

19



Bureau voor de
Industriële Eigendom
Nederland

11 1016871

12 C OCTROOI⁶

21 Aanvraag om octrooi: 1016871

51 Int.Cl.⁷
G01N23/223

22 Ingediend: 13.12.2000

30 Voorrang:
24.12.1999 EP 99204540

41 Ingeschreven:
26.06.2001 I.E. 2001/09

47 Dagtekening:
26.06.2001

45 Uitgegeven:
03.09.2001 I.E. 2001/09

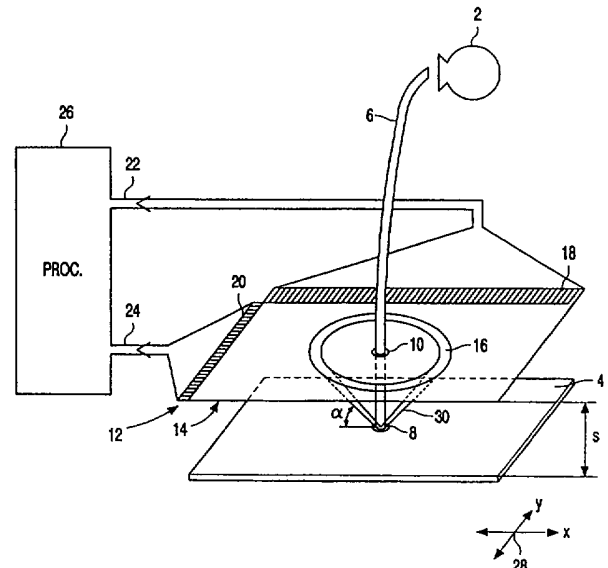
73 Octrooihouder(s):
Koninklijke Philips Electronics N.V. te
Eindhoven.

72 Uitvinder(s):
Johannes Cornelis Jans te Eindhoven
Marinus Willem Dirken te Almelo
Waltherus Wilhelmus van den Hoogenhof te
Almelo

74 Gemachtigde:
Ir. R.J. Peters c.s. te 5656 AA Eindhoven.

54 Toestel voor röntgenanalyse met een CCD-device als röntgendetector.

57 Toestel voor röntgenanalyse met energie-dispersieve detectie van fluorescente straling. Om de metingen met een goede plaatsresolutie uit te voeren wordt de analyserende straling door middel van röntgenstraling geleidende capillairen 6 aan het preparaat 4 toegevoerd die naar het preparaat gericht zijn door het detector-oppervlak 14. Bij deze opstelling kan vrijwel alle van het preparaat afkomstige fluorescente straling 30 gedetecteerd worden. Overeenkomstig de uitvinding wordt een röntgengevoelige CCD-array 12 als detector-toegepast. Zo'n CCD-array vertoont een betere energie-resolutie dan conventionele röntgendetectoren. Bovendien is voor zulke CCD-arrays veel geavanceerde programmatuur voor het uitlezen van de CCD beschikbaar, en zijn zulke CCD's gemakkelijk verkrijgbaar, b.v. als afgekeurde zichtbaar-licht CCD's waarin een gering aantal beeldpunten uitgevallen is.



NL C 1016871

De inhoud van dit octrooi komt overeen met de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekeningen.

Toestel voor röntgenanalyse met een CCD-device als röntgendetector

De uitvinding betreft een toestel voor röntgenanalyse, voorzien van:

- * een preparaatlocatie voor het aanbrengen van een te analyseren preparaat,
- * toevoermiddelen voor het toevoeren van analyserende röntgenstraling aan het preparaat,
- 5 * een energie-dispersieve detector met een detector-oppervlak voor het detecteren van in het preparaat opgewekte röntgenstraling, welke detector zodanig is geplaatst t.o.v. het preparaat dat de detector de van het preparaat afkomstige röntgenstraling onder een relatief grote ruimtehoek ontvangt,
- * waarbij de toevoermiddelen ten minste één röntgenstraling geleidende capillair omvatten die door een opening in het detector-oppervlak is aangebracht.
- 10

Een dergelijk toestel is bekend uit de Duitse gepubliceerde octrooiaanvraag No. 197 24 660 A1.

