

Рис.10. Области интерференции над и внутри тонкого слоя на подложке. Стоячие волны образуются в областях *I* и *II*.

Необходимым условием возникновения стоячих волн внутри слоя является превышение угла падения над критическим $\varphi_0 > (\varphi_0)_{\max}$. При некоторых углах падения между поверхностями слоя и подложки будет укладываться целое число полупериодов стоячих волн. Если это число оказывается четным, то имеет место резонанс, соответствующий минимуму отражательной способности. При нечетном числе полупериодов возникает антирезонанс, соответствующий максимуму отражающей способности. При этом происходит многократное усиление интенсивности и слой может рассматриваться как рентгеновский волновод [19].

Поля стоячих волн наблюдаются также в многослойных структурах и монокристаллах. В этом случае для теоретического рассмотрения соотношения интенсивностей используются те же матричные уравнения переноса (49).

Для совершенных кристаллов возникновение стоячих волн, основанное на когерентном рассеянии излучения упорядоченными атомными структурами, рассмотрено в работах [20,21] в рамках динамической теории дифракции.

6. Практическое использование оптических свойств рентгеновского излучения

Законы преломления и отражения рентгеновского излучения находят широкое применение в рентгеновской спектрометрии, дифрактометрии и микроскопии. Их практическое использование позволяет значительно улучшить параметры измерительной аппаратуры, а в ряде случаев получить качественно новые результаты в исследованиях веществ и материалов.

Рассмотрим некоторые достижения в рассматриваемой области.

6.1. Расширение возможностей рентгеновской спектрометрии

До недавнего времени разложение в спектр рентгеновского излучения было основано на использовании только естественных и искусственных кристаллов, межплоскостные расстояния которых малы для получения информации о спектральном распределении в области длин волн порядка десятков и сотен ангстрем. Многослойные структуры позволили создать псевдокристаллы с большим межплоскостным расстоянием и тем самым распространить рентгеновскую спектрометрию на длинноволновую область. Так что современные волновые рентгеновские спектрометры регистрируют излучение таких элементов, как бор, углерод, азот, кислород, фтор. Многослойные рентгеновские структуры (зеркала), представленные на рис.8, имеют чередующиеся углерод - вольфрамовые, углерод - титановые, углерод - никелевые и другие периодические слои. Выбор пары элементов для чередующихся слоев определяется не только рентгенооптическими свойствами, но и необходимостью обеспечения малых скоростей взаимной диффузии между слоями. Периоды многослойных отражающих структур составляют 3 - 5 нм.

Зависимость предельного числа периодов N_{max} углерод - металл от длины волны отражаемого излучения представлена на рис.11. В качестве подложки для получения таких структур обычно используется стекло или полированный кварц.

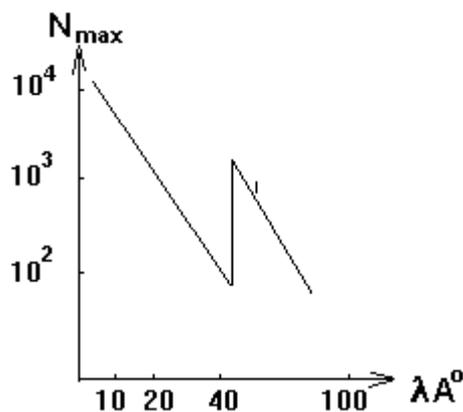


Рис.11. Максимальное число периодов углерод-металл рентгеновского зеркала для различных длин волн падающего излучения.

Наличие скачка на рис.11 обусловлено скачком поглощения углерода при 43.7 Å .

Теоретическое выражение для соотношения интенсивностей отраженного в первом порядке I_1 и падающего I_0 излучений определяется [22] зависимостью

$$\frac{I_1}{I_0} = \text{th}^2 \left[\frac{Nd^2}{\pi} (F_a - F_b) \right], \quad (56)$$

где N - число слоев; d - период, включающий в себя суммарную толщину двух слоев; F_a и F_b - атомные факторы рассеяния для материалов a и b этих слоев.

