силе

Зарегистрирован в Государственном реестре изобретений Российской Федерации

г. Москва, 27 апреля 2001 г.

Генеральный директор

А.Д. Корсакин





(19) RU (11) 2166184 (13) C2

(51) 7 G 01 B 15/08, G 01 N 23/20

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ к патенту Российской Федерации

1

(21) 99113789/28 (22) 23.06.1999

(24) 23.06.1999

(43) 27.03.2001, бюл. № 9

(46) 27.04.2001 Бюл. № 12

(72) Турьянский А.Г., Пиршин И.В.

(71) (73) Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН

(56) RU 2104481 С, 10.02.1998. SU 1516916 А, 23.10.1989. SU 978672 А, 27.09.1996. SU 550565 А, 15.03.1977.

Адрес для переписки: 117924, Москва, В-333, Ленинский пр-т 53, Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Патентный отдел

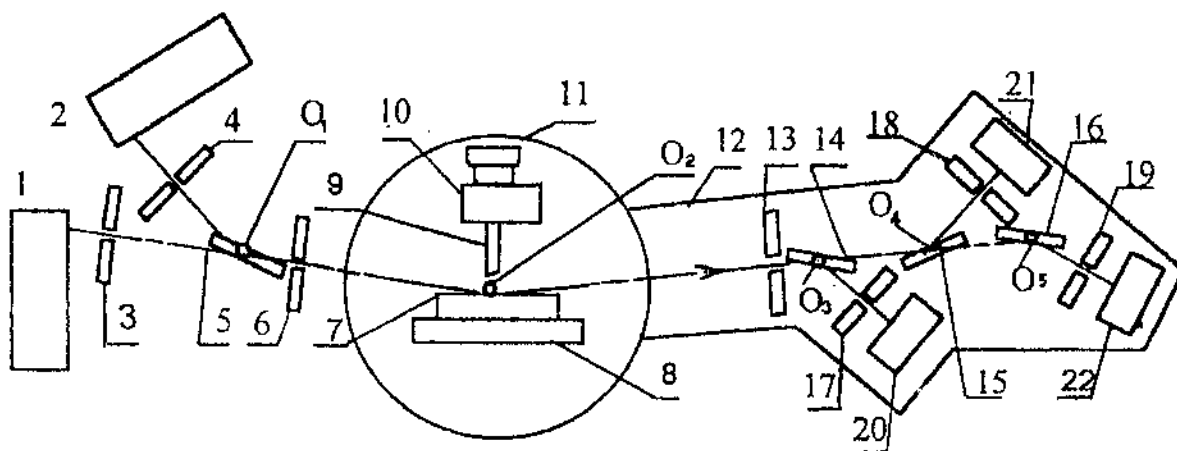
(54) РЕНТГЕНОВСКИЙ РЕФЛЕКТОМЕТР

(57) Изобретение относится к области рентгенотехники и может использоваться для контроля плотности, состава, толщины пленок, а также для определения параметров

2

кристаллической структуры. Устройство содержит источник полихроматического рентгеновского излучения, средства коллимации рентгеновского пучка, держатель образца, поворотный кронштейн и средства детектирования излучения. На поворотном кронштейне размещен ряд монохроматоров. Перед держателем образца установлен второй источник излучения. Между источниками излучения и держателем образца установлен полупрозрачный монохроматор. Устройство позволяет одновременно облучать указанный монохроматор с противоположных сторон под разными углами. Изобретение позволяет проводить измерения на трех или более спектральных линиях и обеспечивает высокую точность и производительность измерений. 3 з.п.ф-лы, 6 ил.

RU 2166184 C2



Фиг.1

Изобретение относится к области рентгенотехники и может быть использовано для определения плотности, состава и толщины поверхностных слоев и тонких пленок, шероховатости и радиуса кривизны оптически гладкой поверхности рентгенооптическими методами, а также для измерения структурных параметров материалов методами дифрактометрии.

Известен рентгеновский рефлектометр, содержащий источник полихроматического рентгеновского излучения, средства коллимации рентгеновского пучка, монохроматор, держатель образца, детектор излучения и средства углового перемещения держателя образца и детектора излучения [1]. Указанное устройство по существу является вариантом двухкристального рентгеновского спектрометра, широко используемого в рентгеновской дифрактометрии.

В устройстве [1] монохроматор размещен по ходу пучка между источником полихроматического рентгеновского излучения и держателем образца. Поэтому для настройки на новую спектральную линию требуется поворот на новый брэгговский угол как монохроматора, так и наиболее массивных элементов измерительной схемы: источника рентгеновского излучения и оптико-механического гониометра, на котором обычно размещены держатель образца, детектор излучения, средства углового перемещения держателя образца и детектора излучения. Изменение взаимного расположения указанных элементов рентгеновской схемы и последующая юстировка требует больших затрат времени, обычно превышающих в десятки раз продолжительность измерения параметров образцов. Кроме того, юстировка сопряжена с повышенным риском облучения оператора, поскольку ряд операций необходимо проводить вручную при включенном источнике излучения. По этой причине измерения угловых зависимостей коэффициента отражения и дифрактометрия кристаллических образцов с помощью указанного устройства производятся практически всегда на одной длине волны.

Известен также рентгеновский рефлектометр, содержащий источник полихроматического рентгеновского излучения, средства коллимации рентгеновского пучка, держатель образца, поворотный кронштейн, монохроматор (кристалл-анализатор), размещенный на указанном поворотном кронштейне, и детектор излучения [2].

