

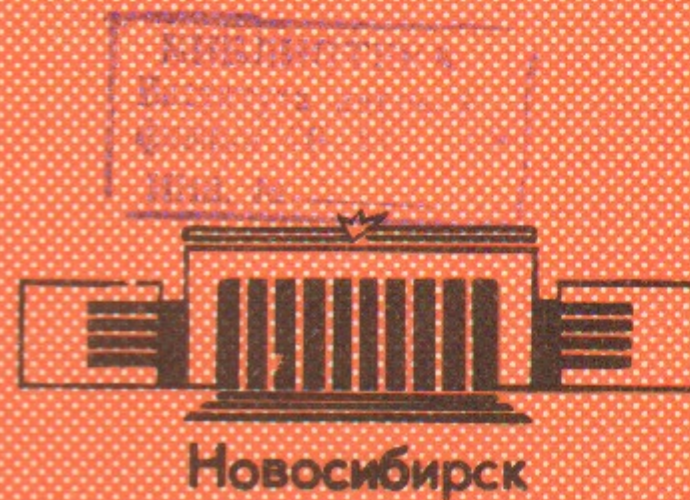
П.16

СИБИРСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ АН СССР  
ИНСТИТУТ ЯДЕРНОЙ ФИЗИКИ 33

В.Е.Панченко, В.А.Ушаков

ПРЕЦИЗИОННЫЙ ДВУХКРИСТАЛЬНЫЙ  
РЕНТГЕНОВСКИЙ СПЕКТРОМЕТР ДЛЯ  
ПОЛУЧЕНИЯ КРИВЫХ КАЧЕНИЯ

ПРЕПРИНТ 80 - 201





ПРЕЦИЗИОННЫЙ ДВУХКРИСТАЛЬНЫЙ РЕНТГЕНОВСКИЙ  
СПЕКТРОМЕТР ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ КРИВЫХ КАЧЕНИЯ

В.Е. Панченко, В.А. Ушаков

А Н Н О Т А Ц И Я

Описан двухкристальный рентгеновский спектрометр для получения кривых качения разнообразных кристаллов и эпитаксиальных структур в параллельной и антипараллельной установках по Бреггу и Лауэ. Приведены механические параметры прибора, описана его электроника: управление шаговыми двигателями для малых угловых перемещений; регистрация кривых качения. Экспериментально измерены основные характеристики прибора в параллельной установке по Бреггу.



В последнее время возрос спрос на высокосоввершенные кристаллы. Они необходимы для многих прецизионных физических приборов, применяющихся в физике твердого тела, ядерной физике, оптике и т.д.. Они стали материальной основой электроники. Поэтому одновременно развиваются методы контроля совершенства кристаллических структур. Среди этих методов значительную роль играет рентгеновская дифрактометрия, в частности, двухкристальная методика. Совершенство кристаллов, внутренние напряжения в них, искажения решетки, плотность дислокаций и других дефектов нетривиально, но весомо связаны со структурой и, в частности, шириной кривой качания. Контроль результатов отдельных этапов полупроводниковой технологии в ближайшее время станет немислим без двухкристальной методики; она должна стать оперативной, надежной, а не опирающейся, скажем, в секундной области, в значительной степени, на искусство экспериментатора, т.е. должна стать широко доступной. Попыткой приблизиться к решению этих задач и было создание описываемого ниже прибора.

Спектрометр имеет три отдельных вертикальных вала, т.е. позволяет решать и задачи трехкристальной методики (рис. I). Валы оснащены кристаллодержателями. Два первых вала смонтированы на общей платформе, которую можно в широких пределах перемещать по прямой (с угловой погрешностью  $\lesssim 1'$ ) и фиксировать; положение 3-го вала неизменно. Непараллельность осей вращения валов  $< 0,5'$ . Несовпадения базовых стенок кристаллодержателей с осями вращения валов следующие: угловое - менее  $20''$ ; линейное - менее 20 мкм. Прецессия осей вращения валов - менее  $20''$ ; биение валов - менее 2 мкм. Все детали спектрометра изготовлены на непрецизионных станках и затем смонтированы, притерты вручную и отъюстированы с помощью вспомогательных плоскошлифованных стальных пластин, микрометра ИГП с ценой деления 1000 Å и автоколлиматора со вспомогательными зеркалами. Рассогласования в течение двухлетней эксплуатации прибора не наблюдалось.

