



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۲۲۷۸۱
چاپ اول
۱۳۹۹

INSO
22781
1st Edition
2020

فناوری نانو- ارزیابی ضخامت، چگالی و
پهنای فصل مشترک نانوفیلم‌های تک و
چندلایه به وسیله بازتاب سنجی پرتوی
ایکس (XRR) -

روش آزمون

**Nanotechnologies— Assessment of
thickness, density and interface width
of single-and multi-layer nanofilms by
X-ray reflectometry (XRR)—**

Test method



دارای محتوای رنگی

ICS: 35.240.70; 71.040.40

استاندارد ملی ایران شماره ۲۲۷۸۱ (چاپ اول): سال ۱۳۹۹

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«فناوری نانو - ارزیابی ضخامت، چگالی و پهنای فصل مشترک نانوفیلم‌های تک و چندلایه به وسیله بازتاب‌سنجی پرتوی ایکس (XRR) - روش آزمون»

رئیس:

نوروزیان علم، شهاب
(دکتری مهندسی برق - الکترونیک)

سمت و/یا محل اشتغال:

عضو هیئت علمی - دانشگاه علم و صنعت ایران

دبیر:

میرکاظمی، سید محمد
(دکتری مهندسی مواد و متالورژی)

عضو هیئت علمی - دانشگاه علم و صنعت ایران

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسلامی پور، الهه
(کارشناسی ارشد زیست شناسی)

کارشناس - گروه استاندارد و ایمنی ستاد فناوری نانو

بازیار، الهام
(کارشناسی ارشد فیزیک)

کارشناس - آزمایشگاه مرکزی دانشگاه صنعتی شریف

پوی پوی، حسن
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

دبیر - کمیته فنی متناظر فناوری نانو ISIRI/TC 229

دباغ کاشانی، فاطمه
(دکتری فیزیک)

عضو هیئت علمی - دانشگاه علم و صنعت ایران

سیفی، مهوش
(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

نایب رئیس - کمیته فنی متناظر فناوری نانو ISIRI/TC 229

فعال نظری، ندا سادات
(کارشناسی ارشد مهندسی مواد و متالورژی)

کارشناس - آزمایشگاه مرکزی دانشگاه صنعتی شریف

گل زردی، سمیرا
(کارشناسی ارشد نانومواد)

کارشناس - گروه استاندارد و ایمنی ستاد فناوری نانو

میرزاجانی، فاطمه
(دکتری فیتوشیمی)

عضو هیئت علمی - دانشگاه شهید بهشتی

ویراستار:

سیفی، مهوش

(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

سمت و/یا محل اشتغال:

نایب رئیس- کمیته فنی متناظر فناوری نانو ISIRI/TC 229

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ح	پیش‌گفتار
ط	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات، تعاریف، نمادها و کوتاه‌نوشت‌ها
۲	۱-۳ اصطلاحات و تعاریف
۸	۲-۳ نمادها و کوتاه‌نوشت‌ها
۸	۴ الزامات ابزاری، رهنمودهای هم‌محورسازی و موقعیت‌دهی
۸	۱-۴ الزامات ابزاری برای روش روبشی
۱۴	۲-۴ هم‌محورسازی ابزاری
۱۵	۳-۴ هم‌محورسازی نمونه
۱۷	۵ جمع‌آوری و ذخیره داده
۱۷	۱-۵ ملاحظات مقدماتی
۱۸	۲-۵ پارامترهای روبش داده
۱۸	۳-۵ بازه دینامیک
۱۸	۴-۵ اندازه گام (تعریف پیک)
۱۹	۵-۵ زمان جمع‌آوری (شمارش‌های انباشت‌شده)
۲۰	۶-۵ جمع‌آوری داده بخش‌بخش شده
۲۰	۷-۵ کاهش نوفه
۲۰	۸-۵ آشکارسازها
۲۱	۹-۵ محیط
۲۱	۱۰-۵ ذخیره داده‌ها
۲۱	۶ آنالیز داده‌ها
۲۱	۱-۶ پردازش مقدماتی داده‌ها
۲۲	۲-۶ مدل‌سازی نمونه
۲۵	۳-۶ شبیه‌سازی داده‌های XRR
۲۵	۴-۶ مثال‌های کلی
۲۸	۵-۶ برازش داده‌ها
۳۱	۷ اطلاعات موردنیاز هنگام گزارش‌دهی آنالیز XRR

صفحه	عنوان
۳۱	۱-۷ کلیات
۳۲	۲-۷ جزئیات تجربی
۳۲	۳-۷ روش‌های اجرایی آنالیز (شبیه‌سازی و برازش)
۳۴	۴-۷ روش‌هایی برای گزارش‌دهی منحنی‌های XRR
۳۷	پیوست الف (الزامی) الزامات ایمنی و رهنمود برای تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی
۵۰	پیوست ب (آگاهی‌دهنده) نمونه گزارش برای ویفر اکسی نیتريد سيليكون
۵۵	پیوست پ (آگاهی‌دهنده) بازتاب‌سنج پرتوی ایکس آزمایشگاهی باریکه همگرا سریع هم‌زمان با استفاده از هندسه پاشش چندزاویه‌ای
۶۲	پیوست ت (آگاهی‌دهنده) مشخصه‌یابی بازتابندگی پرتوی ایکس از رسوب نانولایه اتمی Al_2O_3/TiO_2 دولایه‌های بسیار نازک تکرارشونده
۶۸	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «فناوری نانو- ارزیابی ضخامت، چگالی و پهنای فصل‌مشترک نانوفیلم‌های تک و چندلایه به‌وسیله بازتاب‌سنجی پرتوی ایکس (XRR)- روش آزمون» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده است، در هشتاد و هفتمین اجلاس هیئت کمیته ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۳۹۹/۰۳/۰۷ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون‌های مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

منابع و مأخذی که برای تهیه و تدوین این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

۱- استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۶۸۰: سال ۱۳۸۷، آگاه‌کننده تابش یونساز- نماد تکمیلی

- 2- ISO 4287-1:1984, Surface roughness- Terminology- Part 1: Surface and its parameters
- 3- ISO 16413:2013, Evaluation of thickness, density and interface width of thin films by X-ray reflectometry- Instrumental requirements, alignment and positioning, data collection, data analysis and reporting
- 4- Safety code 32: 1994, *Safety requirements and guidance for analytical X- ray equipment*, Health Canada, Published by authority of the minister of national health and welfare

مقدمه

بازتاب‌سنجی پرتو ایکس (XRR)^۱ به‌طور گسترده، برای اندازه‌گیری ضخامت، چگالی و پهنای فصل‌مشترک نانوفیلم‌های تک‌لایه یا چندلایه با ضخامت پوشش بین تقریباً ۱ nm تا ۱ μm روی زیرلایه، به‌کاربرده می‌شود. در این روش ضروری است تجهیزات و طول‌موج پرتوی ایکس مناسب و سازگار با لایه مورد بررسی انتخاب شوند. نمونه باید به‌صورت کاملاً افقی در معرض تابش باریکه پرتو ایکس قرار گیرد. در روش‌های آنالیز شیمیایی سطحی معمول ضخامت نمونه به‌وسیله اطلاعات مقدار ماده و توابع تبدیل، تخمین زده می‌شود، ولی سامانه XRR قابلیت اندازه‌گیری ضخامت در محدوده نانومتر را مستقیماً فراهم می‌کند. روش XRR یک روش توانمند برای اندازه‌گیری نانوفیلم‌های نازک با قابلیت ردیابی در سامانه SI^۲ است. اندازه‌گیری‌ها ممکن است با پیکربندی‌های ساده مانند ابزارهای آزمایشگاهی تا پیکربندی‌های پیچیده مانند بازتاب‌سنج‌های با خطوط باریکه تابش سنکروترونی یا سامانه‌های خودکار مورد استفاده در صنعت، انجام شود.

توصیه می‌شود حین جمع‌آوری داده‌ها، به ناپایداری فیزیکی و شیمیایی احتمالی لایه‌ها توجه ویژه‌ای شود. عدم توجه به این موضوع می‌تواند سبب کاهش قابل توجه دقت نتایج اندازه‌گیری شود. از آنجاکه XRR، در یک طول‌موج مشخص عمل می‌کند، اطلاعات شیمیایی در مورد لایه‌ها را فراهم نمی‌کند. با توجه به توانمندی این روش، تدوین استاندارد جهت ارائه الزامات عملکردی این روش و بررسی مطالعات موردی ضروری است. استاندارد حاضر به این مهم خواهد پرداخت.

الزامات کلیدی مربوط به تجهیزات مناسب برای جمع‌آوری داده بازتابندگی آینه‌ای^۳ با کیفیت بالا، در بند ۳ توضیح داده می‌شود. الزامات مربوط به هم‌محورسازی نمونه و موقعیت‌یابی (به‌گونه‌ای که اندازه‌گیری‌های مفید و درستی حاصل شوند) نیز در این بند ارائه می‌شود. موضوعات کلیدی مربوط به جمع‌آوری داده مربوط به بازتابندگی پرتوی ایکس با کیفیت بالا و مناسب برای پردازش و مدل‌سازی داده‌های مربوط به آزمون، در بند ۴ توضیح داده می‌شود. در روش‌های قدیمی، جمع‌آوری داده به‌صورت سنتی با انجام اندازه‌گیری‌های منفرد با ورود مستقیم داده توسط کاربر هدایت می‌شد. ولی، به‌تازگی غالباً داده‌ها به‌وسیله فرمان‌دادن به ابزارها با اجزای چندگانه، جمع‌آوری می‌شوند. علاوه‌بر حالت کاربرمحور، می‌توان داده را با استفاده از دستورات خودکار به‌وسیله برنامه نرم‌افزاری کنترل‌کننده ابزار موجود، جمع‌آوری کرد. در بند ۵ این استاندارد، اصول آنالیز داده XRR با بازتاب آینه‌ای به‌منظور دستیابی به اطلاعات فیزیکی ماده در مورد آزمون ارائه می‌شود. در حالی که، برازش^۴ XRR با بازتاب آینه‌ای می‌تواند فرایندی پیچیده باشد، ساده کردن

1 - X-Ray Reflectometry (XRR)

2 - SI tracibility

3 - Specular reflection

4 - Fitting

پیاده‌سازی با تضمین کیفیت و حفظ شفافیت عملکرد برای کاربر، امکان‌پذیر است. بسته‌های نرم‌افزاری بسیاری وجود دارند که برای شبیه‌سازی و برازش داده XRR مناسب هستند.

توصیف جزئیات نظریه‌ها و الگوریتم‌ها هدف این استاندارد نیست. اطلاعات موردنیاز هنگام گزارش‌دهی آزمون‌های XRR در بند ۶ فهرست شده‌است. مروری اجمالی برای راه‌های ممکن جهت ارائه داده و نتایج XRR معرفی شده‌است و در صورت وجود چند راه، انتخاب ارجح مشخص شده‌است.

این استاندارد، روش آزمونی برای انجام اندازه‌گیری‌ها و آنالیز XRR است. توصیه می‌شود، برای توضیحات کامل روش، به منابع مناسب رجوع شود (به‌عنوان مثال منابع شماره [1] تا [7] کتاب‌نامه).

لازم به ذکر است که در پیوست الف، نکات ایمنی کار با تجهیزات پرتوی ایکس بر اساس استاندارد ارائه می‌شود. در پیوست ب، نمونه گزارش برای ویفر اکسی نیتريد سيليكون بررسی شده‌است.

با توجه به آنکه در سال‌های اخیر استفاده از دستگاه XRR با پرتوهای ایکس همگرا سبب کاهش زمان نمونه‌برداری شده و امکان مطالعه مایعات را نیز فراهم کرده‌است، در این استاندارد در پیوست پ، این موضوع بررسی می‌شود.

در پایان، مطالعه موردی راجع به مشخصه‌یابی بازتابندگی پرتوی ایکس از رسوب نانو لایه اتمی Al_2O_3/TiO_2 دوبلایه‌ای تکرار شونده (نانولمینیت)^۲ بسیار نازک، در پیوست ت ارائه می‌شود.

۱ - اعداد داخل قلاب به شماره منبع ذکر شده در کتاب‌نامه اشاره دارد.

فناوری نانو- ارزیابی ضخامت، چگالی و پهنای فصل مشترک نانوفیلم‌های تک و چندلایه به‌وسیله بازتاب‌سنجی پرتوی ایکس (XRR) - روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای ارزیابی ضخامت، چگالی و پهنای فصل مشترک نانوفیلم‌های تک‌لایه‌ای و چندلایه‌ای است. این ارزیابی در لایه‌هایی با ضخامت بین تقریباً ۱ nm تا ۱ μm، روی زیرلایه صاف، به‌وسیله دستگاه‌های بازتاب‌سنجی پرتوی ایکس (XRR) انجام می‌شود.

در این روش اغلب از باریکه موازی تکفام استفاده می‌شود که آزمون را به‌صورت زاویه‌ای یا بردار پراکندگی روبش می‌کند. ملاحظات مشابهی برای حالت باریکه همگرا با جمع‌آوری داده به‌صورت موازی^۱، با استفاده از آشکارساز توزیع‌شده یا روبش طول‌موج به‌کار می‌رود که در این استاندارد مختصراً بررسی شده‌است.

یادآوری- به آلودگی‌ها یا واکنش‌های احتمالی روی سطح آزمون توجه شود. دقت نتایج برای درونی‌ترین لایه، به‌شدت تحت‌تأثیر تغییرات در سطح قرار می‌گیرد. با توجه به اینکه پرتوی ایکس یونیزه‌کننده و دارای مخاطرات بسیاری برای کاربر است، در این استاندارد، توصیه‌هایی در مورد ایمنی کار با دستگاه‌های آنالیز بر پایه پرتوی ایکس ارائه شده‌است.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به‌صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده‌است. بدین ترتیب آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده‌باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام آور نیست، در مورد مراجعی که بدون ذکر انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده‌است. همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است.

2-1- ISO 4287-2: 1984, Surface roughness- Terminology- Part 2: Measurement of surface roughness parameters.

2-2- ISO 11146-1, Lasers and laser- related equipment- Test methods for laser beam widths, divergence angles and beam propagation ratio- Part 1: Stigmatic and simple astigmatic beams

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۱۷۱۰: سال ۱۳۸۷، لیزرها و تجهیزات مرتبط با لیزر- روش‌های آزمون برای تعیین پهنای، زوایای واگرایی و نسبت انتشار پرتو لیزر- قسمت اول: پرتوهای آستیگماتیک و آستیگماتیک ساده، با استفاده از استاندارد ISO 11146-1: 2005 تدوین شده‌است.

۳ اصطلاحات، تعاریف، نمادها و کوتاه‌نوشت‌ها

۱-۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۱-۳

زاویه فرودی

incident angle

زاویه بین باریکه فرودی و سطح آزمون است.

۲-۱-۳

زاویه بحرانی

critical angle

زاویه بین باریکه فرودی و سطح آزمون، θ_c ، است که در مقادیر کمتر از آن، بازتاب کلی خارجی پرتوی ایکس وجود دارد و در مقادیر بیشتر از این زاویه، باریکه پرتوی ایکس به زیر سطح آزمون نفوذ می‌کند.

یادآوری ۱- زاویه بحرانی را می‌توان برای ماده یا ساختار آزمون مشخص با نرم‌افزارهای شبیه‌سازی پیدا کرد و یا از فرمول $\theta_c = \sqrt{2\delta}$ تقریب زد. $n = 1 - \delta - i\beta$ ، ضریب شکست مختلط آزمون برای پرتوی ایکس، $1 - \delta$ بخش حقیقی و β بخش موهومی آن است.

۳-۱-۳

طول آزمون

specimen length

بعد آزمون در راستای تقاطع صفحه باریکه‌های پرتوی ایکس بازتابی و فرودی و صفحه آزمون است.

۴-۱-۳

پهنای آزمون

specimen width

بعد آزمون در راستای عمود بر صفحه باریکه‌های پرتوی ایکس بازتابی و فرودی در صفحه آزمون است.

۵-۱-۳

ارتفاع آزمون

specimen height

Z

بعد (ضخامت) آزمون عمود بر صفحه آزمون است.

۳-۱-۶

ضخامت لایه

layer thickness

ضخامت هر لایه مجزا، روی زیرلایه است.

۳-۱-۷

جاپای باریکه

beam footprint

سطح آزمونه تابش‌دهی شده به وسیله پرتوی ایکس است.

۳-۱-۸

ریزش باریکه

beam Spill-off

اثر فرود خراشان^۱ که شامل کاهش شدت بازتابی اندازه‌گیری شده است. این پدیده زمانی اتفاق می‌افتد که فقط بخشی از باریکه (نه تمام آن) روی سطح آزمونه فرود می‌آید.

۳-۱-۹

تابع ابزاری

instrument function

تابعی تحلیلی، توصیف‌کننده اثرات ابزار و تفکیک، روی شدت پرتوی ایکس پراکنده شده است.

۳-۱-۱۰

فضای معکوس

reciprocal space

نمایشی از آزمونه فیزیکی و پرتوهای ایکس که در آن فاصله متناسب با عکس فضای حقیقی و زوایا همخوان با زوایای فضای حقیقی رسم می‌شود.

۳-۱-۱۱

بُردار موج

wave vector

k

بُردار در فضای معکوس توصیف‌کننده باریکه‌های پرتوی ایکس فرودی و پراکنده شده است.

1 - Grazing incidence

۱۲-۱-۳

بُردار پراکندگی

scattering vector

q

بُردار در فضای معکوس ارائه‌دهنده اختلاف بین بردارهای موج فرودی و پراکنده‌شده است.

۱۳-۱-۳

صفحه پاشش

dispersion plate

صفحه‌ای که شامل منبع، آشکارساز و باریکه‌های پرتوی ایکس بازتابی آینه‌ای و فرودی است.

۱۴-۱-۳

بازتابندگی پرتوی ایکس آینه‌ای

specular X-ray reflectivity

سیگنال پرتو ایکس بازتابی آشکارشده در زاویه‌ای برابر با زاویه پرتوی ایکس فرودی با سطح آزمونه،

$$\frac{2\theta}{2} = \omega, \text{ است.}$$

یادآوری - شدت پرتو ایکس پراکنده‌شده و آشکارشده به صورت تابعی از ω یا 2θ یا q_z (معمولاً برحسب q_z یا ω) اندازه‌گیری می‌شوند.

۱۵-۱-۳

بازتابندگی پرتوی ایکس پخشیده

diffuse X-ray reflectivity

پراکنده شدن پرتوی ایکس به وجود آمده از نقص آزمونه است.

۱۶-۱-۳

فرینج

fringe

یکی از بیشینه‌های تکرارشونده در بازتاب‌سنجی که ناشی از تداخل امواج پرتوی ایکس است.

یادآوری - تناوب‌های فرینج به ضخامت یک لایه (یا چندین لایه) با چگالی الکترون متفاوت مرتبط است. لایه‌های چندگانه منجر به مجموعه‌هایی از فرینج‌های تداخلی برهم‌نهاد می‌شود.

۱۷-۱-۳

تباین فرینج

fringe contrast

توصیف کمی ارتفاع یک فرینج یعنی اختلاف بین کمینه و بیشینه آن است. یادآوری - اختلاف بزرگ‌تر بین کمینه و بیشینه منجر به تباین بزرگ‌تری می‌شود.

۱۸-۱-۳

چگالی الکترونی

electron density

ρ_e

تعداد الکترون در واحد حجم است.

یادآوری ۱- در روش XRR معمولاً چگالی الکترونی بر حسب الکترون بر نانومتر مکعب یا الکترون بر آنگستروم مکعب اندازه‌گیری می‌شود.

یادآوری ۲- چگالی الکترونی می‌تواند به وسیله چگالی جرمی محاسبه شود.

۱۹-۱-۳

چگالی جرمی

mass density

ρ

جرم بر واحد حجم است.

یادآوری - چگالی جرمی بر حسب kgm^{-3} (یا گاهی بر حسب gcm^{-3}) اندازه‌گیری می‌شود.

۲۰-۱-۳

طول جذب

absorption length

L_{abs}

فاصله‌ای که روی آن شدت عبوری به $\frac{1}{e}$ شدت فرودی کاهش می‌یابد. e عدد نپر^۱ است.

یادآوری - عدد (e) یکی از ثابت‌های ریاضی و پایه لگاریتم طبیعی است. عدد نپر تقریباً برابر ۲٫۷۱۸۲ است.

۲۱-۱-۳

سامانه مختصات X, Y, Z

X, Y, Z coordinate system

سامانه مختصات متعامد که در آن X ، جهت در صفحه آزمون، موازی با باریکه فرودی هنگامی که $\phi = 0$ است، Y جهت در صفحه آزمون، عمود بر باریکه فرودی هنگامی که $\phi = 0$ است و Z جهت عمود بر صفحه آزمون است.

۲۲-۱-۳

پهنای فصل مشترک

interface width

پهنای فصل مشترک اطلاعاتی در مورد مشخصه‌های آماری سطح فراهم می‌کند. پهنای فصل مشترک از سه عامل ناصافی هندسی، گرادیان چگالی یا ترکیب‌بندی در فصل مشترک تأثیر می‌پذیرد. پهنای فصل مشترک نمی‌تواند با یک روش یکتا توصیف شود و در متون علمی توصیفات گوناگونی برای آن ارائه شده‌است. برای اهداف بررسی‌های عددی، یکی از مناسب‌ترین توصیفات برای مربع پهنای فصل مشترک، ممان دوم تابع وزنی است که متناسب با گرادیان پروفایل فصل مشترک، m ، است:

$$\sigma^2 = \frac{\int dz z^2 m'(z)}{\int dz m'(z)}$$

که در آن z ارتفاع نسبت به فصل مشترک میانگین است.

یادآوری ۱- ناصافی هندسی سطح، متشکل از بی‌نظمی سطح با فواصل نسبتاً کوچک که معمولاً شامل بی‌نظمی‌های حاصل از روش ساخت مورد استفاده و/یا دیگر تأثیرات است. این بی‌نظمی‌ها در حدودی که به صورت مناسب تعریف شده‌اند، به طور مثال در حدود طول نمونه‌برداری، در نظر گرفته می‌شوند.

یادآوری ۲- بازتابندگی آینه‌ای پهنای فصل مشترک کل را اندازه‌گیری می‌کند و تمایزی بین ناصافی هندسی و گرادیان چگالی/یا ترکیب‌بندی در فصل مشترک قائل نمی‌شود. برای تشخیص این موارد و اندازه‌گیری جداگانه آن‌ها علاوه بر بازتابندگی آینه‌ای، بازتابندگی پخشیده مورد استفاده قرار می‌گیرد.

یادآوری ۳- گرادیان چگالی یا ترکیب‌بندی منجر به گرادیان ضریب شکست نوری در فصل مشترک می‌شود.

پهنای باریکه

beam widths

d_σ

<ممان دوم تابع چگالی توان (انرژی) پهنای کوچک‌ترین شکاف در دو جهت متعامد مرجح x و y عمود بر محور باریکه، z ، که چنین توصیف می‌شوند:

$$d_{\sigma_x}(z) = 4\sigma_x(z)$$

$$d_{\sigma_y}(z) = 4\sigma_y(z)$$

که در آن ممان دوم تابع توزیع چگالی توان $E(x,y,z)$ باریکه در موقعیت z چنین به دست می‌آید:

$$\sigma_x^2(z) = \frac{\iint (x - \bar{x})^2 E(x, y, z) dx dy}{\iint E(x, y, z) dx dy}$$

$$\sigma_y^2(z) = \frac{\iint (y - \bar{y})^2 E(x, y, z) dx dy}{\iint E(x, y, z) dx dy}$$

$(x - \bar{x})$ و $(y - \bar{y})$ فاصله از مرکز نوری (\bar{x}, \bar{y}) هستند. مختصات مرکز نوری براساس ممان‌های اول چنین محاسبه می‌شود:

$$\bar{x} = \frac{\iint x E(r, \varphi, z) dx dy}{\iint E(r, \varphi, z) dx dy}$$

$$\bar{y} = \frac{\iint y E(r, \varphi, z) dx dy}{\iint E(r, \varphi, z) dx dy}$$

یادآوری ۱- اصولاً، روی کل صفحه xy انتگرال‌گیری انجام می‌شود. در عمل انتگرال‌گیری باید روی سطحی انجام شود که حداقل ۹۹٪ توان (انرژی) باریکه در آن ثبت شده‌است.

یادآوری ۲- در باریکه‌های پالسی، چگالی توان، E ، با چگالی انرژی، H جایگزین می‌شود.

۲-۳ نمادها و کوتاه‌نوشت‌ها

توضیح	یکا	علامت
زاویه باریکه پرتوی ایکس آشکارشده نسبت به باریکه پرتوی ایکس فرودی	تتا ^۲	2θ
زاویه بین باریکه پرتوی ایکس فرودی و سطح آزمون	امگا	ω
زاویه چرخش ^۱ حول محور عمود بر سطح آزمون	فی	ϕ
زاویه کجی ^۲ آزمون حول یک محور در صفحه آزمون و صفحه پاشش (صفحه باریکه پرتوی ایکس فرودی، منبع پرتوی ایکس و آشکارساز)	خی	χ
زاویه بحرانی		θ_c
طول موج باریکه پرتوی ایکس فرودی		λ
چگالی جرمی		ρ
چگالی الکترونی		ρ_e
بردار موج		k
بردار پراکندگی		q
اندازه مولفه بردار پراکندگی در فضای وارون، عمود بر سطح آزمون (شکست پرتو اصلاح‌شده یا اصلاح‌نشده)، $q_z = \frac{4\pi}{\lambda} \sin(\theta)$		q_z
ریشه میانگین مربع ارتفاع سطح محدود مقیاس (مطابق استاندارد ISO 25178-2) یا پهنای فصل مشترک		σ
طول جذب در آزمون		L_{abs}
بازتاب‌سنجی پرتوی ایکس یا بازتابندگی پرتوی ایکس		XRR
ارتفاع آزمون		Z

۴ الزامات ابزاری، رهنمودهای هم‌محورسازی^۳ و موقعیت‌دهی

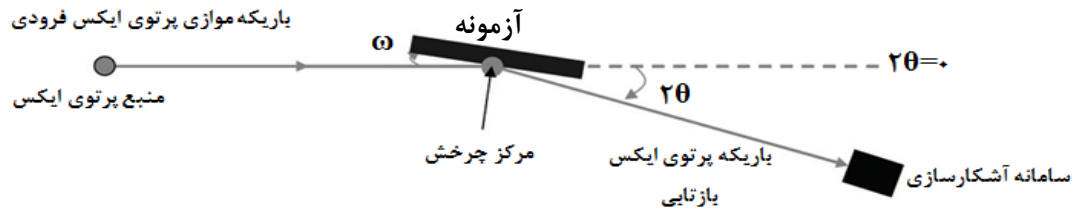
۱-۴ الزامات ابزاری برای روش روبشی

۱-۱-۴ طرحواره‌ها

- 1 - Rotation
- 2 - Tilt
- 3 - Alignment

الزامات اصلی، مربوط به قطر باریکه و موقعیت‌دهی آن روی مراکز هم‌محور محورهای چرخش آزمونه (ω) و آشکارساز (2θ) هستند.

شکل (۱) طرحواره یک باریکه موازی اصلی با پیکربندی روبشی برای آزمون XRR را نشان می‌دهد. حالت باریکه همگرا و آشکارساز توزیع‌شده در این شکل نشان داده نشده‌است.



