

На правах рукописи

НАЗЬМОВ Владимир Петрович

**ЛИТОГРАФИЧЕСКАЯ ШИРОКОАПЕРТУРНАЯ
РЕФРАКЦИОННАЯ
РЕНТГЕНОВСКАЯ ОПТИКА**

**01.04.01. – приборы и методы
экспериментальной физики**

АВТОРЕФЕРАТ

**диссертации на соискание учёной степени
доктора физико-математических наук**

НОВОСИБИРСК - 2018

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте ядерной физики им. Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук.

ОФИЦИАЛЬНЫЕ ОППОНЕНТЫ:

- АСАДЧИКОВ Виктор Евгеньевич – доктор физико-математических наук, профессор, Федеральное государственное учреждение Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» Российской академии наук (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН), г. Москва, заведующий лабораторией рефлектометрии и малоуглового рассеяния.
- ПАВЕЛЬЕВ Владимир Сергеевич – доктор физико-математических наук, Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева», г. Самара, заведующий кафедрой наноинженерии.
- ЧХАЛО Николай Иванович – доктор физико-математических наук, Институт физики микроструктур РАН филиал ФГБНУ «Федеральный исследовательский центр Институт прикладной физики РАН», г. Нижний Новгород, заведующий Отделом многослойной рентгеновской оптики.
- ВЕДУЩАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ – Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, г. Новосибирск.

Защита диссертации состоится « 18 » сентября 2018 г. в « 10:00 » часов на заседании диссертационного совета Д 003.016.03 Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН.

Адрес: 630090, г. Новосибирск, проспект Академика Лаврентьева, 11.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института ядерной физики имени Г.И. Будкера СО РАН.

Автореферат разослан « 14 » июня 2018 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета
доктор физ.-мат. наук

П.А. Багрянский

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

В последнее время благодаря развитию высокоточной техники (гониометры, детекторы, апертурные диафрагмы, моторизованные трансляторы и т.п.) большой прогресс наблюдается в микроскопических методах исследования структуры вещества с использованием жёсткого рентгеновского излучения, таких как рентгеновская отображающая микроскопия, микротомография, микроголография, микродифракция, позволяющих получить об объекте информацию с микронным и субмикронным пространственным разрешением. Благодаря высокой проникающей способности рентгеновского излучения информация может быть получена не только с поверхности, но и с глубины объекта. С другой стороны, хотя рентгеновское излучение относится к классу ионизирующих излучений, воздействие квантов высоких энергий не приводит к заметному изменению механических и др. свойств объектов за время их характеризации. Это позволяет результативно использовать указанные выше методы для научных исследований в биологии, химии, археологии, истории и хронологии, астрогеологии, физике.

Вышеперечисленные методы рентгеновской микроскопии могут быть включены в технологическую цепочку, например, при диагностике и лечении заболеваний, для поиска и анализа геологических образцов, исследования загрязнений промышленного характера, диагностики внутренних напряжений конструкции, инспекции сварных швов и трещин и т.д.

Как правило, при исследованиях с микронным или более высоким пространственным разрешением требуется в целях скорейшего получения информации повысить освещённость объекта путём концентрации излучения. С другой стороны, сами объекты по своей природе могут обладать микронными размерами, как то частицы пыли, аэрозолей, продукты микро- и нано-технологий, фракталы, элементы живых систем, таких как клетки, бактерии, белки. Для исследования структуры таких объектов требуется концентрация излучения в пятно ещё меньших размеров.

В течение двух прошедших десятилетий прогресс в области фокусировки жёсткого рентгеновского излучения уже положительно отразился на результатах экспериментов в области рентгеновской микроскопии и микроанализа. К уже известным зонным пластинкам и микрокапиллярным линзам добавились новые разработки - многослойные зеркала, преломляющие рентгеновские линзы, многослойные Лауэ-линзы. Ведётся поиск материалов и/или пар контактирующих материалов с оптимальными физическими и наиболее высокими эксплуатационными характеристиками. Однако малый декремент показателя преломления материалов не позволяет создать, в частности, фокусирующие элементы

рентгеновской оптики с большой апертурой. Однако, увеличение апертуры обеспечило бы большой поток излучения на исследуемый объект, сократив длительность эксперимента, повысив точность измерений и производительность, если технологической, операции.