Все узлы спектрометра размещены на толстой алюминиевой плите  $1 \times 1 \text{ м}^2$ , под которой находится стальной каркас, содержащий автономный блок питания рентгеновской трубки (РТ), собранный по схеме утраивания В.А. Витка (50 кВ; 20 мА). Регулирование напряжения и тока накала РТ осуществляется электродвигате-



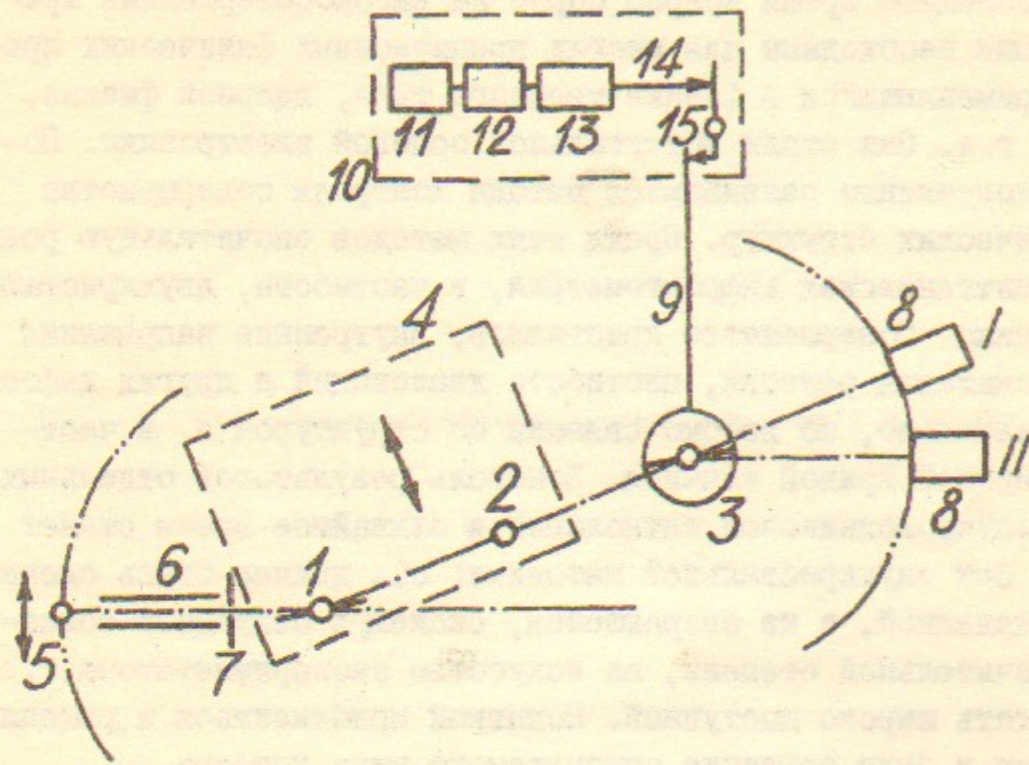


Рис. I.

1, 2, 3 - валы; 4 - платформа I-го и 2-го валов; 5 - фокус РТ; 6 - коллиматор Соллера; 7 - входная щель; 8 - детектор; 9 - рычаг; 10 - шаговый узел; 11 - шаговый двигатель; 12 - редуктор; 13 - сильфонный узел; 14 - винт-толкатель; 15 - коромысло.

лями, управляемыми от отдельной стойки электроники. Специальные меры для гашения механических колебаний всего устройства (пружины, резиновые шары, песчаная подушка и т.д.) не предпринимались. Прибор размещен в обычном помещении на 5-м этаже.