Техника изготовления многослойных покрытий хорошо отработана. Она использует методы электронно-лучевого распыления или лазерного напыления при точном контроле толщины слоев с помощью рефрактометра. Многослойные зеркала совершенны с точки зрения кристаллографии, так как не имеют мозаичной (блочной) структуры, свойственной естественным кристаллам. Несмотря на это, разрешающая способность многослойных структур существенно уступает монокристаллам и оказывается порядка нескольких градусов. Для таких зеркал следует говорить не об отраженных длинах волн, а скорее о полосах отражения.

Другим важным направлением в использовании волновых свойств рентгеновского излучения явилось создание рентгеновских спектрометров с полным внешним отражением [Ошибка! Залка не определена.,23], позволяющих существенно снизить предел обнаружения содержания элементов при рентгенофлуоресцентном

анализе. (Пределом обнаружения называется минимальное количество анализируемого вещества, которое может быть обнаружено данным методом). Если монохроматический пучок рентгеновского излучения направить на изучаемый объект под углом $j_o < (j_o)_{\max}$, то, как ранее отмечено, это излучение проникает в отражающее вещество на малую глубину порядка десятков - сотен ангстрем и возбуждает в нем рентгеновскую флуоресценцию. В облучаемом объекте первичное излучение не претерпевает значительного рассеяния. Поэтому фоновая составляющая рентгеновской флуоресценции, обусловленная этим процессом, практически отсутствует, что позволяет получить высокую контрастность аналитического сигнала. Возможен и другой вариант, когда на поверхность объекта, не дающего собственного характеристического излучения в исследуемой области спектра, наносят небольшое количество анализируемого вещества. Под действием падающего монохроматического излучения это вещество флуоресцирует, а фоновое излучение от подложки из-за эффекта полного внешнего отражения практически отсутствует. Принципиальная схема такого прибора, позволяющая реализовать оба рассмотренных варианта, представлена на рис.12.



Рис.12. Схема флуоресцентного прибора, использующего эффект полного внешнего отражения.

На рис.12 отражатели 1 и 2 отсекают коротковолновую часть неоднородного излучения источника. Флуоресцентное излучение образца обычно регистрируется полупроводниковым детектором. В качестве источника может быть использована рентгеновская трубка или синхротронное излучение. В приборах такого типа очень высокие требования предъявляются к чистоте обработки поверхностей: шероховатости не должны превышать 1 мкм. Достигнутый предел обнаружения характеризуется величинами порядка 10^{-5} %. При использовании синхротронного излучения становится возможным определение в приповерхностных слоях образца фемтограммовых количеств некоторых элементов [24].

Схема, представленная на рис. 12, модифицирована в работах [25,26] путем максимального приближения отражателей 1 и 2 к источнику первичного излучения (рентгеновская трубка) и использования очень малого зазора между этими отражателями. Отполированные кремниевые отражатели прижимаются друг к другу с

усилием 0,1 Н. Поскольку поверхности отражателей не идеальны, то между ними возникает зазор порядка 20-30 нм. Попадая в такой зазор, первичное излучение многократно испытывает полное внешнее отражение с усилением длинноволновой части интервала, соответствующего углам $(\varphi_0)_{\max} < \varphi < 0$. Приближение такого «бесщелевого» коллиматора к источнику первичного излучения позволяет существенно увеличить интенсивность слабо расходящегося пучка излучения, выходящего из зазора.

6.2. Способы фокусировки рентгеновского излучения

Одна из целей создания светосильных рентгеновских микропучков состоит в повышении качества микронзондовых исследований вещества. Использование рентгеновского микропучка вместо пучка заряженных частиц при определении элементного состава снижает примерно в 10^4 раз энергию, вносимую в образец при том же самом наборе определяемых элементов. При этом, если интенсивность падающего пучка $> 10^8$ фотон/мкм²/с, то предел обнаружения уменьшается на порядок. Рентгеновский микронзонд может быть использован также при идентификации фаз и напряжений с субмикронным разрешением. При этом возможно получить разрешение деформаций выше, чем 1 часть на 10^4 .