- 15 In het algemeen staan voor röntgenanalyse van materialen twee technieken voor detectie van de in het te onderzoeken preparaat opgewekte röntgenstraling ter beschikking, t.w. energie-dispersieve detectie ("Energy Dispersive X-ray detection, EDX) en golflengte-dispersieve detectie ("Wavelength Dispersive X-ray detection, WDX). Elk van deze detectietechnieken heeft zijn eigen voor- en nadelen, zoals hieronder nader besproken zal worden.
- 20

- Een energie-dispersieve detector levert voor elk in de detector geabsorbeerd foton een stroompuls waarvan de ladingsinhoud gelijk is aan de energie van het foton. Deze stroompulsen kunnen langs elektronische weg worden geselecteerd op hun ladingsinhoud, zodat op deze wijze in één meettijd voor alle stroompulsen het aantal stroompulsen van een
- 25 bepaalde ladingsinhoud (d.w.z. de intensiteit) in afhankelijkheid van de ladingsinhoud (d.w.z. de energie van het foton) worden bepaald. Aangezien de energie van een foton van röntgenstraling omgekeerd evenredig is met de golflengte van die straling wordt op deze wijze de intensiteit van de op de detector vallende röntgenstraling als functie van de golf-

lengte bepaald. Tot dit type detectoren behoort b.v. de op zichzelf bekende Si(Li)-detector. Hoewel deze detector t.o.v. andere energie-dispersieve detectoren (zoals een gasgevulde detector) een relatief gunstige signaal-ruisverhouding vertoont, is deze verhouding voor kleine ladingsinhoud (dus grote röntgengolf lengten) nog relatief hoog. Dit vindt zijn oor-
 5 zaak in het feit dat de spreiding in de ladingsinhoud Q voor één bepaalde fotonenergie evenredig is met \sqrt{Q} ; deze invloed neemt dus voor lage Q toe. In de praktijk betekent dit dat röntgenstraling die geëxciteerd wordt door elementen met een atoomnummer lager dan 11 niet of slechts met moeite met een energie-dispersieve detector gemeten kan worden. (Zie over dit probleem ook "Principles and Practice of X-Ray Spectrometric Analysis" 2nd ed. by
 10 Eugene P. Bertin, Plenum Press, New York - London, chapter 6, paragraph 4.)

In een detector van het golflengte-dispersieve type wordt elk foton omgezet in een elektrische puls waarvan de pulshoogte en/of de ladingsinhoud voor de energie-resolutie niet van belang is. In deze detector wordt dus uitsluitend het aantal fotonen vast-
 gesteld. Zo'n detector wordt b.v. gevormd door een samenstel van achtereenvolgens een
 15 Soller-slit, een analyse-kristal en een röntgentelbuis. De Soller-slit selecteert uit de uit het preparaat tredende bundel de straling met de gewenste richting, die vervolgens op het analysekristal valt. Volgens de bekende Bragg-relatie wordt door dit kristal slechts ongeveer één golflengte gereflecteerd, n.l. die golflengte die bij de invalshoek (en een nauwe omge-
 ving daarvan, b.v. $0,25^\circ$) van de geselecteerde straling past. Door het analysekristal tijdens
 20 de meting te draaien wordt het gehele gewenste interval van invalshoeken doorlopen en aldus het bijbehorende gebied van golflengten. Op deze wijze wordt het verband tussen de stralingsintensiteit (die evenredig is met de telsnelheid van de telbuis) en de golflengte vastgelegd. Doordat de straling die aan het analysator-kristal wordt toegevoerd zeer even-
 wijdig moet zijn, wordt dit kristal voorafgegaan door een collimator, b.v. een Soller-slit.
 25 Een gevolg van het evenwijdig maken van deze van het preparaat komende straling is dat de intensiteit daarvan sterk verminderd wordt.

Zoals uit het bovenstaande blijkt heeft een WDX-detectiemethode als nadeel dat deze een relatief complexe analyse-inrichting vraagt, en dat door de verminderde röntgenintensiteit op de detector de meettijden met zo'n inrichting relatief lang duren. Een
 30 EDX-detectiemethode heeft als voordeel t.o.v. WDX dat de analyse-inrichting relatief eenvoudig van opbouw kan zijn, en dat relatief korte meettijden mogelijk zijn. Een nadeel van zo'n detectiemethode is dat deze een relatief lage maximum countrate toelaat, ongeveer tien maal zo laag als die van een WDX-detector. Deze relatief lage maximum countrate voor

EDX-detectoren wordt in hoofdzaak veroorzaakt door de elektronische uitlezing van de detector.