Угловая установка валов осуществляется грубо по отдельным шкалам с погрешностью  $\sim 0,5'$ . По углу вокруг оси I-го вала (кристалл-монохроматор) (рис. I) перемещается и фиксируется подставка с РТ (фокус вертикален, с проекцией  $\sim 40$  мкм для типичных РТ типа БСВ), положение которой регулируется вокруг радиальной и вдоль вертикальной и тангенциальной осей, и коллиматором Соллера с горизонтальными щелями (сечение каждой  $12 \times 0,2$  мм<sup>2</sup>; длина 118 мм; толщина стенок 0,1 мм) с общим размером ок-

на по вертикали 11,5 мм. Коллиматор формирует плоские пучки рентгеновского излучения с малой вертикальной угловой расходимостью ( $6'$ ), что необходимо также при измерении кривизны кристалла по методу двух линий. Между коллиматором и кристалл-монохроматором устанавливается вертикальная входная щель с регулируемой шириной 0-400 мкм для выделения одной рентгеновской линии и снижения уровня фона при съемке кривой качания.

В двухкристальном случае исследуемый кристалл помещается на 3-м валу. Установка базовых стенок кристаллодержателей под нужными относительными углами выполняется с помощью помещенных на кристаллодержателях вспомогательных зеркал и автоколлиматора. Позиция входной щели определяется по лазерному лучу, пропущенному в отсутствие на подставке РТ по траектории: коллиматор Соллера, зеркала в кристаллодержателях, входное окно детектора, который фиксируется на окружности, соосной с 3-м валом. Детектор - сцинтилляционный счетчик ( $NaJ(Tl)$ ; ФЭУ-84). При непараллельности в случае Брэгга (неперпендикулярности в случае Лауэ) работающих атомных плоскостей кристалла его по поверхности нужна коррекция установочного угла вала достигается его доворотом по собственной шкале (погрешность  $\sim 0,5'$  - см. выше). Измерение этих углов непараллельности (неперпендикулярности) выполняется с погрешностью  $\sim 0,5'$  предварительно на входящем в комплект прибора однокристалльном спектрометре с входным и выходным коллиматорами Соллера ([I]). Для компенсации выхода дифрагировавших на кристаллах лучей из экваториальной плоскости (см. непараллельность или неперпендикулярность) детектор снабжен вертикальным винтовым перемещением.

Нужный входной угол Брэгга устанавливается юстировочным тангенциальным перемещением РТ, когда детектор ждет рефлекс от кристалл-монохроматора (положение I на рис. I). Таким образом, последовательно просматривается вся К - серия вещества анода РТ и устанавливается нужная линия (под нужным углом Брэгга устанавливается по отношению к кристаллу-монохроматору прямая, соединяющая фокус РТ и входную щель). Коэффициент отражения (отражательная способность) в максимуме кривой качания ( $\eta$ ,  $-\eta$ ) - дробь, в числителе которой - возвышение кривой качания над фоном, а в знаменателе - интенсивность рефлекса от



кристалла-монокроматора (положение I детектора - рис.1) за вычетом фона. Фон находится небольшим качанием кристалла-монокроматора в обе стороны (цена деления соответствующего винтового толкателя -  $1,6''$ ).

Прецизионный узел прибора - шаговый-предназначен для малых вращений либо 2-го, либо 3-го (в двухкристальном режиме) вала. Детектор также имеет шаговый узел. Конец полуметрового рычага лежит на шарике, катящемся по плоскости шагового узла, когда последний включен; другой конец в двухкристальном случае жестко соединен с 3-м валом. Конеч рычага приводится в движение шаговым двигателем (ШД) ШДА-3ФМ: шаговое вращение ( $22,5^\circ$  на шаг) через редуктор 1:268 (от двигателя РД-09) и развязочный сильфонный узел передается винту-толкателю (шаг 0,5 мм), а последний через коромысло (отношение плечей 1:1, 3:1 и 10:1) воздействует на рычаг. Контроль линейных перемещений конца рычага микрокатером показывает, что статистическая погрешность в пересчете на угол не превышает  $5 \cdot 10^{-3}''$ , хотя велика ( $2 \cdot 10^{-2}''$ ) систематическая погрешность, обусловленная циклической погрешностью винта-толкателя. Отыскание двойного рефлекса облегчается и ускоряется, если это делать вручную: шаговый узел как целое перемещается по алюминиевой плите (цена деления соответствующего винтового толкателя -  $0,6''$ ).

