

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2240541

СПОСОБ ИЗМЕРЕНИЯ ДЕКРЕМЕНТА РЕНТГЕНОВСКОГО ПОКАЗАТЕЛЯ ПРЕЛОМЛЕНИЯ

Патентообладатель(ли): **Пиршин Игорь Владимирович (RU)**

Автор(ы): **Пиршин Игорь Владимирович (RU),
Турьянский Александр Георгиевич (RU)**

Заявка № 2003122736

Приоритет изобретения 24 июля 2003 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре
изобретений Российской Федерации 20 ноября 2004 г.

Срок действия патента истекает 24 июля 2023 г.

Руководитель Федеральной службы по интеллектуальной
собственности, патентам и товарным знакам



Б.П. Симонов



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(19) RU (11) 2240541 (13)

(51) 7 G 01 N 23/20

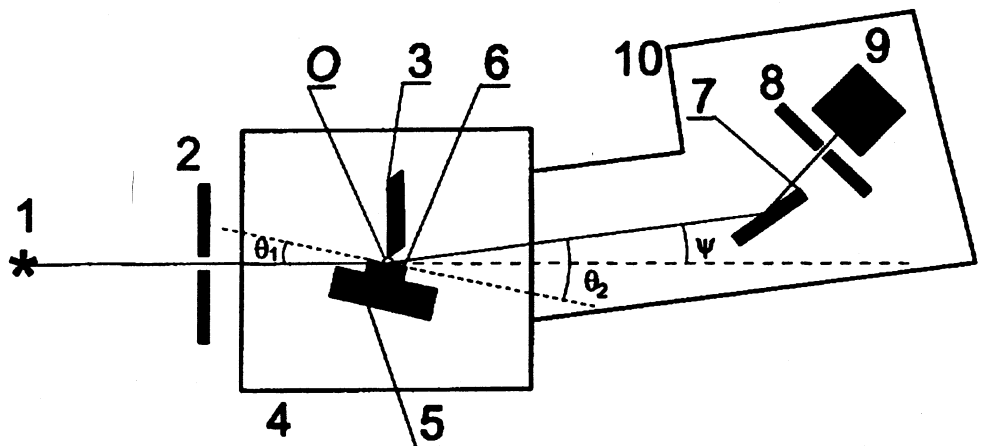
(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ**
к патенту Российской Федерации

1

2

(21) 2003122736/28 (22) 24.07.2003
(24) 24.07.2003
(45) 20.11.2004 Бюл. № 32
(72) Пиршин И.В. (RU), Турьянский А.Г. (RU)
(73) Пиршин Игорь Владимирович (RU)
(56) RU 2109358 C1, 20.04.1998. RU 2194272 C2, 10.12.2002. RU 2199110 C2, 20.02.2003. US 5125016 A, 23.06.1992. US 5147982 A, 15.09.1992. WO 98/09157 A1, 05.03.1998. БЛОХИН М.А. ФИЗИКА РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ. - М.: ГОСУДАРСТВЕННОЕ ИЗДАТЕЛЬСТВО ТЕХНИКО-ТЕОРЕТИЧЕСКОЙ ЛИТЕРАТУРЫ, 1953, с.220-228.
Адрес для переписки: 117042, Москва, ул. Южнобутовская, 66, кв.89, И.В. Пиршину
(54) СПОСОБ ИЗМЕРЕНИЯ ДЕКРЕМЕНТА РЕНТГЕНОВСКОГО ПОКАЗАТЕЛЯ ПРЕЛОМЛЕНИЯ

(57) Использование: для измерения декремента рентгеновского показателя преломления. Сущность: заключается в том, что для измерения декремента рентгеновского показателя преломления используется формула $\delta = (\omega_2 - \omega_1) \Psi / 2$, где ω_2 и ω_1 - соответственно положительный и отрицательный угол установки образца относительно падающего излучения, при которых наблюдается пик интенсивности рентгеновского излучения; Ψ - угол, при котором производится детектирование относительно падающего излучения. Технический результат: повышение точности измерений декремента путем перехода от измерения угла установки образца относительно падающего излучения к измерению разности двух углов установки образца. 4 ил.



Фиг. 1

C1

2240541

RU

Изобретение относится к области рентгеновской техники и может использоваться для измерения декремента δ рентгеновского показателя преломления и определения материала (состава вещества) различных образцов.