Рентгеновский микронзонд обычно не требует вакуумирования, а рентгеновский микропучок, благодаря высокой проникающей способности, позволяет вести неразрушающий анализ более глубоких слоев образца, чем зонд заряженных частиц.

Хотя эти и другие преимущества рентгеновского микронзонда неоспоримы, слабость рентгеновских источников и неэффективность рентгеновской оптики долгое время ограничивали его широкое применение. В настоящее время синхротронное излучение обеспечивает яркость источника, на 10 - 12 порядков превышающую яркость мощных рентгеновских трубок с вращающимся анодом. С другой стороны современная оптика рентгеновских микропучков [27] использует весьма эффективные системы с фокусировкой отраженного излучения, зонные пластинки Френеля, конусные капилляры и различные комбинации этих оптических элементов.

Рассмотрим фокусировку рентгеновского излучения **конусным капилляром**, который позволяет получать [28,29,30] размер пучка от 0,1 до 10 мкм (полная ширина на половине максимума). Схема такой фокусировки представлена на рис.13.

Рентгеновские лучи, испытывают полное внешнее отражение от гладкой внутренней поверхности капилляра при углах падения α , меньших критического. Первое отражение происходит под углом $\alpha +$

b , где b - половинный угол капиллярного конуса. Второе отражение происходит под углом $a + 3b$, а n -ное - под углом $a + (2n-1)b$. При падении под углом больше критического рентгеновский луч поглощается поверхностью и не участвует в процессе фокусировки.

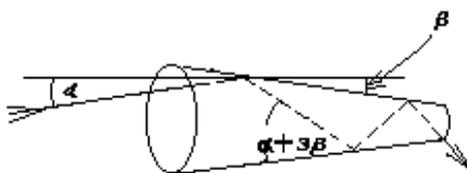


Рис.13. Схема линейного конусного капилляра с несколькими отражениями попавшего в него рентгеновского луча.

Максимальное сжатие M_{max} пучка конусным капилляром определяется как

$$M_{max} \approx (a + b) \cdot (j_0)_{max}$$

При энергии рентгеновских квантов порядка 20 кэВ критический угол для стекла $(j_0)_{max} \gg 1,5$ мрад. Тогда при $a + b \gg 36$ мкрад получаем величину максимального сжатия порядка 1: 14.

Возможности капиллярной оптики при решении задач рентгеновского анализа рассмотрены в обзорной работе [31]. Излучение, отраженное от стенок капилляра, должно интерферировать с образованием стоячих волн. Волновая теория прохождения через капилляр когерентного и некогерентного излучения развита в работах [32,33].

Одним из недостатков фокусирующих капилляров является их сравнительно малая апертура. Поэтому использование таких капилляров перспективно в качестве конечной фокусирующей ступени конденсирующих систем, когда сравнительно малое сжатие (например, 1:10) позволяет свести 10 мкм диаметр фокуса к размеру в 1 мкм.

Другой недостаток капилляров состоит в трудности получения гладкой поверхности капиллярного отверстия.

Фокусировка при отражении рентгеновского излучения охватывает не только процессы полного внешнего отражения, но и Брегговскую спектральную оптику, а также отражения многослойными структурами.

Схемы вертикального и плоского линейного фокусирования рентгеновского излучения рассмотрены в работах [27,34] и представлены на рис.14.