Принципиальная схема связей блоков стойки электроники прибора показана на рис.2. На блоке ручного управления (БРУ)

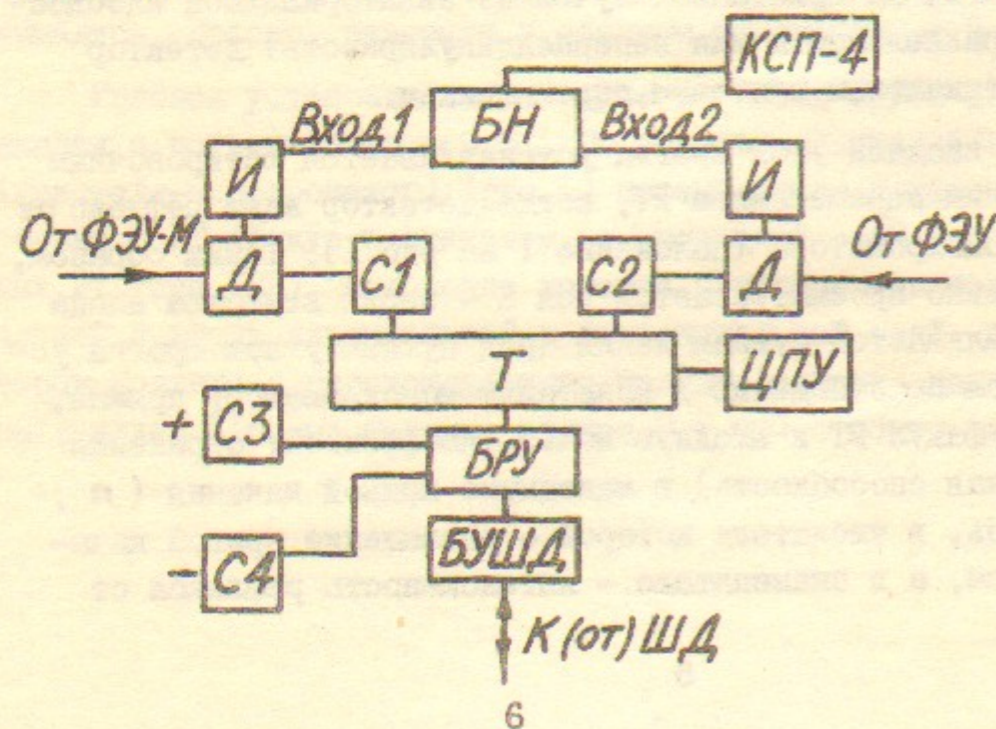


Рис.2.

задается число полушагов ШД, которое последний должен отработать в одном цикле, и направление его вращения. После прихода от таймера (Т) запускающего сигнала код от БРУ передается в блок управления ШД (БУШД), который преобразует его в последовательность импульсов тока в обмотках ШД. Частота полушагов  $\sim 120$  Гц задается внутренним генератором. Импульсы от БУШД подаются также на счетчики импульсов С3 и С4, которые фиксируют числа полушагов двух взаимно противоположных вращений ШД. После отработки ШД заданного числа полушагов в таймер поступает сигнал, включающий его и разблокирующий счетчики С1 и С2. На С1 через нормализующий дискриминатор (Д) подаются импульсы от детектора-монитора (ФЭУ-М), установленного в каком-либо месте спектрометра для регистрации той части потока излучения РТ, которая изменяется только из-за временной нестабильности интенсивности излучения РТ. На С2 через аналогичный дискриминатор подаются импульсы от основного детектора (ФЭУ). Время между двумя циклами отработки ШД задается на таймере. На нем же расположено управление режимами работы: поточечных измерений контура кривой качания и непрерывной съемки её, когда циклы отработки ШД следуют друг за другом через определенный временной интервал. Данные от счетчиков С1 и С2 выводятся на цифро-печатающее устройство (ЦПУ) или самописец (КСП-4). Линейные интенсивметры (И) преобразуют частоты следования импульсов от С1 и С2 в напряжения, которые подаются на блок нормировки (БН), построенный на основе логарифмических преобразователей. Блок нормировки вычисляет отношение напряжений от интенсивметров основного детектора и детектора-монитора с погрешностью  $\approx 5\%$ .