Поскольку апертура преломляющих рентгеновских линз невелика, низки и анализируемые потоки рентгеновского излучения, а потому продолжительность измерений нежелательно велика, особенно если принять во внимание ограничение на длительность экспериментов, предоставляемых на конкурсной основе международным сообществом источников синхротронного излучения (1–5 суток). Поэтому в связи с большой длительностью многие измерения не могут быть проведены в срок, зачастую также объекты исследования за период длительных измерений (и хранения в ожидании своей очереди) могут катастрофически изменить свои свойства.

С другой стороны, в большом количестве экспериментов чтобы обеспечить высокое пространственное разрешение объекта используют рентгеновское излучение с высокой пространственной когерентностью, какое генерируют, например, лазеры на свободных электронах или обеспечивают длинные каналы вывода синхротронного излучения, где размер поперечной когерентности может достигать единиц сантиметров. Луч такой исходной величины мог бы быть трансформирован с помощью преломляющей рентгеновской оптики в луч с поперечным размером в несколько нанометров, но значительно более интенсивный. Однако, вследствие малого размера апертуры, настоящие оптические инструменты не в состоянии преобразовать луч подобных размеров. Тем не менее, до сих пор не предложено принципиального решения, посредством которого можно было бы повысить эффективность преломляющей рентгеновской оптики, хотя входная апертура последней в тысячи раз меньше, чем поперечные размеры пучков предоставляемого рентгеновского излучения, генерируемого различными источниками.

Поэтому представляет как теоретический, так и практический интерес разработка рентгеновской оптики, способной доставить как можно больше излучения с известными характеристиками в объём (или на поверхность) объекта или передать в качестве изображения объекта на детектор.

Степень разработанности темы исследования

Первоначально Вильгельм Конрад Рентген в своих экспериментах показал невозможность фокусировки открытого им нового вида излучения. В действительности, декремент показателя преломления в рентгеновском диапазоне длин волн отличается от единицы, но на очень малую величину, поэтому построение преломляющей рентгеновской оптики до конца XX века считалось невозможным из-за большого фокусного расстояния, обеспечиваемого материалами в жёстком рентгеновском диапазоне спектра, и, вдобавок, большой величины поглощения. Тем не менее, анализ плосковогнутой преломляющей линзы для диапазона жёсткого

рентгеновского излучения, включая выбор материала, был сделан А. Мишеттом, а решение проблемы длинного фокуса было предложено Т. Томие, в виде линзы, состоящей из массива цилиндрических отверстий, расположенных на одной линии и обеспечивающих линейный фокус. Результативность такого решения была подтверждена А.Снигирёвым и коллегами экспериментально. Величина эффективной апертуры при этом достигала нескольких десятков микрометров, что на много порядков величины меньше поперечного размера пучков, предоставляемых различными источниками рентгеновского излучения, и увеличение апертуры с одновременной минимизацией фокусного расстояния обеспечило бы как меньший размер фокуса, так и более высокую плотность потока фотонов на объект.

Поэтому Янгом было предложено снизить поглощение на периферии параболической апертуры линзы за счёт удаления пассивного материала и соединения преломляющего профиля в одну ломаную (киноформную) кривую, получившей название линзы Френеля. Однако интенсивность в фокусе оказалась зависящей от дины оптического пути в линзе, а на острых вершинах преломляющих элементов происходит существенное рассеяние излучения, ведущее к искривлению волнового фронта и, как следствие, уменьшению эффективной апертуры и смещению величины дифракционного предела в сторону больших значений. Во-вторых, для воспроизведения узких сегментов требуется применение прецизионной технологии.

Чтобы избежать вышеуказанных трудностей была предложена (одновременно с настоящей разработкой) преломляющая линза на основе массива микропризм (т.н. Клессидра), на которой была подтверждена в принципе возможность иным способом перераспределить преломляющие элементы, однако, не оптимизированная по другим оптическим параметрам и качеству исполнения, напрямую влияющим на размер фокусного пятна. В частности, в модели Клессидры не были учтены особенности распространения излучения в длинной линзе.

В это же время был предложен метод уменьшения размера фокуса за счёт увеличения числовой апертуры путём согласования геометрической апертуры преломляющих элементов с шириной поперечного распределения рентгеновского пропагатора вдоль линзы. Однако авторами не были указаны пути реализации такой идеализированной модели.

Аналогично для увеличения апертуры в системе изображения микрообъектов посредством рентгеновского микроскопа заимствованное из оптики видимого излучения решение на базе мультипольной линзы являлось очень общим и далёким от практической реализации чтобы одновременно передать изображения от нескольких полей зрения непосредственно в рентгеновских лучах.