راهنما:

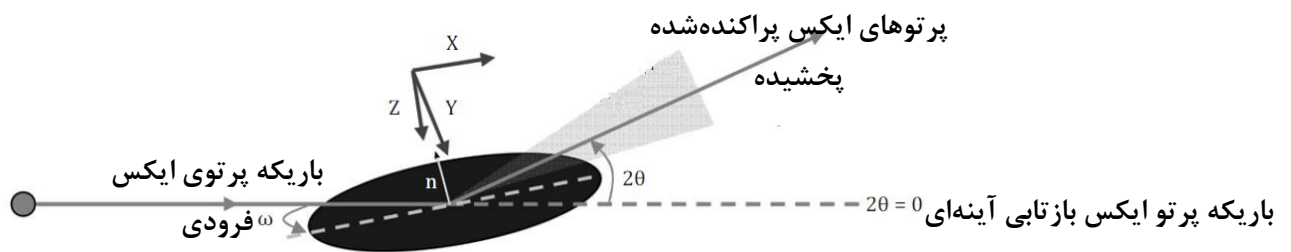
ω زاویه بین سطح آزمونه و باریکه پرتوی ایکس فرودی؛

زاویه بین باریکه آشکارشده و $2\theta = 0^\circ$ (امتداد باریکه پرتوی ایکس فرودی).

یادآوری - مرکز چرخش، جایی که باریکه‌های فرودی و بازتابی، سطح آزمونه و محورهای چرخش ω و 2θ با یکدیگر تلاقی می‌کنند، با دیسک برجسته نشان داده شده‌است.

شکل ۱- چیدمان طرحواره یک پیکربندی تجربی XRR روبشی که در آن صفحه پاشش نشان داده شده‌است

شکل (۲) طرحواره XRR با پیکربندی روبشی در نمای سه‌بعدی را نشان می‌دهد. در این شکل باریکه پرتوی ایکس پراکنده شده پخشیده و بازتابی آینه‌ای نشان داده شده‌است.



منبع پرتوی ایکس

آزمونه

راهنما:

ω زاویه بین سطح آزمونه و باریکه پرتوی ایکس فرودی؛

2θ زاویه بین پرتو آشکارشده (در $2\theta = 0^\circ$) و هر بخش از باریکه بازتابی که مطلوب است (باریکه آشکارشده).

شکل ۲- طرحواره باریکه‌های پرتوی ایکس بازتابی پخشیده و آینه‌ای

۴-۱-۲ باریکه فرودی - الزامات و توصیه‌ها

۴-۱-۲-۱ باریکه فرودی - الزامات

الزامات زیر باید در روش روبش، بر باریکه موازی اعمال شود. ملاحظات مشابه برای باریکه همگرا با روش جمع‌آوری داده موازی نیز اعمال می‌شود.

الف- باریکه فرودی باید در کل زمان آزمون پایدار باشد (یا بتواند جبران شود).

ب- باریکه فرودی باید تکفام باشد. پاشش^۱ طول‌موج $d\lambda$ باید شرط زیر را برآورده کند: $d\lambda < \lambda d\theta / \tan(\theta_m)$ که در آن $d\theta$ واگرایی باریکه و θ_m معمولاً زاویه فرودی بیشینه است. این زاویه، جایی است که هنوز فرینج مشاهده می‌شود.

مثال: اگر از باریکه فرودی تابش $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 0.1541 \text{ nm}$) با واگرایی زاویه‌ای ۵۰ قوس ثانیه^۲ استفاده شود و اگر فرینج‌ها تا زاویه‌ی فرودی $3/5^\circ$ مشاهده شوند، نیاز است که $d\lambda$ کوچک‌تر از ۰.۳۵ nm باشد.

پ- اگر باریکه به اندازه کافی موازی نباشد، واگرایی باریکه، ضخامت قابل آشکارسازی را محدود می‌سازد. عملاً، بیشینه ضخامت قابل اندازه‌گیری، کمتر از $\lambda / (6 \sin(d\theta))$ است. در این رابطه $d\theta$ واگرایی باریکه برای یک نمونه مناسب است. برای تجهیزات آزمایشگاهی معمول حد ضخامت قابل‌اندازه‌گیری چند صد نانومتر است.

ت- شدت باریکه فرودی باید به‌گونه‌ای باشد که چندین مرتبه بالاتر از بیشینه پس‌زمینه باشد، زیرا شدت بازتابی به سرعت در مقادیر بیشتر از زاویه بحرانی کاهش می‌یابد. در مقادیر کمتر از زاویه بحرانی، بازتاب کلی وجود دارد. در مقادیر بیشتر از زاویه بحرانی، شدت بازتابی با نرخ متناسب با q_z^{-4} برای سطح کاملاً صاف کاهش می‌آید. نرخ کاهش برای لایه با ضریب شکست گرادیانی^۳ و/یا سطح ناصاف بیشتر است.

۴-۲-۱-۲ باریکه فرودی - توصیه‌ها

توصیه‌های زیر در روش روبشی در مورد باریکه موازی مورد توجه قرار می‌گیرد. ملاحظات مشابهی در روش جمع‌آوری داده موازی در مورد باریکه همگرا وجود دارد.

الف- توصیه می‌شود آزمون تحت تابش‌دهی یکنواخت باشد و به‌وسیله آشکارساز مشاهده شود. این تابش‌دهی یکنواخت ممکن است با کنترل شکاف‌های باریکه پراکنده‌شده و فرودی و/یا با جادادن (برای مثال) یک لبه چاقو^۴ در نزدیکی آزمون به‌دست آید.

1 - Dispersion
2 - Arc second
3 - Graded refraction index
4 - Knife edge

ب- توصیه می‌شود ریزش باریکه کمینه شود. این موضوع مخصوصاً هنگامی حائز اهمیت است که زاویه آزمون نزدیک به مقدار زاویه بحرانی و یا بیشتر از آن باشد. توصیه می‌شود، پهنای باریکه در مقایسه با طول آزمون به گونه‌ای انتخاب شود که هیچ ریزش باریکه‌ای برای زاویه آزمون بالای حدود ۷۵٪ از زاویه بحرانی وجود نداشته باشد (به شکل ۳ مراجعه شود).

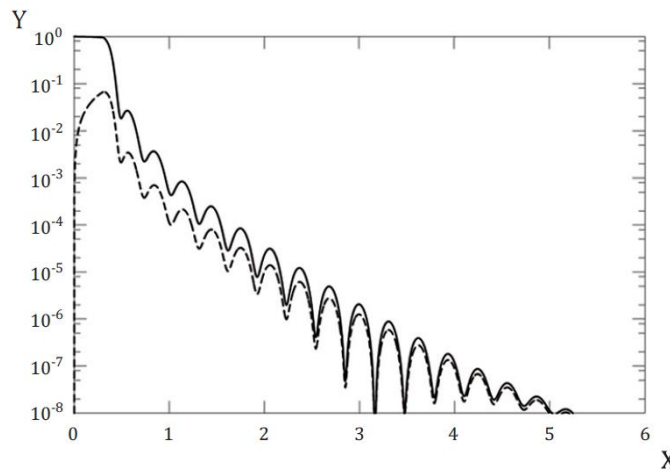
یادآوری- برای آزمون موازی با باریکه ($\omega = 0^\circ$)، باریکه کل آزمون را پوشش می‌دهد. جاپای باریکه با زاویه فرودی تغییر می‌کند، مگر آنکه موقعیت شکافها یا لبه چاقو حین روبش تغییر کند.

۱- پهنای باریکه قابل قبول بیشینه برای اندازه آزمون مشخص، می‌تواند به وسیله روابط هندسی پیدا شود.

۲- اگر ابعاد آزمونهای بسیار کوچک باشد، پیاده‌سازی الزامات توصیه شده عملی نیست. در این شرایط دقت و صحت پهنای فصل مشترک و چگالی کاهش می‌یابد.

۳- ضروری است که موقعیت زاویه بحرانی با دقت منطقی تعیین شود. اگر آنالیز داده‌ها شامل چگالی لایه و پارامترهای پهنای فصل مشترک باشد، این مورد می‌تواند با درستی منطقی نتیجه‌گیری شود.

۴- برخی از نرم‌افزارهای مدل‌سازی و برازش داده، اجازه می‌دهند اندازه آزمون و اندازه باریکه، پارامتر ورودی باشند. این موضوع، در جایی که ریزش باریکه قابل توجهی وجود دارد برازش داده را مجاز می‌سازد. اما حتی با این وجود توصیه می‌شود برای آن که برازش این ناحیه و حصول اطلاعات چگالی قابل اعتماد باشد، باریکه فرودی در زوایای کمتر از زاویه بحرانی آزمون را روبش کند.



راهنما:

X بر حسب nm^{-1}

Y شدت بر حسب واحد دلخواه؛

— بازتابندگی آینه‌ای شبیه‌سازی شده از لایه نازک Si_3N_4 با ضخامت 20 nm (با ناصافی سطح 0.6 nm) روی Si توده‌ای (با پهنای فصل مشترک 0.3 nm)، بدون تابع ابزاری؛

— — بازتابندگی آینه‌ای شبیه‌سازی شده از لایه نازک Si_3N_4 با ضخامت 20 nm (با ناصافی سطح 0.6 nm) روی Si توده‌ای (با پهنای فصل مشترک 0.3 nm)، با تابع ابزاری (پهنای شکاف‌های منبع و آشکارساز 0.5 mm و اندازه آزمون 1.0 mm).

یادآوری - موقعیت زاویه بحرانی برای آزمون کوچک، نامشخص و احتمالاً جابه‌جاشده است و نرخ کاهش شدت بازتابی با افزایش زاویه آزمون تحت تأثیر قرار می‌گیرد. اگر تابع ابزاری به درستی در آنالیزها به حساب نیامده باشد، این موضوع، ناصافی و پهنای فصل مشترک استخراج شده را تحت تأثیر قرار می‌دهد. موقعیت فرینج‌ها از این موضوع تأثیر نمی‌پذیرد، بنابراین آنالیز ضخامت می‌تواند با موفقیت انجام شود.

شکل ۳ - بازتابندگی آینه‌ای شبیه‌سازی شده از لایه نازک Si_3N_4 با ضخامت 20 nm روی Si توده‌ای، با و بدون تابع ابزاری

پ - در صورتی که ریزش باریکه پس از زاویه بحرانی ادامه نیابد، حتی اگر شرط توصیه شده فوق احراز نشود، فرینج‌ها در بازتاب سنجی همچنان اندازه درستی از ضخامت لایه را خواهند داد.

ت - در شرایطی که از اندازه‌گیری شدت باریکه مستقیم برای هم‌محور نمودن آزمون به‌طور صحیح روی مرکز چرخش ω و 2θ استفاده می‌شود، توصیه می‌شود ریزش بخش اندازه‌گیری شده باریکه پرتو ایکس در آشکارساز، عمود بر صفحه پاشش (صفحه پاشش عمود بر صفحه شکل (۱) است) وجود نداشته باشد.

۳-۱-۴ آزمون - الزامات و توصیه‌ها

۱-۳-۱-۴ آزمون - الزامات

الزامات اصلی زیر باید صحت‌گذاری شود:

- XRR یک روش حساس به سطح است. بنابراین، آزمون باید فقط به گونه‌ای عمل‌آوری یا دستکاری شود که سطح تغییر نکند.
- در غیر این صورت، هرگونه تغییری در سطح برای تفسیر داده‌ها منظور شود. تغییرات می‌تواند شامل پرداخت^۱ شیمیایی یا مکانیکی و تماس باشد.

۴-۱-۳-۲ آزمون - توصیه‌ها

توصیه می‌شود موارد زیر رعایت شود.

- الف- توصیه می‌شود آزمون در زیر جاپای باریکه مشاهده شده به وسیله آشکارساز یکنواخت باشد.
- ب- توصیه می‌شود باریکه فرودی آزمون را در زوایای کمتر از زاویه بحرانی روبش کند. بهتر است باریکه به طور کامل در زاویه‌ای کمتر از ۷۵٪ زاویه بحرانی آزمون را پوشش دهد.
- پ- توصیه می‌شود، انحنای سطح آزمون کم باشد، یا در صورت انحنای زیاد نمونه، دقت هم‌محوری و کیفیت داده سازگار باشند. اثر انحنای می‌تواند با کمینه کردن جاپای باریکه روی آزمون کمینه شود. توصیه شده است که باریکه حداکثر آزمون را تا ۷۵٪ زاویه بحرانی پوشش دهد. ممکن است پردازش داده‌ها از آزمون‌های دارای انحنای امکان‌پذیر باشد. برخی از مدل‌های برازش داده، می‌تواند انحنای آزمون را مورد نظر قرار دهد. ممکن است مقادیر ضخامت با دقت کافی به دست آید، اما دقت اندازه‌گیری پهنای فصل مشترک و چگالی کم‌تر است.
- ت- توصیه می‌شود، سطح آزمون و فصول مشترک (در مورد آزمون‌هایی که قابل اجرا است)، صاف، با ریشه میانگین مربع (rms) ناصافی یا پهنای فصل مشترک کمتر یا برابر L_{abs}/θ_c باشد. برای توصیف با جزئیات بیش‌تر ناصافی و پهنای فصل مشترک، به زیر بند ۵-۲-۱ مراجعه شود. معمولاً این میانگین به معنای بیشینه $\sigma < 5 \text{ nm}$ (برای مقادیر بیشتر از این، مدل‌های ویژه‌ای برای آنالیز به کار می‌رود) و ترجیحاً $\sigma < 3 \text{ nm}$ است. جایی که فصل یا فصل مشترک خیلی ناصاف هستند، شدت بازتابی با افزایش زاویه آزمون به سرعت کاهش می‌یابد و داده‌های بازتاب‌سنجی اطلاعات ماده‌ای مفیدی به دست نمی‌دهد. مدل‌هایی که برای برازش داده استفاده می‌شوند نیز در پهنای فصل مشترک خیلی زیاد، از اعتبار کمتری برخوردار هستند.

۴-۱-۴ زاویه‌سنج - الزامات

الزامات اصلی زیر باید صحت‌گذاری شوند:

- الف- وجود یک زاویه‌سنج پرتوی ایکس پایدار و از نظر مکانیکی به خوبی هم‌محور الزامی است.

ب- در پیکربندی روبشی، محورهای ω و 2θ باید به گونه‌ای قابل حرکت دادن باشند که بازه‌ها در نسبت $\Delta(2\theta) = \Delta(2\omega)$ حفظ شود. معمولاً حفظ به نسبت یک قسمت در ۱۰۰۰، کافی است.

پ- بازه‌های ω و 2θ باید به گونه‌ای قابل کوچک‌بودن به اندازه کافی باشند، که حداقل امکان جمع‌آوری ۵ نقطه داده روی ضخامت یک فرینج فراهم شود. برای آزمون‌های پیچیده‌تر، نقاط داده بیش‌تر مورد نیاز است.

ت- ارتفاع نمونه (Z) باید به اندازه‌ای باشد که بتوان آن را روی مرکز چرخش محورهای ω و 2θ به درستی تنظیم کرد.

ث- کجی زاویه پایه آزمون (χ) باید به گونه‌ای باشد که آزمون با شکاف‌های باریکه فرودی به صورت موازی تنظیم شود.

۴-۱-۵ آشکارساز - الزامات

الزامات اصلی زیر باید صحت‌گذاری شود:

الف- پاسخ‌های آشکارساز باید در کل زمان آزمون پایدار باشد.

ب- تفکیک‌پذیری زاویه‌ای آشکارساز، برای داده بازتابندگی آینه‌ای جمع‌آوری شده در یک روبش منفرد، باید به گونه‌ای باشد که بین بازتابندگی پخشیده و آینه‌ای تمایز قائل شود. در مواردی که قابل اجرا است، توصیه می‌شود که شکاف‌های قابل استفاده در آشکارساز به گونه‌ای تنظیم شود تا با پهنای باریکه فرودی و واگرایی تطبیق یابد.

پ- به منظور آن که آشکارساز بتواند روی کل بازه شدت بازتابی خطی (یا خطی شده) باشد، آشکارساز باید قابلیت پاسخ‌دهی خطی (خطی شده) روی کل بازه شدت بازتابی (چندین مرتبه بزرگی) را داشته باشد. در غیر این صورت، باید سامانه‌ای از تضعیف‌کننده‌های^۱ کالیبره شده برای محدود کردن شدت آشکار شده روی بخش‌های مناسبی از بازه داده به کار رود. سپس، داده در بخش‌های مختلف با استفاده از عامل‌های تضعیف نرمال می‌شود.

یادآوری - برای الزامات بازتاب‌سنجی آینه‌ای، هیچ تمایزی در صفحه عمود بر صفحه پاشش (یعنی در صفحه عمود بر نگاره شکل (۱)) وجود ندارد، شدت بازتابی در این جهت انتگرال‌گیری می‌شود.

۴-۲ هم‌محورسازی ابزاری

بازبینی‌های هم‌محورسازی ممکن است بخشی از روال‌های خودکار روی تجهیزات خاص باشد. فرض بر این است که موازی‌سازی شکاف تابش پراکنده شده انجام شده است. الزامات اصلی زیر باید صحت‌گذاری شود:

الف- پهناى شكاف منبع پرتوى ايكس را تنظيم كنيد تا ريزش باريكه كمينه شود (معمولاً $mm\ 0.1$ تا $mm\ 0.2$ در سامانه آزمایشگاهی).

ب- مطمئن شوید که هیچ چیز ناخواسته، مانع باریکه بین منبع و آشکارساز نباشد. آزمون و پایه آزمون باید خارج باریکه باشند.

پ- با شكاف‌های آشکارسازی شروع کنید که به اندازه کافی پهن تر (چندین مرتبه پهن تر) از شكاف‌های منبع باشند.

ت- باریکه پرتوی ايكس فرودی باید روی مرکز چرخش آزمون و محورهای آشکارساز به درستی متمرکز شود. یادآوری- این موضوع، با نرم افزار جدید کنترل که با در نظر گرفتن هم محوری غیر ایده آل ابزار تصحیحات لازم را روی حرکت محورها اعمال می کنند، امکان پذیر است.

ث- پهناى آشکارساز را به گونه ای تنظيم کنید که زاویه پذیرش^۱ همانند واگرایی باریکه فرودی باشد. یعنی در یک سامانه آزمایشگاهی، پهناى شكاف آشکارساز همانند پهناى شكاف منبع یا حدود 20% پهن تر تنظيم شود.

ج- زاویه آشکارساز را در پهناى باریکه فرودی روبش کنید. پیک باید تقریباً تک بیشینه متقارن باشد. موقعیت مرکز بیشینه پیک (تقریباً در مرکز نوری) را موقعیت دهی کنید، آشکارساز را به این موقعیت حرکت دهید تا موقعیت $\theta = 0^\circ$ را به درستی تنظيم کند.

۳-۴ هم محورسازی آزمون

تجهیزات و کنترل آن ممکن است شامل هم محورسازی خودکار آزمون، جمع آوری داده ها و روال های آنالیز باشد و ممکن است از دیگر روش های هم محورسازی، به طور مثال، فاصله یاب ها^۲ یا پایش گرهای موقعیت استفاده کند. روش اجرایی زیر یک رهیافت هم محورسازی آزمون نسبت به باریکه پرتوی ايكس در ابزار هم محور شده را توصیف می کند.

الف- ابزار باید به طور صحیح، با پهناهای شكاف مناسب، با باریکه فرودی به دقت روی مرکز چرخش هم محور شود و زاویه آشکارساز $\theta = 0^\circ$ به درستی روی باریکه فرودی تنظيم شود.

ب- زاویه، ω ، بین سطح آزمون و باریکه فرودی باید به گونه ای کالیبره شود که در حالت $\omega = 0^\circ$ ، سطح نمونه تقریباً موازی با باریکه فرودی تنظيم شود.

پ- اگر از ابزار لبه چاقو استفاده شود، موقعیت آن در X, Z و کجی عمود بر جهت باریکه (در جایی که وجود دارد) باید به دقت تنظيم شود. این مورد پس از تنظيم موقعیت آزمون انجام می شود. بهتر است به دستورکار توصیه شده توسط سازندگان دستگاه رجوع شود.

1 - Acceptance angle

2 - Range finders

ت- تا جایی که ممکن است آزمون را روی پایه آزمون در جهت مناسب و تکرارپذیر قرار دهید، به طور مثال لبه شکاف موازی یا عمود بر جهت باریکه.

ث- در جایی که قابل اجرا است، توان منبع پرتوی ایکس را روی میزان توصیه شده در دستورکار سازندگان دستگاه تنظیم کنید. از عملکرد پایدار منبع اطمینان حاصل کنید.

ج- χ را به گونه ای حرکت دهید که سطح آزمون عمود بر صفحه حاوی منبع، باریکه فرودی و آشکارساز باشد.

چ- آزمون را به موقعیت X, Y و ϕ مورد نیاز برای اندازه گیری حرکت دهید. مطمئن شوید که هیچ چیز ناخواسته ای (همچون وسایل پایه آزمون) نمی تواند تابش باریکه های بازتابی و فرودی را مختل کند.

ح- در ابتدا، مطمئن شوید که Z به گونه ای است که باریکه فرودی بدون برخورد به آزمون بدون محدودیت می گذرد.

خ- در صورت نیاز به تضعیف کننده، آن را به گونه ای در مسیر باریکه قرار دهید که شدت آشکار شده به خوبی در محدوده رژیم خطی یا خطی شده آشکارساز باشد. توجه کنید که شدت باریکه کامل، I_{full} است.

د- Z را حرکت دهید تا آزمون را در باریکه حرکت دهد تا جایی که حدود یک چهارم یا یک پنجم شدت باریکه کامل مشاهده شود، یعنی Z را حرکت دهید تا $I_{full}/4$ تا $I_{full}/5$ شود.

ذ- ω را تنظیم کنید تا شدت بیشینه مشاهده شود. اگر شدت بیشینه بیش از نیمی از شدت باریکه کامل بود، به گام (د) بازگردید.

ر- ω را روبش کنید تا موقعیت دقیق تر شدت بیشینه را پیدا کنید. ω را در همین زاویه تنظیم کنید.

ز- حال χ را تنظیم کنید. Z را تا جایی که باریکه فرودی تقریباً پوشش داده شود (تا حدود ۲٪ شدت باریکه کامل)، حرکت دهید.

ژ- χ را در هر دو سمت موقعیت گام (ز) روبش کنید.

س- χ را به کمینه پروفایل روبش تنظیم کنید.

ش- Z را تا جایی حرکت دهید که $I_{observed} = I_{full}/2$ شود.

ص- ω را دوباره روبش کنید و آن را روی شدت بیشینه تنظیم کنید. توصیه می شود، شدت بیشینه $I_{full}/2$ باشد.

ض- در صورت نیاز، تنظیم های کوچکی در Z و ω انجام دهید تا جایی که شدت بیشینه روی روبش ω ، $I_{full}/2$ باشد. حال آزمون موازی باریکه فرودی بوده و نیمی از آزمون داخل باریکه است، از آن جاکه باریکه روی مرکز چرخش ω و θ ۲ است، اکنون سطح آزمون روی مرکز چرخش است.

ط- این یک روبه استاندارد روی برخی تجهیزات XRR است که لبه چاقو را نزدیک آزمون قرار می‌دهند تا باریکه را توصیف کنند و پراکنده شدن را کاهش دهند، اگرچه برای به دست آوردن داده‌های با کیفیت بالا، این روش برای همه تجهیزات ضروری نیست. اگر لبه چاقو استفاده شود، در این نقطه تنظیم می‌شود. روش‌های اجرایی ویژه پیکربندی تجهیزات خاص استفاده می‌شود و بنابراین اینجا توضیح داده نمی‌شود.

ظ- 2θ را به زاویه‌ای به اندازه کافی بیشتر از مقدار زاویه بحرانی حرکت دهید، ولی به گونه‌ای باشد که شدت کافی در باریکه بازتابی آینه‌ای وجود داشته باشد. یعنی این شدت به اندازه کافی بالای تراز پس‌زمینه آشکارساز است. زاویه ω را به نصف زاویه 2θ حرکت دهید.

یادآوری- به طور کلی در صورت استفاده از تابش $Cu\ ka$ یا تابش مشابه، حرکت دادن 2θ به $1/5^\circ \sim$ تا $1/10^\circ \sim$ تا $1800 \sim$ قوس ثانیه مناسب است.

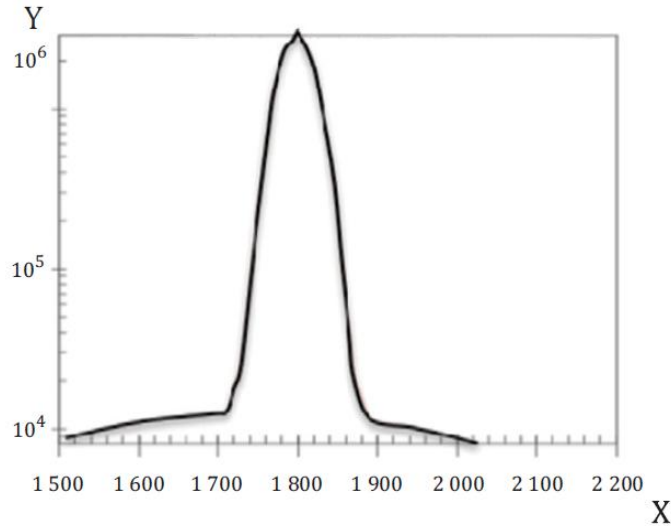
ع- معمولاً، شدت بازتابی بسیار ضعیف‌تر از باریکه فرودی مستقیم است. برای آن که شدت واضح در پاسخ‌دهی خطی یا خطی شده آشکارساز قابل اندازه‌گیری باشد، در صورت امکان تضعیف‌کننده را تنظیم کنید یا از مسیر باریکه بازتابی خارج کنید. اگر شدت باریکه بازتابی خیلی کم است، 2θ را تا جایی کاهش دهید که سیگنال کافی ظاهر شود، اما خیلی به زاویه بحرانی نزدیک نشوید.

غ- محور ω را در بازه به اندازه کافی بزرگ روبش کنید تا هنگامی که آزمون شرط بازتاب آینه‌ای را برآورده کند، پیک واضحی را مشاهده کنید. سپس، ω را روی نقطه بیشترین شدت (شکل ۴) تنظیم کنید. این روش، تنظیم زاویه آزمون روی شرایط بازتاب آینه‌ای را بهبود می‌بخشد و دقیق‌تر از اطمینان‌کردن به تنظیم سطح آزمون موازی باریکه فرودی است.

ف- به گام (ش) برگردید و موقعیت باریکه نیمه^۱ را مجدداً بازبینی کنید. اگر موقعیت باریکه نیمه تغییر کرده، لبه چاقو را عقب بکشید (در صورت استفاده) و روش کار را از گام (ض) به بعد مجدداً بازبینی کنید.

ق- ابزار ممکن است محوری داشته باشد که $2\theta - \omega$ یا $2\theta - \theta$ نامیده می‌شود، در این حالت ممکن است کالیبراسیون مجدد این محور به نیم مقدار 2θ مفید باشد. یا ممکن است محوری داشته باشد که $\theta - 2\theta$ نامیده شود، که در این حالت، ممکن است کالیبراسیون مجدد به مقدار 2θ مفید باشد. ولی کنترل‌های ابزار ممکن است این اجازه را ندهند.

حال، آزمون هم‌محور شده و آماده است تا روبش شود.



راهنما:

X امگا، بر حسب قوس ثانیه؛

Y شدت بر حسب cps.