В указанном устройстве монохроматор в виде кристалла-анализатора расположен

между держателем образца и детектором излучения. Поэтому переход на новый участок спектра требует меньших затрат времени по сравнению с двухкристальным спектрометром. Это обусловлено тем, что при юстировке поворачиваются только монохроматор и детектор излучения, а массивные элементы измерительной схемы: источник излучения и основное гониометрическое устройство не перемещаются и положение луча относительно оси вращения образца и приемной щели детектора не изменяется.

Основной недостаток указанного устройства - неконтролируемые ошибки при измерениях в различных участках спектра. Эти ошибки обусловлены тем, что эти измерения проводятся последовательно после значительного интервала времени, необходимого для геометрической юстировки и настройки аппаратуры на новый участок спектра. В результате изменяются условия регистрации данных вследствие дрейфа электрических параметров источника рентгеновского излучения, детектора и электронного канала обработки данных, возможных изменений температурного режима и геометрии при повторной установке образца и элементов коллимационной системы.

В качестве прототипа заявляемого устройства выбран рентгеновский рефлектометр [3], содержащий источник полихроматического рентгеновского излучения, средства коллимации рентгеновского пучка, держатель образца, поворотный кронштейн, ряд монохроматоров, размещенных на указанном поворотном кронштейне, и средства детектирования излучения. Монохроматоры и средства детектирования излучения указанного устройства могут быть настроены на две различные длины волн. Это позволяет проводить регистрацию излучения одновременно в двух участках спектра и исключить ошибки, характерные для устройства [2].

Недостаток указанного устройства - недостаточное угловое разрешение пиков при относительной рефлектометрии, а также недостаточные точность и производительность измерений при дифрактометрии параметров структуры некоторых материалов. Это обусловлено следующими причинами.

В качестве источника полихроматического рентгеновского излучения в указанном устройстве используется рентгеновская трубка. Известно, что ее спектр наряду с белым излучением содержит только две интенсивные характеристические линии K_{α} и K_{β} . Причем K_{α} является дублетом линий, различающихся по длине волны на величину

0,1-0,3%, а линии K_{α} и K_{β} отличаются на величину $\sim 10\%$.

Для прецизионных измерений параметра кристаллической решетки углы дифракции θ должны находиться в пределах $60 - 80^\circ$. Так как параметр элементарной ячейки и ориентация монокристалла заданы заранее, то для получения брэгговского условия отражения в указанном угловом диапазоне длина волны используемого излучения должна находиться в определенном диапазоне. Очевидно, что для двух близких по энергии спектральных линий возможность подбора необходимой длины волны резко ограничена.

Наличие только двух близких по энергии спектральных линий требует также значительных затрат времени на поиск дифракционных отражений в тех случаях, когда параметр периодической структуры или кристаллографическая ориентация образца точно не известны.

При создании настоящего изобретения решались задачи повышения точности и производительности измерений.

Основными техническими результатами изобретения являются повышение точности определения состава путем увеличения углового разрешения пиков при относительной рефлектометрии в соответствии с выражением $(\lambda_1 - \lambda_2)/\lambda_1$, где λ_1, λ_2 - выбранные рабочие длины волн используемого излучения. Другим техническим результатом является уменьшение ошибки измерения параметра периодической структуры d в соответствии с выражением $\Delta d/d = \text{ctg}\theta(\lambda)\Delta\theta$, где d - параметр структуры, θ - брэгговский угол дифракционного максимума, λ - длина волны используемого излучения. Другой технический результат - сокращение времени поиска дифракционных рефлексов при контроле кристаллических образцов и многослойных структур, что обеспечивает повышение производительности измерений.

В соответствии с изобретением указанные технические результаты достигаются тем, что рентгеновский рефлектометр, содержащий источник полихроматического рентгеновского излучения, средства коллимации рентгеновского пучка, держатель образца, поворотный кронштейн, ряд монохроматоров, размещенных на указанном поворотном кронштейне, и средства детектирования излучения, дополнительно содержит второй источник излучения, по меньшей мере один полупрозрачный монохроматор, расположенный по ходу рентгеновского пучка между источниками излучения и держателем образца, и средства углового перемещения второго источника излучения и полупрозрачного

монохроматора, при этом предусмотрено возможность установки полупрозрачного монохроматора в положение, при котором осуществляется одновременное облучение двумя указанными источниками излучения противоположных сторон полупрозрачного монохроматора под разными углами.

Указанные технические результаты достигаются также тем, что указанный рефлектометр содержит два полупрозрачных монохроматора, расположенных между источниками рентгеновского излучения и держателем образца, причем указанные полупрозрачные монохроматоры выполнены с возможностью независимого поворота вокруг собственных осей вращения и установки в ряд по прямой, проходящей через ось держателя образца.

Указанные технические результаты достигаются также тем, что источником полихроматического рентгеновского излучения являются рентгеновские трубки, аноды которых выполнены из различных материалов.

Указанные технические результаты достигаются также тем, что углы между отрезками прямых, проведенных от осей вращения указанных полупрозрачных монохроматоров к фокусам источников рентгеновского излучения, равны соответствующим удвоенным брэгговским углам для K_{α} и линий анода второго источника излучения.