Как отмечалось выше, для реализации элементов преломляющей оптики предложены различные материалы, практически каждому из которых отвечает свой метод обработки. В настоящей работе предлагается

использовать прецизионный рентгенолитографический метод формирования преломляющих элементов, позволяющий как вариацию формы преломляющего профиля, так и допускающий формирование наклонных структур. Рентгенолитографический метод формирования структур был предложен в 70-х годах XX века чтобы придти на замену фотолитографическому методу формирования элементов памяти интегральных схем с целью понизить влияние дифракции на ширину воспроизводимых микроструктур (затворов полевых транзисторов) благодаря более короткой длине волны рентгеновского излучения по сравнению с ультрафиолетовым излучением. Однако метод не смог быть реализован вследствие комплекса сопутных проблем, которые принципиально не могли быть решены из-за использования ионизирующего излучения, и был задействован для формирования элементов микрооптики и микромеханики путём структурирования в слоях материала субмиллиметровой толщины. В процессе структурирования выявились новые проблемы, в частности, увеличение вклада вторичных источников излучения в распределение дозы осаждённого излучения в материале резиста, не возникающие при переносе микроразмеров в слои субмикронной толщины. Дальнейшее развитие метода рентгенолитографии при создании микроструктур с высоким аспектным отношением и высотой в сотни микрометров натолкнулось на отсутствие высококонтрастного химически стимулированного негативного фоторезиста SU-8 выявило существенные проблемы структурирования при использовании его в глубокой рентгенолитографии. Поэтому актуальным стало изучение поведения материала в условиях процесса формирования в его сверхтолстых слоях сложного (преломляющего) профиля несущими структурами, характеризующимися сверхвысоким аспектным отношением, а затем изучение рентгенооптических характеристик массивов таких структур.

В то же время, с увеличением аспектного отношения существенно снижаются механические характеристики структур, начиная ещё с этапа формирования последних. Предложенные половинчатые решения данной проблемы не претендуют на универсальность и едва ли могут оказать помощь при создании широкоапертурной преломляющей оптики, оставляя простор развитию более совершенных методов стабилизации высокоаспектных микроструктур.

Цель и задачи

Целью диссертационной работы является:

- разработка широкоапертурных, компактных и оптимальных по техническим параметрам и цене фокусирующих и передающих изображение систем в жёстком рентгеновском диапазоне на базе физического явления преломления рентгеновского излучения;
- разработка LIG-метода формирования вышеназванных систем и изучение их рентгенооптических свойств.

Увеличение геометрической и числовой апертуры рентгеновской оптики позволит:

- уменьшить размер фокуса;
- увеличить плотность потока рентгеновских квантов в фокусе;
- увеличить поле зрения;
- улучшить пространственное разрешение рентгеновского микроскопа с большим полем зрения;
- с использованием центрального бимстопа наблюдать объекты в рассеянном свете и осуществить дальнейшее улучшение пространственного разрешения.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

1. Провести моделирование планарных систем с учётом более полного удовлетворения потребностей пользователей, нуждающихся в своём большинстве в максимальном потоке квантов при минимальном размере фокуса.
2. Разработать технические и технологические условия для формирования широкоапертурных преломляющих 1D- и 2D-линз в рамках метода глубокой рентгенолитографии.
3. Выявить материалы, удовлетворяющие требованиям планарного структурирования и радиационной стойкости.
4. Изучить экспериментально оптические свойства изготовленных систем.
5. Изучить применимость разработанной преломляющей оптики в пользовательских экспериментах (радиационная стойкость, преимущества в сравнении с другими видами рентгеновской оптики).

Научная новизна

Научная новизна работы обусловлена оригинальностью поставленной цели и задачами, оригинальностью объекта исследования, а также оригинальностью приложения метода формирования объекта исследования и состоит в следующем:

1. Проведена оригинальная модификация условий осуществления глубокой рентгенолитографии и выработаны условия, при которых впервые получены микроструктуры высотой 7 мкм и более, достигнуто аспектное отношение 500 и более.
2. Впервые предложен метод и выработаны условия формирования поддерживающего слоя, консолидированного в одной полимерной 3D-сети с функциональными микроструктурами. Впервые продемонстрировано формирование многоуровневой системы с несколькими поддерживающими слоями.
3. Выработаны технические и технологические условия формирования преломляющих рентгеновских LIG-линз. Впервые продемонстрирована 2D-фокусировка рентгеновского излучения линзой, состоящей из двух

линз с линейным фокусом и ориентированных под 90 градусов одна относительно другой на одной подложке.

