# ФОДЧУК І.М., РАРАНСЬКИЙ А.М., КШЕВЕЦЬКА М.Л., БАЛОВСЯК С.В.

# ТРЬОХКРИСТАЛЬНА РЕНТГЕНІВСЬКА РЕФЛЕКТОМЕТРІЯ.

Представлено експериментальні і теоретичні основи дослідження мікрогеометрії поверхні кристалів методом дво- і трьохкристальної рефлектометрії, що грунтується на явищі повного зовнішнього відбивання рентгенівських променів. Встановлені граничні межі застосування даного методу.

Інформація про величину шорсткості поверхні дуже важлива в процесі її полірування і оцінки стабільності структури. Існуючі методи оцінки шорсткості знаходяться на межі своїх можливостей при дослідженні поверхонь вищих класів чистоти з середньостатистичною висотою нерівностей  $R_a \leq 0.020$  мкм. Крім того, традиційні методи не дозволяють отримувати безпосередню інтегральну характеристику шорсткості поверхні.

В даній роботі розглядається метод рентгенівської рефлектометрії, як один із можливих методів знаходження інтегральної оцінки шорсткості поверхні матеріалів з параметром  $R_a < 0.008$  мкм. Базується метод на явищі повного зовнішнього відбивання (ПЗВ) рентгенівських променів (РП) від поверхні досліджуваного матеріалу. Аналіз стану поверхні тут можливий завдяки чутливості форми і профілю відбитого сигналу до мікрогеометрії поверхні [1-3].

#### Теоретичні та експериментальні основи методу.

Явище ПЗВ РП можна реалізувати завдяки тому, що показник заломлення їх в середовищі менший одиниці. Тоді, якщо на гладку поверхню плоского зразка під досить малим кутом  $\Phi_0$  ковзання падає вузький промінь рентгенівського випромінювання, то він дзеркально відбивається від поверхні і розповсюджується далі під тим же кутом  $\Phi_0$  або під кутом  $2\Phi_0$  до напрямку падаючого променя [1]. Спостерігається даний ефект в невеликому інтервалі кутів від 0 до

деякого критичного кута  $\Phi_{\rm kp}$ , який характеризує фізичні властивості речовини зразка і є функцією довжини хвилі  $\lambda$  використаного випромінювання [2]:

$$\Phi_{\kappa p} = \sqrt{2d} = 7.998 \left( r \sum_{i=1}^{k} C_i \frac{Z_i}{A_i} \right)^{1/2} l , \qquad (1)$$

де  $\delta$ =1-n, n - показник заломлення,  $\rho$  - густина речовини матеріалу,  $C_i$  - вміст і-тої компоненти, Z - атомний номер, A - атомна маса.

Дослідження мікрогеометрії поверхні на основі ефекту повного зовнішнього відбивання можна здійснити двома методами [3]. Перший метод – інтегральний і полягає у вимірюванні інтегральної інтенсивності відбитого сигналу в залежності від кута падіння променю на кристал. Другий метод - диференціальний (ДК ПЗВ), який полягає в аналізі форми і розподілу інтенсивності профілю відбитого сигналу І(2 $\Phi_0$ ), інтегральної інтенсивності І<sub>i</sub>, пікової інтенсивності І<sub>m</sub> та напівширини профілю  $\Delta\theta$ . Для виз-начення параметрів шорсткості в інтегральному методі зручно використовувати  $\Phi_{\kappa p}$ , в диференціальному - І<sub>i</sub> та *Dq*.

Як відомо, традиційні схеми рентгенівських рефлектометрів не відрізняються високою роздільною здатністю [4,5]. Так, при отриманні диференціальних кривих ПЗВ, аналіз кутової розбіжності дзеркально відбитого променю реалізується за допомогою коліма-При цьому досягається роздільна здатність торів. В кутах ~1 кут.мін., що явно не достатньо для вимірювання розширення дзеркальних кривих в порівнянні з інструментальним максимумом від над-гладких оптичних деталей, коли вказане розширення складає декілька кутових секунд. Висока кутова роздільна здатність може бути досягнута при поєднанні двох факторів: перший - достатньо жорстка колімація падаючого променя (~10 кут.сек.); другий - досить висока світлосила (інтенсивність відбитого сигналу на рівні 10 імп./сек.). Окрім цього, для отримання ІК ПЗВ необхідно, щоб лінійна ширина падаючого променя була в межах 10 мкм. Ці вимоги привели до створення схеми експерименту на рис.1. Тут використано штриховий фокус рентгенівської мідної трубки БСВ-27, до-

вга сторона якого перпендикулярна площині рисунку. Для монохроматизації, колімації та концентрації випромінювання в промінь асиметричний шириною 10 мкм застосовано монохроматор, вирізаний з досконалого кристалу кремнію під кутом 19<sup>0</sup> до відбиваючих площин (111). Колімація променя досягається при допомозі асиметричного монохроматора-коліматора-концентратора в межах до 46,5 кут.сек. без врахування дисперсії однокристального спектрометра. Складова Кал-випромінювання мідного антикатолу відділяється щілиною шириною в 10 мкм.