Сущность предложенного технического решения заключается в том, что в коллимационную систему рентгеновского рефлектометра, формирующую падающий на образцы пучок, с помощью одного или нескольких полупрозрачных монохроматоров вводятся одна или несколько спектральных линий рентгеновской трубки с другим материалом анода. При этом излучение от второго источника излучения направляется по той же направленности, что и излучение от первого источника. После отражения от образцов излучение расщепляется рядом полупрозрачных монохроматоров, установленных поворотном кронштейне, и одновременно регистрируется соответствующими детекторами излучения. Наличие существенно различающихся по длине волны спектральных линий позволяет, во-первых, проводить измерения в угловой зоне, в которой геометрические ошибки минимальны. Во-вторых, это обеспечивает возможность одновременно исследовать характеристики периодических структур в 3 и более диапазонах изменения периода, что сокращает время анализа образца и увеличивает производительность. При рефлектометрии

позволяет выбрать либо сильно различающиеся длины волн для изменения, например, глубины проникновения излучения либо, напротив, выбрать близкие длины волн, обеспечивающие получение острых пиков с малой угловой полушириной при относительных измерениях.

Работа заявляемого устройства поясняется на фигурах 1-6.

Фиг. 1. Общий вид измерительной схемы рентгеновского рефлектометра с тремя рабочими длинами волн.

Фиг. 2. Угловые зависимости коэффициента пропускания T (кривые 1 и 2) и отражения R (кривые 3 и 4) полупрозрачной пластины пиролитического графита толщиной 88 мкм для характеристических линий меди CuK_{α} , CuK_{β} .

Фиг. 3. Схема ввода 4 характеристических линий от 2 источников излучения в измерительный канал рентгеновского рефлектометра.

Фиг. 4, а, б. Угловые зависимости отношения коэффициентов отражения $R(\lambda_1, \theta)/R(\lambda_2, \theta)$ при облучении подложки Si с локальными покрытиями из аморфного C (плотность 2 г/см³) и Al при процентном соотношении площадей отражающих участков: C - 45, Si - 30, Al - 25;

а) для линий CuK_{α} ($\lambda_1 = 0,154$ нм) и CuK_{β} ($\lambda_2 = 0,139$ нм), б) для линий CuK_{α} ($\lambda_1 = 0,154$ нм) и NiK_{β} ($\lambda_2 = 0,150$ нм).

Фиг. 5. Угловая зависимость отношения коэффициентов отражения $R(\lambda_1, \theta)/R(\lambda_2, \theta)$ линий CuK_{α} ($\lambda_1 = 0,154$ нм) и NiK_{β} ($\lambda_2 = 0,150$ нм) для подложки Si с локальными покрытиями из Al, Ge, Ni, W при следующем процентном соотношении площадей отражающих участков: Si - 40, Al - 30, Ge - 8, Ni - 9, W - 13.

Фиг. 6. Диапазоны параметров периодической структуры d , измеряемых при брэгговских углах 60 - 80° на различных порядках отражения n : 1 - для двухкристального спектрометра (линия CuK_{α}), 2 - для рефлектометра с рабочими длинами волн (CuK_{α} , CuK_{β}), 3 - для рефлектометра с рабочими длинами волн (CuK_{α} , CuK_{β} , FeK_{β}), 4 - для заявляемого рефлектометра с четырьмя рабочими длинами волн (CuK_{α} , CuK_{β} , FeK_{α} , FeK_{β}).

В состав измерительной схемы рефлектометра входят: источники полихроматического рентгеновского излучения (рентгеновские трубки) 1, 2; диафрагмы 3, 4; полупрозрачный монохроматор 5; коллимирующая диафрагма 6; образец 7; держатель 8; коллимирующий экран 9; устройство линейного перемещения 10; поворотный стол 11;

поворотный кронштейн 12; приемная диафрагма 13; монохроматоры 14-16; ограничивающие диафрагмы 17-19; детекторы 20-22.

Для источников излучения 1, 2 предусмотрена возможность независимого вращения соответственно с диафрагмами 3 и 4 в измерительной плоскости вокруг оси O_1 . Собственная ось вращения полупрозрачного монохроматора 5 совмещена с осью O_1 . Контролируемый образец 7 механически фиксируется в держателе 8. Коллимирующий экран 9 закреплен в устройстве линейного перемещения 10, обеспечивающем регулировку ширины просвета между поверхностью образца 7 и торцевой гранью коллимирующего экрана 9. Указанная торцевая грань устанавливается параллельно главной оси вращения O_2 . Элементы 7-10 находятся на поворотном столе 11 гониометрического устройства. Для поворотного стола 11 и поворотного кронштейна 12 предусмотрены возможности независимого поворота с заданным угловым шагом и согласованного поворота в соотношении 1:2 ($\theta-2\theta$ сканирование).