In de genoemde Duitse octrooiaanvraag is een toestel voor röntgenanalyse beschreven waarin een EDX-detectiemethode wordt toegepast. In dit bekende toestel wordt
5 de analyserende röntgenstraling aan het preparaat toegevoerd met behulp van een röntgenstraling geleidende capillair, die door een opening in het detector-oppervlak is aangebracht. De capillair is gericht op het te analyseren preparaat, dat zodanig is geplaatst dat het oppervlak daarvan evenwijdig is aan het detector-oppervlak van de energie-dispersieve detector. Doordat een röntgen-geleidend capillair een geringe doorsnede heeft kan men met zo'n capillair kleine gebieden van het preparaat selectief aanstralen, zodat op deze wijze een goede
10 plaatsresolutie op het preparaat wordt bereikt. Voorts is de detector dichtbij het preparaat aangebracht zodat de detector de van het preparaat afkomstige röntgenstraling onder een grote ruimtehoek ontvangt. Daardoor wordt vrijwel alle van het preparaat afkomstige röntgenstraling door de detector gedetecteerd, zodat met een zo laag mogelijke intensiteit van
15 de analyserende röntgenstraling kan worden volstaan. Dit is in het bijzonder van belang bij preparaten die gevoelig zijn voor stralingsbeschadiging, zoals geïntegreerde elektronische circuits.

Een ander nadeel van de bekende EDX-detectoren is de op zichzelf bekende slechte energie-resolutie van zo'n detector. Als illustratie kan dienen dat de energie-
20 resolutie van een conventionele EDX-detector in de orde van grootte van 120 eV ligt terwijl die van een WDX-detector in de orde van grootte van 30 eV ligt. In het bijzonder voor chemische elementen met een laag atoomnummer (lager dan b.v. atoomnummer 14) is dit een duidelijk nadeel. Zulke elementen hebben n.l. een karakteristieke straling met een lage energie, en wel in de orde van grootte van 400 eV tot 1500 eV. In dat energiegebied vindt
25 bij de genoemde slechte resolutie gemakkelijk overlapping plaats met de karakteristieke straling van zwaardere elementen zoals b.v. de M-lijnen van elementen met een atoomnummer van 50 of hoger, of b.v. de L-lijnen van koper. Dit bemoeilijkt het in dat gebied meten van spectrale röntgenlijnen van de genoemde lichte elementen.

De genoemde nadelen van de bekende EDX-detectoren zijn in het bijzonder
30 van belang voor het uitvoeren van metingen aan geïntegreerde elektronische circuits, waarin vaak lichte elementen zoals boron, stikstof, zuurstof, fluor en aluminium gemeten moeten worden. In zulke omgevingen zijn vaak de metalen koper en wolfram aanwezig

waarvan de karakteristieke M-straling de metingen onder praktische omstandigheden onmogelijk kan maken.

5 De uitvinding beoogt een toestel voor röntgenanalyse te verschaffen van de in de aanhef vermelde soort dat onder behoud van de genoemde voordelen (zoals goede plaatsresolutie op het preparaat, relatief eenvoudige opbouw en lage stralingsbelasting van het preparaat) geschikt is voor meting van laag-energetische röntgenstraling met een goede energie-resolutie. Daartoe is het toestel volgens de uitvinding daardoor gekenmerkt dat de
10 energie-dispersieve detector is uitgevoerd in de vorm van een röntgengevoelig charged coupled device array. De uitvinding maakt gebruik van het inzicht dat er heden ten dage CCD-arrays voor toepassing in zichtbaar licht beschikbaar zijn die tevens gebruikt kunnen worden voor detectie van zachte röntgenstraling. Deze CCD-arrays vertonen daarbij een energie-resolutie in de orde van grootte van 90 eV, hetgeen t.o.v. de resolutie van de con-
15 ventionele EDX-detectoren een duidelijke verbetering is, gezien het genoemde probleem van het overlappen van de te detecteren zachte röntgenlijnen door de karakteristieke straling van zwaardere elementen. Daarbij kan men nog gebruik maken van het additionele voordeel dat voor de genoemde CCD-arrays voor zichtbaar licht een grote hoeveelheid programmatuur beschikbaar is voor het snel en efficiënt uitlezen van het CCD-array waardoor
20 de uitlezende elektronica geen beperkingen oplegt aan de snelheid van het CCD-array. Het gevolg is dat de telsnelheid van zo'n detector een waarde kan bereiken tot 10^6 quanta per seconde hetgeen van vergelijkbare grootte is als die van een WDX-detector.