В інтегральному методі зразок обертається навколо вертикальної вісі гоніометра в межах від  $\Phi_0 = 0$  до  $\Phi_0 \approx 1^{0}$ . Дзеркально відбитий промінь реєструються детектором з достатньо широким вхідним вікном без аналізу кутового спектру.



Рис.1. Геометрична схема експерименту.

D - джерело (трубка БСВ-27, Си);

М - асиметричний монохроматор;

Z - досліджуваний зразок; А - аналізатор;

L - лічильник рентгенівського випромінювання;

Φ<sub>0</sub> - кут ковзання; ψ - кут зрізу монохроматора.

Форма інтегральних кривих ПЗВ досить чутлива до зміни значень параметрів шорсткості поверхні. Співставлення експериментальних кривих з теоретичними дозволяє досить точно оцінити величину параметрів мікрошорсткості поверхні [1-3]. Проте, метод ІК ПЗВ поступається чутливістю до незначних шорсткостей диференціальному методу (ДК ПЗВ).

В методі ДК ПЗВ досліджується кутовий розхил дзеркально відбитого променю. Найбільш точно такі дослідження можуть бути проведені при використанні двокристального спектрометру (ДКС) в (n,-n) положенні, в якому перший кристал є монохроматором, що формує падаючий на досліджувану поверхню промінь, а другий є аналізатором кутового розхилу дзеркально відбитого від зразка променя. Роздільна здатність такої схеми дозволяє зафіксувати розширення ДК ПЗВ на рівні 1 кут.сек. в порівнянні з напівшири-ною інструментального піку.

Для бездисперсійного розміщення ДКС інтенсивність дзеркально відбитого від зразка променя під кутом  $\Phi_0$  в залежності від кута повороту  $\alpha$  аналізатора описується співвідношенням :

$$I_0(\Phi_0, L) = G(\Phi_0, L) \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} R_m(a') F(b) R_{\Phi p}(\Phi_0 - a + b) R_a[2(\Phi_0 + b) - a + a'] da' db.$$

Тут  $R_m(a')$  - коефіцієнт відбивання від монохроматора,  $R_a$  - від аналізатора,  $2(\Phi_0 + \beta)$  - відхилення дзеркального променя по відношенню до падаючого на поверхню. Для оптично надгладких поверхонь напівширина  $\beta$  функції розподілів нахилів F( $\beta$ ) задовольняє нерівність  $b \ll \Phi_{\kappa p}$ . Якщо кут відхилення при вимірю-ванні ДК ПЗВ зразка встановити рівним  $\Phi_0 \approx 1/2\Phi_{\kappa p}$ , то з враху-ванням нерівності  $b \ll \Phi_{\kappa p}$  френелівський коефіцієнт відбивання  $R_{\Phi p}$ можна вважати постійним і винести за знак інтегралу. Тоді інтеграл з точністю до постійної і зсуву аргументу  $\alpha$  на  $2\Phi_0$  співпадає з ДКС кривої і описує інструментальну функцію, з якою порівнюється дзеркальний пік ДК ПЗВ. Якщо напівширина F( $\beta$ ) значно більша таких же величин для  $R_m$  і  $R_a$ , то підінтегральні вирази можна представити  $\delta$ -функціями і в результаті отримаємо:

$$I_0(\Phi_0, L) \approx F(a) R_{\Phi p}(\Phi_0 + a).$$
<sup>(2)</sup>

Отже для функції розподілу матимемо з точністю до постійної:

$$\mathbf{F}(a) \approx \frac{\mathbf{I}_0(\Phi_0, a)}{\mathbf{R}_{\Phi p}(\Phi_0 + a)} , \qquad (3)$$

де I<sub>0</sub>( $\Phi_0$ , L) вимірюється експериментально, а R<sub> $\Phi p$ </sub>( $\Phi_0$  + L) досить точно вираховується. Для R<sub>m</sub>, R<sub>a</sub>, F( $\beta$ ), що мають вигляд функцій Коші, фізичне розширення ДК ПЗВ в порівнянні з інструментальною кривою ДКС, буде рівне напівширині функції розподілу нахилів:

$$b = \Delta a_{(\mathrm{JK}\,\Pi 3\mathrm{B})} - \Delta a_{(\mathrm{JKC})}. \tag{4}$$

Таким чином, для відновлення функції нахилів F(β) достатньо виміряти напівширину дзеркальної (ДК ПЗВ) і інструментальної (ДКС) кривих.