Монохроматор 5 и монохроматоры 14, 15 выполнены из пластин пиролитического графита и являются полупрозрачными. Это означает, что при настройке на брэгговский угол для заданной длины волн λ_1 каждый из них обеспечивает коэффициент пропускания $> 50\%$ для любой другой пары рабочих длин волн λ_2 , λ_3 . Для длин волн $\sim 0,1$ нм это достигается при толщине пластин < 100 мкм. В качестве примера на фиг. 2 показаны экспериментальные угловые зависимости коэффициента пропускания и пикового отражения для пластины пирографита толщиной 88 мкм. В зависимости от решаемой задачи последний по ходу анализируемого пучка монохроматор 16 может быть выполнен как из полупрозрачного или массивного пирографита, так и из совершенного монокристалла Si или Ge. Основное функциональное назначение монохроматора 5 - смешивание в один пучок спектральных линий, направляемых на образец от рентгеновских трубок 1, 2, а монохроматоров 14-16 - расщепление анализируемого спектра после отражения или рассеяния пучка образцом. Для настройки на заданные брэгговские углы для каждого из монохроматоров 14-16 и детекторов 20-22 совместно с диафрагмами 17-19 предусмотрена возможность независимых поворотов соответственно вокруг осей O_3-O_5 . Кроме того, для точного совмещения с угловой шкалой и облегчения настройки диафрагмы 17-19 могут линейно перемещаться в измерительной плоскости рефлектометра. Детек-

торы 20-22 выполнены на базе комбинации сцинтиллятор + ФЭУ. В корпусе детекторов размещены предусилители импульсов ФЭУ. Ход рентгеновского пучка от источников излучения 1, 2 к детекторам 20-22 показан на фиг. 1 тонкой линией со стрелкой.

Рентгеновские трубки 1, 2 подключают к стандартному источнику высокого напряжения, например высоковольтному блоку рентгеновского дифрактометра. Детекторы 20-22 подключают к стандартным электронным каналам с амплитудной дискриминацией импульсов, которые используются, например, в ядерной физике или рентгеноструктурном анализе. Обработка сигналов электронных каналов и управление сбором данных производится с помощью компьютера.

Перед началом работы производят настройку рентгеновского рефлектометра на заданные спектральные линии. Перемещая поворотный кронштейн 12 вокруг оси O_2 , совмещают центр приемной диафрагмы 13 с осью прямого пучка, распространяющегося в направлении от фокуса источника излучения 1 через диафрагмы 3, 6 и щелевой просвет в зоне оси O_2 . Детектор 22 и диафрагму 19 путем поворота вокруг оси O_5 устанавливают по ходу прямого пучка. При этом монохроматоры 14-16 выведены из прямого пучка или развернуты по отношению к прямому пучку на углы, близкие к 90° , для максимального пропускания излучения. После установки по оси прямого пучка элементов 1, 3, 6, 13, 19, 22 источник излучения 1 отключают или перекрывают поток излучения заглушкой. Источник излучения 2 поворачивают вокруг оси O_1 так, чтобы радиус-векторы, направленные от оси O_1 к фокусам источников излучения 1, 2, образовывали угол, равный удвоенному брэгговскому углу для заданной линии спектра, генерируемой источником излучения 2, например $FeK\beta$. Поворачивая полупрозрачный монохроматор 5 вокруг оси O_1 , добиваются максимума интенсивности дифрагированного излучения, регистрируемого детектором 22, и фиксируют найденное угловое положение монохроматора 5. При совмещении с осью O_1 центра отражающей области монохроматора 5 осевые линии дифрагированного пучка от монохроматора 5 и прямого пучка от источника излучения 1 оказываются также совмещенными. Это обеспечивает возможность одновременного облучения образца 7, по меньшей мере, тремя спектральными линиями, например $CuK\alpha$, $CuK\beta$ от источника излучения 1 и $FeK\beta$ от источника излучения 2.

После совмещения осей указанных пучков производят настройку монохроматоров 14-16, размещенных на поворотном кронштейне 12, на спектральные линии падающего пучка. Для этого поворачивают детекторы 20-22 совместно с диафрагмами 17-19 вокруг осей O_3 - O_5 на удвоенные брэгговские углы выбранных спектральных линий. Вращают монохроматоры 14-16 и фиксируют угловые положения, при которых дифрагированное излучение, регистрируемое соответственно детекторами 20-22, максимально. При этом для уменьшения потерь на поглощение первым по ходу пучка монохроматором 14 выделяют наиболее мягкую линию спектра.

На фиг. 3 показана схема ввода 4 характеристических линий от 2 источников рентгеновского излучения, позволяющая наиболее эффективно использовать спектральный состав излучения рентгеновских трубок с различным материалом анода. Схема содержит второй полупрозрачный монохроматор 24, для которого предусмотрена возможность вращения вокруг оси O_6 . Диафрагма 23 имеет две щели, что обеспечивает одновременное пропускание двух пучков в направлении монохроматоров 5, 24. Положение источников 1, 2 и монохроматоров 5, 24 выбирается так, чтобы углы между радиус-векторами, направленными от осей вращения O_1 , O_6 к фокусам источников излучения 1, 2, были равны соответственно удвоенным брэгговским углам для $K\alpha$ и $K\beta$ линий анода источника излучения 2. Оси вращения монохроматоров 5, 24 размещают на линии, соединяющей фокус источника 1 и центр диафрагмы 6, что обеспечивает совмещение осей пучков различных спектральных линий и возможность облучения образца 7 смешанным излучением при любом заданном угле поворота вокруг оси O_2 . Для выделения трех линий спектра и детектирования излучения используются элементы измерительной схемы рефлектометра, расположенные на поворотном кронштейне 12 (см. фиг. 1). При этом четвертая линия спектра может регистрироваться как путем введения дополнительного полупрозрачного монохроматора и детектора, так и путем перестройки одного из рабочих монохроматоров и детекторов на заданную спектральную линию.