Een ander voordeel van het gebruik van een CCD-array is dat hiervoor vaak zichtbaar-licht-CCD's gebruikt kunnen worden waarin sommige beeldelementen defect
25 zijn. Zulke CCD's zijn voor zichtbaar-licht toepassing zoals video-beeldweergave, onbruikbaar en worden dus bij de productiecontrole afgekeurd. Voor de onderhavige röntgentoepassing zijn die CCD's echter zeer wel bruikbaar, doordat daarbij vaak slechts de totale te meten röntgenopbrengst van belang is en niet de weergave van de individuele beeldelementen.

30 In een uitvoering van de uitvinding is het detector-oppervlak van het charged coupled device array niet voorzien van een deklaag. Gebruikelijke CCD's voor toepassing in zichtbaar licht zijn altijd voorzien van een lichtdoorlatende deklaag met een dikte van enkele tienden millimeters om het lichtgevoelige detector-oppervlak tegen beschadiging te

beschermen. Zo'n deklaag kan echter een te hoge absorptie van de te detecteren röntgenstraling veroorzaken en moet dus verwijderd worden (bij conventionele in de handel verkrijgbare CCD's voor toepassing in zichtbaar licht) of moet bij de produktie reeds wegge-
laten worden (bij speciaal voor röntgentoepassing vervaardigde CCD's).

5 In een andere uitvoering van de uitvinding bevindt het detector-oppervlak zich op geringe afstand van het preparaat-oppervlak. Op deze wijze bereikt men dat het detecterend oppervlak van de detector het preparaat onder een zo groot mogelijke ruimte-
hoek ziet (b.v. groter dan 80% van een halve bol om het preparaat, dus groter dan ongeveer
10 groot belang voor die metingen waar het preparaat voor goede plaatsresolutie met een kleine röntgen-
vlek belicht wordt en waarbij de röntgenvlek bovendien een geringe intensiteit vertoont. Bij zulke metingen is het gewenst zoveel mogelijk van de belichte plaats op het
preparaat afkomstige röntgenstraling te verzamelen.

 Voorts vindt door de geringe afstand tussen het preparaat-oppervlak en het
15 detector-oppervlak geen of slechts een verwaarloosbare absorptie van de zachte röntgen-
straling plaats in eventueel tussen de beide genoemde oppervlakken aanwezige gassen. Men
behoeft dus geen speciaal geconditioneerde omgeving in de vorm van een vacuüm te
scheppen voor de meting, maar men kan volstaan met een atmosfeer van b.v. gedroogde
stikstof, hetgeen de eenvoud van de apparatuur ten goede komt. Onder een geringe afstand
20 s tussen het CCD-oppervlak D en het preparaat-oppervlak is in dit verband te verstaan een
afstand zodanig dat de waarde van s/D kleiner is dan b.v. 0,2.

 In een weer andere uitvoering van de uitvinding brengt het röntgenstraling
geleidende capillair een röntgenvlek op het preparaat voort met een diameter van ten hoog-
ste 50 micrometer. Bij de huidige detaillering van geïntegreerde elektronische circuits kan
25 men reeds een bruikbare analyse uitvoeren van het oppervlak waarop IC's gevormd worden,
door met een röntgenvlek van de genoemde afmeting dat deel van het waferoppervlak te
bestralen dat ligt tussen de gebieden waar zich de feitelijke elektronische circuits bevinden.
Deze tussengebieden zijn aanzienlijk groter dan de kleinste details van de circuits. Men kan
dus voor het bestralen van het preparaatoppervlak gebruik maken van röntgenstraling gelei-
30 dende capillairen zoals deze gebruikelijk in de handel verkrijgbaar zijn.