Прибор позволяет снимать в двухкристальном режиме ( $\pi$ ,  $-\pi$ ) кривые качания в широком диапазоне ширин на половине высоты (ШПВ). Верхний предел ШПВ определяется наибольшим ходом винта-толкателя (рис.1) при отношении плечей коромысла 1:1 -  $\sim 1,5^\circ$ . Наименьшее угловое перемещение, соответствующее полушагу ШД и отношению плечей коромысла 10:1, составляет  $2,4 \cdot 10^{-3}''$ , т.е. перекрывается и статистической, и систематической погрешностями.

Основные характеристики прибора измерены при контрольных съемках кривых качания ( $\pi$ ,  $-\pi$ ) с малой ШПВ по Бреггу



с использованием кремниевых шайб промышленного назначения диаметром 60 мм и малодислокационного кристалла германия. Все кривые качания снимались на длине волны  $M\alpha_1$ . Во многих случаях ШПВ оказывались существенно превышающими величины, вычисленные по Дарвину для непоглощающего совершенного кристалла и умноженные на  $\sqrt{2}$  для учета идентичности кристалла-монокристалла и исследуемого кристалла в предположении, что кривая отражения каждого отдельного кристалла - гауссова. Используемые кристаллы кремния - бездислокационные: это подтвердили и их топограммы, снятые по Брэггу на белом синхротронном излучении накопителя ВЭП-3; съемка топограмм по Лауэ оказалась невозможной из-за непланарных сторон пластин ([2]). Уширение дифракционного максимума может быть следствием и остаточных напряжений в бездислокационной пластине, и наличия других дефектов, и наличия непланарной стороны. Величина ШПВ также зависит от конкретного рабочего участка кристалла, освещаемого рентгеновским излучением. Существенен и вопрос о креплении пластин на кристаллодержателе. На ШПВ пластин толщиной  $\leq 400$  мкм влияют и помещение их в вертикальные пакеты из тонкой полиэтиленовой пленки, и особенно приклеивание пчелиным воском - уширение может достигать нескольких угловых секунд. Здесь использовался только очень легкий прижим пластин к базовым стенкам кристаллодержателя мягким поролоном.

Приводимые здесь для сравнения с измеренными дарвиновские ШПВ вычислялись с поляризационным фактором для неполяризованного излучения (усреднение по  $\sigma$ - и  $\pi$ -поляризации) и единичным фактором асимметрии. При вычислении атомных амплитуд использовались томсоновские члены из таблиц в [3], поправка на аномальную дисперсию введена по экспериментальным значениям действительной и мнимой частей дисперсионной поправки в [4].

#### 1. Погрешность измерения ШПВ.

а) Относительная систематическая погрешность измерения ШПВ определяется только погрешностями величин плеча рычага (рис.1), соотношения плечей коромысла и шага винта-толкателя, т.к. число полушагов ШД, укладываемых в записанную кривую качания, фиксируется счетчиком СЗ (Рис.2). Эта погрешность составляет  $\sim 4\%$ .

Статистическая погрешность измерения ШПВ (зависит не только от характеристик прибора, но и от интенсивности двойного рефлекса) получена из нескольких серий съемок кривых качания (доверительная вероятность 95% - и далее для статистических погрешностей), причем ни одно частное измерение ШПВ не оказалось грубой погрешностью (промахом) при уровне значимости  $\geq 10\%$  (таблица I).