Известен способ контроля состава и показателя преломления структуры по углу полного внешнего отражения $\theta_{кр}$ [1, 2]. Для осуществления этого способа используют стандартный рефлектометр. Измеряют угол $\theta_{кр}$, используя формулу $2\delta = \theta_{кр}^2$, вычисляют декремент показателя преломления материала образца и по его значению идентифицируют само вещество. Здесь δ - действительная часть декремента показателя преломления $n = 1 - \delta + i\beta$ для рентгеновского излучения в веществе, $i\beta$ - мнимая часть декремента показателя преломления. Обычно $|\beta| \ll \delta$, и может не приниматься во внимание.

Способ имеет тот недостаток, что при использовании обычного (одноволнового) рефлектометра он требует длительных приготовлений и не обеспечивает достаточную достоверность измерений. Использование двухволнового рефлектометра [3] обеспечивает повышение точности и достоверности, но подготовительные работы столь же трудоемки и составляют значительную часть всего времени измерения. В качестве прототипа выбран способ определения декремента показателя преломления, описанный в [4]. В этом способе используют взаимосвязь между углом падения излучения на полированную грань образца, декрементом показателя преломления материала образца и углом отклонения излучения от первоначального направления распространения.

Для хода лучей, соответствующего образцу, установленному в положение ω_1 фиг.2, эта взаимосвязь выражается соотношением: $\Psi = \theta_2 - \theta_1 = \sqrt{(\theta_1^2 + 2\delta)} - \theta_1$, где Ψ - угол отклонения излучения от первоначального направления, θ_1 - угол между падающим излучением и полированной гранью, θ_2 - угол между отклоненным излучением и полированной гранью, δ - искомый декремент показателя преломления. Предлагаемый способ осуществляется на рефлектометре, содержащем источник рентгеновского излучения, средства коллимации, поворотный стол с держателем образца и средства детектирования излучения.

Недостаток указанного способа - сложность настройки, трудоемкость и недостаточная точность измерений. Это обусловлено тем, что после установки нового образца вначале необ-

ходимо выполнить точное определение его угла установки относительно падающего излучения. Для выполнения этого требуется попеременное вращение образца и детектирующего устройства.

При создании заявляемого изобретения решались задачи повышения точности и снижения трудоемкости измерений.

Основным техническим результатом изобретения является повышение точности измерений декремента путем перехода от измерения угла установки образца относительно падающего излучения к измерению разности двух углов установки образца.

Другим техническим результатом является повышение производительности благодаря отсутствию настройки перед измерением каждого нового образца. Если управление вращением стола с образцом и сбор данных с детектора выполняют с помощью компьютера, измерение серии образцов может быть выполнено в автоматическом режиме.

В соответствии с изобретением указанные технические результаты достигаются тем, что на рентгеновском рефлектометре, содержащем источник рентгеновского излучения, средства коллимации, поворотный стол с держателем образца и средства детектирования излучения, для выбранного угла положения средства детектирования производят измерение разности углов установки образца, при которых максимум преломленного излучения попадает в детектор.

Сущность предложенного способа заключается в том, что при облучении образца потоком рентгеновского излучения выполняют измерение разности двух углов установки образца $\omega_2 - \omega_1$, при которых пик интенсивности рентгеновского излучения после взаимодействия с образцом детектируется под определенным углом Ψ относительно падающего излучения, без определения как угла установки образца относительно нулевого положения, так и самого нулевого положения образца, и вычисляют значение декремента по формуле $\delta = (\omega_2 - \omega_1) \Psi / 2$.

Осуществление заявляемого способа поясняется на фиг.1-4.

Фиг.1 - общий вид устройства, с помощью которого осуществляется способ. Здесь 1 - источник рентгеновского излучения, 2, 3 - средства коллимации, 4 - поворотный стол, 5 - держатель образца, 6 - образец, 7 - монохроматор, 8 - приемная щель, 9 - рентгеновский детектор, 10 - поворотный рычаг.

Фиг.2. - ход лучей для трех углов установки образца относительно падающего излучения. Здесь ω_1 - отрицательный угол установки образца, когда излучение входит через переднюю смежную грань и падает на полированную грань изнутри, ω_3 - угол установки образца для зеркального отражения, ω_2 - положительный угол установки образца, когда излучение падает на полированную грань снаружи и выходит через заднюю смежную грань. Отклонившееся излучение во всех трех случаях максимально попадает в детектор, расположенный под углом Ψ .

Фиг.3 - типичная кривая интенсивности излучения, детектируемого под углом $\Psi=0.150$ град, в зависимости от угла установки однородной пластины GaAs, (кривая качания) снятая на двухволновом рефлектометре одновременно для двух длин волн медной рентгеновской трубки: 1 - CuK_α , 2 - CuK_β .