 In een nog weer andere uitvoering van de uitvinding heeft de röntgenvlek op
het preparaat een diameter van ten hoogste 10 micrometer. Voor die toepassingen waar de
in de handel gebruikelijke capillairen toch nog te groot zijn, is het mogelijk speciale capil-

lairen volgens de stand van de techniek toe te passen. Heden ten dage kunnen deze capillairen een röntgenvlek kleiner dan ongeveer 10 μm voortbrengen.

In een nog weer andere uitvoering van de uitvinding wordt uitlezing van het charged coupled device array naar plaatsgebieden daarvan geselecteerd uitgevoerd.

5 Door deze maatregel wordt de mogelijkheid geboden om hoekafhankelijk te meten, d.w.z. dat de te meten stralingsintensiteit door selectie van bepaalde gebieden van beeldelementen in het array bepaald kan worden in afhankelijkheid van de hoek met het preparaatoppervlak waaronder de straling het preparaat verlaat.

10

De uitvinding zal worden beschreven aan de hand van de enkele figuur. Deze figuur toont in gedeeltelijk perspectivische weergave een opstelling voor het op energie-dispersieve wijze bepalen van de in een preparaat opgewekte röntgen-fluorescentiestraling. Met behulp van een röntgenbron 2, b.v. een conventionele röntgenbuis, wordt analyserende
15 röntgenstraling opgewekt waarmee het in deze opstelling te onderzoeken preparaat 4 bestraald wordt. Dit preparaat is b.v. een substraat ("wafer") voor het fabriceren van geïntegreerde elektronische circuits. De analyserende röntgenstraling wordt van de röntgenbuis 2 aan het preparaat 4 toegevoerd met behulp van toevoermiddelen in de vorm van een röntgen-optische capillair of een bundel van zulke capillairen 6. Deze röntgen-optische capillair
20 neemt ter plaatse van de röntgenbuis 2 de straling van deze buis op en transporteert die door totale inwendige reflectie min of meer verliesvrij naar het te analyseren gebied 8 van het preparaat. Op geringe afstand van het te analyseren preparaat-oppervlak is een energie-dispersieve detector 12 aangebracht die van een detector-oppervlak 14 voor het detecteren van in het preparaat opgewekte röntgenstraling 30 is voorzien. In het oppervlak 14 is een
25 opening 10 aanwezig waardoor de röntgen-optische capillair 6 is aangebracht, zodanig dat het uiteinde van de capillair het voor röntgenanalyse geselecteerde gebied 8 van het preparaat-oppervlak kan bestralen. In de handel verkrijgbare röntgen-optische capillairen hebben een zodanige afmeting (diameter van de dwarsdoorsnede) dat zij aan hun uittree-uiteinde een röntgenvlek kleiner dan 50 μm kunnen voortbrengen. Desgewenst kan zelfs een röntgenvlek kleiner dan 10 μm verkrijgen.
30

Door de analyserende röntgenstraling wordt in het preparaat fluorescentiestraling 30 opgewekt die i.h.b. informatie geeft over de chemische elementen die zich in het preparaat bevinden. Vanuit het bestraalde gebied 8 verspreidt de fluorescentiestraling 30

zich in alle richtingen, d.w.z. in de gehele ruimte boven het preparaat-oppervlak. Het is van belang om een zo groot mogelijk deel van deze straling te detecteren, omdat men dan kan volstaan met een zo gering mogelijke stralingsbelasting van het voor röntgenstraling gevoelige preparaat. Dit is des te meer van belang in die situaties waarin men een zeer klein gebied van het preparaat 4 wil analyseren, d.w.z. analyse met een hoog plaats-oplossend vermogen. Om een zo groot mogelijk deel van de fluorescentiestraling te detecteren moet het detector-oppervlak zo dicht mogelijk bij het preparaat-oppervlak geplaatst worden zodat alle straling die het preparaat verlaat wordt ingevangen door de detector. De figuur geeft de gewenste situatie niet in de juiste verhoudingen weer, want bij voorkeur is de verhouding s/D tussen de afstand s tussen de beide oppervlakken en de afmeting D (b.v. de diameter) van de detector kleiner dan 0,2. Ook voor het vermijden van röntgenabsorptie in de omringende atmosfeer wenst men de afstand tussen het preparaat en het detector-oppervlak zo klein mogelijk te houden. Het te onderzoeken gebied 8 van het preparaat 4 kan worden geselecteerd door het preparaat in de x- resp. de y-richting te verschuiven zoals symbolisch door de pijlen 28 wordt aangeduid.

