

Рентгеновская микроскопия с использованием асимметричного отражения от монокристалла

А. В. Андреев, В. Е. Асадчиков*, Б. В. Мчедlishvili*, Ю. В. Пономарев, А. А. Постнов*, Р. А. Сенин,
Т. В. Цыганова*

Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова,
119899 Москва, Россия

*Институт кристаллографии РАН, 117333 Москва, Россия

Поступила в редакцию 25 января 2001 г.

В статье рассмотрены теоретические и экспериментальные возможности получения увеличенных изображений в жестком диапазоне длин волн с помощью асимметричных кристаллов – монохроматоров.

PACS: 41.50.+h

В настоящее время в России и за рубежом большой интерес вызывают работы по получению изображений внутренних деталей непрозрачных объектов методами рентгеновской микроскопии [1]. Использование рентгеновского излучения позволяет, в зависимости от выбираемой длины волны, варьировать как глубину проникновения излучения в вещество, так и контраст различных химических соединений и биологических тканей относительно друг друга. К сожалению, слабое развитие рентгеновской оптики, особенно при энергиях больше 1 кэВ, не позволяет пока реализовывать огромный потенциал по разрешению (теоретически максимальное доступное разрешение сравнимо с длиной волны). Возможности рентгеновской микроскопии без использования оптики ограничены разрешением, составляющим единицы микрон, либо ввиду конечного размера источника [2] (для проекционной микроскопии), либо разрешением детектора [3] (для контактной микроскопии). Попытки добиться улучшения разрешения до долей микрона приводят к большим временам экспозиции (десятки часов), что ограничивает практическое применение таких схем микроскопии.

В данной работе мы используем диапазон жестких рентгеновских волн ($\lambda = 0.05\text{--}0.3\text{ нм}$). Этот диапазон длин волн, по нашему мнению, перспективен для исследования различных объектов, поскольку поглощение и рефракция для большинства материалов сравнительно малы, а контраст все же заметен. Кроме того использование такого излучения не требует вакуумирования установки, то есть предложенная схема может быть реализована в лабораторных условиях с использованием рентгеновской трубки в качестве источника.

В этом диапазоне наибольшее развитие получили зонные пластинки Френеля, работающие на пропускание [4] и на отражении (брэгг-френелевская оптика [5]). Изготовление такой оптики – сложнейшая технологическая задача, а разрешение, определяемое шириной внешней зоны – не превышает на настоящий момент 0.2 мкм для лучших зонных пластинок, изготавливаемых литографическими методами [6]. На настоящее время эти зонные пластинки используются только на синхротронных источниках излучения. При этом поле зрения составляет сотни микрон. В данной статье предлагается использовать для получения увеличенных изображений отражение от асимметричного кристалла – монохроматора [7]. Такой кристалл может стать альтернативным оптическим элементом для лабораторных рентгеновских микроскопов, поскольку обеспечивает (как будет показано ниже) достаточно высокое разрешение и большое поле зрения. Оценкам теоретического разрешения и описанию поставленных экспериментов с асимметричным кристаллом кремния и посвящена эта статья.

Теоретические оценки разрешения. Обоснуем возможность получения субмикронного разрешения и 30–50-кратного увеличения при использовании названного излучения и асимметричного отражения от совершенных монокристаллов. Известно, что при асимметричном брэгговском отражении происходит изменение линейных размеров отраженного пучка d_r по сравнению с падающим d_0 . В рамках геометрической оптики их отношение определяется выражением

$$d_r/d_0 = \sin \theta_r / \sin \theta_0, \quad (1)$$

где θ_0 – угол падения, а θ_r – отражения.

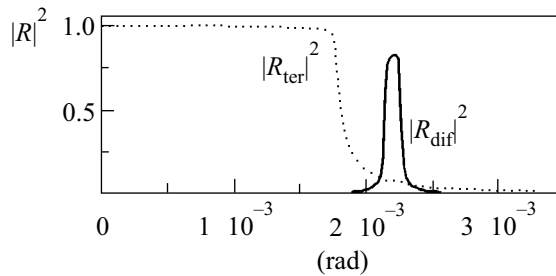


Рис.1. Зависимость от угла скольжения коэффициентов дифракционного ($|R_{\text{dif}}|^2$) и полного внешнего ($|R_{\text{ter}}|^2$) отражения