یادآوری- از آنجاکه اغلب داده‌های خام در واحدهای زاویه و در مقیاس شدت خام جمع‌آوری می‌شود، این شکل به صورت شدت نرمال شده بر حسب q_z نشان داده نشده‌است.

شکل ۴- روبش ω در شرط آینه‌ای، با 2θ ثابت شده در 3600 قوس ثانیه (1°)

۵ جمع‌آوری و ذخیره داده

۱-۵ ملاحظات مقدماتی

منبع پرتو ایکس باید در محیطی مناسب قرار داده شده و مطابق با مشخصات سازنده دستگاه به صورت پایدار عمل کند. دقت و توجه ویژه‌ای در روشن کردن منبع اشعه ایکس باید اتخاذ شود تا در یک زمان منطقی سامانه الکترونیکی و باریکه پرتوی ایکس پایدار شوند. به روش اجرایی روشن کردن دستگاه، ارائه شده توسط سازنده دستگاه مراجعه شود.

۲-۵ پارامترهای روبش داده

برای جمع‌آوری داده، نیاز است که زوایای ω و 2θ جابه‌جا و یا روبش شوند. شرط زاویه‌ای آینه‌ای $\omega = \theta$ باید در هر نقطه جمع‌آوری داده برآورده شود.

منظور از زمان روبش، زمان موردنیاز برای دستیابی به روبش کامل است. در صورت امکان، توصیه می‌شود که زمان روبش محاسبه شده و یا حداقل تخمین زده شود. هنگامی که روبش‌های چندگانه و یا فایل اجرایی^۱ خودکار برای جمع‌آوری داده به کار برده می‌شود، زمان روبش از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است.

زمان جمع‌آوری در هر نقطه ممکن است ثابت یا متغیر (شمارش انباشت‌شده) باشد (به زیربند ۵-۵ مراجعه شود).

۳-۵ بازه دینامیک

توصیه می‌شود که روبش‌ها از $\omega = \theta = 0^\circ$ شروع شده و به هنگام رسیدن به سطح پس‌زمینه آشکارساز خاتمه یابد. با انجام این توصیه، بهترین آنالیز داده امکان‌پذیر خواهد شد. هرچند، کاهش زمان روبش برای الزامات خاص منجر به محدود شدن بازه روبش داده‌ها و جمع‌آوری آن‌ها می‌شود.

استفاده از روبش‌های چندگانه برای جمع‌آوری داده، یک روش جایگزین قابل‌اعتماد برای کاهش زمان روبش است. روبش‌های چندگانه، با میانگین‌گیری از داده‌های جمع‌آوری‌شده روبش‌های مختلف در شرایط یکسان، باعث بهبود آمارهای نتایج می‌شود.

۴-۵ اندازه گام (تعریف پیک)

۱-۴-۵ روبش فاصله ثابت

بازه‌های ω و 2θ باید به اندازه کافی کوچک باشند که حداقل ۵ نقطه داده روی ضخامت تک فرینج جمع‌آوری شود. برای آزمون‌های پیچیده‌تر، نقاط داده بیشتری نیاز است.

الف- برای آنالیز سریع یک نمونه تک‌لایه به‌خوبی تعریف‌شده که تباین فرینج خوبی دارد، پنج نقطه روی یک فرینج کافی است.

ب- معمولاً توصیه می‌شود هفت نقطه روی یک تک‌فرینج در نظر گرفته شود. در صورت دلخواه ممکن است نقاط داده بیشتری جمع‌آوری شود.

پ- ساختار آزمون دارای لایه‌های چندگانه، سبب همپوشانی و تداخل فرینج‌ها در داده‌های بازتاب‌سنجی می‌شود. در این شرایط، ممکن است به‌منظور تعریف دقیق شکل، نقاط بیشتری در هر فرینج نیاز باشد. با در نظر گرفتن نقاط بیشتر روی هر فرینج، ابزار قادر به تمایز بین چندین لایه خواهد بود.

رویش در اندازه گام، در بازه‌های ثابت نسبتاً متداول است.

۲-۴-۵ روبش پیوسته

به‌جای روبش در بازه‌های مختلف همراه با جمع‌آوری داده در هر نقطه به‌عنوان راه حل جایگزین، ω و 2θ می‌توانند به‌صورت پیوسته با سرعت ثابت حرکت داده شوند، در حالی که داده‌ها با یک نرخ نمونه‌برداری ثابت جمع‌آوری می‌شوند.

همچنین در رهیافت روبش پیوسته نیز شرایط یکسانی مانند زیربند ۱-۴-۵ برای نقاط روی فرینج باید برآورده شود.

این رهیافت هنگامی توصیه می‌شود که یک ساختار آزمون ساده روی یک بازه دینامیکی وسیع ($\theta > 10^\circ$) در حضور یک آشکارساز سریع دینامیکی اندازه‌گیری می‌شود، زیرا زمان جمع‌آوری و روبش را بهینه می‌کند.

۵-۵ زمان جمع‌آوری (شمارش‌های انباشت‌شده)

زمان جمع‌آوری ممکن است ثابت نگه‌داشته شده و یا متغیر باشد. زمان جمع‌آوری متغیر به‌عنوان رهیافت شمارش‌های انباشت‌شده نیز شناخته می‌شود.

در رهیافت زمان ثابت جمع‌آوری، هر نقطه داده در یک بازه زمانی یکسان جمع‌آوری می‌شود. در رهیافت شمارش‌های انباشت‌شده، زمان جمع‌آوری در هر نقطه داده هنگام دستیابی به یک عدد آستانه شمارش، متوقف می‌شود. در این حالت، به‌منظور نرمال‌سازی مجدد داده‌های جمع‌آوری‌شده، الگوریتمی استفاده می‌شود که تصحیح زمان مرده^۱ آشکارساز را در نظر می‌گیرد. هر زمانی که امکان‌پذیر باشد، رهیافت ترکیبی با ثابت نگه‌داشتن بیشینه زمان جمع‌آوری و در نظر گرفتن آستانه شمارش، مدنظر قرار می‌گیرد. مقدار آستانه باید با توجه به بازه خطی بودن آشکارساز انتخاب شود.

به‌عنوان مثال، به‌دلیل کاهش سریع نمایی^۲ شدت بازتاب آینه‌ای، هنگام شروع جمع‌آوری داده از 0° ، در بخش ابتدایی روبش، نرخ شمارش زیادی ثبت می‌شود، سپس با کاهش حد آستانه شمارش‌های انباشت‌شده، زمان کل روبش کاهش می‌یابد. در مقابل، به دور از ناحیه زاویه بحرانی، برای زاویه‌های بالا یا با آزمون‌های با سطح ناصاف، رهیافت زمان ثابت جمع‌آوری در نظر گرفته می‌شود، در غیر این صورت، دستیابی به حد شمارش انباشت‌شده، بدون هیچ‌گونه بهبودی در نسبت سیگنال به نوفه، به زمان بسیار طولانی‌تری نیاز خواهد داشت.

۵-۶ جمع‌آوری داده بخش‌بخش‌شده^۳

توصیه می‌شود که در صورت امکان برای جمع‌آوری داده در یک روبش منفرد با شروع از $\theta = 0^\circ$ و خاتمه هنگام رسیدن به سطح پس‌زمینه، بخش‌بخش کردن انجام شود.

یک بخش، یا روبش داده در بازه محدود، به‌عنوان یک روبش جزئی در یک ناحیه محدود از بازه دینامیکی در نظر گرفته می‌شود، که بازه زاویه‌ای محدود توصیف‌شده به‌وسیله شرط آینه‌ای زاویه اولیه و نهایی را پوشش می‌دهد.

توصیه می‌شود حداقل یک نقطه همپوشانی جمع‌آوری داده برای هر بخش روبش وجود داشته باشد تا اتصال روبش‌های بخش‌بخش‌شده و بازتولید یک روبش بازه کامل به‌طور مناسب امکان‌پذیر باشد.

۵-۷ کاهش نوفه

1 - Dead time
2 - Exponential
3 - Segmented data

در جمع‌آوری داده، تعداد شمارش‌ها از یک آمار پواسونی^۱ پیروی می‌کند. کنترل زمان شمارش یک پارامتر بحرانی جهت کاهش نوفه است. با این حال، کمینه نوفه قابل قبول برای یک آنالیز XRR کمی، به تعدادی از موقعیت‌های تحلیلی شامل موارد زیر مرتبط می‌شود، ولی محدود به این موارد نیست.

- هدف اصلی آزمون XRR (یعنی کنترل کیفیت یا پژوهش علمی بنیادی)؛

- پیچیدگی نمونه (یعنی، یک تک‌لایه یکنواخت ایده‌آل یا لایه نازک چندماده‌ای پیچیده)؛

- شدت منبع پرتو ایکس موجود (یعنی، لوله آب‌بندشده آزمایشگاهی پرتو ایکس یا منبع سنکروترون) و

- زمان موجود برای آزمون (یعنی، محیط با توان عملیاتی بالا یا محیط پژوهش بلند مدت).

به دلیل آنکه این استاندارد نمی‌تواند تمام موقعیت‌های بالقوه را دربر بگیرد، هیچ رهنمود کمی در مورد کمینه نوفه قابل قبول برای یک آزمون خاص نمی‌تواند ارائه شود. با این حال، کاربران باید بدانند که کاهش نوفه به وسیله افزایش زمان شمارش و/ یا شدت پرتو ایکس سبب افزایش قابلیت اعتماد تعیین ساختار به وسیله XRR می‌شود.

۵-۸ آشکارسازها

برای اکثر چیدمان‌های دستگاهی که از منابع پرتو ایکس آزمایشگاهی استفاده می‌کنند، از آشکارسازهای شمارشی (به عنوان مثال مبتنی بر سوسوزن‌های^۲ NaI) استفاده می‌شود. برای منابعی با شدت بالا (به عنوان مثال تابش سنکروترون)، دیودهای حساس نسبت به نور (فوتودیودهای) نیم‌رسانا در حالت فتوولتائی مورد استفاده قرار می‌گیرند. نیاز است که جریان تاریک، کم ($> 1 \text{ pA}$) و ثابت باشد. ملاحظات استاندارد حاضر که به نرخ شمارش اشاره دارند، در مورد این آشکارسازها صدق نمی‌کنند.

۵-۹ محیط

باید از محیطی که جمع‌آوری داده‌ها در آن انجام می‌شود، مراقبت شود. عموماً، مهم‌ترین اصل این است که حین جمع‌آوری داده از روبش و اندازه‌گیری، هیچ منبع خارجی نباید تغییر کند. دما، رطوبت، فشار، اتمسفر (مانند گاز) و ارتعاشات، مثال‌هایی از رایج‌ترین منابع خارجی هستند. ارتعاشات باید از بین بروند. راه حل ممکن این است که ابزار روی یک پایه ضد لرزش قرار داده شود. راه حل دیگر، قرار دادن قطعات نوری، زاویه‌سنج و بازوی آشکارساز روی پایه کمکی سنگین و پایدار است.

۵-۱۰ ذخیره داده‌ها

۵-۱۰-۱ قالب برونداد (خروجی) داده

1 - Poisson statistics

2 - Scintillator

رویه‌ای که سازندگان ابزار معمولاً پیروی می‌کنند این است که داده‌های جمع‌آوری شده به صورت خوانش مستقیم^۱ در یک حالت نمودار روی نمایشگر ارائه شده و در پایان روبش در رایانه کنترل‌کننده ابزار، ذخیره می‌شوند.

توصیه می‌شود علی‌رغم قالب اختصاصی داده‌های ارائه‌شده توسط سازندگان، در صورت امکان، داده‌ها مطابق با کد ASCII در دو ستون ذخیره شود. در یک ستون موقعیت زاویه‌ای از نقاط جمع‌آوری شده (ω) یا معادل آن 2θ یا معادل آن مؤلفه بردار پراکندگی (Q_z) و ستون دیگر تعداد شمارش‌های آشکارشده در همان موقعیت زاویه‌ای گزارش شود.

۵-۱۰-۲ سرآیندها^۲

توصیه می‌شود، در صورت امکان، یک بخش سرآیند که صریحاً از قسمت داده‌های جمع‌آوری شده جدا شده است، در پرونده ذخیره‌شده درج شود. به‌طور معمول این بخش در ابتدای پرونده ذخیره شده، بالاتر از بخش داده‌های جمع‌آوری شده، قرار دارد. بخش سرآیند باید شامل شرایط و پارامترهای لازم روبش‌ها برای آنالیز داده‌ها و گزارش باشد.

۶ آنالیز داده‌ها

۶-۱ پردازش مقدماتی داده‌ها

کیفیت و قابلیت اطمینان نتیجه نهایی برازش به‌شدت به کیفیت داده‌های درون‌داد (ورودی) وابسته است.

پیش از شروع به برازش داده‌ها، توصیه می‌شود برخی پردازش‌ها روی داده‌های خام، انجام شود.

الف- ابتدا باید پراکندگی در روش‌های تحلیل داده‌های معکوس (که مستقل از مدل نیز نامیده می‌شود) کاسته شود. در برازش داده‌های وابسته به مدل، می‌تواند قبل از برازش، پراکندگی داده‌ها کاسته شود یا می‌تواند در فرایند برازش متغیر باشد. توصیف پراکندگی می‌تواند شامل همه یا برخی از عوامل^۳ سهمیم (زمینه ثابت، پراکندگی پخشیده) باشد.

ب- نرمال کردن شدت: با تقسیم شدت در هر نقطه از داده‌ها بر شدت باریکه کامل، شدت را نرمال کنید.

پ- تابع ابزاری (شامل تأثیر تفکیک‌پذیری آمایش^۳ باریکه روی پراکندگی از نمونه). برای این تابع دو مورد محدودکننده وجود دارد:

۱- منحنی تجربی (مانند یک تابع گاوسی یا شبه-ویجت^۴) در هر نقطه داده با داده‌های دیگر کانولوشن^۵ دارند؛

1 - Real time
2 - Header
3 - Conditioning
4 - Pseudo-Voigt
5 - Convolution

۲- توصیف تحلیلی کامل از پروفایل باریکه با داده‌های موجود در هر نقطه داده، کانولوشن دارد.

ت- تصحیح هندسی برای سطح آزمون تابش‌دهی شده (جایای باریکه، اندازه آزمون).

ث- پیک‌های پراش براگ ناشی از ساختارهای بلورنگاشتی یا باید کاسته شود و یا از این سطح روبش، در برازش داده XRR، اجتناب شود.

۲-۶ مدل‌سازی آزمون

۱-۲-۶ کلیات

دو رهیافت جهت آنالیز داده‌ها XRR وجود دارد: الف- وابسته به مدل (برازش آزمون- خطا) و ب- مستقل از مدل (حل مسئله وارونگی^۱ با بازیابی فاز).

الف- رهیافت وابسته به مدل با توصیف لایه‌لایه یک ساختار فیزیکی شروع می‌شود. هر لایه دارای پارامترهای فیزیکی مرتبط است (ضخامت، چگالی و پهنای فصل مشترک).

ب- رهیافت مستقل از مدل، به وسیله بازیابی فاز امواج پراکنده شده پرتو ایکس، پروفایل چگالی الکترونی را از شدت پرتو ایکس بازتابی آشکار شده بازیابی می‌کند. هیچ دانش و یا فرض قبلی از ساختار آزمون وجود ندارد.

رهیافت وابسته به مدل در جایی که مدل، معتبر شناخته شده است، به دلیل آن که می‌تواند نتایج قابل اعتمادی را ارائه دهد، توصیه می‌شود. اگر مدل صحیح نباشد، نتایج به دست آمده قطعاً غیرقابل اطمینان هستند. رهیافت وابسته به مدل در این استاندارد مورداستفاده قرار می‌گیرد. بنابراین، رهیافت مستقل از مدل بیشتر از این، مورد بحث قرار نمی‌گیرد.

مدل آغازین^۲ برای آزمون باید مدلی مبتنی بر اطلاعات فیزیکی پیشین باشد (شرایط رشد، مواد شناخته شده موجود، سایر روش‌ها، آلودگی و اکسایش به‌ویژه در سطح). توسعه بیشتر مدل ممکن است آن را پیچیده‌تر کند. توصیه می‌شود که مدل به ساده‌ترین حالت، از لحاظ فیزیکی مدل معنادار انجام‌پذیر برای فراهم نمودن برازش قابل قبول، نگه داشته شود. داده‌ها باید از کیفیت کافی برای توجیه هرگونه پیچیدگی مدل برخوردار باشند.

هنگامی که یک آزمون دارای چندین لایه باشد، ممکن است ارتباط دادن برخی از پارامترهای برازش بین برخی لایه‌ها با یک رابطه تابعی، منطقی باشد. این موضوع، تعداد پارامترهای آزاد در برازش را کاهش می‌دهد.

۲-۲-۶ مدل‌های پهنای فصل مشترک

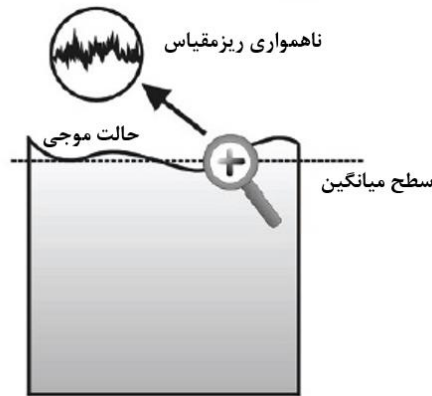
1 - Inversion

2 - Starting model

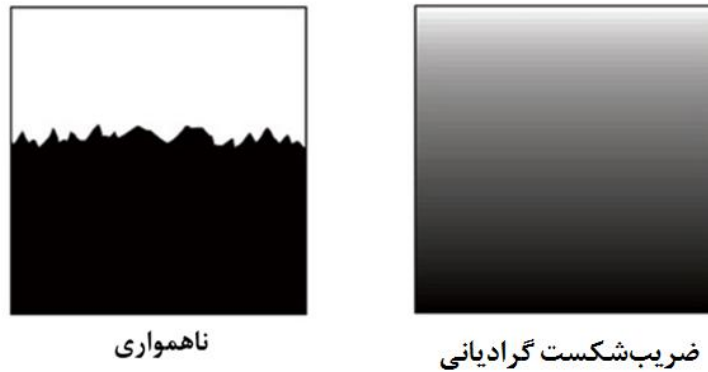
فصول مشترک واقعی دارای ناهمواری یعنی انحرافات عمودی مختصات فصل مشترک نسبت به سطح میانگین، هستند. به طور کلی، دو طبقه از ناهمواری سطح [8] قابل تشخیص است:

الف- یک حالت موجی سطحی ضعیف که در ابعاد صدها نانومتر گسترده شده و انحراف کوچکی نسبت به سطح میانگین دارد (شکل ۵).

ب- یک ناهمواری سطح ریزمقیاس^۱ در بازه‌ای از مقیاس‌های طول اتمی تا چندین نانومتر با انحرافات بزرگ نسبت به سطح میانگین (شکل ۵). بر مبنای استاندارد ISO 25178-2، طول همبستگی بازتاب پرتوی ایکس به صورت طول موج قطع بین حالت موجی و ناهمواری توصیف می‌شود.



شکل ۵ - حالت موجی و ناهمواری ریزمقیاس



شکل ۶ - ناهمواری و ضریب شکست گرادیانی سطح

شکل ۶- تفاوت بین یک فصل مشترک ناهموار با پروفایل ضریب شکست به طور موضعی تیز و یک فصل مشترک هموار با یک پروفایل گرادیانی ضریب شکست را نشان می‌دهد. مورد دوم ممکن است به دلیل درهم آمیختن مواد ایجاد شود. ناهمواری و گرادیان ضریب شکست، هر دو منجر به تغییر در ضریب شکست عمود بر فصل مشترک می‌شوند [8].

هر کدام از دو پارامتر ناهمواری فصل مشترک و گرادیان ضریب شکست، منجر به کاهش XRR بازتاب آینه‌ای سریع‌تر از حالت ایده‌آل می‌شوند. روش XRR بازتاب آینه‌ای نمی‌تواند بین ناهمواری فصل مشترک و گرادیان ضریب شکست تمایز قائل شود. ناهمواری فصل مشترک سبب می‌شود که شدت در جهت‌هایی به جز جهت بازتاب آینه‌ای پراکنده شود، درحالی‌که گرادیان ضریب شکست این‌گونه نیست. پراکندگی پخشیده (که بررسی آن جزء هدف و دامنه کاربرد این استاندارد نیست) می‌تواند برای جدا کردن سهم این دو پدیده مورد استفاده قرار گیرد.

چندین مدل ناهمواری یا پهنای فصل مشترک وجود دارد که در متون علمی استفاده شده‌اند. انتخاب مدل به ماهیت ناهمواری فصل مشترک موردانتظار برای آزمون مورد بررسی بستگی دارد. در مدل‌سازی محتمل است که پهنای فصل مشترک بیشتر از ضخامت لایه محاسبه شود. این موضوع یک پروفایل چگالی معقول را به دست می‌دهد که ممکن است از نظر فیزیکی منطقی به نظر نرسد. در این حالت، باید در تفسیر نتیجه برآزش گزارش شده به روش معقول فیزیکی، دقت شود. آنالیز دقیق‌تر چنین آزمون‌هایی با اندازه‌گیری بازتابندگی پخشیده انجام می‌شود.

برای ناهمواری ناهمبسته آماری با ریشه میانگین مربع، σ ، استفاده از مدل فصل مشترک زبر^۱ توصیه می‌شود. تأثیر فصل مشترک زبر را می‌توان با عوامل دبی-والر^۲ یا نووت-کروک^۳ در نظر گرفت [8]، [9].

برای آزمون‌هایی با ضریب شکست گرادیانی، توصیه می‌شود مدل لایه گذار ضرورتاً برای ناهمواری همبسته و ریشه میانگین مربع ناهمواری (تقریباً برابر با L_{abs} / θ_c ، که در آن L_{abs} طول جذب و θ_c زاویه بحرانی بازتاب کلی خارجی است) به کار رود. پهنای سطح مشترک را می‌توان با توابع تحلیلی مانند تانژانت، خطی، تابع خطا^۴، سینوسی و نمایی مدل کرد. برای مقادیر بسیار بزرگ ریشه میانگین مربع ناهمواری (معمولاً بزرگ‌تر از 5 nm ، $L_{abs} / \theta_c \ll \sigma$)، باید از مدل‌های ویژه‌ای استفاده شود [10].

۳-۶ شبیه‌سازی داده‌های XRR

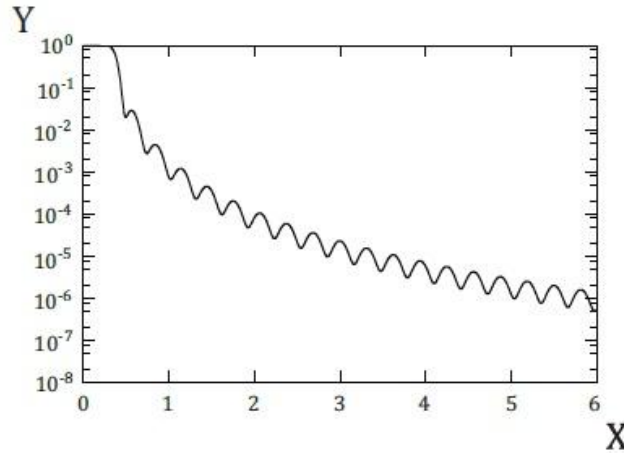
دو رهیافت اساسی برای شبیه‌سازی فرایندهای پراکندگی پرتوی ایکس از آزمون وجود دارد: نظریه‌های حرکت‌شناسی^۵ و پویا^۶ [8]، [9]. نظریه پویا به دلیل ارائه توصیفات کامل‌تری از فرایند، توصیه می‌شود. به‌طور کلی نرم‌افزار شبیه‌سازی بازتابندگی پرتو ایکس از طریق فروشندگان تجاری تجهیزات اندازه‌گیری پرتو ایکس و همچنین از گروه‌هایی مانند جامعه کاربران سنکروترون در دسترس است. اطلاعات مربوط به نرم‌افزارها و در برخی موارد بارگیری‌های آن‌ها در وب‌گاه‌های مرتبط موجود است.^۷

- 1 - Abrupt
- 2 - Debye-Waller
- 3 - Nevot-Croce
- 4 - Erf
- 5 - Kinematics
- 6 - Dynamics

۷ - Sourceforge - مثالی از یک منبع اینترنت پایه از نرم‌افزار با توزیع آزاد است. این اطلاعات برای راحتی استفاده‌کنندگان این استاندارد بوده و ارائه آن در این استاندارد به منزله تأیید آن توسط سازمان ملی استاندارد ایران نیست.

۴-۶ مثال‌های کلی

برخی از داده‌های بازتابندگی آینه‌ای شبیه‌سازی شده با استفاده از نظریه پویا در زیر نمایش داده شده‌اند تا تاثیرات آن‌ها را بر داده‌های پارامترهای مختلف نمونه نشان دهند. یک سامانه ایده‌آل در شکل‌های ۷ تا ۱۱ در نظر گرفته شده‌است، مگر آن که ذکر شود.



راهنما:

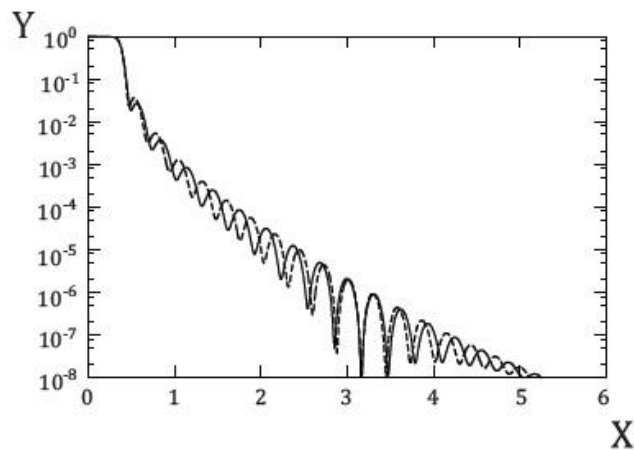
X q_z برحسب nm^{-1} ؛

Y شدت در واحد دلخواه؛

- لایه ۲۰ نانومتری از Si_3N_4 روی Si.

یادآوری - ممکن است داده‌ها برحسب q_z ، همانند بالا، یا در واحدهای زاویه‌ای ارائه شوند. همانطور که نشان داده شده‌است، نرمال کردن شدت بازتابی نیز مرسوم است.

شکل ۷ - داده‌های بازتابندگی آینه‌ای شبیه‌سازی شده از یک لایه Si_3N_4 کاملاً هموار ۲۰/۰ نانومتری روی یک زیرلایه توده‌ای کاملاً هموار Si



راهنما:

X q_z برحسب nm^{-1} ؛

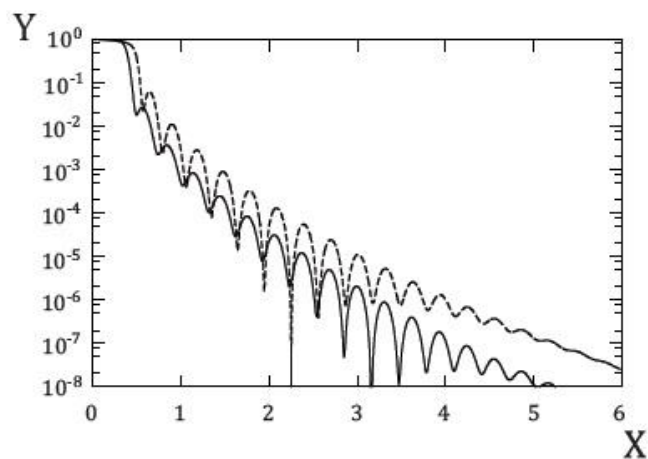
Y شدت در واحد دلخواه؛

- ضخامت = 2070 nm ؛

- - ضخامت = 2270 nm .