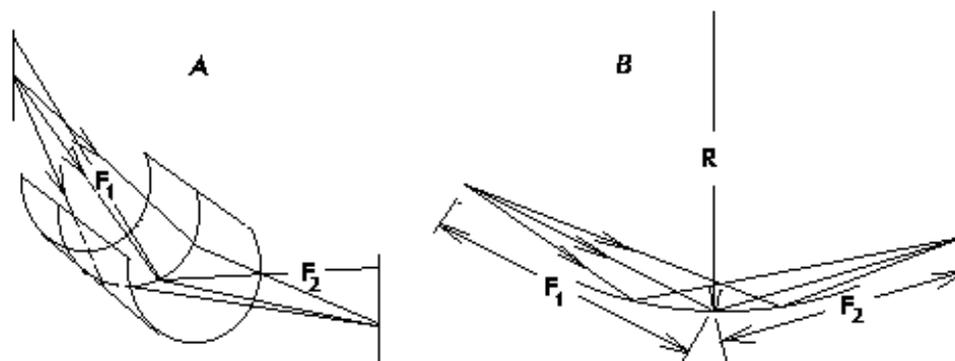


Рис.14. Схемы вертикального (А) и плоского (В) линейного фокусирования пучка рентгеновского излучения.

Линейные схемы фокусирования широко используются в рентгеноспектральной аппаратуре с волновой дисперсией. В кристалл-дифракционных спектрометрах фокусировка обычно осуществляется в плоском варианте (методы Иоганна, Иоганссона, Кошуа), вертикальная фокусировка (метод Гамоша) используется реже. Для многослойных структур применимы методы Иоганна и Гамоша.

Для получения точечного фокуса при полном внешнем отражении могут быть использованы эллипсоидальные зеркала, которые комбинируют обе рассмотренные выше фокусировки в одном оптическом элементе с двойной кривизной. В принципе эллипсоидальное зеркало позволяет получить изображение источника в виде субмикронного пучка. Однако создание эллипсоидальных зеркал полного внешнего отражения связано с преодолением серьезных трудностей в изготовлении высоко асимметричной оптики с рентгеновской чистотой обработки поверхности. Все-таки такие зеркала имеются и позволяют получить фокальное пятно размером 100 мкм^2 [35].

Трудности изготовления эллипсоидальных зеркал преодолеваются комбинированием меридианальных зеркал в геометрии Киркпатрика - Бозе (см. рис.15.). В варианте полного внешнего отражения система зеркал Киркпатрика-Бозе [36], как и эллипсоидальное зеркало, имеют преимущество пропускания широкой спектральной полосы падающего рентгеновского излучения.

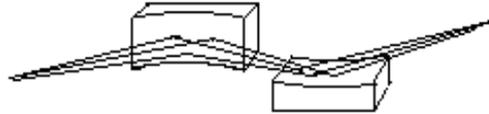


Рис.15. Схема хода лучей для пары фокусирующих зеркал Киркпатрика - Бозе.

Обычно рассматриваемая система использует цилиндрические или сферические зеркала, что позволяет получать фокальное пятно диаметром около 10 мкм. Переход к эллиптическим зеркалам дает фокусное пятно диаметром порядка 1 мкм. Такой переход стал возможен после решения проблемы получения эллиптической поверхности с субмикронной шероховатостью [37].

Система зеркал Киркпатрика - Бозе используется также в многослойном варианте. По сравнению с вариантом полного внешнего отражения многослойные зеркала имеют примерно в 5 раз большие углы отражения. Но при этом возникают трудности настройки энергии вне полосы пропускания многослойной структуры. Отражательная способность многослойных зеркал составляет 30 - 60%, тогда как для зеркал полного внешнего отражения она составляет 70 - 90%.

Фокусировка рентгеновского излучения может быть также осуществлена с помощью **зонных пластинок Френеля**. Указанные пластинки представляют собой концентрические слои (зоны), нанесенные таким образом, чтобы расстояние от краев зоны до фокуса оказалось равным $l/2$, где l - длина волны фокусируемого излучения. Зонные пластинки для рентгеновской области впервые получены и опробованы в 1988 г Бионта с сотрудниками в Lawrence Livermore National Laboratory. При использовании зонных пластинок возможно получение микропучков с разрешением около 0,1 мкм. Существующие технологии позволяют изготовить зонные пластинки с эффективностью порядка 30% и фокусным расстоянием ~ 30 см. Фокусное расстояние обратно пропорционально длине волны фокусируемого излучения. Поэтому возникающая хроматическая aberrация ограничивает полезную апертуру зонной пластинки для заданной спектральной полосы пропускания.