Фиг.4 - то же при $\Psi=0.096$ град для образца Si со слоем структуры $\text{Si}_{0.7}\text{Ge}_{0.3}/\text{Si}_{0.3}\text{Ge}_{0.7}$.

Измерение производят на обычном рефлектометре, имеющем поворотный стол 4 с держателем 5 образца 6 и поворотный рычаг 10 для крепления детектирующей системы с общей осью вращения (см. фиг.1). В состав измерительной схемы также входят источник рентгеновского излучения - рентгеновская трубка 1, средства коллимации пучка излучения 2, 3 и детектор на базе ФЭУ со сцинтиллятором 9, приемная щель 8 и монохроматор 7. Оптимальная форма для измеряемых образцов - это пластина, имеющая полированную грань размером 2-4 мм на 15-20 мм, смежные грани которой получают раскалыванием по плоскостям спайности либо по риску от стеклореза, выполняемой с тыльной стороны. Важно, что ребра полированной грани при такой процедуре остаются плоскими и четкими. Гониометр исходно настроен так, что осевой луч пучка излучения проходит через ось вращения O. Это направление луча соответствует нулевому положению детектора. Кроме того, рабочая плоскость так называемых губок держателя образца, к которым образец прижимают полированной гранью, совпадает с той же осью вращения O.

Измерение производят следующим образом. Вначале устанавливают детектор вблизи нулевого положения и настраивают его поворотом вокруг оси O на максимальное значение сигнала от прямого луча. Затем отворачивают детектор от этого положения на угол $+\Psi$, например, 0.150 град, считывают величину углового перемещения максимально точно и фикси-

руют. Закрепляют образец в держателе так, чтобы меньший размер полированной грани был ориентирован вдоль хода луча, передняя по ходу луча и задняя смежные грани были параллельны оси вращения O, а сама ось совпадала с серединой полированной грани. Точно "нулевое" положение образца по шкале углов поворота стола не определяют - в этом нет необходимости, а проворачивают образец от небольших отрицательных углов падения излучения на полированную грань образца до небольших положительных, например, от -0.7 до $+1$ град, и записывают показания детектора в зависимости от угла установки образца. Для однородного образца получают график, аналогичный изображенному на фиг.3.

Положение левого максимума на шкале углов обозначают как отрицательный угол установки образца ω_1 , правого - как положительный угол установки образца ω_2 и вычисляют значение декремента $\delta=(\omega_2-\omega_1)\Psi/2$. Например, для значений углов, взятых из фиг.3, получают $\delta=14.5 \times 10^{-6}$ для волны $\lambda=0.154$ нм и $\delta=11.5 \times 10^{-6}$ для $\lambda=0.139$ нм. С точностью лучше 1% согласно [5, 6] определяют, что это - GaAs. При наличии соответствующей программы весь процесс идентификации производит компьютер. На обычных гониометрах точность отсчета углов составляет 0.001 град. В методике, описанной в прототипе [4], точность определения нулевого положения образца, когда луч идет касательно к его полированной грани, составляет несколько тысячных градуса. Соответственно, отсчитываемые затем положения образца относительно луча составляют также несколько тысячных градуса. Смещения точек преломления лучей для углов ω_1 и ω_2 на результатах почти не сказываются, т.к. происходят в одну сторону и, будучи небольшими, (~ 0.002 град) еще и вычитаются друг из друга при вычитании углов ($\omega_2-\omega_1$). Таким образом, предлагаемый способ по сравнению с прототипом дает в несколько раз более точный результат при определении декремента показателя преломления в рентгеновском диапазоне.

Для образца со слоем, нанесенным на подложку, получают график, аналогичный графику фиг.4. На фиг.4 приведена кривая качания для структуры на 96% состоящей из $\text{Si}_{0.7}\text{Ge}_{0.3}$ (4% - $\text{Si}_{0.3}\text{Ge}_{0.7}$), имеющей толщину 250 нм и нанесенной на подложку из Si. Основные максимумы соответствуют структуре, а на их внутренних склонах находятся пики от подложки. Их величина мала, т.к. сигнал от Si частично отражается

на границе подложка-структура и частично в структуре поглощается. Для многослойных структур число пар пиков соответственно увеличивается. Применение двух- трех- и более волнового детектора позволяет существенно повысить точность измерений и надежность идентификации материалов образца.

Источники информации

1. Блохин М.А. Физика рентгеновских лучей. М. ГИТТЛ, 1957.