یادآوری - لایه‌های ضخیم‌تر، در فضای زاویه‌ای فرینج‌های باریک‌تری به دست می‌دهند.

شکل ۸ - داده‌های بازتابندگی آینه‌ای شبیه‌سازی شده لایه Si_3N_4 با ضخامت‌های 2070 nm و 2270 nm (با ناهمواری سطح 0.6 nm) روی توده Si (با پهنای فصل مشترک 0.3 nm)



راهنما:

X q_z بر حسب nm^{-1} ؛

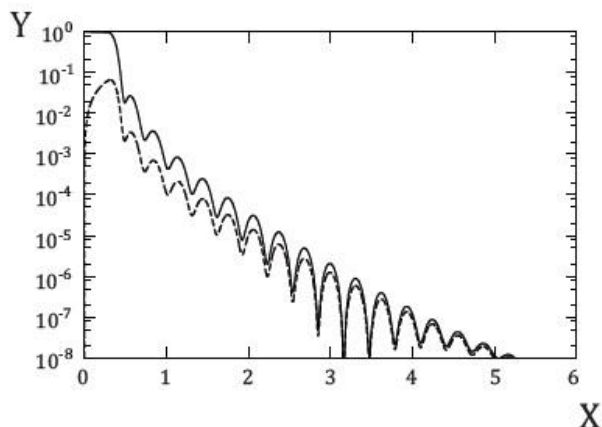
Y شدت در واحد دلخواه؛

- لایه Si_3N_4 با ضخامت 2070 nm ؛

--- لایه TiN با ضخامت 2070 nm .

یادآوری - در هر دو مورد، پهنای فصل مشترک 0.3 nm روی زیرلایه Si، و یک ناهمواری 0.6 nm روی سطح بالایی TiN بسیار چگال تر از Si_3N_4 است، بنابراین زاویه بحرانی بزرگتر و تباین فرینجها نیز بیشتر است.

شکل ۹ - مقایسه بازتابندگی آینه‌ای شبیه‌سازی شده لایه Si_3N_4 و لایه TiN با ضخامت‌های 2070 nm



راهنما:

X qz برحسب nm^{-1}

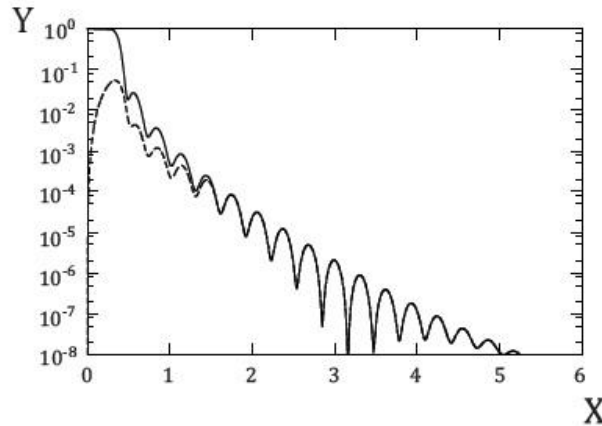
Y شدت در واحد دلخواه؛

- بازتابندگی آینه‌ای شبیه‌سازی شده لایه Si_3N_4 با ضخامت 2010 nm با ناهمواری سطح 0.6 nm روی توده Si (با پهنای فصل مشترک 0.3 nm)، بدون تابع ابزاری؛

--- بازتابندگی آینه‌ای شبیه‌سازی شده لایه Si_3N_4 با ضخامت 2010 nm با ناهمواری سطح 0.6 nm روی توده Si (با پهنای فصل مشترک 0.3 nm)، با تابع ابزاری (شکاف‌های 0.5 mm منبع و آشکارساز و یک نمونه 10 mm).

یادآوری - موقعیت زاویه بحرانی برای نمونه کوچک مشخص نیست و احتمالاً به صورت ظاهری جابجا شده است و نرخ کاهش شدت بازتابی با افزایش زاویه نمونه تحت تأثیر قرار می‌گیرد، که اگر تابع ابزاری به صورت دقیق در آنالیز در نظر گرفته نشود، بر ناهمواری یا پهنای فصل مشترک استخراج شده اثر می‌گذارد. چون آنالیز از موقعیت فرینج‌ها تأثیر نمی‌پذیرد، بنابراین ممکن است آنالیز ضخامت با موفقیت انجام شود.

شکل ۱۰ - مقایسه بازتابندگی آینه‌ای شبیه‌سازی شده با و بدون تابع ابزاری



راهنما:

X qz برحسب nm^{-1}

Y شدت در واحد دلخواه؛

- آزمون کاملاً صاف و باریکه فرودی ایده‌آل؛

--- شعاع انحنای ۵۰ m آزمون.

یادآوری - این تاثیر نیز به تابع ابزار و وابسته است.

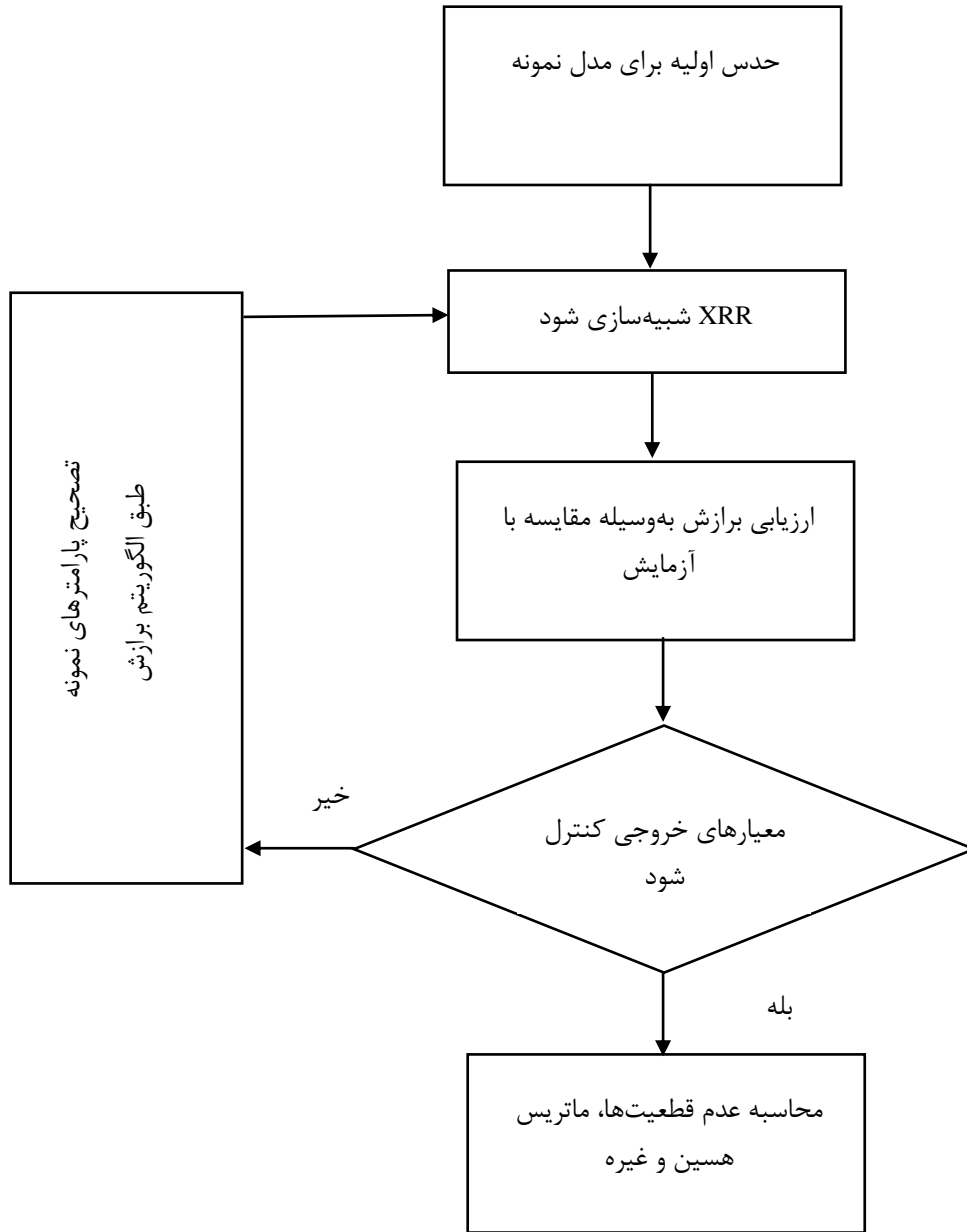
شکل ۱۱ - تأثیر شعاع انحنای ۵۰ متری آزمون روی داده‌های بازتابندگی، در مقایسه با آزمون کاملاً مسطح و باریکه فرودی ایده‌آل

۵-۶ برآزش داده‌ها

برآزش داده‌ها یک روش آزمون - خطا است که به موجب آن، به منظور همگرایی در بهترین مدل برآزش، شبیه‌سازی‌های پی‌درپی با داده‌ها مقایسه می‌شوند. ممکن است توابع مختلفی به عنوان مقیاسی از حسن برآزش^۱ انتخاب شود. یک مدل اولیه آزمون جهت شبیه‌سازی منحنی XRR استفاده می‌شود (شکل ۱۲). برای محاسبه معیار اختلاف بین مقادیر شبیه‌سازی شده و داده‌ها، این مدل با داده‌های تجربی مقایسه می‌شود. سپس، مدل با تغییر لایه (یا تیغه) (چگالی، پهنای فصل مشترک، ضخامت) و پارامترهای خارجی (شدت، پس‌زمینه) دوباره شبیه‌سازی و مقایسه می‌شود. این فرایند تا زمان برآورده شدن معیارهای خروجی (حسن برآزش قابل پذیرش، بیشینه تعداد مجاز تکرارها، رواداری^۲ قابل پذیرش، بهسازی حسن برآزش)، تکرار می‌شود.

1 - Goodness-of-fitting

2 - Tolerance



شکل ۱۲- نمودار گردش کار برازش داده‌ها

در مدل آزمونه، می‌توان برخی پارامترهای فیزیکی را به‌عنوان پارامترهای برازش انتخاب کرد و برخی از آن‌ها را نیز می‌توان ثابت در نظر گرفت. توصیه می‌شود هنگامی که چگالی زیرلایه یا پارامترهای دیگر مشخص باشند، این پارامترها ثابت در نظر گرفته شوند. هنگام اجرای فرایند برازش، پارامترهای برازش می‌توانند داخل محدوده مشخص تغییر کنند. کران‌های^۱ پایین و بالای اولیه به‌عنوان محدوده‌های فیزیکی معقول براساس ساختار انتخاب می‌شوند. در بیشتر موارد توصیه می‌شود که کران‌های اولیه از ۱۰ درصد تا ۳۰ درصد مقادیر

اسمی تنظیم شوند. در صورت دسترسی به اطلاعات دقیق تر، بی درنگ کران‌های باریک‌تری را می‌توان تعیین کرد. در صورتی که اطلاعات اولیه از اعتبار کمتری برخوردار باشند، ممکن است کران‌های بزرگتری مورد نیاز باشد. عامل نرمال کردن و متغیرهای توصیف‌کننده پراکندگی ناهمدوس^۱ می‌توانند پارامترهای ساختار آزمونه و همچنین پارامترهای برازش باشند.

اگر برازش مناسبی به دست نیاید، ممکن است تنظیم مدل آغازین و/یا کران‌ها، و برازش مجدد ضروری باشد. رهیافت‌های بسیاری وجود دارد که به موجب آن‌ها می‌توان مدل‌ها را مجدداً اصلاح کرد. توصیف کامل تمام روش‌های اجرایی پیشرفته به منظور دستیابی سریع تر به برازش‌ها و دستیابی به راه‌حل‌های قابل اعتماد در موارد پیچیده‌تر جزء هدف و دامنه این استاندارد نیست.

معمولاً، به دلیل آن که حساس‌ترین پارامترها در XRR ضخامت لایه‌هاست، یک رهیافت متداول، متشکل از برازش ضخامت‌های لایه اول استفاده می‌شود. تخمین‌های اولیه این رهیافت در صورت امکان از دوره تناوب نوسانات ضخامت، Δq ، به صورت $2\pi/\Delta q$ به دست می‌آید. در ابتدا پارامترهای ناصافی و چگالی لایه‌ای ثابت در نظر گرفته می‌شوند. پس از یک توافق خوب معین، برازش ناهمواری و چگالی به صورت جداگانه یا ترکیبی قابل انجام است. این موضوع که کدام پارامتر ثابت و کدام یک آزاد در نظر گرفته شود، به شدت به مدل برازش استفاده شده بستگی دارد. معمولاً بهتر است که برازش چگالی لایه‌ها در انتها انجام شود جایی که ناهمواری و ضخامت‌ها به نتیجه نهایی بسیار نزدیک هستند. در بعضی موارد، هنگامی که چگالی‌های لایه‌ها کاملاً نامشخص است، در ابتدا برازش چگالی لایه‌ها با استفاده از برخی فصول مشترک از پیش تعریف شده لایه‌ها (گاهی فصول مشترک هم‌فاصله^۲) ترجیح داده می‌شوند. ضخامت لایه‌ها در ابتدا ثابت هستند و پس از برازش، چگالی‌ها اصلاح می‌شوند. اگر مدل برازش از ابرشبکه‌های دوره‌ای^۳ تشکیل شده باشد، توصیه می‌شود برازش دوره تناوب ضخامت و نسبت ضخامت‌ها انجام شود. اگر سامانه دارای لایه‌های جداگانه مختلفی باشد، برازش جداگانه ضخامت‌ها معمولاً در ابتدا با در نظر گرفتن ناهمواری‌ها و چگالی‌های ثابت مناسب است.

فرایند برازش بسته به معیارهای از پیش تعریف شده خاتمه می‌یابد. بدون تجربه قبلی، توصیه می‌شود فرایند برازش تا زمانی ادامه یابد که مقدار حسن برازش پایدار شود و بهبود بیشتری با صدها بار تکرار بیشتر حاصل نشود. معیارهای محتمل دیگر شامل تعداد تعریف شده از تکرارهای در حال تکمیل و یا بهترین مدل برازش پایدار است.

خطاهای آماری و عدم قطعیت‌های برخاسته از پارامترهای برازش نهایی در فرایند برازش با استفاده از ماتریس هسین^۴ محاسبه می‌شود. خطاهای سامانمند و ابزاری در این مورد گنجانده نشده‌است. جملات قطری این ماتریس انحراف‌های استاندارد پارامترهای برازش شده‌ای را ارائه می‌دهد، که نشان‌دهنده دقت

1 - Incoherent
2 - Equidistant
3 - Periodical superlattices
4 - Hessian matrix

آن‌ها است. جملات غیرقطری نشانگر همبستگی‌های احتمالی بین پارامترهای برازش شده است که مرتبط با قابلیت اعتماد مدل آزمون است. به‌عنوان مثال، ناصافی یک لایه نازک ممکن است با ضخامت آن همبسته باشد. خطاها و عدم قطعیت‌ها در پارامترهای برازش نهایی اغلب به‌وسیله نرم‌افزار مورد استفاده به‌منظور برازش داده ارائه می‌شود. توصیه می‌شود خطاها و عدم قطعیت‌ها به‌عنوان واریانس ترکیبی شامل ضرایب همبستگی از ماتریس هسین و یک عامل پوشش^۱ بیان شوند. این عامل پوشش یک بازه اطمینان مناسب برای هر مقدار برازش شده را ارائه می‌دهد. اکیداً توصیه می‌شود که عدم قطعیت‌ها برای هر مقدار برازش شده مطابق با راهنمای رابطه عدم قطعیت در اندازه‌گیری [20]، بیان شود.

خطاهای سامانمند به‌شدت به مدل مناسب انتخابی و کیفیت نمونه بستگی دارد. به هر حال، اگر مدل از نظر منطقی صحیح باشد، برای نمونه‌های خوب، خطای ضخامت معمولاً از چند درصد بیشتر نیست، به مراجع [18] و [19] مراجعه شود.

جهت بهینه‌سازی تابع حسن برازش، الگوریتم‌های زیادی وجود دارند. به‌عنوان مثال، الگوریتم‌های ژن‌شناسی، تنش‌زدایی^۲ شبیه‌سازی شده، لونیبرگ-مارکوارت^۳، سیمپلکس^۴. آن‌ها می‌توانند به دو دسته تقسیم شوند: روش‌های سیمپلکس و لونیبرگ-مارکوارت کمینه‌سازهای موضعی هستند، در حالی که الگوریتم تنش‌زدایی شبیه‌سازی شده و الگوریتم ژن‌شناسی قادر به پیدا کردن کمینه کلی برای مسئله بهینه‌سازی هستند. مقدمه‌ای جامع درباره اصول روش‌های مختلف بهینه‌سازی در مراجع [11]، [12] و [13] ارائه شده است. مرور جزئیات این الگوریتم‌ها را می‌توان به‌طور مثال در مراجع [14]، [15]، [16] و [17] یافت. به‌منظور همگرایی^۵ به بهترین برازش، بهتر است که بیش از یک الگوریتم به‌صورت متوالی ترکیب شود. همچنین ممکن است آزمودن بیش از یک الگوریتم به‌طور مستقل و مقایسه نتایج مناسب باشد.

در مواقعی که از نظریه پویا برای برازش داده استفاده می‌شود، کیفیت و قابلیت اعتماد نتیجه برازش نهایی در درجه اول به کیفیت داده ورودی بستگی دارد.

۷ اطلاعات مورد نیاز هنگام گزارش‌دهی آنالیز XRR

۱-۷ کلیات

به‌عنوان یک قاعده کلی، هر گزارش علمی باید شامل تمام اطلاعات لازم جهت بازتولید آزمون باشد. بنابراین، یک گزارش کامل از آنالیز XRR باید شامل توضیحات مناسب از ابزار و جزئیات تجربی باشد. از آنجاکه مدل‌سازی و فرایند برازش داده‌های XRR پیچیده هستند، ملاحظات یکسانی برای شبیه‌سازی و فرایند برازش به‌کار می‌رود. نمونه‌ای از یک گزارش در پیوست ب ارائه شده است.

1 - Coverage factor
2 - Annealing
3 - Levenberg-Marquardt
4 - Simplex
5 - Converge

۲-۷ جزئیات تجربی

هنگام گزارش‌دهی آزمون‌های XRR، مهم است که جزئیات آزمایشگاهی زیر گنجانده شوند:

الف- طول موج تابش پرتو ایکس (معمولاً طول موج بر حسب واحد nm یا Å گزارش می‌شود، در حالت تابش سنکروترون انرژی فوتون بیشتر در واحد eV یا keV گزارش می‌شود)؛

ب- اندازه و شکل منبع پرتو ایکس؛

پ- عوامل تضعیف‌کننده برای تابش مورد استفاده (در صورت به‌کارگیری)؛

ت- شدت کل باریکه فرودی و پس‌زمینه آشکارساز (به‌طور مثال هر دو بر حسب واحد تعداد بر ثانیه داده شود)؛

ث- جزئیات آمایش باریکه فرودی و پراکنده‌شده (تکفام‌ساز، شکاف‌ها، موازی‌ساز و سایر قطعات نوری):

۱- شناسنامه قطعات و ادوات؛

۲- فواصل قطعات و ادوات نسبت به یکدیگر؛

۳- ابعاد شکاف؛

ج- واگرایی و سطح‌مقطع باریکه فرودی در موقعیت آزمون؛

چ- نوع آشکارساز؛

ح- جزئیات آزمون (همراه با شکاف‌های موازی‌ساز، طول آزمون زاویه ریزش را تعیین می‌کند و هنگام گزارش‌دهی آزمون XRR نباید از آن صرف‌نظر کرد)؛

خ- پارامترهای روبش: زمان انتگرال‌گیری (مشخص کنید که آیا ثابت است یا خیر)، شروع، اندازه گام، توقف و واحدها. اگر از روبش بخش‌بخش شده استفاده شده باشد، این موارد باید برای هر بخش مشخص شود؛

د- سایر جزئیات مهم آزمایشگاهی [به‌عنوان مثال، شرایط محیطی (دما، فشار، رطوبت) و محفظه‌ها یا مراحل گرمایش یا سرمایش].

۳-۷ روش‌های اجرایی آنالیز (شبیه‌سازی و برازش)

تأثیر برازش داده‌های آزمایشگاهی بر تعیین خواص لایه در مقایسه با عوامل آزمایشگاهی قابل‌چشم‌پوشی نیست [18]. بنابراین توصیف کامل روش‌های اجرایی آنالیز و برازش اکیداً توصیه می‌شود. به‌ویژه، اطلاعات زیر برای رهیافت مدل - پایه مورد نیاز است:

الف- پردازش‌های احتمالی اعمال‌شده روی داده خام

ب- مدل اولیه برای ساختار لایه‌ای. انتخاب مدل اولیه برای ساختار لایه‌ای در تعیین ساختار نهایی از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است. توصیه می‌شود هرگونه اطلاعاتی که راهنمایی مفید برای انتخاب مدل آغازین است، در گزارش گنجانده شود. داده‌های ورودی جهت ساخت مدل اولیه ممکن است از دانش قبلی در ساخت آزمون، متون علمی، از آنالیز آزمون به‌وسیله روش‌های مشخصه‌یابی مکمل از آنالیز مستقل مدل روی داده XRR مشابه حاصل شوند.

پ- روش محاسبه و الگوریتم برازش. توصیه می‌شود گزارش به‌طور خلاصه رهیافت مورد استفاده محاسبه را مشخص کند. همچنین بهتر است مشخص شود که چه نوع الگوریتم برازشی مورد استفاده قرار گرفته‌است. اگر یک نرم‌افزار موجود تجاری یا سفارشی مورد استفاده قرار گرفته‌است، بهتر است در متن ذکر شود.

ت- پارامترهای ثابت و برازش‌شده. همه پارامترهایی که یک انباشت^۱ چندلایه‌ای را مشخص می‌کنند، لزوماً در زمان یکسان برازش نمی‌شوند. اگر شرایط مناسب باشد، ممکن است برخی پارامترها در مقدار اولیه ثابت نگه‌داشته شوند.

ث- بازه داده. توصیه می‌شود بازه داده‌ای که روی آن برازش انجام شده‌است، مشخص شود.

ج- تعداد تکرارها.

چ- پارامترهای نهایی مدل. توصیه می‌شود مقدار تمام پارامترهای تعیین‌کننده ساختار انباشت لایه گزارش شود. برای یک انباشت N لایه‌ای روی یک زیرلایه توده‌ای، $(3N + 1)$ پارامتر مشخص می‌شوند: ضخامت و چگالی هر لایه $(2N)$ و پهنای فصل مشترک در هر فصل مشترک $(N + 1)$. شایان ذکر است که پارامتر فیزیکی که در نهایت منحنی XRR را تعیین می‌کند، پروفایل چگالی الکترونی است. هنگامی که ترکیب‌بندی شیمیایی لایه شناخته شده‌باشد، ممکن است چگالی جرمی از چگالی الکترونی حاصل شود. توصیه می‌شود در صورت امکان، گزارش‌دهی در مورد چگالی جرمی انجام شود.

ح- پروفایل چگالی. توصیه می‌شود که نموداری از پروفایل چگالی برازش‌شده نهایی (چگالی برحسب عمق) در گزارش گنجانده شود.

خ- عدم قطعیت آماری پارامترهای برازش‌شده.

د- حسن انجام برازش. پارامتر مورد استفاده حین فرایند برازش است. این مقدار می‌تواند به‌عنوان شاهدهی برای قابلیت اعتماد نتیجه استفاده شود.

به‌عنوان یک جایگزین برای آنالیز مبتنی بر مدل‌های ساختاری، ممکن است روش وارونگی مستقیم (مدل - آزاد) استفاده شود. در این حالت، جزئیات روش مورد استفاده و پروفایل چگالی نهایی (چگالی جرم یا چگالی الکترونی) باید گزارش شود.

۴-۷ روش‌هایی برای گزارش‌دهی منحنی‌های XRR

۱-۴-۷ متغیرهای وابسته و مستقل

توصیه می‌شود که داده روبش XRR به صورت شدت نرمال‌شده برحسب بردار پراکندگی q_z (واحد ممکن است nm^{-1} باشد اما بیشتر اوقات واحد \AA^{-1} استفاده می‌شود) نمایش داده‌شود. شدت نرمال‌شده معمولاً با تقسیم شدت بازتابی بر شدت باریکه کامل مستقیم به دست می‌آید. این انتخاب امکان برآورد دقیق تابع ابزاری را فراهم می‌کند. انتخاب ارائه داده XRR برحسب q_z مقایسه مستقیم داده‌های جمع‌آوری‌شده با استفاده از طول موج تابش فرودی مختلف را ممکن می‌سازد.

هرچند، شدت نرمال‌شده را می‌توان با تقسیم شدت بازتابی بر بیشینه مقدار شدت‌های اندازه‌گیری‌شده نیز به دست آورد. در این حالت، ممکن است اطلاعات مهمی درباره تابع ابزاری از دست برود. علاوه بر این، اگر بیشینه شدت اندازه‌گیری‌شده در زاویه‌ای بزرگتر از زاویه بحرانی رخ دهد، ممکن است اهمیت فیزیکی داده به خطر بیفتد.

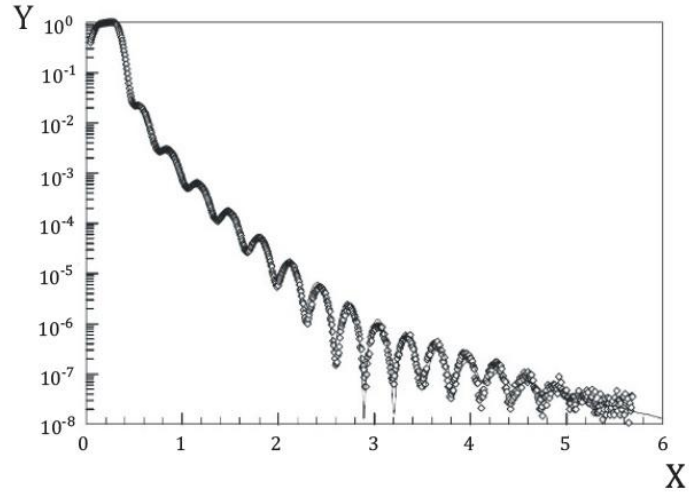
بردار پراکندگی ممکن است برای شکست پرتو اصلاح شود یا نشود، اما در هر صورت، توصیه می‌شود این موضوع در زیرنویس شکل بیان شود. توجه داشته باشید از آنجایی که بازه‌های بردار q_z ممکن است ثابت نباشند، هنگام تبدیل از مقادیر زاویه‌ای که به طور مساوی قرار دارند، باید دقت لازم به عمل آید.