Хроматическая aberrация практически отсутствует в **Брегг-Френелевской оптике** [38,39], которая комбинирует отражение монокристаллом и оптику зонной пластинки. Здесь контрастная фазовая фигура Френеля налагается на монокристалл (или многослойную структуру) путем шагового их травления (см. рис.16). Фазовый контраст обеспечивается различием длины пробега до фокуса от начала и конца этого шага.

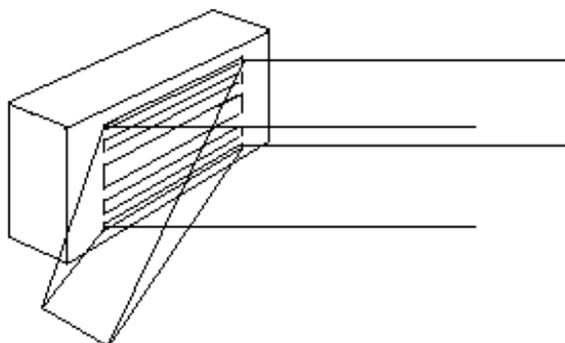


Рис.16. Фокусировка Брегг – Френелевской оптической системы.

Практическое получение зон упрощается, так как они опираются на массивный монокристалл. Узкая энергетическая полоса пропускания при Брегговском отражении гарантирует пренебрежимо малую хроматическую aberrацию. Для точечной фокусирующей Брегг-Френелевской линзы получены размеры фокуса $5 \times 2,5 \text{ мкм}^2$. Брегг-Френелевская оптика может быть скомбинирована с фокусирующими системами Киркпатрика-Бозе.

Сопоставление параметров для различных способов формирования микропучков (энергия синхротронного излучения 20 кэВ, кольцевой ток синхротрона 100 ма) осуществлено в табл.5.

Таблица 5.

Сравнительные достоинства формирователей микропучка фотонов с энергией 20 кэВ, получаемых на синхротроне с кольцевым током 100 мА.

Оптика	Достигнутое пространств. разрешение (мкм)	Расходимость (мрад)	Поток *) (фотон/с)	Полоса пропускания	Сканируемость
Капилляр	0,1 - 5	~ 1,5	$1,6 \times 10^{10}$ монохр. $1,1 \times 10^{12}$ непрерыв	Высокие E отфильтр. до 20 кэВ	Да
Киркп.-Бозе зеркало	0,5 - 5	~ 0,5	$5,4 \times 10^{10}$ монохр. $3,6 \times 10^{12}$ непрерыв	Непрерыв до 22 кэВ	Да
Киркп.-Бозе многослойник	0,5 - 5	~ 2	$1,9 \times 10^{11}$ монохр. $1,2 \times 10^{13}$ непрерыв	1 - 5%	Трудно

Зонная пластина	0,2 - 5	~ 0,5	$5,7 \times 10^{10}$ только монохр.	1×10^{-4}	Возмо- жно
Брегг- Френель	0,2 - 5	~ 0,5	$5,7 \times 10^{10}$ только монохр.	1×10^{-4}	Трудно

*) Поток рассчитан для фокуса в 1 мкм^2 и для полосы пропускания 1% (непрерывное излучение) или 0,015% (монохроматическое излучение).

Другим перспективным направлением в фокусировании рентгеновского пучка является транспортировка излучения по изогнутым волноводам, сфокусированным в одну точку. Такие волноводы являются в некоторой степени аналогом оптической волоконной оптики. Отличие состоит в том, что для рентгеновского излучения вакуум является оптически наиболее плотной средой. Поэтому рентгеновский волновод должен быть трубчатым.

Теоретическая модель фотонной передачи рентгеновского излучения через капиллярную систему рассмотрена в работе [40]. Сведения о поликапиллярных рентгеновских линзах и их оптических свойствах можно найти в работах [31,41]. Комбинация маломощной импульсной острофокусной рентгеновской трубки с капиллярными полулинзами последнего поколения [42] позволила получить импульсы излучения порядка 10^{13} фотон/с в пределах фокального пятна размером 20 мкм.