4. Впервые предложены математические модели, описывающие адиабатические, мозаичные и адиабатические мозаичные планарные линзы.
5. На базе предложенной математической модели рассчитаны оптические свойства линейной мозаичной адиабатической линзы, размер фокуса которой лишь в несколько раз превышает длину волны используемого рентгеновского излучения, а выигрыш в интенсивности в фокусе (без учёта рассеяния излучения в линзе) до 10^7 .
6. Впервые проанализированы оптические условия построения и реализован на базе элементов LIG-оптики многопольный рентгеновский микроскоп, пространственное разрешение которого в двух разных полях зрения составило ок. 190 нм.
7. Впервые разработана и сформирована преломляющая широко-апертурная линза, позволившая сфокусировать кванты с энергией более 200 кэВ в фокус с размером около 5 мкм.
8. Впервые разработана и сформирована преломляющая линза, позволившая однозначно продемонстрировать превышение числовой апертурой линзы величины угла полного внутреннего отражения для материала (линзы).
9. Впервые, с помощью мозаичной линзы, экспериментально подтверждена теоретически предсказанная возможность монохроматизации рентгеновского излучения.
10. Впервые с целью увеличения апертуры преломляющей линзы при высоких энергиях квантов предложены мозаичные линзы, преломляющие элементы которых в зависимости от места расположения которых в линзе изготавливаются из различных материалов.
11. Впервые на базе двух преломляющих 2D-линз построен оптический телескоп, обеспечивающий коллимацию потока рентгеновского излучения с углом расходимости до 0,5 мкрад и выигрышем в интенсивности в выходном луче около 10.

Теоретическая и практическая значимость

1. Разработанные математические модели могут быть использованы для построения систем LIG-оптики с другими входными параметрами с использованием иных материалов.
2. Возможность оперативного и прецизионного изготовления систем LIG-оптики позволяет в относительно короткие сроки испытывать новые математические модели оптических систем.
3. К настоящему времени создано большое количество источников рентгеновского излучения, таких как рентгеновские трубки и источники синхротронного излучения, обладающие большой интерфейсной

- ёмкостью, где могут быть компактно размещены простые в управлении элементы LIG-оптики.
4. Прецизионные элементы LIG-оптики обеспечивают высокий уровень исследований, способны фокусировать излучение в субмикронный размер фокуса и демонстрируют высокую радиационную стойкость.
 5. Элементами LIG-оптики могут быть также оснащены переносные приборы, используемые в полевых условиях, например, геологии, археологии, в космосе.
 6. Результаты экспериментов, полученные с помощью разработанных рентгенооптических систем, имеют национальное и мировое значение для науки, культуры и социальной жизни.

Методология и методы исследования

Работа базируется на использовании нижеследующих экспериментальных методов исследования:

– с помощью метода моделирования выявлены особенности рассматриваемых оптических систем в части: длины фокусного расстояния, эффективной апертуры и т.д.;

– в результате проведённых экспериментов определяются значения искомых параметров, которые в дальнейшем сравниваются как с модельными, так и с полученными ранее на других оптических системах (метод сравнения).

В дополнение, исследуются физико-химические свойства материала, которые используются при выработке условий формирования микроструктур.

Положения, выносимые на защиту:

1. Метод формирования ультравысоких микроструктур с ультравысоким аспектным отношением.
2. Метод формирования механической стабилизации для ультравысоких структур с ультравысоким аспектным отношением.
3. Метод измерения температуры мембран рентгеновских масок, находящихся в пучке СИ.
4. Голотомографический метод измерения фокуса.
5. Метод исследования с помощью узкого рентгеновского луча эффективности фокусировки широкоапертурой линзы.
6. Модель модифицированной адиабатической линзы.
7. Модель мозаичной линзы.
8. Модель многопольного рентгеновского микроскопа.

Степень достоверности и апробация результатов

Достоверность работы подтверждается использованием адекватных методов исследования и согласованностью полученных результатов с известными экспериментальными результатами, полученными с помощью апробированных методик, с другими теоретическими моделями. Достоверность экспериментальных данных обеспечивается также исполь-

зованием современных средств измерений и стандартных методик проведения исследований, а также методов статистической обработки данных и высокими экспериментальными результатами, достигнутыми пользователями при эксплуатации разработанных рентгенооптических систем.