با این حال، گاهی اوقات منحنی‌های XRR با ترسیم شدت بازتابی (نرمال‌شده یا نرمال‌نشده) بر حسب ω یا 2θ نمایش داده می‌شوند. شایان ذکر است، به دلیل تقارن موقعیت منبع پرتو ایکس و آشکارساز نسبت به راستای عمود بر نمونه، این دو گزینه کاملاً معادل هستند. توصیه می‌شود زاویه‌های ω و 2θ بر حسب یکاهای سیستم بین‌المللی یکاها SI، رادیان یا زیرمضرب‌های آن (به عنوان مثال، میلی‌رادیان) بیان شود. زاویه‌ها همچنین بر حسب درجه یا زیرمضرب‌های آن (به عنوان مثال، قوس ثانیه) نمایش داده می‌شوند.

۲-۴-۷ ترسیم نموداری (نگاشتاری) داده XRR

از آنجا که بازه دینامیکی یک منحنی XRR معمولی چندین مرتبه بزرگی را در بر می‌گیرد، معمولاً مقیاس لگاریتمی برای نمایش شدت بازتابی به کار می‌رود (به شکل ۱۳ مراجعه شود). گاهی اوقات مفید است که توان بازتابی اندازه‌گیری‌شده در عامل q_z^4 ضرب شود. به این ترتیب، قسمت نوسانی منحنی، بهسازی شده و تفاوت بین منحنی‌های مشابه واضح‌تر می‌شود (به شکل ۱۴ مراجعه شود). رسم منحنی‌های XRR چندگانه در یک نمودار (گراف) معمولاً منجر به همپوشانی منحنی‌ها می‌شود که از نمایش واضح جلوگیری می‌کند. منحنی‌های چندگانه را می‌توان با جابجایی هر یک از منحنی‌ها به مقدار ثابت روی محور عمودی ترسیم کرد. از آنجا که نمایش در مقیاس لگاریتمی است، این بدان معنی است که مقادیر بازتاب باید در عوامل ثابتی، به طور کلی توانی از ۱۰، ضرب شوند (به شکل ۱۵ مراجعه شود).

توصیه می‌شود منحنی برازش‌شده به صورت یک خط پر که با داده‌های تجربی (که معمولاً به وسیله نمادها نشان داده می‌شوند) همپوشانی دارد، نمایش داده شود.



راهنما:

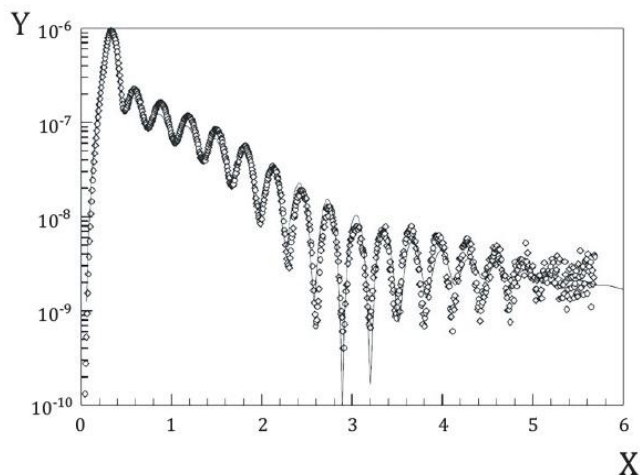
X q_z بر حسب nm^{-1}

Y شدت بر حسب واحد دلخواه؛

- برازش؛

◇ داده‌های آزمایشگاهی.

شکل ۱۳- مثالی از داده‌های بازتابندگی آینه‌ای آزمایشگاهی و شبیه‌سازی شده از یک لایه Si_3N_4 ۲۰ nm روی یک زیرلایه $\text{Si}(100)$ - داده‌ها بر حسب بردار q_z ارائه شده‌اند

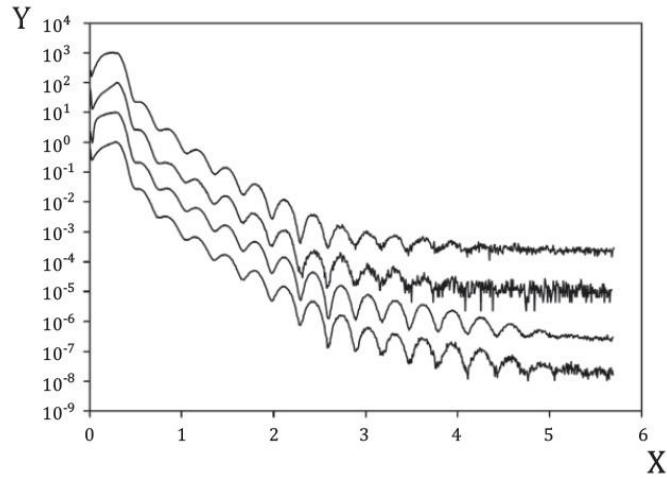


راهنما:

- X q_z بر حسب nm^{-1}
- Y $I \times q_z^4$ بر حسب واحد دلخواه؛
- بهترین برازش؛
- ◇ داده‌های آزمایشگاهی.

یادآوری - در این نمایش، اختلافات ناچیز بین داده‌های شبیه‌سازی شده و آزمایشگاهی که در نمایش شکل ۱۴ قابل تشخیص نیستند، قابل مشاهده است.

شکل ۱۴- داده‌های بازتابندگی آینه‌ای آزمایشگاهی و شبیه‌سازی شده از یک لایه ۲۰ نانومتری Si_3N_4 روی یک زیرلایه $\text{Si}(100)$ - شدت ضربدر q_z^4 بر حسب بردار q_z رسم شده است



راهنما:

X بر حسب qz mm^{-1}

Y شدت بر حسب واحد دلخواه.

یادآوری چهار منحنی به چهار آزمون مختلف اشاره دارد و برای بهبود خوانایی نمودار هر یک با یک مرتبه بزرگی در راستای عمودی جابه‌جا شده‌اند.

شکل ۱۵- داده‌های بازتابندگی آینه‌ای آزمایشگاهی از یک لایه ۲۰ نانومتری Si_3N_4 روی یک زیرلایه $\text{Si}(100)$

پیوست الف

(الزامی)

الزامات ایمنی و رهنمود برای تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی

الف-۱ مقدمه

در این بخش، الزامات مربوط به تنظیمات دستگاه و رهنمودهای ضروری برای تضمین کاهش ریسک تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی بیان شده است. پیروی از موارد ارائه شده در این پیوست تضمین می کند که مقدار تابش به مقدار تابش پس زمینه طبیعی غیرقابل اجتناب، کاهش یابد (به منبع شماره ۴ در پیش گفتار مراجعه شود).

پرتوهای ایکس پرتوهای یونیزه کننده هستند که می توانند عوارض جانبی ناخواسته زیستی مانند سرطان بافت مغز استخوان ایجاد کنند. در حالی که مواجهه کوتاه مدت با پرتو اولیه تجهیزات پرتو ایکس آنالیزی، ممکن است در برخی از افراد اثرات قابل ملاحظه بالینی را در طی یک دوره کوتاه مدت یا بلندمدت نداشته باشد، این اثر در افراد دیگر ممکن است منجر به تغییر ملایم رنگ پوست شود، که متعاقباً ممکن است به سوختگی، درماتیت (آماس پوست) و احتمالاً به سرطان منجر شود. مواجهه با تابش ممکن است حاد یا مزمن در نظر گرفته شود. مواجهه های حاد مواردی هستند که دُزهای تابشی نسبتاً زیاد در مدت زمان کوتاه منتقل می شوند. در این مواجهه، عوارض جانبی ناخواسته زیستی تقریباً در یک بازه زمانی که با دُز دریافتی توسط شخص رابطه معکوس دارد، آشکار می شوند. مواجهه های مزمن به مواردی اطلاق می شوند که در آن دُزهای کوچک به طور کم و بیش یکنواخت و در دوره های زمانی طولانی منتقل می شوند. در این نوع مواجهه، عوارض جانبی ناخواسته زیستی ناشی از آن نامحسوس تر بوده و ممکن است در طی سال ها یا دهه ها افزایش یابد. بهبودی از آسیب تابش به عوامل زیادی از قبیل میزان حساسیت بافت (ها) یا اندام (های) تحت تابش پرتو، اثربخشی نسبی زیستی تابش^۱، سن و جنس فرد، دُز دریافتی توسط شخص و مدت زمان مواجهه آن بستگی دارد، ولی محدود به این موارد نیست.

مواجهه با پرتو می تواند تأثیرات فوری و یا دیرهنگامی روی سلامتی فرد داشته باشد. به طور مشترک با سایر انواع منابع تابشی مصنوعی یونیزه کننده که در پزشکی، صنعت، تحقیقات و محصولات مصرفی مورد استفاده قرار می گیرند، خطرات بالقوه تابشی مرتبط با تجهیزات پرتو ایکس آنالیزی نیز وجود دارد.

حدود معادل دُز توصیه شده (بند الف-۷) توسط هیئت بین المللی حفاظت پرتویی (رادیولوژیکی)^۲ بر اساس پیشگیری از اثرات تعیین کننده، با نگره داشتن دُزهای تابش در زیر آستانه مربوطه بنا نهاده شده اند. در صورت تقاضا با انجام کلیه اقدامات منطقی، میزان بروز اثرات تصادفی به میزان قابل قبول کاهش می یابد.

1 - Relative biological effectiveness (RBE)

2 - International Commission on Radiological Protection (ICRP)

الف-۲- الزامات حفاظت از امکانات دستگاه

منابع بالقوه تابش سرگردان^۱ در بین تجهیزات تولیدشده پیش از کنترل نظارتی، شناسایی می‌شوند. شناسایی منابع تابش‌های سرگردان از طریق بررسی و برآورد معیوب‌بودن قطعات، اتصال نامناسب لوازم جانبی که سبب ایجاد شکاف‌های محافظت‌نشده می‌شوند و همچنین یکسوسازهای^۲ لوله‌ای در دستگاه‌های پراش پرتوی ایکس انجام می‌شود. سطوح تابش، اغلب تا چندین مرتبه بزرگی بیش از حد مجاز هستند. در بعضی از موارد، تجهیزات ارائه‌شده با چنین مشکلاتی، نامناسب ایمن و/یا شناسایی شده‌اند و این به‌طور بالقوه سبب افزایش ریسک مواجهه غیرضروری با تابش خواهد شد.

به‌منظور دستیابی به یک استاندارد حفاظت قابل قبول، امکانات دستگاه باید شامل موارد حفاظتی زیر باشند:

۱- جداسازی (عایق کاری)^۳ و طراحی مناسب تجهیزات پرتو ایکس آنالیزی؛

الف- اختصاص یک اتاق یا بخشی از آن برای تجهیزات؛

ب- چسباندن دائمی علامت هشدار پرتو ایکس (که در شکل (ب-۱) نشان داده شده‌است) در قسمت بیرونی اتاق روی دربی که امکان دسترسی به تجهیزات را فراهم می‌کند. علامت باید از فاصله ۲ متری پدیدار و قابل خواندن باشد.



شکل الف-۱- نمونه‌ای از برچسب هشدار تابش پرتوی ایکس

یادآوری- طبق بند ۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۶۸۰: سال ۱۳۸۷، این نماد به رنگ قرمز و شکل‌های آن به رنگ مشکی با حاشیه سفید رنگ است. نماد بدون رنگ برای مواقعی است که استفاده از رنگ امکان‌پذیر نیست، مانند وقتی که نماد روی خود چشمه حک می‌شود، قابل قبول است. نماد نباید کوچک‌تر از سه سانتی‌متر طراحی شود تا اطمینان حاصل شود که به‌وضوح قابل رویت است.

1 - Stray
2 - Rectifiers
3 - Isolation

۲- دسترسی محدود

دسترسی به اتاق‌هایی که در آن‌ها تجهیزات پرتوی ایکس مورد استفاده قرار می‌گیرند، باید فقط محدود به کاربران تجهیزات و سایر کارکنان مجاز باشد.

الف-۲-۱ اقدامات پیش از بهره‌برداری و نگهداری

قابلیت اعتماد و ایمنی هر سامانه فیزیکی با افزایش زمان به‌کارگیری و یا به مرور زمان به دلیل اثرات ساییدگی و یا خوردگی قطعات کاهش می‌یابد. به منظور تضمین ایمنی و اطمینان از عملکرد تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی در هر مرکز، کاربر باید به‌طور منظم برخی اقدامات بازرسی ایمنی معین قبل از بهره‌برداری روی اجزایی که برای ایمنی پرتو ایکس حیاتی هستند را انجام دهد و صاحب تجهیزات و یا متصدی آن‌ها باید یک برنامه نگهداری پیشگیرانه مناسب را تدوین و پیاده‌سازی کند. این اقدامات باید سن تجهیزات ویژه و فراوانی استفاده از آن‌ها را موردنظر قرار دهد.

الف-۲-۱-۱ بازرسی‌های ایمنی پیش از بهره‌برداری

هنگامی که تجهیزات پرتو ایکس آنالیزی نصب می‌شوند و هر زمان که عملیات نگهداری روی آن یا روی اجزای لوازم جانبی آن انجام می‌شود، کاربر باید به زیربند الف-۳-۳ این پیوست مراجعه کند و آزمون‌هایی را انجام دهد تا موارد زیر تضمین شوند:

۱- عملکرد مناسب کلیه ابزارهای محافظ و ایمنی؛

۲- مونتاژ و عملکرد مناسب کلیه حفاظ‌های^۱ تابشی درگاه‌های باریکه، لوازم جانبی و ابزارهای اتصال؛

۳- میزان تابش محیط در حد مقررات مجاز (0.5 mR یا $4.39 \mu\text{Gy air Kerma}$) در ساعت در فاصله ۵ سانتی‌متری از تمام سطوح خارجی تجهیزات) است. این مقدار با استفاده از یک ابزار تعیین‌کننده میزان تابش^۲ مناسب (برای راهنمایی بیشتر به زیربند الف-۸ مراجعه شود) ارائه شده توسط صاحب تجهیزات یا متصدی آن‌ها اندازه‌گیری می‌شود؛

۴- صرف‌نظر کردن از روش اجرایی ایمنی فقط یک بار امکان‌پذیر است و در زمان راه‌اندازی منبع پرتوی ایکس به شرایط غیرایمن^۳ برگردانده می‌شود.

الف-۲-۱-۲ اقدامات نگهداری

هنگامی که روش‌های اجرایی نگهداری مطابق با دستورالعمل‌های ارائه شده توسط سازندگان در دفترچه راهنمای خدمات باشد، خطرات مواجهه با پرتو ایکس می‌تواند به‌طور قابل‌ملاحظه‌ای کاهش یابد و یا از بین

1 - Shielding
2 - Survey meter
3 - Fail-safe

برود. هنگام خدمات‌دهی، کارکنان نگهداری، ضمن رعایت روش‌های اجرایی زیر باید از عدم حضور افراد غیرمجاز در نزدیکی تجهیزات پرتوی ایکس اطمینان حاصل کنند:

۱- همه ابزارهای محافظ و ایمنی را آزموده و از عملکرد صحیح آن‌ها اطمینان حاصل کنید. اگر صرف‌نظر کردن از یک ابزار ایمنی برای تسهیل یک فرایند نگهداری خاص ضروری تلقی شود، رعایت الزامات زیر اجباری است:

الف- یک چراغ قرمز چشمک‌زن یا سیگنال صوتی متناوب در نزدیکی بخشی از تجهیزات که دستگاه ایمنی آن تغییر یافته‌است، نصب شود. این هشدار باید توسط یک شخص دارای دید یا شنوایی طبیعی یا تصحیح‌شده، به‌وضوح قابل مشاهده یا شنیدن باشد؛

ب- نصب یک یادداشت کتبی در نزدیکی چراغ قرمز چشمک‌زن یا سیگنال صوتی متناوب که صراحتاً بیان می‌کند که چه ابزار ایمنی تغییر یافته‌است؛

پ- اگر نشر تابش به‌طور بالقوه با کار در نظر گرفته‌شده مرتبط باشد، از یک تعیین‌کننده میزان تابش مناسب استفاده کنید و اطمینان حاصل کنید که از حدود مجاز تخطی نمی‌کند (برای راهنمایی سطوح مرجع اندام‌های بدن به زیربند الف-۳-۳ مراجعه شود)؛ و

ت- اطمینان حاصل شود که ابزار ایمنی مجدداً برقرار شده‌است و یا هرگونه حفاظ‌گذاری برداشته‌شده و اصلاح‌شده به‌منظور تسهیل کار موردنظر، پس از اتمام کار جایگزین شده باشد.

۲- تمام حفاظ‌های تابش، درگاه‌های باریکه، نوربندها، لوازم جانبی و ابزارهای اتصال برای نصب و عملکرد مناسب بازرسی شوند؛

۳- سطوح تابش نزدیک‌ترین بخش به تجهیزات که عملکردهای نگهداری روی آن‌ها انجام خواهد شد، قبل و بعد از عملکرد (های) نگهداری، پایش شود. از یک تعیین‌کننده تابش مناسب استفاده شود و حدود مرجع راهنمای پیشنهادی در زیربند الف-۳-۳ برای اندام بدن و سطوح مجاز تدوین‌شده برای عملکرد تجهیزات رعایت شود (به زیربند الف-۲-۱-۱ (ت) مراجعه شود).

الف-۳ ملاحظات انسانی

اگر ریسک‌های تابش مطابق با اهداف ICRP کم باقی بمانند، کارکنان هر مرکزی که تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی برای استفاده در آن‌ها نصب شده‌است، باید کاملاً به همه مسئولیت‌های محول‌شده به آن‌ها عمل کنند. مسئولیت‌های مرتبط که بر مالکیت تجهیزات، استفاده و نگهداری آن تأثیر می‌گذارد، در زیر ارائه شده‌است:

الف-۳-۱ مسئولیت‌های مالک تجهیزات

مسئولیت نهایی در مورد ایمنی در برابر تابش تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی بر عهده مالک تجهیزات است. مالک تجهیزات به‌عنوان یک شخص، سازمان یا مؤسسه‌ای که دارای عنوان یا نظارت اجرایی بر یک یا چند

مرکز دارای منبع (های) تابش یونیزه‌کننده است، تعریف می‌شود. مالک تجهیزات باید اطمینان حاصل کند که تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی، همه استانداردهای ایمنی تابش کاربردی را رعایت می‌کند. برای برخی از کاربردها، این مسئولیت ممکن است به کارکنان واگذار شود (به‌عنوان مثال، یک کاربر ارشد یا مسئول بهداشت و مامور ایمنی، که از این پس، مالک انتصابی (متصدی) تجهیزات نامیده می‌شود). در هر مرکزی که در آن از تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی استفاده می‌شود، مالک یا متصدی تجهیزات مسئولیت این کار را دارند که:

- ۱- از نصب تجهیزات مطابق با الزامات مندرج در زیربند الف-۲ پیوست حاضر، اطمینان حاصل کنند؛
- ۲- اطمینان حاصل کنند که همه کاربران آموزش‌های لازم در مورد عملکرد مناسب و خطرات پرتوی ایکس مرتبط با تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی نصب‌شده را، دریافت کرده‌اند؛
- ۳- قوانین ایمنی تابش تجهیزات پرتوی ایکس، روش‌های ایمنی در هنگام کار و در شرایط اضطراری تعیین و به‌طور واضح اعلام شود. این اطلاعات باید شامل اطلاعات دقیق آدرس و جزئیات تماس بیمارستان یا درمانگاهی باشد که می‌تواند درمان پزشکی را انجام دهد؛
- ۴- رونوشتی از این آئین‌نامه ایمنی تهیه و در دسترس کاربران و کارکنان نگهداری؛ برای ارجاع قرار گیرد؛
- ۵- اجرای یک سامانه تأیید، نظارت و واریسی دوره‌ای جهت حصول اطمینان از این که کلیه کاربران و کارکنان نگهداری آموزش لازم و کافی را دریافت کرده‌اند و بخش‌های مربوط به این آئین‌نامه ایمنی، قوانین کاربردی ایمنی تابش، اقدامات ایمنی و روش‌های اجرایی اضطراری پیش از به‌کارگیری و سرویس (تعمیر) تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی را مطالعه و درک کرده‌اند؛
- ۶- تدوین یک برنامه نگهداری با در نظر گرفتن زمان و دفعات استفاده که تضمین می‌کند کلیه دستگاه‌های ایمنی و اجزای مهم برای تولید و محافظت از پرتوی ایکس به‌طور معمول بررسی شده و قطعات معیوب آن‌ها جایگزین یا تعمیر می‌شوند؛
- ۷- تهیه یک تعیین‌کننده تابش مناسب و حصول اطمینان از وجود آن در شرایط کاری و عملکردی در همه زمان‌ها برای استفاده همه کاربران و کارکنان نگهداری؛
- ۸- انجام تحقیقات سریع در موارد مواجهه بیش از حد مجاز و سوانح تابش و ارائه گزارش‌های مناسب به مالک یا متصدی دستگاه و همچنین به مقامات نظارتی محافظت در برابر تابش در طی ۵ روز کاری؛
- ۹- حصول اطمینان از اینکه قربانیانی که در مواجهه بیش از حد مجاز با تابش قرار گرفته‌اند، از مراقبت‌های ویژه پزشکی برخوردار شوند (به‌عنوان مثال، مشورت با آنکولوژیست (تودینه‌شناس) مرتبط با تابش یا پزشکی که از تاثیرات زیستی انسانی تابش یونیزه‌کننده آگاهی داشته باشد)؛
- ۱۰- تعیین اقدامات اصلاحی مناسب به دنبال موارد ناشی از مواجهه بیش از حد با تابش، حوادث و رخداد‌های ناایمن و حصول اطمینان از اجرای مؤثر این اقدامات؛

۱۱- حصول اطمینان از اینکه، در طی یک واریسی محافظت در برابر تابش، رونوشتی از جدیدترین گزارش واریسی شامل خلاصه اقدامات اصلاحی توصیه شده و نصب شده روی تجهیزات، به آسانی در اختیار بازرسی برنامه محافظت از تابش قرار گیرد.

الف- ۲-۳ مسئولیت‌های کاربر

توصیه می‌شود که کلیه کاربران تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی موارد زیر را رعایت کنند:

۱- در مورد عملکرد و خطرات پرتوی ایکس مرتبط با تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی خاص مورد استفاده آموزش دیده و توسط صاحب تجهیزات یا متخصصان تعیین شده مجوز یا تأییدیه بگیرند؛

۲- قبل از بهره‌برداری از تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی، کلیه قوانین ایمنی در برابر تابش و روش‌های اجرایی اضطراری که توسط مالک یا متصدی تجهیزات و مقامات نظارتی محافظت در برابر تابش تجویز شده‌است، مطالعه و درک کرده و از آن‌ها پیروی کنند؛

۳- به پیشگرهای شخصی تابش سازگار با طراحی و عملکرد تجهیزات (به بند الف-۶ پیوست حاضر مراجعه شود) و توصیه شده توسط مقامات نظارتی محافظت در برابر تابش مجهز شوند؛

۴- واریسی‌های منظمی از داده‌های دُزیمتری شخصی خود را انجام داده و مواجهه با تابش غیرمترقبه را شناسایی کنند، در مورد علل اصلی آن‌ها تحقیق کرده و اقدامات اصلاحی مناسب را انجام دهند؛

۵- از یک تعیین‌کننده تابش مناسب برای شناسایی و پایش میزان تابش در مناطق بحرانی تجهیزات (محفظه لوله، درگاه‌های باریکه، نوربندها، لوازم جانبی آنالیز و غیره) که حین مراحل راه‌اندازی و هم‌محوری‌سازی باریکه و متعاقب آن در اصلاحات و تغییرات دستگاه یا لوازم جانبی آن استفاده کرده، اطمینان حاصل کنند. همچنین اطمینان حاصل کنند که میزان تابش با حد نظارتی ($0.5 \text{ mR} [4.39 \mu\text{Gy air Kerma}] \sim$ در هر ساعت در فاصله $5/0$ سانتی‌متری از تمام سطوح خارجی تجهیزات) انطباق دارد و در شرایط معمول عملیاتی تجهیزات، سطوح راهنما (نشان داده شده در زیربند الف-۵) که شامل حدود دُزهای مجاز (زیربند الف-۷) است از حد مجاز افزونتر نمی‌شود؛

۶- واریسی‌های ایمنی پیش از بهره‌برداری، ذکر شده در زیربند ب-۲-۱-۱، را انجام دهند؛

۷- در صورت بروز شرایط عملیاتی نایمن، عملکرد تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی را متوقف کرده و بلافاصله در مورد چنین شرایطی به مالک یا متصدی تجهیزات اطلاع دهند.

الف- ۳-۳ مسئولیت‌های کارکنان نگهداری

توصیه می‌شود کلیه کارکنان مسئول نگهداری تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی موارد زیر را رعایت کنند:

۱- به اندازه کافی در مورد نگهداری و تعمیر مناسب تجهیزات مختلف پرتوی ایکس آنالیزی که مسئولیت آن‌ها را بر عهده دارند، آموزش ببینند. بهتر است این آموزش با تأکید بر عملیات نگهداری که ممکن است به تولید پرتوی ایکس نیاز داشته باشد، انجام شود؛

۲- کلیه قوانین، الزامات و روش‌های اجرایی اضطراری مربوط به ایمنی در برابر تابش از جمله زیربندهای الف-۵ و الف-۶ که برای تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی و مرکز موردنظر مناسب می‌باشد را مطالعه و درک کرده باشند و از آنها پیروی کنند؛

۳- برای پایش جداگانه سرتاسر بدن و بیشینه دُزهایی که برای عملکرد موردنظر مناسب فرض می‌شوند، به دُزیمترهای تابشی شخصی مجهز شوند؛

۴- از یک دستگاه تعیین‌کننده تابش با عملکرد مناسب (تهیه‌شده توسط مالک تجهیزات یا خود) به‌منظور شناسایی و پایش میزان تابش در مناطق بحرانی تجهیزات (محفظه لوله، درگاه‌های باریکه، نوربندها، لوازم جانبی آنالیز و غیره) استفاده کنند. این دستگاه در هنگام راه‌اندازی و هم‌محورسازی باریکه، روش‌های اجرایی نگهداری و متعاقب آن در اصلاحات و تغییرات دستگاه یا لوازم جانبی آن همراه آن‌ها باشد؛

۵- اقدامات احتیاطی را برای از بین بردن یا کاهش میزان تابش انجام دهند (مطابق زیربند الف-۳-۳ ردیف ۴) تا اطمینان حاصل شود که حد نظارتی (0.5 mR [$4.39 \mu\text{Gy air Kerma}$]) در هر ساعت در فاصله ۵ سانتی‌متری از تمام سطوح خارجی تجهیزات) رعایت شده و همچنین در شرایط معمول عملیاتی تجهیزات، سطوح راهنما (نشان داده‌شده در زیربند الف-۵) که شامل حدود دُزهای مجاز (زیربند الف-۷) است از حد مجاز افزونتر نمی‌شود؛

۶- واری‌های منظمی از داده‌های دُزیمتری شخصی خود انجام داده و مواجهه با تابش غیرمترقبه را شناسایی کنند، در مورد علل اصلی آن‌ها تحقیق کرده و اقدامات اصلاحی مناسبی که ممکن است ضروری باشد را انجام دهند؛

۷- برای کاربر و مالک یا متصدی تجهیزات گزارش مکتوبی را تهیه کند که به‌صراحت هر نوع روش اجرایی یا عمل کاربر که می‌تواند منجر به مخاطره ایمنی در برابر تابش پرتو ایکس شود را به محض شناسایی آن عمل و روش اجرایی، مشخص کند؛

۸- روش‌های اجرایی نگهداری مندرج در زیربند الف-۲-۱-۲ رعایت شود؛

۹- بر کار کارکنان نگهداری حین آموزش، نظارت داشته باشند؛

۱۰- در صورت بروز شرایط عملیاتی ناایمن، از فعالیت تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی جلوگیری کرده و بلافاصله در مورد چنین شرایطی به مالک یا متصدی تجهیزات اطلاع دهند.