Одним из применений капиллярной оптики является рентгеновская микроскопия. Так на рентгеновском микроскопе с параболическим типом капилляров удалось создать светосильный фокус размером 10 мкм, что позволило исследовать узлы микроэлектроники, кристаллы и ряд биологических объектов [43].

6.3. Сопоставление разрешающей и отражательной способности рентгенооптических элементов

Рационально сопоставить параметры процессов отражения на монокристаллах и многослойных зеркалах, а также аналогичные параметры для эффекта полного внешнего отражения. Такое сопоставление осуществлено в работе [Ошибка! Залка не определена.] и приведено на рис.17.

При Брегговском отражении отражательная способность в ряде случаев может приближаться к 100% (см. рис.17а). Полоса пропускания (разрешение) определяется числом n участвующих в дифракции плоскостей: $dE/E \gg 1/n$ и оказывается весьма узкой.

Дифракция происходит при углах примерно в 20 раз больших, чем критические углы полного внешнего отражения. Брегговская оптика в частности полезна для сбора сильно расходящихся пучков монохроматического излучения.

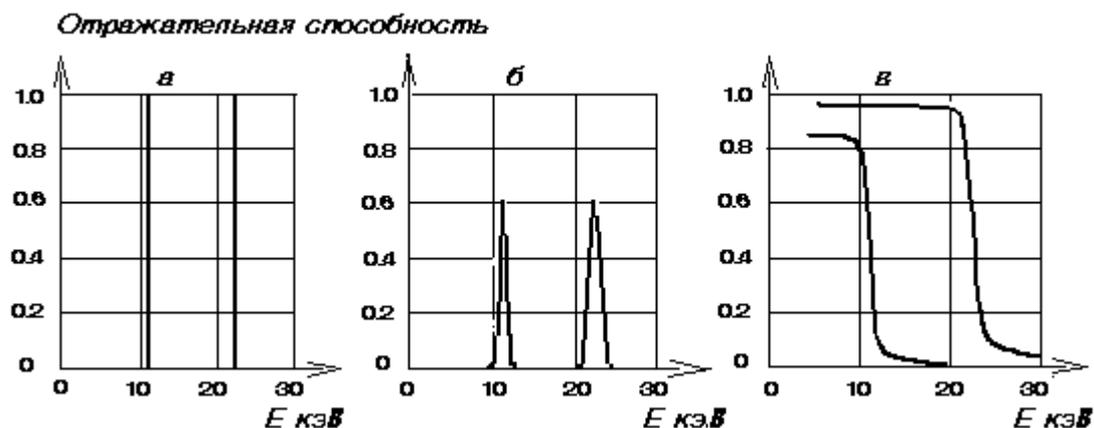


Рис.17. Отражение (в первом и втором порядке) рентгеновского излучения: *а* - дифракция на монокристалле *Si(111)* /дифракция Вульфа-Брегга/; *б* - многослойное зеркало; *в* - полное внешнее отражение /поверхность родия/.

Полное внешнее отражение рентгеновского излучения от ультра гладких поверхностей эквивалентно полному внутреннему отражению для видимых длин волн, когда показатель преломления в вакууме меньше, чем в прозрачной среде. Для зеркал с высоким атомным номером Z критический угол, ниже которого происходит полное внешнее отражение, может быть представлен как $j_{max} \gg 0,08 / E$ (кэВ). Для углов ниже критического отражательная способность может быть близка к единице (см. рис.17в). Зеркала полного внешнего отражения часто используются для фокусировки излучения с широкой полосой пропускания.

Многослойные синтетические зеркала по своим характеристикам являются средними между брегговской оптикой и зеркалами полного внешнего отражения. Обычно рентгеновское излучение проникает через 20 - 200 отражающих слоев. Поэтому полоса пропускания оказывается много шире, чем для брегговской отражающей оптики, но много меньше, чем для оптики полного внешнего отражения (см. рис.17б). Углы отражения для многослойных систем примерно в 5 раз больше критических углов полного внешнего отражения.