Работа рентгеновского рефлектометра при измерении коэффициента зеркального отражения оптически полированных образцов осуществляется следующим образом. В память компьютера оператором вводятся данные об условиях измерений: начальная θ_1 и конечная θ_2 угловые точки отсчета по

образцу, угловой шаг между отсчетами $\Delta\theta$ или число угловых точек $n = \left| \theta_2 - \theta_1 \right| / \Delta\theta + 1$, время сбора в угловой точке, высокое напряжение и токи рентгеновских трубок 1, 2. Приводы вращения поворотного стола 11 и поворотного кронштейна 12 включаются совместно так, чтобы обеспечить угловой сдвиг отражающей поверхности образца 7 и приемной щели 13 в соотношении 1:2. Предусматриваются два варианта углового сканирования. В первом варианте вращение поворотного стола 11 и поворотного кронштейна 12 осуществляется с постоянной угловой скоростью ω . При этом через промежутки времени $\Delta t = \Delta\theta / \omega$ компьютером опрашиваются ячейки памяти, в которых хранятся данные о числе квантов, зарегистрированных в каждом детектирующем канале за время Δt . Указанная процедура повторяется до перемещения образца в конечную угловую точку θ_2 , заданную оператором. Второй вариант углового сканирования предусматривает перемещения поворотного стола 11 и поворотного кронштейна 12 соответственно на углы $\Delta\theta$ и $2\Delta\theta$ с помощью шаговых двигателей, остановку движения на заданное время Δt , в течение которого производится сбор данных в каждом детектирующем канале. По окончании сбора данные передаются в компьютер. Затем указанные процедуры повторяются $n-1$ раз в соответствии с заданными оператором условиями сбора. Данные измерений интенсивности отражения, полученные для спектральной линии λ_1 , делятся на соответствующие угловые отсчеты интенсивности для линии λ_2 . При этом для получения угловой зависимости отношения в виде пиков выбирают $\lambda_1 > \lambda_2$, например, соответственно $\text{CuK}\alpha$ и $\text{CuK}\beta$ линии. Нормировка кривой отношения $I(\lambda_1)/I(\lambda_2)$ проводится при углах скольжения $\theta \rightarrow 0$, так как при указанных углах для всех материалов коэффициент отражения $R(\theta) \rightarrow 1$. Это позволяет избежать необходимости дополнительной калибровки устройства для перехода к угловой зависимости путем измерения отношения интенсивностей спектральных линий на прямом пучке.

На фиг. 4,а показаны угловые зависимости отношения коэффициентов отражения $R(\lambda_1)/R(\lambda_2)$ монокристалла Si с локальными покрытиями из различных материалов для двух длин волн $\text{CuK}\alpha$ (0,154 нм) и $\text{CuK}\beta$ (0,139 нм), создаваемых источником 1 (трубка с медным анодом). Наличие дополнительного источника 2 и полупрозрачного монохроматора 5 позволяет ввести в изме-

рительный канал линию $\text{NiK}\beta$ (0,150 нм) измерить угловую зависимость отношения $R(\text{CuK}\alpha)/R(\text{NiK}\beta)$. Так как относительная разница длин волн линий $\text{CuK}\alpha$ и $\text{NiK}\beta$ приблизительно в 4 раза меньше, чем для линий $\text{CuK}\alpha$ и $\text{CuK}\beta$, это обеспечивает надежное угловое разрешение пиков, соответствующих отражениям от локальных участков подложки Si и покрытий из C и Al, плотность которых близка к плотности подложки (см. фиг. 4,б). Уменьшение ширины пиков отношения $R(\lambda_1)/R(\lambda_2)$ позволяет также оценить относительную долю площади поверхности, занимаемую различными локальными покрытиями (см. фиг. 5).

Работа устройства при измерении периода кристаллической структуры осуществляется в следующей последовательности. Образец 7 устанавливают в держатель 8 так, чтобы центральный участок поверхности образца был совмещен с осью O_2 . Устанавливают широкую приемную диафрагму 13 и перемещают поворотный кронштейн 12 в угловую зону, в которой должен находиться максимум дифракционного отражения. Поворотом образца 7 вокруг нормали к собственной поверхности выводят отражающую систему плоскостей в положение, при котором нормаль к кристаллографическим плоскостям лежит в измерительной плоскости, что соответствует максимальной интенсивности отражения. Устанавливают узкую приемную диафрагму 13, перемещением поворотного кронштейна 12 добиваются максимума сигнала. Сцепляют средства вращения держателя 7 образца 8 и поворотного кронштейна 12, обеспечивающие синхронный поворот элементов 7, 12 соответственно в соотношении 1:2. Вводят в управляющий компьютер данные о диапазоне углового сканирования, угловом шаге и времени измерения в угловой точке. В соответствии с заданным режимом сканирование и измерение проводятся под управлением компьютера в автоматическом режиме.

Для прецизионных измерений периода структуры обычно принимается как минимальный допустимый угол дифракции $\theta = 60^\circ$. Максимальный угол обычно ограничен углом $\theta = 80^\circ$, так при больших углах прямой пучок перекрывается детектирующим устройством. На фиг. 6 показаны зоны регистрируемых значений периодов структуры d в угловом диапазоне θ от 60 до 80° для различных порядков отражения n для двухкристального спектрометра (кривая 1), прототипа заявляемого устройства (2), и для вариантов заявляемого устройства (3), (4), показанных соответственно на фиг. 1 и фиг.