الف-۴ بررسی‌های حفاظت در برابر تابش

بررسی حفاظت در برابر تابش تجهیزات پرتو ایکس آنالیزی به تعیین این مسئله که آیا تجهیزات مطابق با استانداردهای کاربردی طراحی و عملکرد، عمل می‌کنند یا نه، اختصاص دارد و به‌گونه‌ای انجام می‌شود و

ادامه می‌یابد که بیشینه ایمنی در برابر پرتوی ایکس را برای همه افراد فراهم کند. توصیه می‌شود به‌منظور دستیابی به این اهداف، کلیه الزامات زیر برای همه مراکز اعمال شود:

۱- توصیه می‌شود تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی هنگام نصب و هنگامی که تعمیر و نگهداری، اصلاح، آسیب و حوادث مواجهه بیش از حد با تابش در آن رخ داده‌است، مورد بررسی قرار گیرند.

۲- توصیه می‌شود بررسی‌ها توسط کارگزار نظارتی حفاظت در برابر تابش انجام شود. هرچند ممکن است اشخاصی مشروط بر اینکه تأیید قبلی از مرجع نظارتی مناسب کسب کرده باشند، مجاز به انجام این بررسی باشند.

۳- توصیه می‌شود بررسی‌های معمول از تجهیزات پرتو ایکس آنالیزی به‌صورت دوره‌ای انجام شود. دوره انجام این بررسی‌ها به طراحی خاص تجهیزات، شرایط استفاده و سابقه عملکرد بستگی دارد. فراوانی بررسی ممکن است با مشورت مقامات نظارتی حفاظت در برابر تابش باشد.

۴- توصیه می‌شود بررسی تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی شامل موارد زیر باشد:

الف- بازرسی کامل همه ابزارهای ایمنی و حفاظ‌های تابش؛

ب- اندازه‌گیری تابش سرگردان تحت بدترین شرایط کاربر (در صورت امکان) در اطراف سامانه انجام می‌شود؛

پ- کمی‌سازی مناسب از سطوح تابش‌های سرگردان بیش از حد نظارتی و مشخصات دقیق فاصله‌شان از سطح یا محلی که تجهیزات تابش ایکس در آن قرار دارد؛

ت- ارزیابی میزان مواجهه شغلی و عمومی تابش هنگامی که میزان تابش از حد نظارتی فراتر رفته باشد.
ث- انجام بازرسی در مورد:

۱- در دسترس بودن نسخه‌ای از این آیین‌نامه ایمنی، قوانین ایمنی قابل‌اجرا در برابر تابش، روش‌های ایمن عملیاتی و اضطراری درون و یا در نزدیکی تجهیزات پرتو ایکس آنالیزی؛

۲- تدوین و پیروی از برنامه نگهداری توسط مالک یا متصدی تجهیزات؛

۳- گزارش‌هایی از شرایط عملیاتی نایمن، واقعه و حوادث ناشی از مواجهه بیش از حد با تابش.

ج- واریسی و ارزیابی پرونده سوابق شخصی دُزیمتری.

۵- توصیه می‌شود گزارشات بررسی، موارد زیر را بیان کنند:

الف- شناسایی تجهیزات پرتو ایکس آنالیزی که سازندگان، نام تجاری (نمانام)، شماره مدل، شماره سریال (مجموعه) و تاریخ ساخت را تعیین می‌کند؛

ب- ارزیابی ابزارهای ایمنی، حفاظ‌های تابش، مواجهه‌ها با تابش به‌واسطه شغل و پرونده سوابق شخصی دُزیمتری و نواقص مشاهده‌شده؛

پ- اقدامات اصلاحی خاص ضروری جهت مطابقت با این آیین‌نامه ایمنی و مقررات RED^۱، از جمله مهلت‌های اتمام؛

ت- توصیه‌های ایمنی (در صورت وجود).

۶- پس از توقف بهره‌برداری از تجهیزات پرتو ایکس آنالیزی، تمامی گزارش‌های بررسی مربوط به آن تجهیزات باید توسط آخرین کاربر مسئول به مدت ۵ سال نگهداری شود.

الف-۵ رهنمود ایمنی کاربری

تجهیزات پرتو ایکس بدون نظارت خطر بالقوه‌ای محسوب نمی‌شوند مگر اینکه مداخله انسانی وجود داشته باشد. به‌منظور کاهش احتمال و شدت حوادث تابش و مواجهه بیش از حد با تابش، ضروری است علاوه بر موارد مندرج در این پیوست، به روش‌های اجرایی عملیاتی و نگهداری پیشنهادشده توسط سازنده تجهیزات پرتو ایکس آنالیزی نیز پایبندی وجود داشته باشد. توصیه می‌شود رهنمود عمومی زیر نیز در صورت امکان رعایت شده و به ثبت برسد:

۱- اگر تجهیزات پرتو ایکس آنالیزی به‌طور کافی محفوظ باشند تا از دسترسی افراد غیرمجاز جلوگیری شود، عملکرد آن‌ها نیازی به نظارت و مراقبت مداوم کاربر ندارد؛

۲- توصیه می‌شود کارکنان، هیچ بخشی از بدن را در مواجهه با باریکه اصلی قرار ندهند. هرگاه هم‌محورسازی لوازم جانبی آنالیز نیازمند به‌کارگیری باریکه پرتوی ایکس به‌صورت باز (بدون حفاظ) باشد، ضروری است اقدامات احتیاطی ویژه‌ای برای کاهش یا از بین بردن مواجهه با تابش در دست‌ها و پاها و سایر قسمت‌های بدن انجام شود. توصیه می‌شود، انبرک‌های دسته بلند یا ابزارهای کنترل از راه دور، جریان کم لوله پرتو ایکس، و آشکارسازهای باریکه فلورسان با میزان حساسیت بالا به تابش مورد استفاده قرار گیرند؛

۳- درحالی‌که ممکن است تحت برخی شرایط لازم باشد عملیات نگهداری با میدان‌های تابش غیرمترقبه بالاتر از حد مجاز انجام شود ($0.5 \text{ mR} [4.39 \mu\text{Gy air Kerma}] \sim$ در هر ساعت)، باید تلاش شود تا مواجهه اندام‌ها یا بخش‌هایی از بدن که ممکن است تحت‌تأثیر قرار بگیرند، کاهش یابد تا احتمال ریسک‌های طولانی مدت نیز کاسته شود. ICRP توصیه می‌کند که هیچکدام از پرسنل نگهداری از بیشینه حدود معادل دُزی مجاز زیربند الف-۷ فراتر نروند.

بر اساس عملکرد یک کارگر پرمشغله نگهداری که به‌طور متوسط در یک هفته کاری در شرایطی مشخص کار می‌کند، یک راهنمای عملی این خواهد بود که یک پنجاهم حد مجاز سالانه دُز برای هر کارگر نگهداری در هفته فرض شود. این مقدار به‌صورت یک سطح مرجع کار هفتگی ($10 \text{ mSv} (1000 \text{ mrem})$) برای دست و سایر اندام‌ها در ناحیه قفسه سینه و قسمت فوقانی صورت، به جز عدسی چشم که حد آن

1 - Radiation Emitting Devices (RED)

(۳۰۰ mrem) ۳ mSv خواهد بود، تعبیر می‌شود. با این وجود، باید تلاش‌های بیشتری جهت کاهش مواجهه با تابش انجام شود.

۴- کلیه لباس‌های حفاظتی و حفاظها، از جمله تعیین‌کننده میزان تابش، باید به‌طور مرتب آزموده شوند تا از قرارگیری آنها در شرایط مناسب کاری و کارکرد ایمن آنها اطمینان حاصل شود و عاری از هر عیب و نقصی باشند. توصیه می‌شود مستندات مناسبی مبنی بر انجام چنین آزمون‌هایی نیز نگهداری شود.

الف- ۶ پایش مواجهه کارکنان با تابش

دُزیمترهای کارکنان جهت پایش دُزهای شغلی در نظر گرفته شده‌است، بدین ترتیب سازوکاری برای محدود کردن مواجهه آتی با تابش را برای هر فردی فراهم می‌کند، به نحوی که از بیشینه حد مجاز مشخص شده در زیربند الف-۷ فراتر نرود. برای کاربردهای عمومی از این آیین‌نامه ایمنی، کاربران و کارکنان نگهداری به‌عنوان کارکنان تابش محسوب می‌شوند و حدود مجاز (کاربردی) در جدول ب-۱، ستون ۲، زیربند الف-۷ ذکر شده‌است.

با توجه به طراحی سامانه پرتو ایکس آنالیزی، ممکن است پایش دُزهای دست‌ها نیز همانند دُزهای کل بدن نیاز باشد. توصیه می‌شود برای سنجش تابش به دست‌ها حداقل دو پایشگر انگشت روی نزدیکترین دست به باریکه پوشیده و تجهیز شود. یک پایشگر روی سطح فوقانی انگشت و دیگری روی سطح کف دست پوشیده شود، تا مواجهه با باریکه‌های باریک شناسایی شود. این مواجهه به‌طور معمول برای روش‌های اجرایی هم‌محورسازی که شامل پرتوی ایکس به‌صورت باز (بدون حفاظ) و سامانه‌هایی که به‌طور بالقوه قادر به تابش به دست‌ها هستند، اتفاق می‌افتد. توصیه می‌شود جهت پایش کل بدن در شرایط کاری بالاتر از سطح میز، سطح قفسه سینه با یک پایشگر پوشیده شود تا توانایی تخمین‌های لازم در مورد میزان دُز تابشی به قفسه سینه و احتمالاً اندام‌های صورت را فراهم کند. درغیراین‌صورت، پوشیدن پایشگر در سطح کمر کافی است. توصیه می‌شود در صورت لزوم و به‌منظور تسهیل در کنترل بهتر دُزهای نزدیک به حد مجاز مربوطه، پرونده سوابق دُزیمتری، دُز دست‌ها و دُز انباشته کل بدن را به‌صورت جداگانه ثبت کند.

توصیه می‌شود نیاز به دُزیمترهای کارکنان براساس نتایج بررسی‌ها و تجهیزات خاص پرتونگاری آنالیزی مورد استفاده توسط مقامات نظارتی حفاظت در برابر تابش تعیین شود. با توجه به جراحتهای مهم، استفاده از حفاظ و کاربرد مناسب تعیین‌کننده میزان تابش در محوطه کاری تجهیزات حین روش‌های اجرایی هم‌محورسازی باریکه همچنین اصلاحات و تغییرات متعاقب در تجهیزات یا لوازم جانبی آن به‌عنوان خطوط مؤثر دفاعی در مقابل مواجهه بدن با تابش می‌باشند. توصیه می‌شود پایشگرهای کارکنان به جای نظارت به‌عنوان تأیید استفاده شود. پرونده سوابق دُزیمتری باید حداقل ۵ سال پس از اتمام کار کاربر با چنین تجهیزاتی، در این مرکز نگهداری شود.

الف-۷ بیشینه حدود معادل دُز مجاز توصیه شده برای تابش یونیزه کننده

به منظور حفاظت در برابر تابش، افراد ممکن است در یکی از دو گروه زیر طبقه بندی شوند: کارکنان تابش^۱ یا اعضای عمومی. گروه اول به افرادی اطلاق می شود که در طول کار خود در مواجهه با تابش یونیزه کننده قرار دارند، شامل افرادی که در مواجهه با تابش یونیزه کننده پس زمینه طبیعی یا پزشکی قرار می گیرند. گروه دوم به افرادی گفته می شود که جزء گروه کارکنان تابش نیستند. جدول زیر حدود معادل دُز توصیه شده توسط ICRP 1990 برای تابش یونیزه کننده را جمع بندی کرده است.

جدول ب-۱- بیشینه حدود معادل دُز مجاز در یک سال^{الف}

اعضای عمومی	کارکنان تابش ^ب	اندام یا بافت بدن
۱ mSv	۲۰ mSv ^پ	سرتاسر بدن
۱۵ mSv	۱۵۰ mSv	عدسی چشم
۵۰ mSv	۵۰۰ mSv	پوست (۱ cm ²)
	۵۰۰ mSv	همه اندامها

الف- این حدود به منظور جلوگیری از اثرات قطعی با نگرداشتن میزان دُزها در زیر آستانه مربوطه تعیین شده است. همچنین منجر به کاهش میزان بروز اثرات تصادفی به میزان قابل قبول می شود. این عمل با انجام کلیه اقدامات منطقی برای کاهش دُزهای مواجهه در مقدار پایین تر از حد مجاز انجام می شود. برای اطلاعات بیشتر، به منبع ICRP 1991 رجوع شود.

ب- برای زنانی که باردار هستند یا ممکن است باردار باشند، جنین باید پس از تشخیص بارداری از مواجهه با تابش محافظت شود. برای باقی مانده دوران بارداری، حد معادل دُز از منابع تابش خارجی به بدن که روی سطح شکم اعمال می شود، ۲ mSv است و میزان حد برای نوکلئیدهای پرتوزا که توسط بدن به صورت داخلی گرفته می شود، یک بیستم میزان مصرف سالانه مجاز است. اگر زنان با هر دو منبع داخلی و خارجی مواجهه شوند، هر دو حد به طور جداگانه اعمال می شود و حد مجاز کل نباید از ۱ mSv بیشتر باشد (از آنجا که جنین به عنوان یک عضو عمومی در نظر گرفته می شود).

پ- در حالی که ممکن است حداکثر معادل دُز ۵۰ mSv در یک سال برای شرایط خاص مجاز باشد، اما در طی یک دوره ۵ ساله، حد کل ۱۰۰ mSv توسط ICRP توصیه می شود. این یعنی حد متوسط سالانه 20 mSv y^{-1} خواهد بود.

الف-۸ رهنمود درباره به کارگیری ابزار بررسی

تعیین کننده های میزان تابش که از یونش در یک گاز استفاده می کنند، یکی از متداول ترین ابزارهای مورد استفاده برای تعیین میزان تابش در اطراف تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی هستند. در زیر اطلاعات رهنمودهای عمومی ارائه شده است و هدف از آن کمک به انتخاب ابزارها و تفسیر اندازه گیری های آنها می باشد.

۱ - برای اهداف این آیین نامه ایمنی، کاربران و کارکنان نگهداری تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی به عنوان کارکنان تابش محسوب می شوند.

۱- به منظور آشکارسازی یا اندازه‌گیری، تابش یونیزه‌کننده باید وارد حجم حساس آشکارساز شود. پرتوهای آلفا، بتا، گاما، ایکس و نوترون‌ها، تابش‌های یونیزه‌کننده با مشخصه‌های نفوذ متفاوت هستند. این بدان معنی است که به‌عنوان مثال، ابزاری که برای آشکارسازی و اندازه‌گیری ذرات آلفا طراحی شده‌است، برای پرتوهای گاما و ایکس مناسب نخواهند بود. برای ابزارهایی که مخصوص اندازه‌گیری پرتوی ایکس طراحی نشده‌اند اما برای اندازه‌گیری پرتوهای آلفا، بتا و گاما طراحی شده‌اند، کاربر باید مشخصات سازنده ابزار را مشاهده کند تا ببیند آیا این ابزار پرتوی ایکس مورد استفاده در تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی را اندازه‌گیری می‌کند یا خیر.

۲- ابزارهای معینی که به قصد انجام اندازه‌گیری‌های کمی در نظر گرفته شده‌اند، به انرژی‌های مختلف تابش، پاسخ‌های متفاوتی خواهند داد. یعنی وابستگی انرژی ابزار باید شناخته شده و در نظر گرفته شود تا اندازه‌گیری‌های کمی دقیق حاصل شود. دو ابزار با مدل همسان لزوماً نتایج یکسانی را حاصل نمی‌کنند (به دلیل تغییرات داخلی در الکترودها، میدان‌های الکتریکی، نویز، اجزای داخلی و غیره)؛ در صورت داشتن طراحی‌های مختلف، این تفاوت نیز بسیار بیشتر خواهد بود. بنابراین، برای مقایسه نرخ‌های مواجهه اندازه‌گیری شده در یک نقطه خاص با استفاده از آشکارسازها با طراحی‌های متفاوت، هر دو آشکارساز باید در انرژی تابشی که در آن اندازه‌گیری‌ها انجام می‌شوند، کالیبره شوند.

۳- توصیه می‌شود در صورتی که اندازه‌گیری‌ها به خوانش متکی باشند، ابزارها باید برای یک بازه انرژی کالیبره شوند. این بدان معناست که اگر کمی‌سازی تابش مدنظر باشد، باید ابزار خوانش برای عامل کالیبراسیون انرژی مربوطه اصلاح شود.

۴- بازه ابزارها باید با بازه مواجهه‌های با تابش مورد سنجش سازگار باشد. این بدان معناست که ابزار باید قادر به اندازه‌گیری میزان به اندازه کافی کم تابش باشد تا مشخص کند آیا تابش تجهیزات پرتوی ایکس آنالیزی با حد نظارتی مطابقت دارد یا خیر ($0.5 \text{ mR} / [4.39 \mu\text{Gy air Kerma}]$ در هر ساعت در فاصله ۵ سانتی‌متری از تمام سطوح خارجی تجهیزات).

۵- هنگامی که کالیبراسیون ابزار تحت شرایط به‌خوبی تعریف شده و کاملاً تجدیدپذیر در آزمایشگاه استانداردسازی یا یکی از آزمایشگاه‌های معتبر یا قابل ارجاع انجام می‌شود، ممکن است تابش در میدان از جهات مختلف و اغلب ناشناخته وارد شود. بنابراین باید از ابزاری با وابستگی جهتی کم استفاده شود.

۶- توصیه می‌شود در صورت استفاده از یک آشکارساز بزرگ برای اندازه‌گیری باریک‌های باریک تابش، به دلیل تفاوت در پاسخ فضایی^۱ آشکارسازها، در آزمون دقت بسیار شود. یک رهیافت کاربردی برای تعیین فاصله‌ای از منبع (در آن میدان به‌اندازه کافی برای دربرگرفتن حجم آشکارسازی پهن است)، تخمین نرخ مواجهه تابش در آنجا و سپس استفاده از قانون مربع معکوس است (این مقدار بالاتر است). نتیجه به‌دست آمده می‌تواند برای مقایسه نسبی جهت اعلام هشدار یا آگاهی از وجود خطر تابش به‌طور

1 - Areal response

رضایت بخشی استفاده شود، بدین معنا که ابزار برای آشکارسازی کمی استفاده می شود. از طرف دیگر، یک آشکارساز به اندازه کافی کوچک که تغییرات میدانی در مقایسه با ابعاد آن قابل اغماض است، ممکن است به منظور کمی سازی میزان مواجهه با تابش مورد استفاده قرار گیرد، به شرط آن که عامل کالیبراسیون مناسب، متناظر با انرژی تابش اندازه گیری، به کار گرفته شود.

۷- تعیین کننده میزان تابش گایگر مولر^۱ (GM) ممکن است نسبت به روشنی روز، تابش فرابنفش، میدان های فرکانس رادیویی حساس باشند و ممکن است در حالت مواجهه یا میزان شمارش بالا قادر به پاسخ دهی نباشند (صفر خواندن). بنابراین، هنگامی که یک خوانش به دست می آید، باید اطمینان حاصل شود که تحت تأثیر این عوامل قرار نگرفته است. توصیه می شود در صورتی که میدان تابش آنقدر زیاد باشد که باعث شود آشکارساز دچار نقصان شده و در نتیجه مقدار صفر را بخواند (یعنی یک نشانه نادرست از یک میدان تابش)، تعیین کننده میزان تابش GM استفاده شده در بررسی ها، قبل از ورود به ناحیه مورد بررسی روشن شوند. تعیین کننده میزان تابش GM استفاده شده برای پرتوهای ایکس و تابش گامای 100 keV ، بسیار وابسته به انرژی هستند و بهتر است استفاده از آنها فقط به آشکارسازی تابش محدود شود مگر این که برای طیف انرژی موجود، کالیبراسیون وجود داشته باشد. یک آشکارساز GM پنجره آخر^۲، به دلیل کوچک بودنش و میزان حساسیت افزایش یافته پرتوی ایکس آن نسبت به یک محفظه یونی، در آشکارسازی مناطق با تابش زیاد در مجاورت یا روی تجهیزات بسیار مفید است. یک پروب GM از نوع تابه ای^۳ این مزیت را دارد که به کاربر اجازه می دهد هنگام قرار دادن سر پروب در باریکه پرتوی ایکس، دست های خود را از باریکه دور نگه دارد. علاوه بر این، توصیه می شود از آشکارسازهای GM برای اندازه گیری تابش های پالسی با شدت بالا استفاده نشود زیرا میزان تابش حین پالس ممکن است به اندازه کافی بالا باشد تا باعث پاسخ دهی آشکارساز در ناحیه غیرخطی خود شود که در نتیجه باعث خوانش هایی خیلی کم می شود.

۸- ابزار(ها) باید در شرایط کار مناسبی قرار داشته باشند و توصیه می شود آزمون های پایداری کارایی و عملکردی آنها به صورت دوره ای انجام شود.

1- Geiger Mueller (GM)
2 - Endwindow
3 - Pancake

پیوست ب

(آگاهی‌دهنده)

نمونه گزارش برای یک ویفر اکسی‌نیتريد سیلیکون

در سوم اکتبر سال ۲۰۰۷ آزمایشگاه پرتو ایکس، اندازه‌گیری XRR را روی نمونه‌های Si_3N_4 شامل یک دولایه‌ای $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiO}_2$ بر زیرلایه ویفر Si انجام داد. ساختار نمونه اسمی، یک لایه ۲۰ نانومتری Si_3N_4 و یک لایه ۱ نانومتری SiO_2 روی Si بود (به استاندارد ISO 16413:2013 مراجعه شود).

ب-۱ جزئیات آزمایشگاهی

دستگاه آزمایشگاهی پرتو ایکس شامل یک لوله پرتو ایکس مس با یک کانون ظریف طولانی $0.4 \times 8 \text{ mm}^2$ با توان عملکرد 40 kV و 30 mA بود. سایر الزامات آزمایشگاهی به شرح زیر بود:

الف- طول موج مورد استفاده به وسیله خط $\text{CuK}\alpha_1$ داده شد ($\lambda = 0.15406 \text{ nm}$).

ب- فیلترهای آلومینیومی اضافی بین شکاف آشکارساز و پنجره آن قرار گرفتند. عوامل تضعیف فیلترها به صورت متوالی برابر [۱۴۸ - ۲۷/۸ - ۵/۳۱ - ۱/۱۰۰] بودند. این عوامل با استفاده از حد پایین 11000 cps و حد بالا 80000 cps از شدت آشکارساز، انتخاب شده بود.

پ- شدت باریکه اولیه 998000 cps و شدت پس‌زمینه 170 cps بود.

ت- باریکه پرتوی ایکس به وسیله آینه چندلایه‌ای سهموی و پس از آن به وسیله دو بلور $\text{Ge}(220)$ دوتایی (تکفام‌ساز بارتلز^۱) تکفام و موازی شد. این سامانه واگرایی باریکه خروجی را به 0.03° رساند.

باریکه اولیه به وسیله شکاف‌های $0.4 \times 8 \text{ mm}^2$ (تعیین‌کننده سطح مقطع مستطیلی باریکه) محدود شد. قبل از آشکارساز و بعد از نمونه، از یک شکاف آشکارساز $0.6 \times 10 \text{ mm}^2$ استفاده شد.

فاصله شکاف باریکه اولیه- نمونه، 14 cm و فاصله نمونه- شکاف آشکارساز، 9 cm بود.

ث- به دلیل واگرایی^۲ کم باریکه 0.03° ، عرض باریکه در موقعیت نمونه در 0.4 mm حفظ شد و ارتفاع 9 mm بود؛

ج- شدت بازتابی به وسیله آشکارساز سوسوزن با فیلترهای آلومینیومی که روی چرخ چرخان خودکار بین شکاف آشکارساز و پنجره آن قرار گرفته‌است، ثبت شد.

اندازه نمونه $40 \text{ mm}^2 \times 41 \text{ mm}^2$ بود که از طرف بلندتر به موازات باریکه قرار گرفت. طول نمونه 41 mm و عرض باریکه 0.4 mm ، ریزش باریکه را در موقعیت 0.58° تعیین می‌کند.

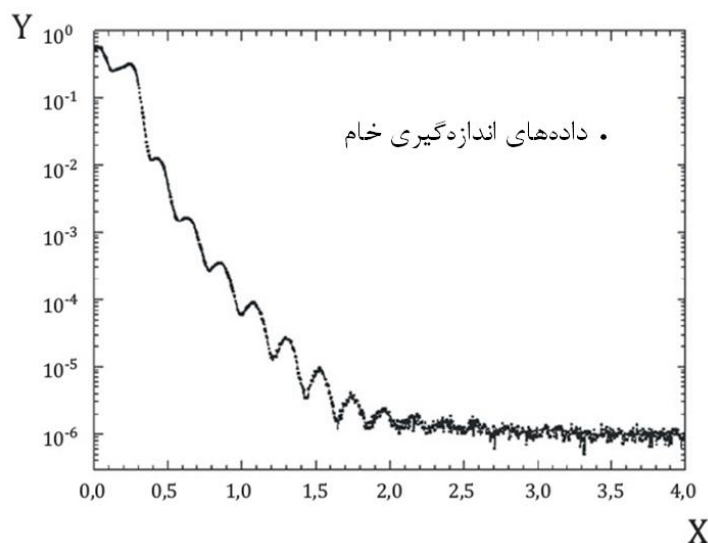
1 - Barlets
2 - Divergence

آزمونه به صورت عمودی در زاویه سنج قرار داده شده بود. صفحه پراکندگی دستگاه آزمایشگاهی در جهت افقی قرار داشت.

چ- روبش θ ۲- ω در بازه ω از 0° تا 4° با اندازه گام 0.05° انجام شد و زمان انتگرال گیری در هر نقطه، ۴۰ s در کل (فرایند) جمع آوری داده ثابت نگه داشته شد. حین اندازه گیری، داده های اندازه گیری شده نسبت به شدت باریکه اولیه نرمال شدند.

ب-۲ روش اجرایی آنالیز (شبیه سازی و برازش)

داده های اندازه گیری خام حاصل نرمال شده به شدت باریکه اولیه در شکل (الف-۱) نشان داده شده اند.



راهنما:

X ω بر حسب درجه؛

Y بازتابندگی.

شکل الف-۱- داده های خام نرمال شده برای نمونه Si_3N_4

ب-۳ پردازش داده های خام

داده های خام به صورت نرمال شده نسبت به باریکه اولیه به دست آمد و به منظور تصحیح خطای کوچک در ناهم محوری، امگا به میزان 0.42° - جابه جا شد.

هیچ تفریق سیگنال ناهمدوس به دلیل ناصافی یا پهنای کم فصل مشترک لازم نبود. همچنین، از آنجاکه عرض زاویه ای تابع تفکیک پذیری برابر با واگرایی 0.03° ، بسیار کوچک تر از ضخامت دوره نوسانات است، شکل تابع تفکیک پذیری در آنالیز وارد نشده است.

تأثیرات پس زمینه، باریکه اولیه و ریزش نمونه برای زاویه های فرودی کوچک در مدل شبیه سازی گنجانده شده بود.