19. Zheludeva S.I., Kovalchuk M.V., Novikova N.N. and Sosphenov A.N.// *Adv. X-Ray Chem. Anal. Jpn.*, 1995, 26s, p.181.
20. Batterman B.W.// *Phys. Rev.*, 1963, 133, A759.
21. Batterman B.W. and Cole H. // *Rev. Mod. Phys.*, 1964, 36, p.681.
22. Аристов В.В., Ерко Р.К. Рентгеновская оптика// М.: Наука, 1991, 150 с.
23. Stoev K.N., Sakurai K. // *Spectrochim. Acta*, 1999, B54, p.41-45.
24. Wobrauschek P., Gorgl R., Kregsamer P., Strelt C., Pahlke S., Fabry L., Haller M., Knochel A., Radtke M.// *Spectrochim. Acta*, 1997, B52, p.901-906.
25. Egorov V.K., Kondratiev O.S., Zuev A.P., Egorov E.V. The modification of TXRF-methods by using of X-ray slitless collimator// *Adv. X-Ray Anal.*, 2000, v.43, p.406-417.
26. Егоров В.К., Зуев А.П., Егоров Е.В. Рентгенофлуоресцентный анализ ультранизкого загрязнения в условиях полного отражения рентгеновского пучка, сформированного бесщелевым коллиматором// Заводская лаборатория, 2001, том 67, №3, с.3-11.
27. Ice G.E. Microbeam-forming methods for synchrotron radiation// *X-Ray Spectrometry*, 1997, v.26, p.315-326.
28. Bilderbach D.H., Hoffman S.A. and Thiel D.J.// *Science*, 1994, 263, p.201-203.
29. Vincze L., Janssens K., Adams F.// *Adv. X-Ray Anal.*, 1994, 37, p.553-559.
30. Vincze L., Janssens K., Adams F., Rindby A., Engstrom P.// *Adv. X-Ray Anal.*, 1999, 41, p.252-261.
31. Kumakhov M.A. Capillary optics and their use in X-ray analysis// *X-Ray Spectrometry*, v.29, №5, p.343-348.
32. Dabagov S.B., Marcelli A. Single-reflection regime of X-ray that travel into monicapillary// *Appl. Optics*, 1999, v.38, p.7494.
33. Dabadov S.B. Wave theory of X-ray channeling in capillary structures// *Proc. SPIE*, 2000, v.4155, p.73.
34. Блохин М.А. Методы рентгеноспектральных исследований. – М.: Физматгиз, 1959, 336 с.
35. Riekel C.// *J.Phys.(Paris)*, 1993, IV, C8, p.403.
36. Kirkpatrick P. and Baez V.// *J. Opt. Soc. Am.*, 1948, 38, p.766.
37. Howells M.// *Opt. Eng.*, 1995, 34, p.410.
38. Chavanne J., Ellesume P., Tarazona E., Hartman Y.M., Snigireva I.I. and Snigirev A.A.// *Rev. Sci. Instrum.*, 1994, 65, p.1959.
39. Kuznetsov S.M., Snigireva I.I., Snigirev A.A., Engstrom P. and Riekel

-
- C. // Appl. Phys. Lett., 1994, 65, p.827.
40. Alexandrov Yu.M., Dabagov S.B., Kumakhov M.A., Murashova V.A., Fedin D.A., Fedorchuk R.V., Yakimenko M.N.// Nucl. Instrum. Methods, 1998, B134, p.174-180.
41. Kumakhov M.A.// Adv. X-Ray Anal., 1999, 41, p.214-226.
42. Ibraimov N.S., Nikitina S.V., Gruev D.I., Lopurko K.N. Investigation of the radiation integfal intensity given by microfocus tube and X-ray lens// Proc. SPIE, 2000, v.4155, p.
43. Hosokawa Y., Ozawa S., Nakazawa H., Nakayama Y.// X-Ray Spectrometry, 1997, 26, p.380-387.