3. Как видно из фиг. 6, заявляемое устройство обеспечивает возможность изменений в угловой зоне $60-80^\circ$ и, следовательно, точного определения практически всех возможных значений межплоскостных расстояний d , причем уже начиная $d = 2 \text{ \AA}$, период может измеряться на различных порядках отражения. Кроме того, при сканировании в заданном диапазоне углов дифракции $\theta_1-\theta_2$ заявляемым устройством охватывается более широкий диапазон значений d , удовлетворяющих брэгговскому условию дифракции. Поэтому в тех случаях, когда d неизвестно, время поиска дифракционного отражения сокращается.

Использование пластин пиролитического графика в качестве полупрозрачных монохроматоров не является принципиальным. Основные требования, предъявляемые к полупрозрачному монохроматору, заключаются в том, чтобы, во-первых, ослабление пучка за счет экстинкции в брэгговском положении превосходило ослабление пучка за счет поглощения для любой используемой спектральной линии; во-вторых, коэффициент пропускания T любого из монохроматоров 5, 14, 15, 24 должен быть $> 0,5$. Поскольку полупрозрачные монохроматоры размещают в ряд по ходу пучка, то для эффективной работы устройства без существенного увеличения статистических шумов целесообразно выполнение более жесткого условия:

$$T_c = (\lambda_1) = \prod_{i=p}^{i=q-1} T_i(\lambda_1) > 0,5;$$

где p - порядковый номер монохроматора, вводящего спектральную линию λ_1 в пучок;

q - порядковый номер монохроматора, выделяющего линию λ_1 после отражения от образца;

T_c - коэффициент пропускания $q-p-1$ монохроматоров.

Спектральные линии от источника излучения 1 вводятся в пучок без помощи монохроматора, поэтому $p = 0$. Наибольшее ослабление будет наблюдаться при пропускании в схеме на фиг. 1 спектральной линии от источника излучения 1 до монохроматора 16 через монохроматоры 5, 14, 15. Указанное выше условие $T_c(\lambda_1) > 0,5$ будет выполняться, если для любого монохроматора $T_i(\lambda_1) > 0,8$. При пропускании, например, спектральной линии $\text{CuK}\beta$ и ($\lambda = 0,139 \text{ нм}$) толщина пластин пирографита, развернутых на брэгговские углы $13-17^\circ$, должна быть $< 0,1 \text{ мм}$. В диапазоне длин волн $\sim 0,1 \text{ нм}$ могут использоваться также полупрозрачные монохроматоры из других материалов, например

из монокристаллов Si или LiF. Однако при этом их толщина должна быть существенно меньше, так как линейный коэффициент ослабления указанных материалов много больше, чем у пиролитического графита. При использовании мощных источников рентгеновского излучения в качестве монохроматоров 14 или 15 могут быть выбраны полупрозрачные монокристаллы малого размера, перекрывающие только часть сечения анализируемого пучка. Хотя этим может быть получено уменьшение полосы анализируемого спектра, но светосила измерительной схемы будет резко падать.

Для уменьшения потерь, связанных с поглощением в воздухе, измерительная схема может устанавливаться под герметичным кожухом и подключаться к устройству для откачки газа. Для удобства смены образцов возможна только частичная герметизация участков между источниками излучения 1, 2 и диафрагмой 6 и между приемной диафрагмой 13 и детекторами 20-22.

В заключение отметим возможность применения заявляемого устройства для определения отклонений плотности или состава при просвечивании образцов. Рассмотрим образец в виде пластины толщиной d , установленной в держателе 8 перпендикулярно зондирующему пучку. При этом приемная щель 13 совмещена с осью зондирующего пучка. Допустим, что внутри образца находится инородное включение, плотность и размер которого по ходу пучка могут изменяться. Тогда зависимости интенсивности излучения от параметров образца для двух спектральных линий с длинами волн λ_1 и λ_2 могут быть записаны в следующем виде:

$$\ln I_1/I_{10} = -\mu_{11}\rho_1(d-h) - \mu_{12}\rho_2h \quad (1),$$

$$\ln I_2/I_{20} = -\mu_{21}\rho_1(d-h) - \mu_{22}\rho_2h \quad (2),$$

где I_{10} , I_{20} и I_1 , I_2 - интенсивности спектральных линий λ_1 и λ_2 соответственно в прямом и прошедшем через образец пучках, μ_{11} , μ_{12} и μ_{21} , μ_{22} - массовые коэффициенты ослабления основного материала пластины и включения соответственно для линий λ_1 и λ_2 , ρ_1 и ρ_2 - плотности соответственно основного материала образца и включения, h - размер включения.

Решая систему уравнений (1, 2), можно определить любые два неизвестных параметра, например ρ_2 и h . При использовании более двух спектральных линий число надежно определяемых параметров может быть также более двух и, в частности, если переменные линейно независимы, равно числу используемых спектральных линий. При этом по сравнению с известными

устройствами обеспечивается большая достоверность измерения параметров включений малого размера, так как сечения пучков с различными длинами волны строго пространственно совмещены и большая производительность, поскольку измерения на различных линиях проводятся одновременно.

Заявляемое устройство может размещаться на оперативных столах серийных рентгеновских дифрактометров, причем полупрозрачные монохроматоры могут устанавливаться непосредственно на гониометре. Высоковольтные источники многих моделей дифрактометров имеют два высоковольтных выхода для подключения двух трубок. Это обеспечивает возможность адаптации заявля-

емого устройства к существующей аппаратной базе без существенных затрат на разработку дорогостоящих элементов конструкции.