ب-۳-۱ مدل اولیه

برای شبیه‌سازی و برازش، از مدلی استفاده شده است که شامل یک لایه Si_3N_4 در بالا و یک لایه SiO_2 روی زیرلایه Si است. ضخامت اولیه لایه‌های SiO_2 و Si_3N_4 به ترتیب ۱۹٫۵ nm و ۱ nm انتخاب شد. ناصافی‌های اولیه یا پهنای فصل مشترک در بالای لایه‌های Si_3N_4 و SiO_2 به ترتیب ۰٫۷۷ nm و ۰٫۴۱ nm انتخاب شدند.

ناصافی یا پهنای فصل مشترک زیرلایه Si در ۰٫۲۵ nm ثابت شد. چگالی اولیه لایه‌های SiO_2 و Si_3N_4 به ترتیب $2,80 \text{ g/cm}^3$ و $2,20 \text{ g/cm}^3$ انتخاب شد و چگالی زیرلایه Si، $2,33 \text{ g/cm}^3$ بود.

ب-۳-۲ روش محاسبه و الگوریتم برازش

محاسبه داده‌های آینه‌ای XRR به وسیله فرمول‌های نوری ماتریس استاندارد انجام شد [1]. ناصافی یا پهنای فصل مشترک با استفاده از عامل واپاشی مطابق با نووت-کروک در مدل گنجانده شد [1]. برازش و آنالیز آماری با استفاده از الگوریتم برازش حداقل مربع^۱ مارکوارت-لونبرگ انجام شد. برای آنالیز، از نرم‌افزار برازش توسعه‌یافته در آزمایشگاه استفاده شد.

ب-۳-۳ پارامترهای ثابت و برازش شده

هر دو ضخامت دو لایه و دو ناصافی یا پهنای فصل مشترک بالا در حین برازش آزاد قرار داده شده و اصلاح شدند. چگالی لایه Si_3N_4 نیز برازش شده بود. چگالی SiO_2 و زیرلایه Si ثابت نگه داشته شده بود.

ب-۳-۴ بازه داده‌ها

برازش روی بازه ناصافی یا پهنای فصل مشترک از ۰٫۲ nm تا ۰٫۹ nm، بازه ضخامت لایه Si_3N_4 از ۱۰ nm تا ۳۰ nm، بازه ضخامت لایه SiO_2 از ۰٫۵ nm تا ۲٫۰ nm و بازه چگالی لایه Si_3N_4 از $2,70 \text{ g/cm}^3$ تا $3,29 \text{ g/cm}^3$ انجام شد. به منظور غلبه بر ریزش نمونه، فقط داده‌های اندازه‌گیری شده در بازه $0,3^\circ$ تا $3,5^\circ$ مورد استفاده قرار گرفتند و هر نقطه داده با استفاده از وزن^{۱/۵} (بازتابندگی/۱) برازش شد. تعداد کل نقاط داده برازش شده ۶۴۱ بود.

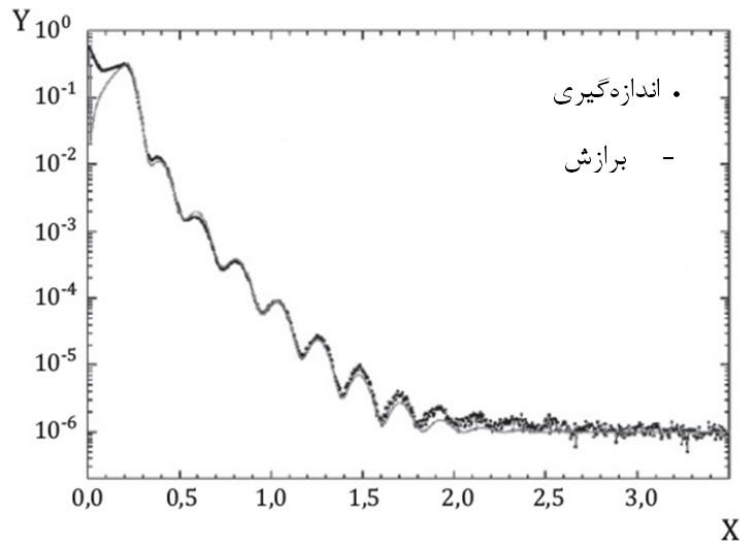
ب-۳-۵ تعداد تکرارها و پارامترهای نهایی

پس از ۱۷ تکرار، پارامترهای نهایی نشان داده شده در جدول (ب-۱) به دست آمد.

جدول ب-۱- داده‌های نهایی حاصله از برازش

چگالی (g/cm^3)		ضخامت (nm)		ناصافی یا پهنای فصل مشترک (nm)		
s.dev.m	میانگین	s.dev.m	میانگین	s.dev.m	میانگین	
$\pm 0,14$	۲,۸۷	$\pm 0,05$	۱۹,۷۶	$\pm 0,02$	۰,۸۰	Si_3N_4
-	۲,۲۰	$\pm 0,12$	۰,۸۹	$\pm 0,07$	۰,۶۵	SiO_2
-	۲,۳۲		∞	-	۰,۲۵	Si

باقی‌مانده مجموع مربعات نهایی ۲۶,۵ بود. بازتابندگی شبیه‌سازی شده حاصل از پارامترهای نهایی در شکل (ب-۲) رسم شده است.



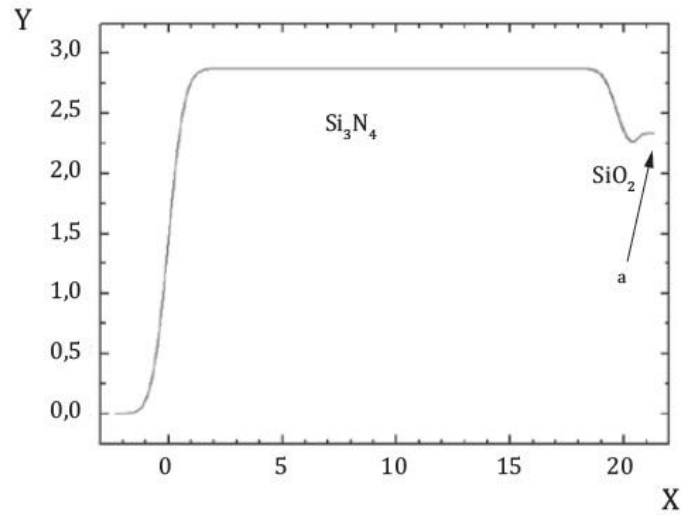
X ω بر حسب درجه؛

Y بازتابندگی.

شکل ب-۲- بازتابندگی شبیه‌سازی شده نهایی برای نمونه Si_3N_4

ب-۳-۶ پروفایل چگالی

پروفایل چگالی شبیه‌سازی شده مطابق با پارامترهای برازش شده در شکل (ب-۳) نشان داده شده است.



راهنما:

X عمق از سطح، برحسب mm؛

Y چگالی، برحسب g/cm^3 ؛

^a زیرلایه Si؛

- پروفایل چگالی شبیه‌سازی شده از پارامترهای برازش نهایی.

شکل ب-۳- پروفایل چگالی شبیه‌سازی شده

پیوست پ

(آگاهی دهنده)

بازتاب سنج پرتوی ایکس آزمایشگاهی باریکه همگرا سریع همزمان^۱ با استفاده از هندسه پاشش چندزاویه‌ای [22]

بازتاب سنج آینه‌ای پرتوی ایکس، یک ابزار مدون برای مشخصه‌یابی ساختاری سطوح و فصول مشترک مواد است. معمول‌ترین روش برای اندازه‌گیری منحنی‌های بازتابندگی پرتوی ایکس آینه‌ای، روش روبش زاویه‌ای است، که در آن یک باریکه پرتوی ایکس تکفام همگرا روی سطح نمونه تابیده و شدت بازتابی نقطه به نقطه، در هر زمان با تغییر زاویه گرایش^۲ پرتوهای ایکس به وسیله چرخاندن نمونه و آشکارساز، اندازه‌گیری می‌شود. این روش اجرایی روبش زاویه نمونه و آشکارساز، تفکیک‌پذیری زمانی در دسترس را محدود می‌کند.

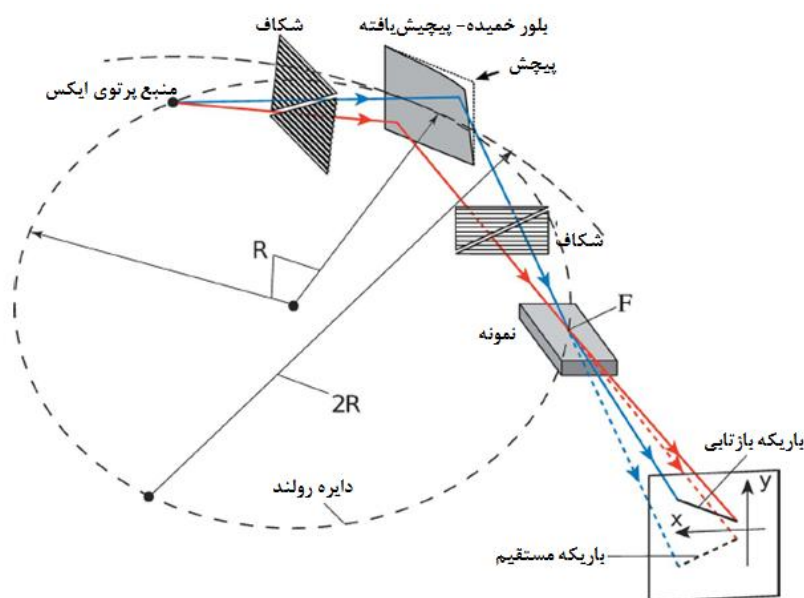
روش پاشش- انرژی^۳ به وسیله یک آشکارساز حالت جامد و تابش برامشترلانگ^۴ حاصل از منبع پرتوی ایکس آزمایشگاهی می‌تواند برای به دست آوردن منحنی بازتابندگی روی بازه انتقال تکانه عمودی^۵ وسیعی به صورت همزمان استفاده شود و مطالعات تفکیک- زمانی به وسیله این رهیافت انجام شده است. ولی، تفکیک‌پذیری زمانی، به دلیل شدت ضعیف تابش برامشترلانگ حاصل از منبع پرتوی ایکس آزمایشگاهی، به چند تا چند صد دقیقه محدود می‌شده است. با استفاده از تابش سنکروترون، تفکیک‌پذیری چند ثانیه یا کمتر حاصل شده است، اگرچه بازه تکانه اندازه‌گیری شده، نسبتاً باریک است.

در این بخش، روش بهینه‌سازی شده به وسیله پرتوی ایکس مشخصه از منبع آزمایشگاهی ارائه می‌شود. این روش، روش بازتابندگی پرتوی ایکس باریکه- همگرا^۶ در هندسه پاشش چند- زاویه‌ای همزمان نامیده می‌شود. در این روش، یک باریکه پرتوی ایکس تکفام همگرا روی نمونه تابیده شده و انتقال تکانه عمودی به صورت پیوسته برای هر مولفه (جزء) از پرتوی همگرا تغییر می‌کند [22]. پروفایل منحنی بازتابندگی در بازه انتقال تکانه از 0.102 \AA^{-1} تا 0.142 \AA^{-1} به وسیله یک آشکارساز دوبعدی به صورت همزمان در 10 s ثبت می‌شود. شدت سیگنال از شدت پراکندگی پخشیده جدا می‌شود که منجر به توافق با روش روبش زاویه‌ای مرسوم تا بازتابندگی از مرتبه 10^{-6} با زمان اندازه‌گیری 100 s و تا 10^{-5} با زمان اندازه‌گیری 10 s می‌شود. منحنی‌های بازتابندگی از یک ویفر سیلیکون و سطح اتیلن‌گلیکول مایع نشان داده شده است. نتایج اندازه‌گیری‌های تفکیک زمانی با تفکیک‌پذیری زمانی 10 s نیز گزارش شده است.

-
- 1 - Simultaneous
 - 2 - Glancing
 - 3 - Energy-dispersive method
 - 4 - Bremsstrahlung
 - 5 - Vertical momentum transfer
 - 6 - Convergent-beam X- ray reflectivity (CBXR) method

پ-۱ اساس روش و تنظیم آزمایشگاهی

شکل (پ-۱) چیدمان روش CBXR را نشان می‌دهد. یک منبع پرتوی ایکس متمرکز-نقطه‌ای آزمایشگاهی، بلور تکفام‌ساز و نمونه روی شعاع دایره رولند^۱، $R=373\text{ mm}$ واقع شده‌اند. از تابش $\text{Cu K}\alpha_1$ حاصل از یک منبع پرتوی ایکس آند چرخان^۲ استفاده شده‌است. بلور تکفام‌ساز، یک بلور سیلیکون (۱۱۰) تخت مستطیلی (شرکت شاران^۳، $60 \times 30 \times 0.5\text{ mm}$)، به صورت افقی با شعاع انحنای $2R$ خمیده شده و در جهت عمودی با ساندویچ کردن آن بین دو سطح کاو و کوژ یک خم‌کن بلور خمیده می‌شود. بازتاب (۲۲۰) سیلیکون از تابش $\text{Cu K}\alpha_1$ استفاده شده‌است که زاویه براگ 23.65° را به دست می‌دهد.



شکل پ-۱- چیدمان بازتاب سنج پرتوی ایکس

پرتوی ایکس بازتاب شده به وسیله بلور به صورت افقی روی نقطه F به صورت کانونی متمرکز می‌شود. در جهت عمودی، پرتوی ایکس گذرنده از میان شکاف‌های شیب‌دار پس از بازتاب به وسیله بلور به سمت نقطه F هدایت می‌شود. این بدان دلیل است که محور عمود بر بلور در جای پای باریکه پرتوی ایکس به مقداری که وابسته به موقعیت سطح بلور تکفام‌ساز است، به سمت پایین کج شده‌است. فاصله بلور- منبع پرتوی ایکس و فاصله کانون- بلور، 300 mm هستند.

نمونه به صورت افقی در نقطه F قرار داده شده‌است، به گونه‌ای که باریکه پرتوی ایکس همگرا روی سطح آن فرود می‌آید. زاویه گرایش باریکه پرتوی ایکس به صورت پیوسته وابسته به جهت هر پرتو تغییر کرده و منجر به تغییر پیوسته انتقال تکانه عمودی می‌شود. باریکه پرتوی ایکس به صورت آینه‌ای به وسیله نمونه بازتاب می‌شود.

1 - Rowland
2 - Rigaku FR-D, 60 mA, 50 kV
3 - Sharan Inc.

مختصه عمودی موقعیت پرتوی ایکس روی آشکارساز به وسیله روابط زیر به انتقال تکانه عمودی، q ، مرتبط می شود:

$$\tan \delta = [y(I) - y(I_0)] / (2L_d), \quad (\text{پ-۱})$$

$$q = 4\pi \sin(\delta) / \lambda, \quad (\text{پ-۲})$$

که در آن:

$y(I)$ و $y(I_0)$ موقعیت‌های عمودی باریکه پرتوی ایکس روی سطح آشکارساز به ترتیب با یا بدون نمونه است؛

δ زاویه گرایش پرتوهای ایکس به سطح نمونه، L_d ، فاصله بین نمونه و آشکارساز؛

λ طول موج پرتوی ایکس است.

از آنجا که انتقال تکانه عمودی از باریکه بازتابی به صورت پیوسته روی سطح آشکارساز تغییر می کند، توزیع I نرمال شده در هر نقطه به وسیله مقدار متناظر I_0 در امتداد باریکه بازتابی، منحنی بازتابندگی را به دست می دهد. توجه کنید که بازتابندگی آینه‌ای می تواند بدون حرکت دادن نمونه یا آشکارساز حین اندازه گیری، اندازه گیری شود.

زاویه δ بین باریکه بازتاب شده به سمت پایین به وسیله تکفام ساز و جهت افقی با رابطه زیر به دست می آید:

$$\gamma = 2\alpha \sin \theta - \beta \quad (\text{پ-۳})$$

که در آن:

α زاویه پیچش بلور تکفام ساز،

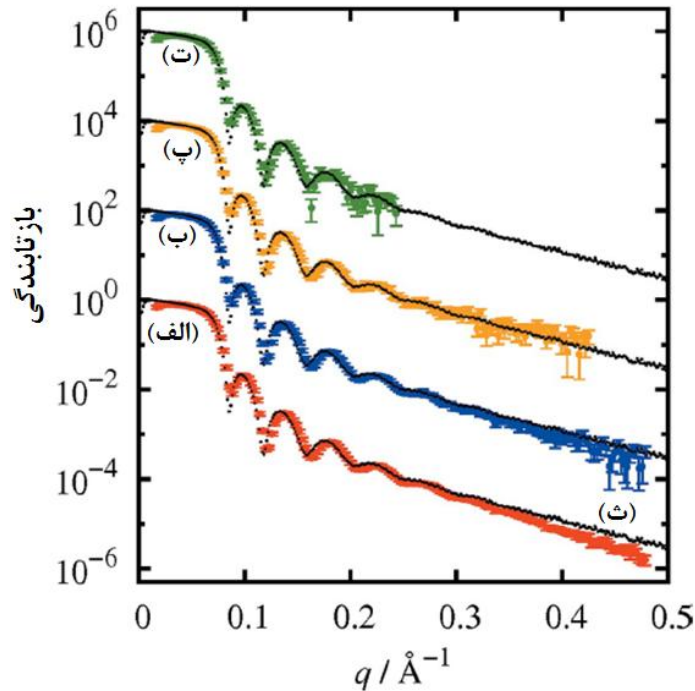
θ زاویه براگ صفحه پراش بلور تکفام ساز،

β زاویه بین پرتوی فرودی روی بلور تکفام ساز و جهت افقی است.

به منظور پوشش بازه q از 0.1 \AA^{-1} تا 0.5 \AA^{-1} ، توصیه می شود γ بازه 0° تا 3.52° را پوشش دهد. بیشینه زاویه پیچش $\alpha_{\max} = 8.99^\circ$ است. برای شناسایی این مقدار پوشش، اتصال دقیق بلور به خم کن به منظور جلوگیری از شکست بلور ضروری است.

پ-۲ منحنی های بازتابندگی نمونه های آزمون

شکل (پ-۲)، منحنی های بازتابندگی اندازه گیری شده برای یک لایه نازک طلا روی یک زیرلایه SiO_2/Si را نشان می دهد. منحنی (الف) با زمان اندازه گیری 1000 s به دست آمد. بازه انتقال تکانه 0.2 \AA^{-1} تا 0.47 \AA^{-1} از یک تابش دهی آشکارساز به دست آمد. منحنی (ث) منحنی بازتابندگی اندازه گیری شده با روش روبش زاویه با زمان اندازه گیری تقریباً 30 min است (دوایر سیاه کوچک توپر). ضخامت لایه طلا از منحنی (ث) 1310 nm و از منحنی (الف) 125 nm تخمین زده شد. منحنی های (ب) - (ت) به ترتیب در زمان 100 s ، 10 s و 1 s با روش حاضر اندازه گیری شد. سهم پراکندگی پخشیده در اندازه گیری حالت روبش زاویه ای کاسته نمی شود، در حالی که در اندازه گیری های با روش فوق کاسته می شود.



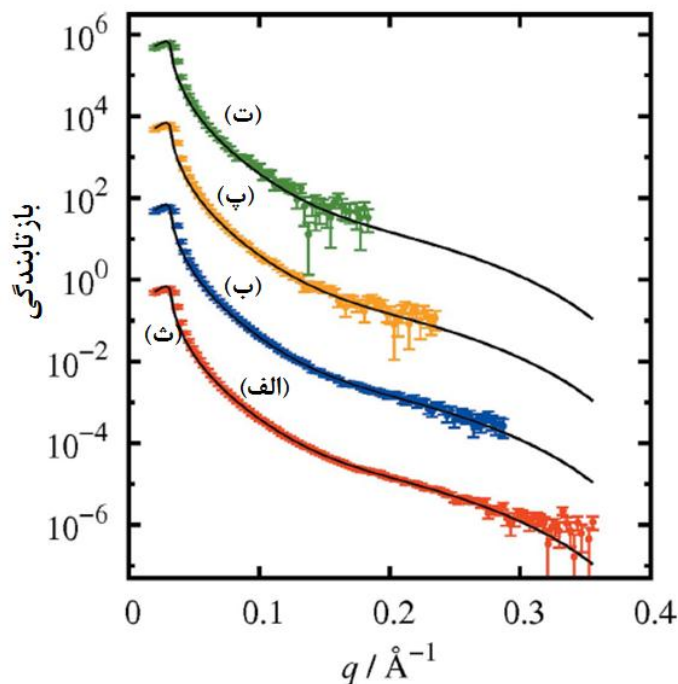
شکل ۲- منحنی‌های بازتابندگی اندازه‌گیری شده برای یک لایه نازک طلا روی یک زیرلایه SiO_2/Si . زمان تابش‌دهی برای منحنی (الف) ۱۰۰۰ s، برای منحنی (ب) ۱۰۰ s، برای منحنی (پ) ۱۰ s و برای منحنی (ت) ۱ s بود. منحنی‌های (ب) - (ت)، هر کدام دو مرتبه بزرگی به صورت عمودی به منظور دستیابی به وضوح بیشتر، انتقال یافته‌است. منحنی (ث) با روش روبش زاویه‌ای اندازه‌گیری شد. بقیه منحنی‌های نشان داده شده با دایره‌های توپر سیاه‌رنگ همانند منحنی (ث) هستند و در توافق با منحنی‌های (ب) - (ت) انتقال یافته‌اند

حتی با زمان تابش‌دهی ۱ s، منحنی بازتابندگی به میزان بازتابندگی اندازه‌گیری شده 10^{-4} کاهش یافت. کمینه بازتابندگی قابل اندازه‌گیری از مرتبه 10^{-5} و 10^{-6} برای زمان تابش‌دهی ۱۰ s و ۱۰۰ s بود. توافق بین منحنی‌های اندازه‌گیری شده به وسیله روش حاضر و روش مرسوم روبش زاویه‌ای تا بازتابندگی 10^{-5} رضایت‌بخش است. در بازتابندگی‌های کم، بازتابندگی اندازه‌گیری شده با روش حاضر کمتر از منحنی‌هایی است که با روش روبش زاویه‌ای اندازه‌گیری می‌شود. این موضوع بدان دلیل است که در روش روبش زاویه‌ای پس‌زمینه کاسته نمی‌شود، در حالی که در روش حاضر پس‌زمینه کاسته می‌شود.

منحنی‌های بازتابندگی حاصل از نمونه لایه نازک طلای یکسان اندازه‌گیری شده به وسیله تابش سنکروترون قوی از یک آندولاتور مخروطی قبلاً گزارش شده‌است. در این حالت، بازتابندگی تا 5×10^{-7} در ۱ s اندازه‌گیری شده‌است و به صورت هم‌زمان بازه انتقال تکانه اندازه‌گیری شده 0.4 \AA^{-1} بود.

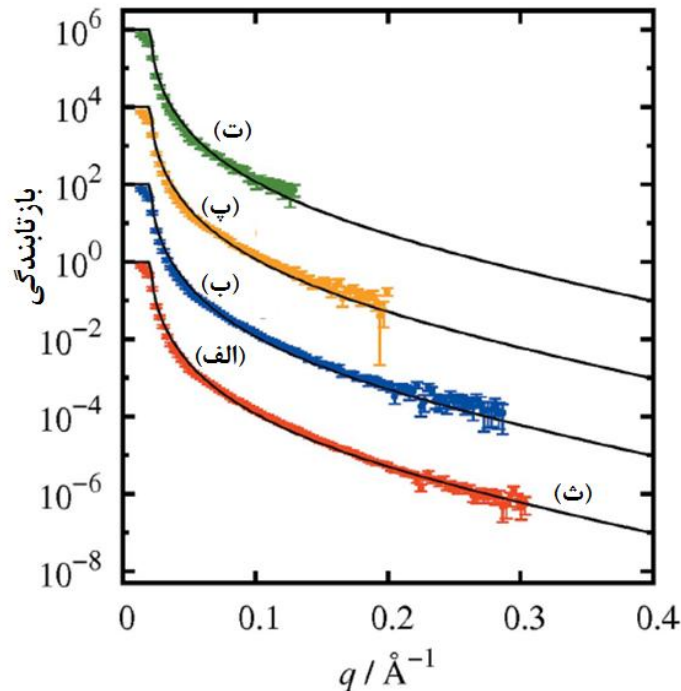
منحنی‌های بازتابندگی از یک ویفر سیلیکونی (۰۰۱) نیز اندازه‌گیری شد (شکل (پ-۳)). برای ویفر سیلیکون، منحنی‌های بازتابندگی تا 10^{-5} و 10^{-6} ، به ترتیب با زمان تابش‌دهی ۱۰ s و ۱۰۰ s، اندازه‌گیری شد. بازه اندازه‌گیری شده q کوچک‌تر از لایه طلا است که به دلیل بازتابندگی پایین‌تر در q بالا است.

برازش منحنی بازتابندگی (الف) شکل (پ-۳) به مدلی با لایه SiO_2 روی زیرلایه سیلیکون به وسیله نرم افزار GenX، چگالی 2.11 g/cm^3 ، ضخامت $24/8 \text{ \AA}$ و ناصافی 47 \AA برای لایه SiO_2 ، را به دست می دهد. مقادیر برای یک ویفر سیلیکون منطقی است. بازتابندگی از مدل بهترین برازش با خطوط توپر در شکل (پ-۳) نشان داده شده است.



شکل پ-۳ - منحنی های بازتابندگی ویفر سیلیکون (۰۰۱). زمان اندازه گیری برای منحنی (الف) ۱۰۰۰ S، برای منحنی (ب) ۱۰۰ S، برای منحنی (پ) ۱۰ S و برای منحنی (ت) ۱ S بود. منحنی های (ب) - (ت)، هر کدام دو مرتبه بزرگی به صورت عمودی به منظور دستیابی به وضوح بیشتر، انتقال یافته است. منحنی (ث) بازتابندگی محاسبه شده از مدل بهترین برازش را نشان می دهد. بقیه خطوط توپر همانند منحنی (ث) هستند و در توافق با منحنی های (ب) - (ت) انتقال یافته اند

علاوه بر آن، بازتابندگی از سطح اتیلن گلیکول مایع اندازه گیری شده تا نشان دهد که روش حاضر برای نمونه های مایع نیز مناسب است. شرط این موضوع آن است که سطح نمونه حین اندازه گیری افقی نگه داشته شود (شکل (پ-۴)). خطوط توپر در شکل (پ-۴) بازتابندگی محاسبه شده با روش مشابه روش گزارش شده توسط یانو^۱ و همکارانش را نشان می دهد. مغایرت بین منحنی های اندازه گیری و محاسبه شده در زوایه های کوچک ($q \ll 0.14 \text{ \AA}^{-1}$) ناشی از برآورد اضافی پس زمینه در ناحیه ای است که با پراکندگی پخشیده همپوشانی می کند.