Публикуемые результаты исследования, составляющие материал диссертации, докладывались и обсуждались на научных семинарах в ИЯФ СО РАН (Новосибирск). Материалы диссертации в форме 83 докладов обсуждались на 39-ти Международных, 10-ти Российских и 6-ти иностранных национальных конференциях и конгрессах: на XII, XIV, XV, XVI, XVIII Национальных конференциях по использованию синхротронного излучения (Новосибирск, 1998, 2002, 2004, 2006, 2010), Международной конференции по использованию синхротронного излучения и излучения лазеров на свободных электронах "SFR" (Новосибирск, 2016), на Международных конференциях организации SPIE (Санта Клара 1996; Сиэтл 2002; Сан Диего 2003; Денвер 2004; Сан Диего 2008 – все США) и её отделении SPIE-Photonics-Europe (Глазго, Шотландия 2008; Брюссель, Бельгия, 2010), на Национальной конференции по применению рентгеновского, синхротронного излучений, нейтронов и электронов для исследования материалов «РСНЭ» (Дубна 1997; Москва 2001; Москва 2003, Москва 2007), на 6, 8, 9, 10 и 11-й Международных конференциях по синхротронному излучению и инструментарию «SRI» (Химеджи, Япония, 1997; Сан-Франциско, США, 2003; Даэгу, Южная Корея, 2006; Мельбурн, Австралия, 2009; Лион, Франция, 2012), на 5, 6, 7, 8 и 9-й Международных совещаниях по технологии высокоаспектных микросистем «HARMST» (Монтерей, США, 2003; Гуонгжу, Южная Корея, 2005; Безансон, Франция 2007; Саскатун, Канада, 2009; Хсин-Чу, Тайвань, 2011) и 10-ом Международном совещании по технологии высокоаспектных микро- и наносистем «HARMNST» (Берлин, Германия, 2013), на Национальном совещании по рентгеновской оптике (Нижний Новгород 2003), на 17, 20 и 21-ом Международных конгрессах по рентгеновской оптике и микроанализу «ICXOM» (Шамони, Франция, 2003; Карлсруэ, Германия, 2009; Кампинас, Бразилия, 2011), на Европейской конференции по рентгеновской спектрометрии «EXRS» (Алгеро, Италия, 2004; Париж, Франция, 2006), на 4-й конференции по Синхротронному излучению и материаловедению «SRMS» (Гренобль, Франция, 2004), на Европейском совещании по количественному анализу в рентгеновской флуоресцентной спектроскопии «CXRF» (Гент, Бельгия, 2005), на 8, 9, 10 и 11-й Международных конференциях по рентгеновской микроскопии «XRM» (Химеджи, Япония, 2005; Цюрих, Швейцария, 2008; Чикаго, США, 2011; Шанхай, Китай, 2012), на Германской национальной конференции по проведению исследований с помощью синхротронного излучения, нейтронов и ионных пучков «SNI» дважды (Гамбург, 2006; Берлин, 2010), на секции Германской национальной конференции по проведению исследований с помощью синхротронного

излучения, нейтронов и ионных пучков (SNI) в области нано-микро-науки и технологии «PNI» (Карлсруэ, 2010), на 8-й Международной конференции по рентгеновской дифракции и передаче изображения с высоким пространственным разрешением «ХТОР» (Баден-Баден, Германия, 2006), на 14-й национальной конференции США по исследованиям с помощью синхротронного излучения «SRI» (Батон Руж, 2007), на Международной конференции по лазерам на свободных электронах «FEL» (Ливерпуль, Великобритания, 2009), на Германском совещании по технологиям и материалам для техники микро- и нано- систем «GMM» (Карлсруэ, 2007), на Германском конгрессе по технике микросистем (Дармштадт, 2011), на 37-й Международной конференции по микро-нано-инженерии «MNE» (Берлин, Германия, 2011), на совещании пользователей синхротронного излучения источника СИ ANKA (Карлсруэ, 2005; Карлсруэ, 2007; Карлсруэ, 2008; Карлсруэ, 2010 – все Германия), на 2-ом совещании по использованию синхротронного излучения источника СИ PETRA-III (Гамбург, Германия, 2008), на Международном совещании по инструментарию и методологии исследования микро- и нано-объектов с помощью рентгеновского излучения (Эриче, Италия, 2007).