Источники информации:

1. P.Croce, L. Nevo, B. Pardo. Contribution a l'etude des couches minces par reflexion speculaire de rayons X. *Nouv. Revue d'Optique Appliquee*, v. 3, no 1, 37-50, (1972).

2. The New Siemens X-Ray Reflectometer A Tool with Outstanding Capabilities. Analytical Application Note N 337, Maerz 1/1994.

3. Патент РФ N 2104481, G 01 B 15/08, БИ N 4, т. 2, 1998.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

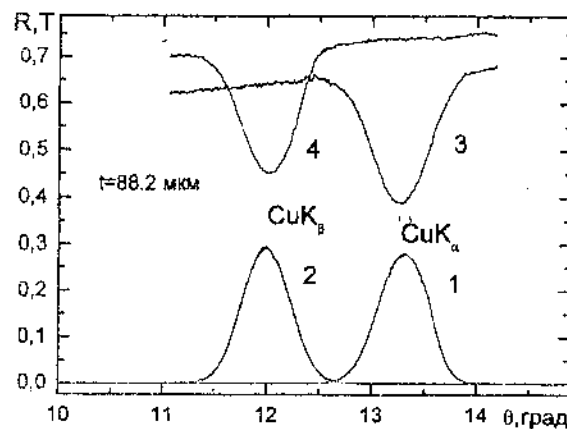
1. Рентгеновский рефлектометр, содержащий источник полихроматического рентгеновского излучения, средства коллимации рентгеновского пучка, держатель образца, поворотный кронштейн, на котором размещены ряд монохроматоров и средства детектирования излучения, *отличающийся* тем, что он дополнительно содержит второй источник излучения, по меньшей мере один полупрозрачный монохроматор, расположенный по ходу рентгеновского пучка между источниками излучения и держателем образца, и средства углового перемещения второго источника излучения и полупрозрачного монохроматора, при этом предусмотрена возможность установки полупрозрачного монохроматора в положение, при котором осуществляется одновременное облучение двумя указанными источниками излучения противоположных сторон полупрозрачного монохроматора под разными углами.

2. Рефлектометр по п.1, *отличающийся* тем, что он содержит второй полупрозрачный

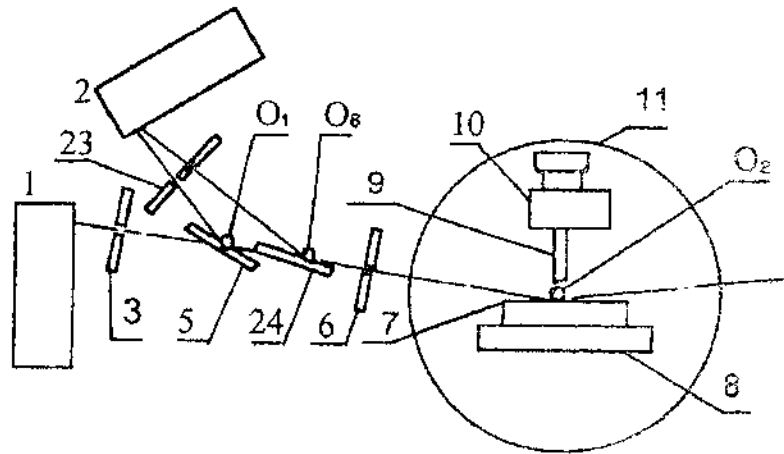
монохроматор, расположенный между источником рентгеновского излучения и держателем образца, причем указанные полупрозрачные монохроматоры выполнены с возможностью независимого поворота вокруг собственных осей вращения и установки в ряд по прямой, проходящей через ось держателя образца.

3. Рефлектометр по пп.1 и 2, *отличающийся* тем, что источниками полихроматического рентгеновского излучения являются рентгеновские трубки, аноды которых выполнены из различных материалов.

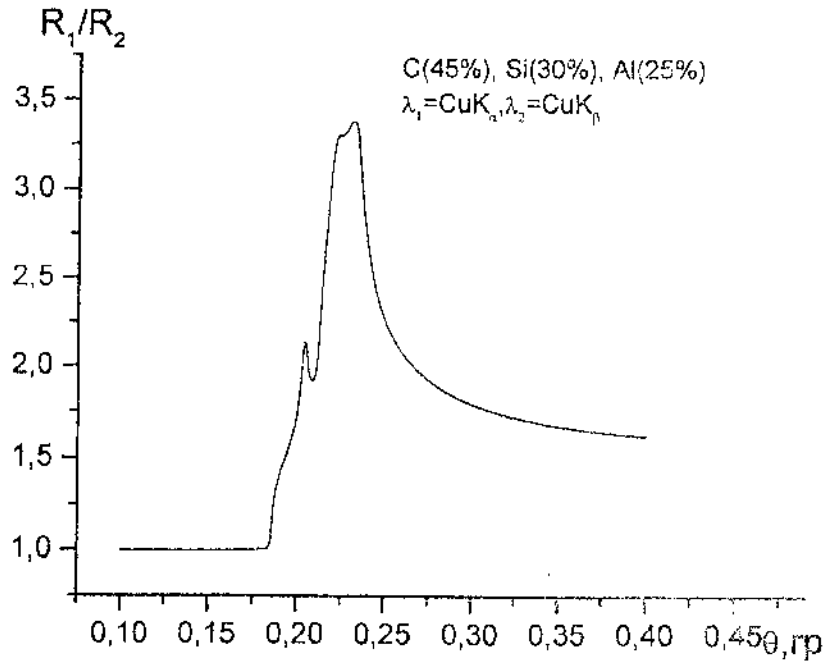
4. Рефлектометр по пп.1, 2 и 3, *отличающийся* тем, что углы между отрезками прямых, проведенных от осей вращения указанных полупрозрачных монохроматоров к фокусам источников рентгеновского излучения, равны соответственно удвоенным брэгговским углам для K_{α} и K_{β} линий анода второго источника излучения.