Покажем, что оптимальный выбор параметров кристалла и длины волны падающего излучения позволяет получить микронное разрешение с использованием обычных рентгеновских трубок. С помощью выражения (1) оценим максимальное увеличение, достижимое при однократном отражении. Полагая $\sin \theta_r \approx 1$ и учитывая, что при крайне асимметричной дифракции минимальный угол падения определяется углом полного внешнего отражения $\theta_c = \sqrt{|\chi_0|} \approx 4 \cdot 10^{-3}$ рад, получаем, что максимальная величина увеличения составляет порядка 250. Однако соотношение (1) справедливо лишь при условии, что значения ширины пучков много больше длины экстинкции. Характерные размеры отраженного пучка, при падении бесконечно узкого, определяются проекцией длины экстинкции на входную грань кристалла. По-видимому, это обстоятельство ограничивало интерес к применению асимметричного отражения в рентгеновской микроскопии. Определим предельные возможности пространственного разрешения указанной схемы. Длина экстинкции рентгеновского излучения при дифракции в совершенном кристалле определяется выражением $l_c = \lambda/|\chi_h|$ и составляет для $\text{CuK}\alpha$ -излучения по порядку величины 20 мкм в кремнии и 5–10 мкм в германии (где χ_0, χ_h – фурье-компоненты диэлектрической восприимчивости). При угле падения 10^{-2} рад и размерах отверстия в объекте 0.2 мкм его проекция на поверхности кристалла составляет 20 мкм, что совпадает с длиной экстинкции в кремнии и превышает в 2–4 раза длину экстинкции в германии. Например, для кристалла германия (111) такой угол задает коэффициент асимметрии 40, и размер пятна на фотопленке будет 8 мкм. При регистрации на фотопленку это значение, по-видимому, близко к предельному, поскольку размер зерна фотопленки составляет 2–5 мкм. Однако уменьшение угла падения вдвое, позволяет, в принципе, довести разрешение схемы до 1000 Å. На

рис.1 показаны в сравнении кривые полного внешнего и дифракционного отражения. Из рисунка видно, что в области углов падения $\theta_c \leq \theta_0 \leq 2 \cdot \theta_c$ интенсивность дифрагированной волны превышает интенсивность отраженной, поэтому потери на отражение незначительны. Сделаем оценку дифракционных пределов разрешения. Угловая расходимость, возникающая при прохождении плоской волны через отверстие, может быть выражена формулой $\Delta\theta = \lambda/d$. При этом линейное расширение пучка на расстоянии l составит $\Delta x = l\Delta\theta$. Следовательно, расходимость плоской волны с $\lambda \approx 0.1$ нм после прохождения отверстия диаметром $d = 1$ мкм будет $\Delta\theta \approx 10^{-4}$, и на расстоянии $l = 1$ см отверстия, отстоящие друг от друга на $\Delta x = 1$ мкм, сольются.

Угловая расходимость излучаемого рентгеновской трубкой полихроматического пучка должна быть не больше чем расходимость, вызванная дифракцией на объекте и, если мы хотим получить разрешение 1 мкм, она должна быть менее чем 10^{-4} . Это ограничение не является жестким для схем с однократным отражением и легко снимается путем выбора соответствующего расстояния от трубки до исследуемого образца и размера фокуса трубки. Однако более эффективным является использование схемы с двумя отражениями во взаимно перпендикулярных плоскостях для получения двумерного увеличения. В этом случае, благодаря дисперсионным свойствам указанной схемы расстояние от трубки до исследуемого образца может быть сделано произвольно малым, что значительно увеличивает интенсивность отраженного пучка и снижает величины времен экспозиции.

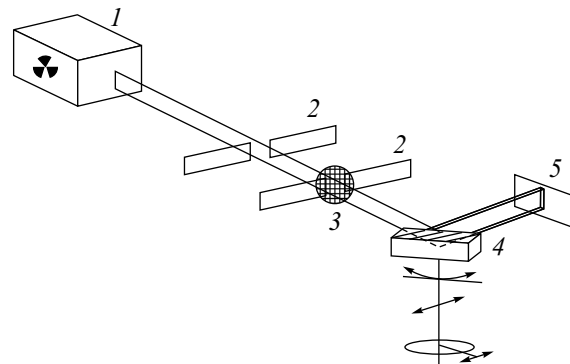


Рис.2. Схема экспериментальной установки: 1 – микрофокусный источник, 2 – коллимирующие щели, 3 – образец, 4 – асимметричный кристалл на гониометре, 5 – фотопленка

Рис.3. Электронно-микроскопические изображения исследованных объектов: (a) и (b) – изображения поверхности трековых мембран со стороны входа частиц, полученные с различным увеличением, и (c) – со стороны выхода. Слева на рис.(a) видно изображение электронно-микроскопической сетки

Рис.4. Экспериментально полученное рентгеновское изображение исследованных объектов с двадцатикратным увеличением в одном направлении

Рис.5. Изображение тех же объектов, полученное на оптическом микроскопе: (а) – снимок оптического изображения, (б) – он же, растянутый в 20 раз в одном направлении