Як уже зазначалось, застосування рентгенівської рефлектометрії, як в методі ІК ПЗВ, так і в методі ДК ПЗВ, по відношенню до визначення напівширини функції нахилів F( $\beta$ ), обмежено умовою  $0 < \overline{b} < \Phi_{\rm Kp}$ . Це обмеження пов'язано з тим, що коефіцієнт дзеркального відбивання Френеля близький до одиниці в інтервалі кутів  $0 < \Phi_0 < \Phi_{\rm Kp}$  і  $0 < \Phi < \Phi_{\rm kp}$ . Для  $\Phi_0 > \Phi_{\rm Kp}$ ,  $R_{\Phi p} \rightarrow 0$  і в зв'язку з відсутністю сигналу не може бути отримана інформація про рельєф поверхні. Розглянемо найпростішу модель синусоїдального профілю поверхні з висотою і кроком нерівностей профілю R і S відповідно:

$$y(x) = R\sin\left(2p\frac{x}{S}\right),\tag{5}$$

тоді кутовий нахил профілю і функція їх розподілу матиме вигляд:

$$\boldsymbol{b} \approx \frac{\mathrm{d}\boldsymbol{y}}{\mathrm{d}\boldsymbol{x}} = \frac{2\boldsymbol{p}\boldsymbol{R}}{\mathrm{S}}\cos\left(2\boldsymbol{p}\frac{\boldsymbol{x}}{\mathrm{S}}\right), \boldsymbol{F}(\boldsymbol{b}) = \frac{1}{\mathrm{S}}\frac{\mathrm{d}\boldsymbol{x}}{\mathrm{d}\boldsymbol{b}} = -\frac{1}{\mathrm{S}}\frac{\mathrm{S}^2}{4\boldsymbol{p}\mathrm{R}}\left[\sqrt{1-\left(\frac{\boldsymbol{b}\mathrm{S}}{2\boldsymbol{p}\mathrm{R}}\right)^2}\right]^{-\frac{1}{2}}.$$
 (6)

Середньоквадратичне відхилення профілю може бути представлене через другий момент функції F(β):

$$\overline{b}^2 = \int_{b_1}^{b_2} b^2 F(b) db = \frac{p^2 R^2}{2S^2}, \quad a \overline{b} = \frac{pR}{\sqrt{2}S}.$$
 (7)

Якщо припустити, що фізичне розширення ДК ПЗВ порівняне з  $\overline{b}$ , то з (7) можна отримати границі застосування методу рентгенівської рефлектометрії. Відношення висоти нерівностей профілю  $R_a$  до кроку  $S_m$  у визначеному кутовому інтервалі пов'язані з вимірюваними значеннями напівширин ДК ПЗВ  $\Delta q^p$  співвідношенням:

$$\frac{R_a}{S_m} = \frac{\Delta q^p}{4p},\tag{8}$$

де  $\Delta q^{\rm p} = dq_{\rm BMM} - q_0$ . Мінімальне розширення ДК ПЗВ в порівнянні з інструментальною функцією (кривою гойдання ДКС), що визначається експериментально, оцінюється величиною ~1 кут.сек., тобто 0.5 · 10<sup>-5</sup> рад. Максимальне розширення ДК ПЗВ рівне критичному куту ПЗВ -  $\Phi_{\rm Kp} \approx 0.5 \cdot 10^{-2}$  рад. Тоді для відношення R<sub>a</sub>/S<sub>m</sub> отримаємо межі:

$$0.5 \cdot 10^{-5} < \frac{R_a}{S_m} < 0.5 \cdot 10^{-2} \,. \tag{9}$$

Якщо допустити, що крок нерівностей  $S_m \approx 1$  мкм, то отримаємо:

$$0.5 \cdot 10^{-5} \,\mathrm{mkm} < \mathrm{R}_{a} < 0.5 \cdot 10^{-2} \,\mathrm{mkm}. \tag{10}$$

Нерівності (9) і (10) визначають межі застосування методу рентгенівської рефлектометрії.

### СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

- 1. Блохин М.А. Оптика рентгеновских лучей.-М.: Гостехиздат, 1953. 453с.
- 2. Алиханов А.И. Оптика рентгеновских лучей.- М.: ГТТИ, 1993.-104с.
- 3. Синайский В.М. Количественная оценка неровностей обработанных поверхностей высших классов чистоты методами рентгеновской рефлектометрии//Измерительная техника.-1983.- №6.-С.27—29.
- Виноградов А.В., Зорев Н.Н., Кожевников И.В., Якушкин И.Г. Об эффекте полного внешнего отражения рентгеновских лучей// ЖЭТФ.- 1985.- 89, вып.6(12).- С.2124-2132.
- 5. Ершов О.А., Брытов И.А. Отражение мягкого рентгеновского излучения от тонких слоев алюминия и хрома //Оптика и спектрометрия.- 1967.- 22, вып.2.- С.305.
- 6. Cosslett V.E., Nixon W.C. X-Ray Microscopy.- New York: Cambridge Univ. Press, 1960. 406p.

# SUMMARY

# FODCHUK I.M., RARANSKY A.M., KSHEVETSKA M.L., BALOVSYAK S.V. OPPORTUNITIES OF THREE-CRYSTAL X-RAY REFLECTOMETRY.

Experimental and theoretical base of crystal surface microgeometry research are presented. The two- and three-crystal x-ray reflectometry method was applied with use the total external reflection phenomenon. Limits of method application are determined.