Таблица I

Кристаллы	Рефлекс	Число измер. в серии	ШПВ, "	Относ. погрешность ШПВ, %	(Дарвин. ШПВ) $\times \sqrt{2}$ , "
Ge малодислок.	(III)	7	10,30 $\pm,79$	7,7%	10,25
Si электрон. провод., легир. фосфором	(III)	10	4,25 $\pm,22$	5,1%	4,21
Si диэроц. провод., легир. бором	(400)	15	2,45 $\pm,05$	2,1%	1,85
		21	2,41 $\pm,06$	2,7%	
См. Si (III)	(333)	13	1,68 $\pm,07$	4,1%	0,84
См. Si (400)	(800)	6	1,87 $\pm,11$	5,7%	0,46
См. Si (III)	(555)	9	0,90 $\pm,04$	4,6%	0,26
		13	0,61 $\pm,05$	8,4%	



2. Результаты измерений коэффициента отражения см. в таблице 2.

Таблица 2

Кристалл см. табл. I	Рефлекс	Число измерений в серии	Коэффициент отражения	Относит. погрешность коэфф. отражен.
Si	(III)	9	0,71 ±,01	1,3%
		6	0,80 ±,04	5,4%
Si	(400)	II	0,53 ±,01	1,4%
Si	(333)	5	0,54 ±,06	10,2%
Si	(555)	9	0,21 ±,01	4,7%
		13	0,29 ±,02	6,6%

3. Стабильность спектрометра проверялась с помощью кривой качания Si (555) с ШПВ = 0,6". При достижении половины высоты во время записывания кривой качания ШД останавливался. Здесь имеет место максимум производной кривой качания. Эта позиция наиболее чувствительна к различного рода нестабильностям. Далее запись продолжалась в течение нескольких десятков минут; отклонения от плато характеризуют нестабильность: они превышали статистические флуктуации не более, чем на 10% амплитуды кривой качания, что соответствует предельным угловым флуктуациям  $5 \cdot 10^{-2}$ ".

4. Шаговый узел участвует в съемке кривой качания лишь при правом вращении винта-толкателя (рис. I): обратный ход выполняется после отработки ШД нужного числа полушагов в обратном направлении подачей коромысла назад вручную. Это делается для исключения роли люфта шагового узла. Погрешность восстановления угловой позиции рычага (рис. I) измерялась с помощью

многократного повторения съемок кривой качания Si (555) с ШПВ = 0,6". Информацию дает положение кривой качания на диаграмме самописца: смещение ее пика при одном повторении составляет  $\sim 0,1$ ".

5. Характерные затраты времени при работе с прибором.

а) Настройка прибора по 30 позициям инструкции для снятия кривой качания (п, -п), включая измерение рефлекса от кристалла-монокроматора, установку исследуемого кристалла и отыскание двойного рефлекса в положении П детектора (рис. I), выполняется за 1 час.

б) На съемку 21 кривой качания Si(400) без смены кристаллов затрачивается 2ч 48 мин.

в) На съемку 10 кривых качания Si (400) со сменой исследуемых кристаллов затрачивается 2ч 06 мин.

Приносим благодарность С.Ю.Высоковскому за участие в создании прибора.



## Л и т е р а т у р а

1. В.Е.Панченко, В.А.Ушаков, "Упругая мозаичность" кристалла, получаемая при его кручении", Препринт ИЯФ 78-91, Новосибирск (1978).
2. С.Н.Коляденко, В.Е.Панченко, Рентгенотопографические съемки полупроводниковых кристаллов на синхротронном излучении накопителя ВЭШ-3, Докл. на Совещании "СИ-80", Новосибирск (1980).
3. Л.И.Миркин, Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов, Физматгиз, Москва (1961).
4. L. Gerward a. o., Acta Cryst. A35, 852 (1979).

Работа поступила - 27 октября 1980 г.

---

Ответственный за выпуск - С.Г.Попов  
Подписано к печати 17.11.1980г. МН 13535  
Усл. 0,8 печ.л., 0,6 учетно-изд.л.  
Тираж 150 экз. Бесплатно  
Заказ № 201.

---

Отпечатано на ротапринте ИЯФ СО АН СССР