De detector wordt gevormd door een röntgengevoelig charged coupled device array, ook wel CCD-array genoemd. Zulke CCD-arrays zijn in de handel verkrijgbaar, b.v. een "FT 17 sensor" van Philips. Het CCD-array is uitgevoerd in de vorm van een geïntegreerd circuit, bij voorkeur één met een zeer lage donkerstroom. Bovendien is het wenselijk dat het detector-oppervlak van het charged coupled device array niet is voorzien van een deklaag, zodat de röntgenabsorptie daardoor zo laag mogelijk gehouden wordt. Het CCD-array wordt in bedrijf gekoeld met een niet in de figuur weergegeven koelinrichting, b.v. een array van peltier-koelelementen, die het CCD-array koelt tot een temperatuur in de orde van grootte van -70°C . De rijen en kolommen van het CCD-array zijn verbonden met arrays 18 resp. 20 van aansluitingen, die via datakanalen 22 resp. 24 verbonden zijn met een elektronische uitleesinrichting 26.

De detector kan zodanig bedreven worden dat slechts het totale van het preparaat afkomstige röntgenvermogen wordt gedetecteerd, waarbij dus geen onderscheid gemaakt wordt naar de plaats op de detector waar de röntgenstraling ontvangen wordt. Het is echter ook mogelijk om hoekafhankelijke metingen uit te voeren, d.w.z. het bepalen van de intensiteit van de röntgen-fluorescentiestraling 30 in afhankelijkheid van de hoek α tussen het preparaat-oppervlak en de van belang zijnde richting. Dit kan men bereiken door het op

de juiste wijze aansturen van de uitleeselektronica, die successievelijk de bij een bepaalde hoek α behorende cirkelvormige gebieden van röntgevoelige detectorelementen uitleest.

CONCLUSIES:

1. Toestel voor röntgenanalyse, voorzien van:
 - * een preparaatlocatie voor het aanbrengen van een te analyseren preparaat (4),
 - * toevoermiddelen (2,6,10) voor het toevoeren van analyserende röntgenstraling aan het preparaat,
- 5 * een energie-dispersieve detector (12) met een detector-oppervlak (14) voor het detecteren van in het preparaat opgewekte röntgenstraling (30), welke detector zodanig is geplaatst t.o.v. het preparaat dat de detector de van het preparaat afkomstige röntgenstraling onder een relatief grote ruimtehoek ontvangt,
 - * waarbij de toevoermiddelen ten minste één röntgenstraling geleidende capillair (6) omvatten die door een opening (10) in het detector-oppervlak (14) is aangebracht,
10 **met het kenmerk**
dat de energie-dispersieve detector (12) is uitgevoerd in de vorm van een röntgengevoelig charged coupled device array.
- 15 2. Toestel volgens conclusie 1 waarin het detector-oppervlak (14) van het charged coupled device array (12) niet is voorzien van een deklaag.
3. Toestel volgens conclusie 1 of 2 waarin het detector-oppervlak (14) zich op geringe afstand van het preparaat-oppervlak (4) bevindt.
- 20 4. Toestel volgens één der voorgaande conclusies waarin het röntgenstraling geleidende capillair (6) een röntgenvlek (8) op het preparaat voortbrengt met een diameter van ten hoogste 50 micrometer.
- 25 5. Toestel volgens conclusie 4 waarin de röntgenvlek op het preparaat een diameter heeft van ten hoogste 10 micrometer.

1016871

6. Toestel volgens één der voorgaande conclusies waarin de uitlezing van het charged coupled device array wordt uitgevoerd geselecteerd naar plaatsgebieden (16) daarvan.

5

1016871

