



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 05.05.1973 (P. 162351)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.04.1975

Opis patentowy opublikowano: 16.05.1977

MKP G01n 23/20

Int. Cl.²

G01N 23/20

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: Krzysztof Szajko

Uprawniony z patentu: Polska Akademia Nauk, Instytut Fizyki,
Warszawa (Polska)

Dyfraktograf do badania struktury monokryształów

1

Przedmiotem wynalazku jest dyfraktograf dwukrystaliczny z oscylującą szczeliną do badania struktury monokryształów.

Znany dyfraktograf, którego zasada działania została przedstawiona w patencie polskim 67 684, współpracuje z punktowym źródłem emitującym rozbieżną wiązkę polichromatycznego promieniowania rentgenowskiego. Dyfraktograf ten wyposażony jest w diafragmę ze szczeliną umieszczoną na drodze wiązki promieniowania, wycinającą z niej strumień o dostatecznie małej rozbieżności kątowej, padający następnie na kryształ badany pod kątem spełniającym warunek Bragga dla wybranych płaszczyzn uginających ustawionych równoległe do osi obrotu kryształu oraz dla składowej charakterystycznej promieniowania źródła. Urządzenie zawiera również układ realizujący synchroniczny oscylacyjny ruch obrotowy diafragmy ze szczeliną i kryształu badanego z tą samą prędkością kątową co do wartości, kierunku i zwrotu. Obydwa te wzajemnie zależne ruchy umożliwiają uzyskanie odwzorowania struktury badanego kryształu w każdym jego punkcie obejmowanym kolejno przez wiązkę kolimowaną przez szczelinę i monochromatyzowaną przez kryształ badany. Układ tego dyfraktografu ma zatem dwie dokładnie wzajemnie równoległe osie obrotu: oś obrotu kryształu i oś obrotu szczeliny, przechodzącą dokładnie przez punktowe źródło. Element czuły na promieniowanie, oscylujący wokół osi dyfrakto-

2

grafu z tą samą prędkością kątową co badany kryształ, rejestruje promieniowanie uginane przez ten kryształ.

Wadą omawianego dyfraktografu jest występowanie w uzyskanych przy pomocy niego typografiach wewnątrz lub powierzchni kryształu — dubletu składowej promieniowania charakterystycznego, spowodowane dużym odchyleniem kątowym w sieci krystalicznej. Przeprowadzanie badań nie zapewnia możliwości ujawnienia subtelnych deformacji sieci krystalicznej.

Celem wynalazku jest opracowanie udoskonalonego dyfraktografu eliminującego wady wyżej omówionego urządzenia.

Zgodnie z wynalazkiem dyfraktograf wyposażony jest w płaski, monochromatyzujący kryształ, połączony z oscylującą przysłoną zawierającą szczelinę. Kryształ ten umieszczony jest na drodze prawie równoległej polichromatycznej wiązki wycinanej przez szczelinę i po zaaretowaniu tworzy z nią sztywny mechanicznie układ. Układ przysłona—kryształ oscyluje wokół pionowej osi przechodzącej przez mikroognisko lampy i równoległej do szczeliny. Amplitudę drgań tego układu ogranicza rozbieżność kątowa wiązki pierwotnej. Kąt między ramionami wyznaczonymi przez mikroognisko lampy i środek szczeliny oraz przez to mikroognisko i punkt znajdujący się na przecięciu osi dyfraktografu z płaszczyzną oscylacji wyżej wymienionego układu jest większy od 0°,

a mniejszy od podwojonego kąta Bragga, najkorzystniej mniejszy od tego kąta dla odbicia od wybranej rodziny płaszczyzn krystalograficznych kryształu monochromatyzującego i wybranej składowej promieniowania charakterystycznego.

Zastosowanie dyfraktografu według wynalazku do badań monokryształów umożliwia szybkie i precyzyjne przeprowadzenie tych badań, przy jednoczesnym rozszerzeniu ich skuteczności poprzez realizację obserwacji, nieujawnionych przy pomocy innych dyfraktografów, subtelnych deformacji sieci krystalicznej i rozszerzenie obrazu kryształu objętego badaniem.

Przedmiot wynalazku zostanie bliżej omówiony w oparciu o rysunek ilustrujący ideowy układ przykładu wykonania dyfraktografu. W rozwiązaniu według wynalazku na drodze wiązki promieniowania rentgenowskiego za mikroogniskiem Q lampy znajdują się kolejno diafragma S_1 , która stanowi okienko mikrolampy, oraz przysłona S_2 z wąską szczeliną. Pomiedzy tą szczeliną a kryształem badanym K umieszczony jest kryształ monochromatyzujący A , zamocowany obrotowo w stosunku do osi równoległej do szczeliny wykonanej w przysłonie S_2 oraz przesuwnie wzdłuż kierunku wyznaczonego przez środek tej szczeliny i mikroogniska Q lampy. Diafragma S_2 ze szczeliną oraz kryształ monochromatyzujący A po zaaretowaniu są sztywno ze sobą połączone, a tym samym pozostają nieruchome w stosunku do siebie, tworząc sztywny mechanicznie układ AS_2 . Układ ten jest tak umocowany w dyfraktografie, aby mógł oscylować wokół osi przechodzącej przez mikroognisko Q lampy. Amplituda tego ruchu ograniczona jest przez kąt rozbieżności wiązki pierwotnej promieniowania X . Każdy punkt układu AS_2 porusza się z tą samą prędkością kątową po łukach współśrodkowych okręgów, których środek geometryczny znajduje się w mikroognisku Q . Kryształ A zamocowany jest tak, że zajmuje w czasie ruchu położenie, w którym następuje odbicie wiązki padającej w kierunku osi dyfraktografu, a kąt między kierunkiem wiązki, padającej i wiązki ugiętej jest stale równy $2Q_B$ gdzie Q_B odpowiada kątowi Bragga dla uprzednio wybranej rodziny płaszczyzn krystalograficznych i długości fali odpowiadającej składowej $K\alpha_1$ promieniowania charakterystycznego.