Публикации

По теме диссертации опубликованы 67 работ, из них 52 – в международных и российских журналах, входящих в список ВАК по направлению «Физика», 4 – в трудах российских и международных научных и научно-технических совещаний и конференций, 5 – российских и зарубежных патентов.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения и списка литературы. Материал работы изложен на 245 страницах, включает 136 рисунков, 6 таблиц и список цитируемой литературы из 160 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы, сформулирована цель работы, указана научная новизна и практическая значимость полученных результатов, сформулированы основные положения, выносимые на защиту.

Исходя из поставленной цели, проведенный в работе анализ актуального состояния формирования элементов преломляющей рентгеновской оптики показывает преимущество материалов с малым атомным номером, для каждого из которых оптимальным считается отличный от других метод обработки. Выбранный автором по совокупности свойств метод глубокой рентгенолитографии является прецизионным, с одной стороны, и перспективным – с другой. А именно, большеапертурная преломляющая рентгеновская оптика ещё больше раздвигает диапазон размеров воспроизводимых структур по сравнению с исходным состоянием разработок

в области LIGA (Lithografie, Galvanik, Abformung), поэтому для разработки и формирования новых элементов потребовалось разработать уникальный и надёжный способ обработки применительно к слоям многомиллиметровой толщины без потери анонсированных Спирсом и Смитом преимуществ метода рентгеновской литографии. Поскольку разработанные преломляющие элементы и системы, состоящие из них, а также другие рентгенооптические системы, не включённые в данную диссертационную работу, выполнялись без применения операции штамповки, такую оптику можно объединить по методу формирования как LIG – оптику.

В первой главе на основании проведённых автором математического моделирования распределения дозы поглощённого излучения в толстом слое полимерного рентгенорезиста, а также экспериментального изучения метода рентгенолитографического структурирования установлено, что в условиях глубокой рентгенолитографии на синхротронном излучении вторичные эффекты, такие как рассеяние излучения в слое резиста и вторичные фотоэлектроны с одной стороны, а также большой перепад дозы по толщине слоя рентгенорезиста с другой стороны оказывают определяющее влияние на воспроизведение и качество микроструктур с ультравысоким аспектным отношением. Причём это влияние тем сильнее, чем больше поперечные размеры структур. Также показано, что на величину искажения при переносе размеров структур в толстый полимерный резистивный слой влияет радиационно-индуцированная температура рентгеновской маски и самого слоя. Поэтому с целью минимизации тепловых искажений теоретически проанализированы методы, способствующие снижению радиационно-индуцированной температуры, такие как увеличение давления охлаждающего газа в камере облучения (гелий), увеличение скорости сканирования и длительности ожидания в поворотных точках скана, увеличение частоты модуляции и укорочение длительности строба падающего рентгеновского излучения, вариация толщины и материала фильтров, поглощающих падающее излучение, изменение угла наклона зеркала скользящего падения, оптимизация толщины центрального бимстопа.

Для минимизации влияния вышеперечисленных факторов на качество воспроизведения структур автором предложено выделять из широкого спектра синхротронного излучения (СИ) узкий диапазон, содержащий кванты с актуальной для заданной толщины слоя рентгенорезиста энергией, подавляя относительно мягкую компоненту спектра с помощью фильтров, а относительно жёсткую компоненту - посредством центрального бимстопа. Благодаря подавлению жёсткой компоненты спектра, вносящей наибольший вклад в рассеяние излучения, удалось минимизировать толщину нерастворимого ореола вокруг структур, как показано на рис. 1. Как следствие, сужению спектрального диапазона отвечает снижение мощности поглощаемого излучения, что в свою очередь обеспечивает минимизацию тепловых искажений передаваемого рисунка рентгеновской маски.