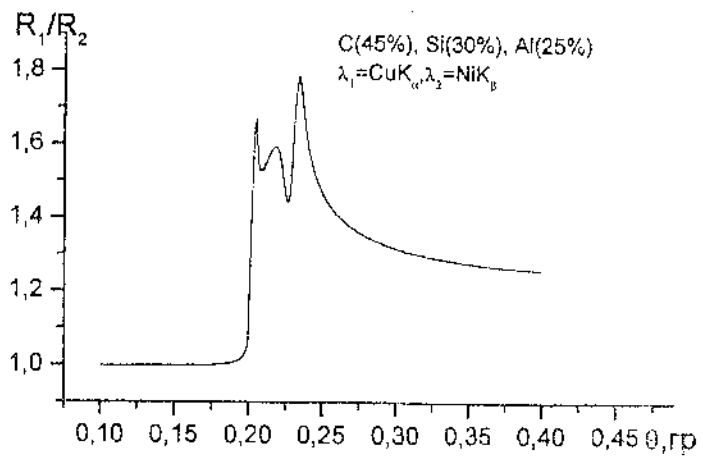
Фиг.2



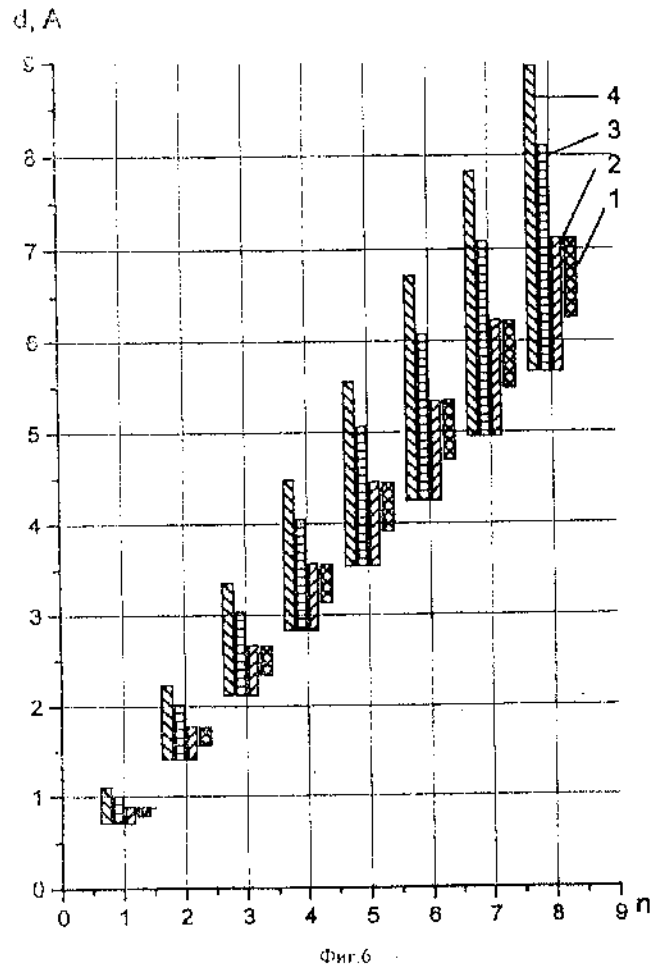
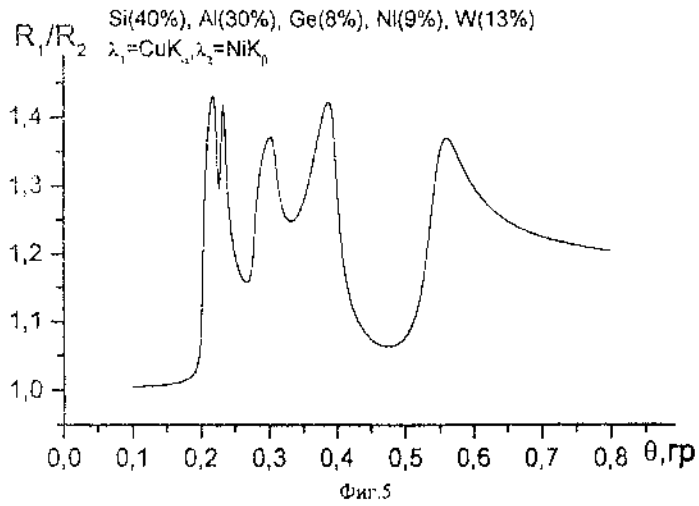
Фиг.3



Фиг.4а



Фиг.4б



Заказ 124 Подписное
 ФИПС, Рег. ЛР № 040921
 Научно-исследовательское отделение по
 подготовке официальных изданий
 Федерального института промышленной собственности
 Бережковская наб., д.30, корп.1, Москва, Г-59, ГСП-5, 123995

Отпечатано на полиграфической базе ФИПС
 Отделение по выпуску официальных изданий