2. Турьянский А.Г., Виноградов А.В., Пиршин И.В. Двухволновой рентгеновский рефлектометр. Приборы и техника эксперимента, 1999, N 1, с.105-111.

3. Турьянский А.Г., Пиршин И.В. Рентгеновский рефлектометр. Патент РФ №2166184, G 01 B 15/08, 27.04 2001.

4. Турьянский А.Г., Пиршин И.В. Рентгеновская рефрактометрия поверхностных слоев. Приборы и техника эксперимента, 1999, N 6, с.104-111.

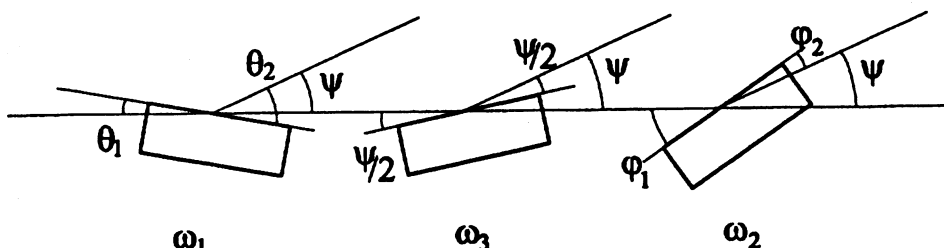
5. B.L Henke, E.M. Gullikson, J.C. Davis. Atom Data Nucl. Data Tabl. 54, 2, 181 (1993).

6. Физические величины. Справочник под ред. И.С.Григорьева и Е.З.Мейлихова. М.: Энергоатомиздат, 1991.

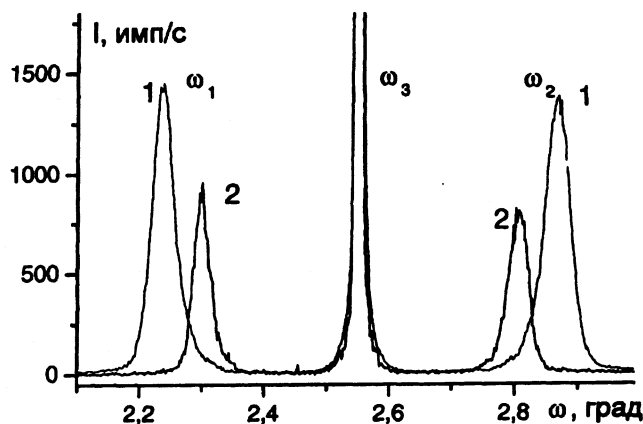
ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ измерения декремента δ рентгеновского показателя преломления, включающий облучение образца потоком рентгеновского излучения и его детектирование после взаимодействия с образцом, имеющим одну зеркально полированную и две смежные с ней грани, отличающийся тем, что для выполнения одного измерения и вычисления декремента используют формулу $\delta = (\omega_2 - \omega_1) \Psi / 2$, детектирование производят под углом Ψ относительно падающего излучения, а образец устанавливают как под положительным углом ω_2 падения излучения на

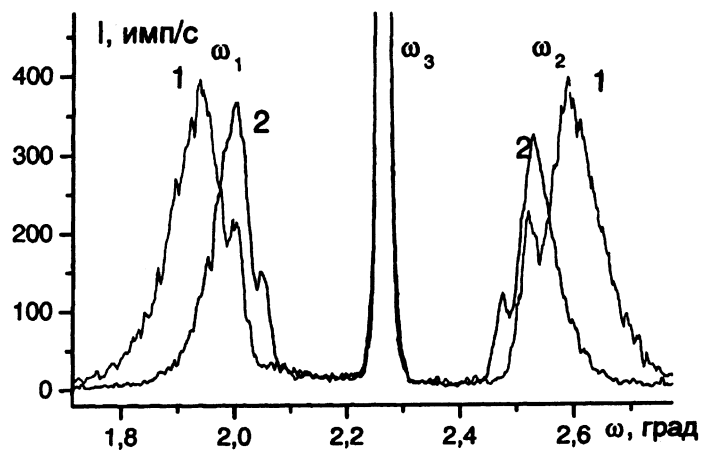
полированную грань, с возможностью выхода излучения через заднюю по ходу луча смежную грань в направлении детектора, так и под отрицательным углом ω_1 , с возможностью входа излучения через переднюю смежную грань, и преломления его на полированной грани в направлении детектора, при этом положительный угол ω_2 и отрицательный угол ω_1 соответствуют пикам интенсивности рентгеновского излучения, определенным по кривой интенсивности излучения.



Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4

Заказ 32 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