Экспериментальное получение увеличенных изображений с помощью асимметричного монохроматора. Схема использованной нами экспериментальной установки приведена на рис.2. Нами использовался точечный источник MoK_{α} -излучения (диаметр пятна фокусировки около 50 мкм) с воздушным охлаждением. Ширина щелевых диафрагм (2) выбиралась равной 250 мкм. Исследуемый образец крепился на второй диафрагме возможно ближе к асимметричному монохроматору. Сам монохроматор устанавливался на гониометре, где предусмотрена возможность его перемещения в направлении, перпендикулярном падающему излучению и вращения вокруг 2-х перпендикулярных осей (одна из них проходила через нормаль к входной грани кристалла). Для того, чтобы уменьшить потери разрешения за счет расходимости пучка, объект и детектор следует располагать возможно ближе к кристаллу. В качестве увеличивающего

оптического элемента был применен монокристалл Si с асимметричным отражением (111). Угол среза поверхности кристалла относительно отражающих кристаллографических плоскостей составлял 5.64° , что – согласно формуле (1) – обеспечивает увеличение ~ 20 (в одном направлении, поскольку используется лишь один монохроматор). Настройка кристалла на отражение проводится сцинтилляционным детектором. Регистрация увеличенного изображения объекта производится на фотопленку УФШС (НИИ Химфотопроект, Россия). В качестве объектов были выбраны медная предметная решетка для электронной микроскопии и танталовая ударная мембрана. Электронно-микроскопические изображения объектов представлены на рис.3. Мы видим, что предметная решетка для электронной микроскопии представляет собой сетку с квадратными отверстиями со стороной ~ 65 мкм и периодом повторяемости ~ 100 мкм. Ударные трековые мембраны пред-

ставляют собой систему отверстий в танталовой фольге с диаметрами 10–70 мкм. Эти отверстия (треки) могут иметь разный наклон по отношению к поверхности мембраны (см. рис.3, треки а и б).

Результаты проведенных рентгеновских экспериментов даны на рис.4. Полученное изображение медной сетки представляет систему штрихов, разделенных светлыми полосами. Один штрих соответствует одному квадратному отверстию. С учетом того обстоятельства, что увеличение достигалось лишь в одном направлении, отношение длины и ширины штриха соответствует реальному увеличению и равно примерно 20, как мы и ожидали. Изображение отверстий в ударных мембранах также представляет собой систему штрихов, причем удается сопоставить рентгеновское изображение с изображением, полученным на оптическом микроскопе (рис.5). При этом диаметры пор, полученные в рентгеновском эксперименте, хорошо соответствуют данным электронной микроскопии. Число треков, различимых на оптическом микроскопе, меньше обнаруживаемого на электронных микрофотографиях, что указывает на то, что не все треки являются сквозными, однако они различимы на рентгеновском снимке (см. рис.3, 4, 5, треки 10, 12, 21).

Таким образом нами обоснована возможность получения увеличенных изображений объектов с разрешением ~ 20 мкм. Получено изображение ряда объектов с увеличением ~ 20 . Удалось зарегистрировать увеличенные изображения отверстий в ударных тре-

ковых мембранах с минимальным диаметром порядка 20 мкм.

Авторы выражают благодарность А.В.Виноградову и Д.Л.Загорскому за полезные обсуждения данной работы. Работа выполнена при поддержке Международного научно-технического центра (грант # 918) и Российского фонда фундаментальных исследований (грант # 99-02-17336).

1. I. A. Artioukov, V. E. Asadchikov, V. I. Gulimova et al., in: *X-ray Microscopy. Proceedings of the Sixth International Conference*, Berkley, CA, 2–6 August 1999, Melville, New York, AIP Conference Proceedings 2000, pp. 529–534.
2. О. П. Братов, Н. В. Денисов, И. П. Жижин и др., *Аппаратура и методы рентгеновского анализа* 4, 3 (1969).
3. И. А. Артиюков, В. Е. Асадчиков, А. И. Виленский и др., *Доклады академии наук* 372, № 5, 608 (2000).
4. В. Е. Асадчиков, В. И. Белоглазов, А. В. Виноградов и др., *Кристаллография* 44, 592 (1999).
5. В. В. Аристов, А. И. Ерко, *Рентгеновская оптика*, Наука, Москва, 1991.
6. W. Yun, M. R. Howels, J. Feng et al., in: *X-ray Microscopy. Proceedings of the Sixth International Conference*, Berkley, CA, 2–6 August 1999, Melville, New York, AIP Conference Proceedings 2000, pp. 529–534.
7. Y. Kagoshima, Y. Tsusaka, J. Matsui et al., in: *X-ray Microscopy. Proceedings of the Sixth International Conference*, Berkley, CA, 2–6 August 1999, Melville, New York, AIP Conference Proceedings 2000, pp. 41–44.