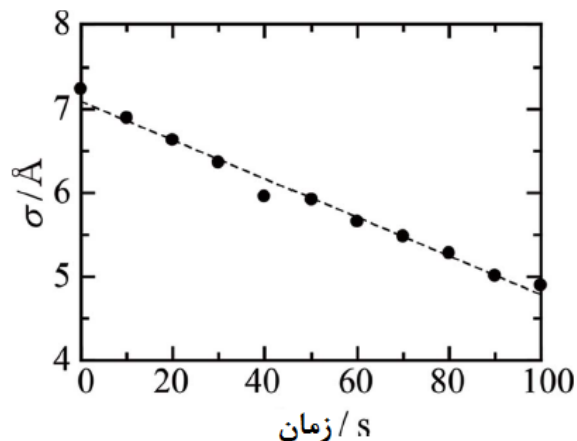


شکل پ-۴- منحنی‌های بازتابندگی اتیلن گلیکول مایع. زمان اندازه‌گیری برای منحنی (الف) ۱۰۰۰ s، برای منحنی (ب) ۱۰۰ s، برای منحنی (پ) ۱۰ s و برای منحنی (ت) ۱ s بود. منحنی‌های (ب) - (ت)، هر کدام دو مرتبه بزرگی به صورت عمودی به منظور دستیابی به وضوح بیشتر، انتقال یافته‌است. خطوط توپر (ث) بازتابندگی محاسبه شده را نشان می‌دهد. بقیه خطوط توپر همانند منحنی (ث) هستند و در توافق با منحنی‌های (ب) - (ت) انتقال یافته‌اند

پ-۳ اندازه‌گیری تفکیک زمانی

اندازه‌گیری تفکیک زمانی نیز انجام شد. نمونه، تک بلور (TiO₂) روتایل با سطح (۰۰۱) است. این مشخص است که تحت تابش نور فرابنفش، آلودگی آلی روی سطح تجزیه شده و سطح تمیز و آب‌گریز می‌شود. سطح بلور با سونیک کردن به وسیله استون تمیز می‌شود و در ادامه با آب فراخالص آب‌کشی شده، و سپس به اسید اولئیک آغشته می‌شود. روی بازتاب‌سنج، سطح نمونه به وسیله نور UV (فیلتر پایین- گذر ۳۸۵ nm، ۴۷۰ mW cm⁻²) تابش دهی می‌شود.

اندازه‌گیری‌های بازتاب‌سنجی پرتوی ایکس حین تابش دهی نور UV با زمان تابش دهی ۱۰ s انجام شد. شکل (پ-۵) داده‌های بازتابندگی اندازه‌گیری شده نرمال شده به بازتابندگی فرنل فصل مشترک TiO₂ را نشان می‌دهد. افزایش قابل توجهی در بازتابندگی حین تابش دهی UV مشاهده شد.



شکل پ-۵- وابستگی زمانی ناصافی سطح، سطح TiO_2 (۰۰۱) آغشته شده با اسید اولئیک تحت تابش نور UV

بازتابندگی از فصل مشترک ضریب شکست گرادیانی از رابطه زیر به دست می آید:

$$R(q) = R_F(q) \exp(-q^2 \sigma^2) \quad (\text{پ-۴})$$

که در آن $R_F(q)$ بازتابندگی فرنل و ناصافی σ مقیاس پهنای ناحیه با ضریب شکست گرادیانی هستند. وابستگی زمانی ناصافی فصل مشترک تخمین زده شده با استفاده از معادله (پ-۴) در شکل (پ-۵) نشان داده شده است. ناصافی سطح TiO_2 وابسته به خودتمیزشوندگی سطح تحت تابش نور UV کاهش یافت.

پیوست ت

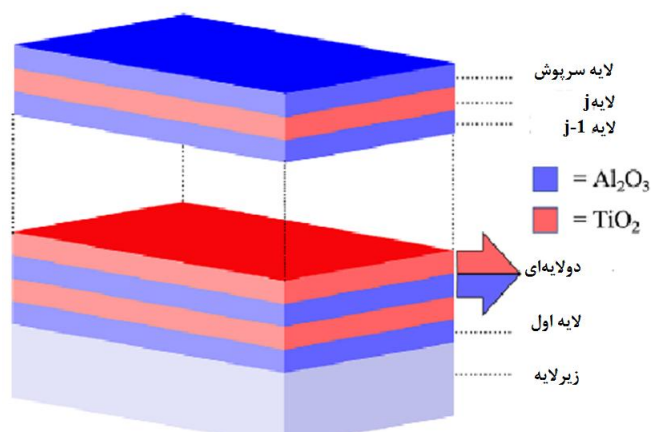
(آگاهی دهنده)

مشخصه یابی بازتابندگی پرتوی ایکس از رسوب نانولایه اتمی $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ دولایه های بسیار نازک تکرارشونده [23]

خواص ساختاری نانولایه اتمی $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ دولایه ای تکرارشونده به وسیله بازتابندگی پرتوی ایکس XRR مطالعه شده است. روش XRR روشی غیرتخریبی و قدرتمند است که برای مطالعه ضخامت، چگالی و ناصافی نانولایه نازک استفاده می شود. نانولایه های دولایه ای تکرارشونده (نانولمینیت) بسیار نازک با ضخامت های لایه متغیر مشخصه یابی می شوند تا ضخامت لایه مشاهده پذیر کمینه تعیین شود [23].

ت-۱ آزمون ها

در این بند، یک دولایه ای متشکل از یک لایه Al_2O_3 و یک لایه TiO_2 بررسی می شود. نمونه ها روی زیرلایه های Si شش اینچی در یک واکنشگاه^۱ PicosunTM R-150 ALD از پیش سازهای TiCl_4 ، Me_3Al و H_2O رسوبنشانی شده است. دمای رسوبنشانی برای همه نمونه ها 200°C بود. نمایش طرحواره ساختار نانولمینیت ها در شکل (ت-۱) نشان داده شده است. توالی لایه متناوب با لایه Al_2O_3 شروع شده و زوج لایه ها رسوبنشانی شده تا ضخامت کل نانولمینیت ها، 100 nm شکل می گیرد. نانولمینیت ها با یک سرپوش از لایه 2 nm نانومتری Al_2O_3 پوشانده می شود. نمونه ها از دو لایه ای هایی با ضخامت 0.1 nm تا 50 nm ساخته شده است.



شکل ت-۱- نمای طرحواره یک ساختار نانولمینیت

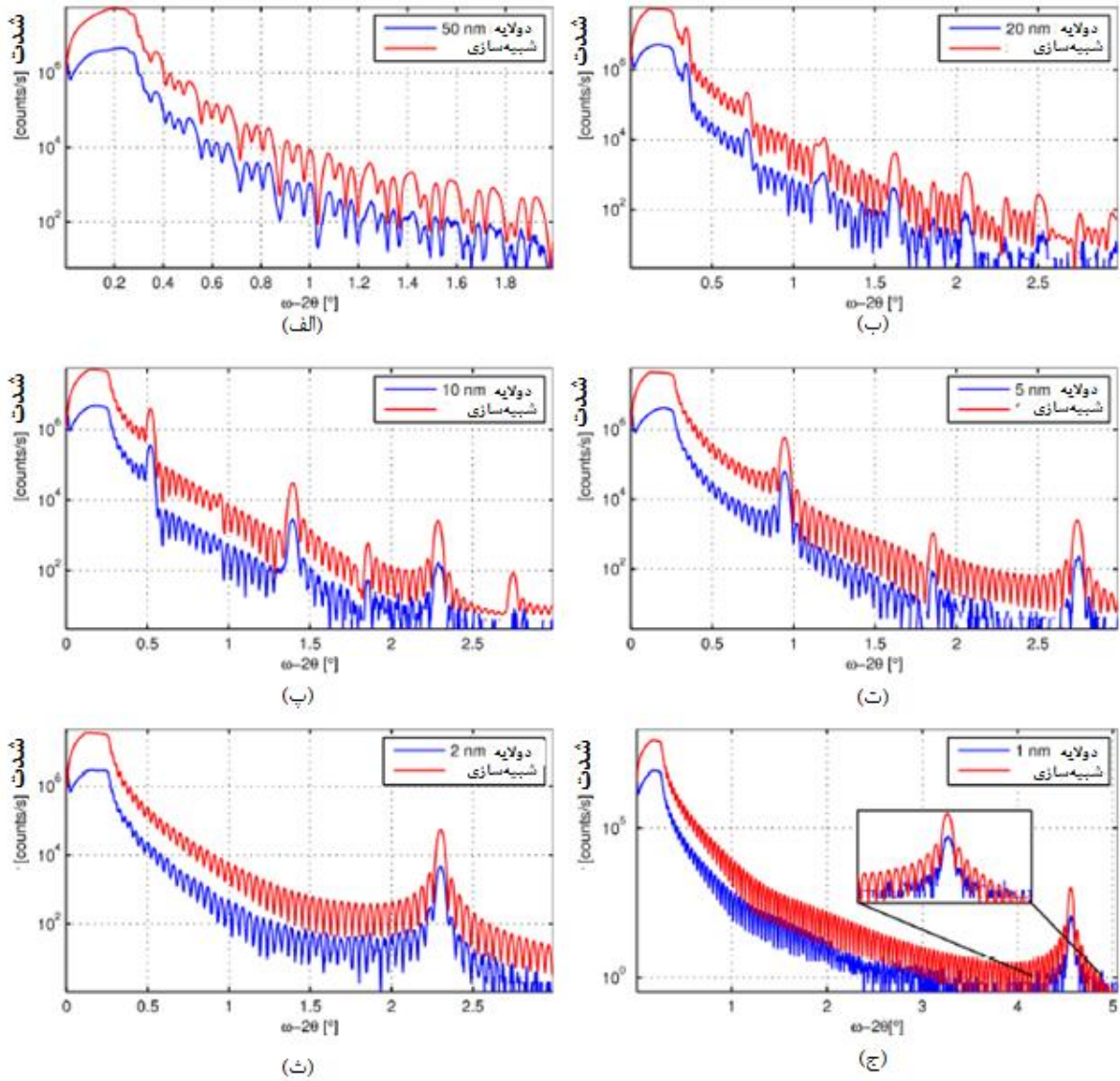
اندازه گیری ها به وسیله شرایط باریکه موازی، طول موج پرتوی ایکس $\text{Cu K}\alpha$ ، با ولتاژ شتاب 40 kV و جریان آند 40 mA انجام شده است. منحنی های بازتابندگی اندازه گیری شده که با استفاده از نرم افزار

X' pert Reflectivity شبیه‌سازی شده‌است تا ضخامت، چگالی و ناصافی نانولمینیت‌های دولایه‌ای را تعیین کند.

چگالی TiO₂ با فرض چگالی ثابت Al₂O₃، $\rho = 3.05 \text{ g/cm}^3$ ، شبیه‌سازی شده‌است.

ت-۲ نتایج

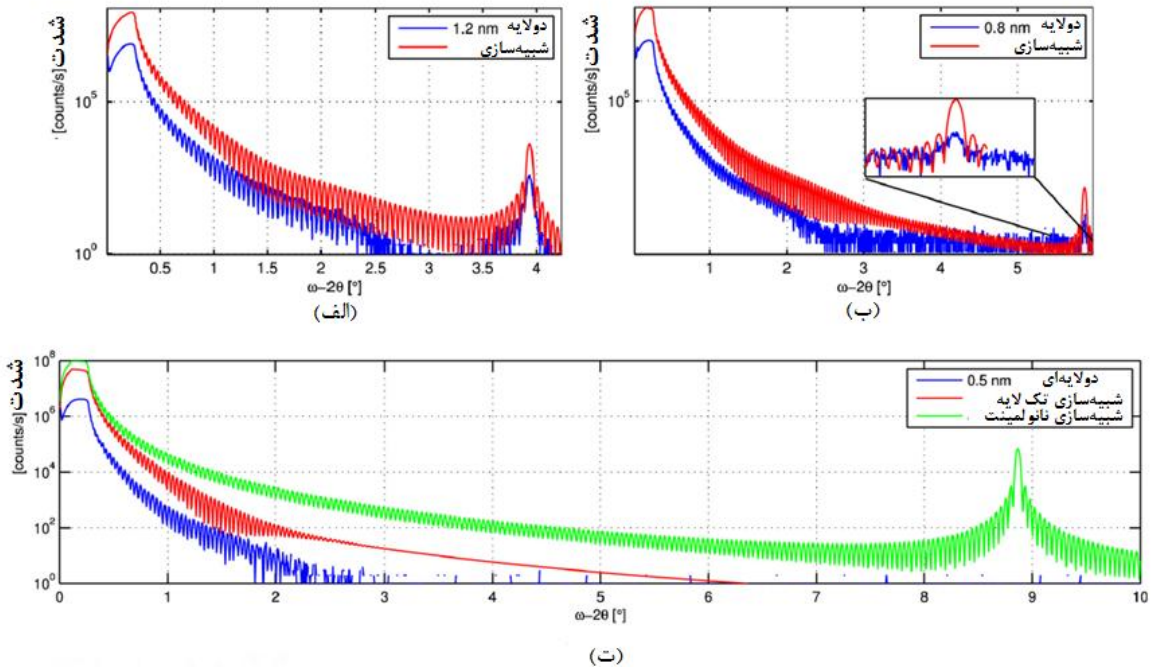
منحنی‌های شبیه‌سازی و اندازه‌گیری شده نمونه‌ها با ضخامت‌های دولایه‌ای موردنظر در بازه ۱ nm تا ۵۰ nm در شکل (ت-۲) نشان داده شده‌است. شبیه‌سازی‌ها به صورت عمودی جابه‌جا شده‌اند تا وضوح بهتری حاصل شود.



شکل ت-۲- منحنی‌های شبیه‌سازی و اندازه‌گیری XRR نمونه‌هایی با ضخامت‌های دولایه‌ای موردنظر در بازه ۱ nm تا ۵۰nm. منحنی‌های شبیه‌سازی برای دستیابی به وضوح بیشتر به صورت عمودی جابه‌جا شده‌اند. موقعیت‌های بیشینه‌ها مرتبط با ضخامت دولایه‌ای‌ها و تیزی آن‌ها وابسته به یکنواختی ضخامت است

شکل ت-۲ نشان می‌دهد که چگونه منحنی‌های XRR به تدریج با کاهش ضخامت دولایه‌ای‌ها و افزایش تعداد آن‌ها کاهش می‌یابد. بیشینه‌های تیز که در ابتدا در نمونه دو لایه‌ای ۲۰ nm مشاهده می‌شوند (شکل ت-۲-ب) مشخصه ساختارهای ابرشبهه هستند و دلالت بر آن دارند که دولایه‌ای‌ها بسیار یکنواخت و دارای فصل مشترک تیز هستند. در شکل (ت-۲-ج) مشاهده می‌شود که اندازه‌گیری دولایه‌ای ۱ nm به سطح نویز می‌رسد اما بیشینه متناظر با تکرار لایه ~ 0.5 هرگز در $\sim 4/6^\circ$ مشاهده نمی‌شود. این نتیجه مشخص می‌کند که لایه‌های TiO_2 و Al_2O_3 رسوب‌نشانی شده حتی در چنین ضخامت تک‌لایه‌ای کوچکی در ساختار لایه‌ای مجزا، باقی می‌مانند.

اندازه‌گیری‌ها و شبیه‌سازی‌های XRR از نمونه‌های دولایه‌ای با ضخامت ۱٫۲، ۰٫۸ و ۰٫۵ nm در شکل (ت-۳) نشان داده شده‌است. به‌وضوح مشاهده می‌شود که ساختار ۱٫۲ nm (شکل (ت-۳-الف)) بیشینه ابرشبه‌ای را نمایش می‌دهد. بیشینه متناظر دولایه‌ای ۰٫۸ nm (شکل (ت-۳-ب)) به‌سختی قابل تمایز است. داده‌های XRR ساختار دولایه‌ای ضخیم ۰٫۵ nm فاقد بیشینه ابرشبه‌ای بوده و فقط نوساناتی با تناوب کوچک مرتبط با ضخامت کل نشان می‌دهند.



شکل ت-۳- منحنی‌های اندازه‌گیری و شبیه‌سازی نمونه‌ها با ضخامت‌های دولایه‌ای موردنظر در بازه ۱٫۲ تا ۰٫۵ nm. منحنی‌های شبیه‌سازی به‌منظور دستیابی به وضوح بهتر به‌صورت عمودی جابه‌جا شده‌است. موقعیت‌های بیشینه‌ها به ضخامت دولایه‌ای و تیزی بیشینه‌ها به یکنواختی ضخامت لایه مرتبط است

تعداد دوره رشد و نتایج بر پایه شبیه‌سازی اندازه‌گیری‌های XRR در جدول (ت-۱) خلاصه شده‌است، که در آن t_{BL} ، ضخامت دولایه‌ای، ρ ، چگالی جرمی، و σ ، ناصافی فصل مشترک هستند. میزان TiO_2 به‌صورت ضخامت وزن‌دهی شده با میانگین چگالی TiO_2 محاسبه شده‌است. ضخامت‌های شبیه‌سازی شده در توافق خوبی با ضخامت موردنظر هستند، اگرچه مقادیر شبیه‌سازی شده به‌صورت سامانمند $\approx 3\%$ کوچک‌تر از مقادیر موردنظر است. این عدم تطابق نسبتاً کوچکی است و نتیجه تعداد دوره مقیاس‌شده خطی از مقادیر مورد استفاده برای فیلم‌های ضخیم‌تر با عدم قطعیت در مقدار ضخامت است.

جدول ت-۱- تعداد دوره ALD برای لایه‌های منفرد و یک خلاصه از نتایج XRR برای نمونه‌ها با مقادیر ضخامت دولایه‌ای در بازه ۰/۱ تا ۵۰ nm. میزان TiO_2 به صورت میانگین چگالی TiO_2 وزن دهی شده ضخامت محاسبه شده است

$t_{BL} (nm)$ موردنظر	لایه/دوره		دوره نسبت TiO_2/Al_2O_3	$t_{BL} (nm)$ اندازه‌گیری شده	$t (nm)$		$\rho (gcm^{-3})$		$\sigma (nm)$		میزان TiO_2 (%)
	Al_2O_3	TiO_2			$Al_2O_3 TiO_2$	$Al_2O_3 TiO_2$	$Al_2O_3 TiO_2$	$Al_2O_3 TiO_2$	$Al_2O_3 TiO_2$	$Al_2O_3 TiO_2$	
۰/۱۰	۱	۱	۱	تک لایه	۱۳۸٫۵		۳٫۳۵		۰٫۹		
۰/۲۵	۱	۳	۳	تک لایه	۹۴٫۰		۳٫۷۰		۰٫۹		
۰/۵۰	۳	۶	۲	تک لایه	۱۱۰٫۵		۳٫۰۵	۳٫۹۰	۰٫۹		
۰/۸۰	۴	۹	۲٫۵	۰٫۷۶	۰٫۳۸	۰٫۳۸	۳٫۰۵	۴٫۰۰	۰٫۳	۰٫۳	۵۶
۱/۰۰	۵	۱۲	۲٫۴	۰٫۹۷	۰٫۴۹	۰٫۴۸	۳٫۰۵	۳٫۹۰	۰٫۴	۰٫۳	۵۶
۱/۲۰	۶	۱۵	۲٫۵	۱٫۱۲	۰٫۵۶	۰٫۵۶	۳٫۰۵	۳٫۷۰	۰٫۴	۰٫۲	۵۶
۲/۰۰	۱۰	۲۵	۲٫۵	۱٫۹۳	۱٫۰۰	۰٫۹۳	۳٫۰۵	۳٫۷۵	۰٫۲	۰٫۳	۵۳
۵/۰۰	۲۶	۶۲	۲٫۴	۴٫۸۵	۲٫۳۰	۲٫۵۵	۳٫۰۵	۳٫۷۵	۰٫۳	۰٫۳	۵۸
۱۰/۰	۵۲	۱۲۳	۲٫۴	۹٫۷۰	۴٫۷۰	۵٫۰۰	۳٫۰۵	۳٫۷۵	۰٫۳	۰٫۳	۵۷
۲۰/۰	۱۰۴	۲۴۷	۲٫۴	۱۹٫۴۰	۹٫۵۰	۹٫۹۰	۳٫۰۵	۳٫۷۵	۰٫۳	۰٫۳	۵۶
۵۰/۰	۲۵۹	۶۱۷	۲٫۴	۴۸٫۲۰	۲۳٫۷۰	۱۵۰ ۲۴	۳٫۰۵	۳٫۸۰	۰٫۳	۰٫۳	۵۶

نتایج XRR دولایه‌ای‌های نازک‌تر از ۲ nm چگالی میانگین بالاتر، را که دلالت بر افزایش مشارکت TiO_2 دارد، حاصل می‌کند. مقادیر چگالی افزایش یافته با اندازه‌گیری‌های پیاپی اعتباردهی نمی‌شوند. از آنجاکه XRR یک روش میانگین‌گیری است، چگالی اندازه‌گیری شده لایه‌های بسیار نازک، به وسیله چگالی‌ها و ضخامت‌های مواد سازنده آنها تحت تأثیر قرار می‌گیرند. بنابراین، محتمل است که ضخامت لایه‌های TiO_2 نسبت به لایه‌های Al_2O_3 در دولایه‌ای‌های ضخیم‌تر از ۲ nm بیشتر باشد. ضخامت‌های منفرد دولایه‌ای‌های ≤ 2 nm به دلیل فقدان بیشینه‌های چندگانه ابرشبهه نمی‌تواند به درستی برآزش شود. آنها با فرض ضخامت‌های برابر یا نزدیک برابر برآزش شدند.

جدول (ت-۱) نشان می‌دهد که چگالی‌ها و ضخامت‌های فیلم به‌شدت در نمونه‌هایی با تجزیه لایه‌های $Ti_xAl_yO_z$ تغییر می‌کند. مقادیر چگالی نتیجه تغییر در نسبت‌های دوره TiO_2/Al_2O_3 ناشی از تعداد دوره کوچک است. ضخامت در توافق خوبی با عدد کل دوره‌ها است که در جدول (ث-۱) نشان داده نشده‌است.

ت-۳ نتیجه‌گیری

نانولمینیت‌ها، ساختار لایه‌ای تناوبی را تا ضخامت لایه منفرد 0.38 nm حفظ می‌کنند و پس از آن به لایه‌های تک $Ti_xAl_yO_z$ تجزیه می‌شوند. اندازه‌گیری‌های XRR نشان می‌دهد که لایه‌ها با فصل‌مشترک تیز یکنواخت هستند. نشان داده شده‌است که XRR روشی ارزشمند برای مشخصه‌یابی نانولمینیت دولایه‌ای با لایه‌های بسیار نازک هستند.

کتابنامه

- [1] D. Keitch Bowen and Brian K. Tanner, *X- Ray Metrology in Semiconductor Manufacturing*, Taylor and Francis, London, 2006.
- [2] M. Tolen, X- Ray Reflectivity from Soft Matter Thin Film, *Springer Tracts in Modern Physics*, Vol. 148, 1999.
- [3] U. Pietsch, V. Holy and T. Baumbach, *High Resolutor X- Ray Scattering from Thin Films to Lateral Nanostructures*, Springer, 2004.
- [4] J. Dianlant and A. Gilbaud, *X- Ray and Neutron reflectivity; principles and applicanions*, Springer, 2009.
- [5] Gibaud A., Chebil M.S., Beuvier T. X-Ray Reflectivity. In: Bracco G., Holst B. (eds) *Surface Science Techniques*. Springer Series in Surface Sciences, vol 51. Springer, Berlin, Heidelberg, 2013.
- [6] Windover, D. A., & Gil, D. L. Limitations of X-ray reflectometry in the presenceof surface contamination, *Journal of Physics D-Applied Physics*, 45, 2012.
- [7] Martin K. Advanced analysis techniques for X-ray reflectivities. Theory and application, Zimmermann, Dortmund Univ. (Germany). Mathematisch-Naturwissenschaftliche Fakultaet
- [8] Pietsch U., Holy V., Baumbach T. *High-resolution X-ray scattering*. Springer, 2004
- [9] Daillant J., & Gibaud A.eds. *X-ray and Neutron Reflectivity*. Springer, 2009.
- [10] Feranchuk I.D., Minkevich A.A., Ulyanekov A.P. About non-Gaussian behaviour of the Debye-Waller factor at large scattering vectors. *Eur. Phys. J. Appl. Phys.* 2003, **24** p. 21.
- [11] Ulyanekov A., Omote K., Harada J. The genetic algorithm: refinement of X-ray reflectivity data from multilayers and thin films. *Physica B*. 2000, **283** p. 237.
- [12] Ulyanekov A., & Sobolewski S. Extended genetic algorithm: application to x-ray analysis. *J. Phys. D Appl. Phys.* 2005, **38** p. 235.
- [13] Wormington M., Panaccione C., Matney K.M., Bowen D.K. Characterization of structures from X-ray scattering data using genetic algorithms. *Philos. Trans. R. Soc. Lond. A*. 1999, **357** pp. 2827–2848.
- [14] Nelder J.A., & Mead R. A simplex method for function minimization. *Comput. J.* 1965, **7** p. 308.
- [15] Levenberg K. A method for the solution of certain non-linear problems in least squares. *Q. Appl.Math.* 1944, **2** p. 164.
- [16] Kirkpatrick S., Gelatt C.D., Vecchi M.P. Optimization by simulated annealing. *Science*. 1983, **220** p. 671.
- [17] Goldberg D. *Genetic Algorithms in Search, Optimization and Machine Learning*. Addison-Wesley Longman, Bonn, **Vol. 1**, 1989.
- [18] Colombi P. et al. Reproducibility in X-ray Reflectometry: results from the first world-wide round robin experiment. *J. Appl. Cryst.* 2008, **41** pp. 143–152.
- [19] Matyi R.J. et al. The International VAMAS Project on X-Ray Reflectivity Measurements for Evaluation of Thin Films and Multilayers – Preliminary Results from the Second Round-Robin. *Thin Solid Films*. 2008, **516** pp. 7962–7966.

- [20] ISO/IEC Guide 98-3, Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995).
- [21] ISO 25178-2, Geometrical product specifications (GPS) — Surface texture: Areal — Part 2: Terms, definitions and surface texture parameters.
- [22] Voegeli, W., Kamezawa, C., Arakawa, E., Yano, Y. F., Shirasawa, T., Takahashi, T., & Matsushita, T. A quick convergent-beam laboratory X-ray reflectometer using a simultaneous multiple-angle dispersive geometry. *Journal of applied crystallography*, 50(2), 570-575, 2017;
- [23] Sintonen, S., Ali, S., Ylivaara, O. M., Puurunen, R. L., & Lipsanen, H. X-ray reflectivity characterization of atomic layer deposition Al₂O₃/TiO₂ nanolaminates with ultrathin bilayers. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 32(1), 01A111. 2014.
- [24] D. Keith Bown, Brian K- Tanner, X- ray metrology in semiconductor manufacturing, Taylor & Francis, 2006.
- [25] ISO 11145:2018, Optics and photonics- Lasers and laser- related equipment- Vocabulary and symbols.

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲۱۷۳۶: سال ۱۳۹۶، اپتیک و فوتونیک- لیزر و تجهیزات مرتبط با لیزر- واژگان و نمادها، با استفاده از استاندارد ISO 11145:2016 تدوین شده است.

- [26] ISO 11146-1, Lasers and laser- related equipment- Test methods for laser beam widths, divergence angles and beam propagation ratio- Part 1: Stigmatic and simple astigmatic beams;

یادآوری - استاندارد ملی ایران ۱-۱۱۷۱۰: سال ۱۳۸۷، لیزرها و تجهیزات مرتبط با لیزر- روش‌های آزمون برای تعیین پهنا، زوایای واگرایی و نسبت انتشار پرتو لیزر- قسمت اول: پرتوهای آستیگماتیک و آستیگماتیک ساده، با استفاده از استاندارد ISO 11146-1:2005 تدوین شده است.