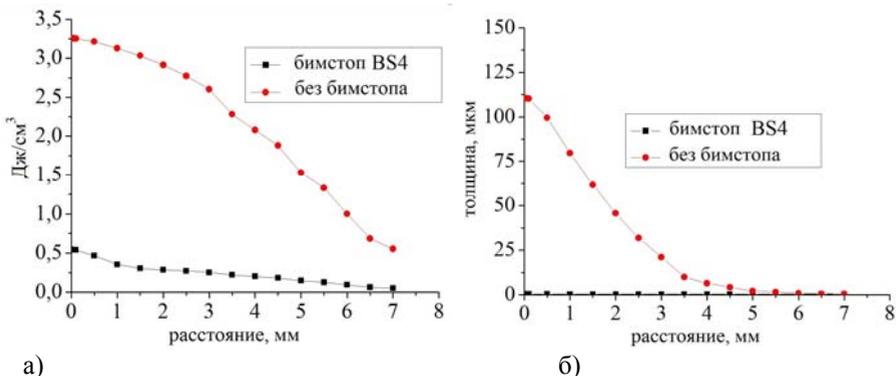


Рис. 1. Расчётное распределение дозы рассеянного излучения (а) и толщины остаточного резиста (б) в областях геометрической тени на глубине слоя резиста mgx 3500 $\mu\text{м}$ для двух различных условий облучения на рентгенолитографической станции ЛІТНО-III источника СИ ANKA как функция расстояния от границы геометрической тени. Придонная доза от прямого пучка составляет 40 Дж/см^2 .

На основе анализа диффузионной модели движения молекул разбавителя автором предложен и реализован новый метод формирования слоёв негативного рентгенорезиста, обеспечивающий требуемую однородность распределения концентрации остаточного разбавителя и неограниченно большую толщину слоя. Выработанные условия облучения подтверждены достигнутыми характеристиками полученных микроструктур: аспектным отношением до 560 и высотой 7 мм. Наклон боковых стенок таких структур менее 0,001 при уровне шероховатости не более 200 нм.

Из сравнения спектральных сечений фотоэлектрического поглощения и неупругого рассеяния излучения для материала рентгенорезиста сделан вывод, что структурирование на базе актуального рентгенорезиста может быть результативным до энергий квантов 35 кэВ, обеспечивая высоту структур до 24 мм. Также возможно структурирование на базе эффекта рассеяния, однако при этом трудно ожидать отвесных стенок структур.

Проведённый автором анализ влияния механических воздействий различной природы на микроструктуры, характеризуемые высоким аспектным отношением, показывает, что капиллярные силы ещё на стадии формирования структур (при жидкостном проявлении и промывке) вызывают нагрузки, приводящие к прогибу и склеиванию последних в кластеры. Поскольку стрела прогиба микроструктур, рассматриваемых при моделировании в качестве балок, прямо пропорциональна кубу их длины и обратно пропорциональна четвёртой степени их диаметра, свободно стоящие вертикальные структуры могут быть получены по существующей технологии только для невысоких значений аспектного отношения (порядка десяти), что не позволяет реализовать дизайн преломляющих линз с широкой апертурой.

Поэтому для механической стабилизации микроструктур автором предложен и успешно опробован литографический метод формирования поддерживающих субслоёв. Для реализации вышеуказанного метода спектр излучения выбирается более мягким, чем спектр, требуемый для формирования самих структур, например, спектр синхротронного излучения, отражённого от зеркала скользящего падения. Поскольку коэффициент поглощения α материала для низкоэнергетического излучения существенно больше, чем для высокоэнергетического (используемого при структурировании), толщина поддерживающего субслоя, рассчитываемая по полученной автором формуле

$$t = \frac{1}{\alpha n} \ln \left(1 + \frac{bD^n}{D_c} \right), \quad (1)$$

значительно меньше, чем высота микроструктур. В итоге субслоем имеет резкую нижнюю границу, так как логарифм в (1) мало меняется, если доза облучения D превышает пороговую дозу D_c , определяемую из характеристической кривой рентгенорезиста. Здесь n , b , – константы, характеризующие чувствительность резиста.

В результате двух последовательных облучений с поочерёдной сменой спектра и, соответственно, дозы, можно сформировать сложную самоподдерживающую трёхмерную структуру (без связующих слоёв), которая устойчива к механическому воздействию (уже на стадии жидкостного проявления и ополаскивания). На рис. 2. представлены изображения рентгеновских преломляющих 2D линз, изготовленных без поддерживающего субслоя и с поддерживающим субслоем.