Kryształ badany K jest umocowany obrotowo w stosunku do osi dyfraktografu i oscyluje wraz z filmem F . Dyfraktograf jest zaopatrzony w urządzenie realizujące oscylację układu AS_2 i badanego kryształu K z tymi samymi prędkościami kątowymi, równymi co do wartości, kierunku i zwrotu.

Działanie dyfraktografu według wynalazku przy wykonywaniu analizy struktury monokryształu jest następujące: na wstępie ustala się położenie kryształu monochromatyzującego A takie, aby wybrana rodzina płaszczyzn krystalograficznych spełniała warunek Bragga dla składowej $K\alpha_1$ promieniowania charakterystycznego. Po ustaleniu tak określonego położenia kryształu A , kryształ ten aretuje się, tym samym unieruchamiając go względem szczeliny S_2 , z którą zostaje sztywno

połączony. W celu skierowania ugiętej monochromatycznej wiązki na pionową oś oscylacji badanego kryształu i detektora, dyfraktograf jest zaopatrzony w mechanizm śrubowy do przesuwania środkowego położenia ruchu oscylacyjnego układu AS_2 .

Następnie dokonuje się obrotu kryształu badanego K do położenia, w którym jedna z rodzin płaszczyzn krystalograficznych tego kryształu spełnia warunek Bragga dla długości fali uginanej przez układ AS_2 , w którym to położeniu kryształ ten aretuje się.

Po tak przeprowadzonym wstępnym ustaleniu położenia kryształu K i układu AS_2 , układ ten wprawia się w ruch oscylacyjny wokół pionowej osi przechodzącej przez mikroognisko Q , a badany kryształ K wokół pionowej osi dyfraktografu z takimi samymi co do wartości, kierunku i zwrotu prędkościami kątowymi. W trakcie tego ruchu coraz to inny obszar badanego kryształu K , na który w danej chwili pada wiązka promieni X ugięta przez układ AS_2 , będzie znajdował się w położeniu spełniającym warunek Bragga.

Promieniowanie ugięte przez badany kryształ K rejestruje detektor F promieniowania oscylujący w trakcie badań wraz z tym kryształem.

Dyfraktograf wyżej opisany, dzięki skróceniu czasu badań kryształów, dużej zdolności rozdzielczej urządzenia oraz zaletom wykorzystania asymetrycznych odbić Bragga od kryształów monochromatyzującego i badanego, znajduje szerokie zastosowanie zarówno w badaniach laboratoryjnych, jak również przemysłowych, zwłaszcza do wykrywania defektów w półprzewodnikach.

Zastrzeżenie patentowe

Dyfraktograf do badania struktury monokryształów wyposażony w diafragmę ze szczeliną, wycinającą z pierwotnej, polichromatycznej, rozbieżnej wiązki, wiązkę prawie równoległą, oraz zawierający układ do realizacji oscylującego, wzajemnie synchronicznego równego co do wartości prędkości, kierunku i zwrotu ruchu szczeliny wokół pionowej osi przechodzącej przez ognisko źródła promieniowania X , oraz badanego kryształu i detektora promieniowania wokół pionowej osi dyfraktografu, **znamienny tym**, że wyposażony jest w płaski monochromatyzujący kryształ (A), połączony z przysłoną (S_2) zawierającą szczelinę, umieszczony na drodze polichromatycznej wiązki wycinanej przez tę szczelinę, tworząc układ (AS_2) oscylujący wokół pionowej osi przechodzącej przez mikroognisko (Q) źródła promieniowania X z prędkością kątową równą prędkości oscylacji badanego kryształu (K), a kąt między ramionami wyznaczonymi przez mikroognisko (Q) źródła i środek szczeliny oraz przez to mikroognisko (Q) i punkt znajdujący się na przecięciu pionowej osi dyfraktografu z płaszczyzną wahań sztywnego układu (AS_2) jest większy od 0° , a mniejszy od podwojonego kąta Bragga ($2Q_B$), najkorzystniej mniejszy od tego kąta (Q_B) dla odbicia od wybranej rodziny płaszczyzn krystalograficznych kryształu monochromatyzującego (A) i wybranej składowej promieniowania charakterystycznego ($K\alpha$).