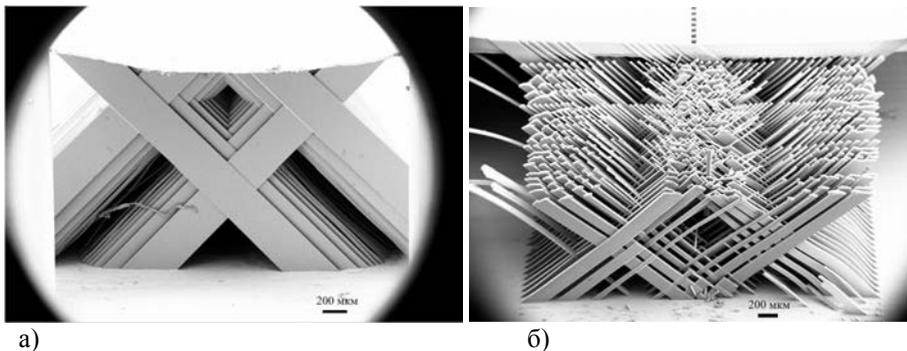


Рис. 2. РЭМ-изображения рентгеновских преломляющих 2D линз с мозаичным расположением преломляющих элементов, изготовленных с поддерживающим субслоем (а) и без него (б) в слое рентгеновского резиста толщиной 2,1 мкм.

Также в работе показано, что для формирования поддерживающего слоя может быть применено ультрафиолетовое излучение. Для дальнейшего

наращивания длины структур и, соответственно, величины аспектного отношения может быть сформировано несколько промежуточных поддерживающих слоёв, что также успешно реализовано автором в настоящем исследовании.

В первой главе показана высокая устойчивость выбранного полимерного материала к воздействию пучков рентгеновского излучения большой мощности.

Поскольку декремент показателя преломления материалов в рентгеновском диапазоне спектра значительно меньше единицы, преломляющая линза должна содержать большое количество преломляющих элементов, чтобы обеспечить фокус в пределах экспериментальной установки, поэтому **вторая глава** посвящена осуществлённым автором подходам к созданию преломляющей линзы, как системы микроструктур, где акцептанс линзы наиболее полно характеризует её эффективность. Показано, что величина выигрыша в интенсивности в фокусе параболической преломляющей рентгеновской линзы определяется главным образом материалом линзы, а поскольку каждому материалу отвечает определённая технология обработки – то и технологией. Поэтому наиболее эффективные линзы могут быть получены с использованием наиболее развитой и точной технологии. В главе выработаны основные критерии дизайна параболических преломляющих линз, формируемых методом рентгенолитографии, и накладываемые на: количество преломляющих элементов в линзе, радиус кривизны преломляющей поверхности, взаимную точность позиционирования преломляющих микроструктур, геометрическую апертуру линзы.

Поскольку рабочая область на подложке ограничена размерами зоны облучения при глубокой рентгенолитографии, важно определить пределы геометрической апертуры. Путём анализа интеграла Кирхгоффа для тонкой линзы показано, что ограничение апертуры её центральной частью приведёт к существенному увеличению размера фокуса, относительно величины дифракционного предела линзы с бесконечно большой апертурой (Рис.3).

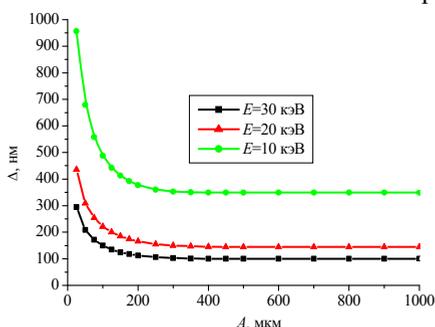


Рис. 3. Расчётные значения дифракционного предела для преломляющих линз из SU8 при различной энергии рентгеновских квантов в зависимости от величины геометрической апертуры линзы A . Фокусное расстояние 1 м.

На базе принципа переноса изображения в глубокой рентгено-литографии автором выработаны технологические условия формирования системы планарных полимерных микроструктур с преломляющим профилем, задаваемым различными функциями, апертурой до 1,5 мм и линейной формой фокуса длиной до 2,1 мм. Пример сформированных преломляющих элементов с различным радиусом кривизны приведён на рис. 4а.

Автором разработан метод измерения размера фокуса на базе предложенной системы наноструктур, составляющих флуоресцентный тест-объект и организованных по принципу шкалы нониуса. Достигнутая на разработанных линзах и измеренная с помощью тест-объекта ширина линейного фокуса составила 100 нм. На рис. 4б. приведён рентгенолюминесцентный отклик от наноструктур при сканировании тест-объекта поперёк рентгеновского луча в плоскости фокуса и соответствующий ему профиль наноструктур, полученный с помощью туннельного микроскопа.

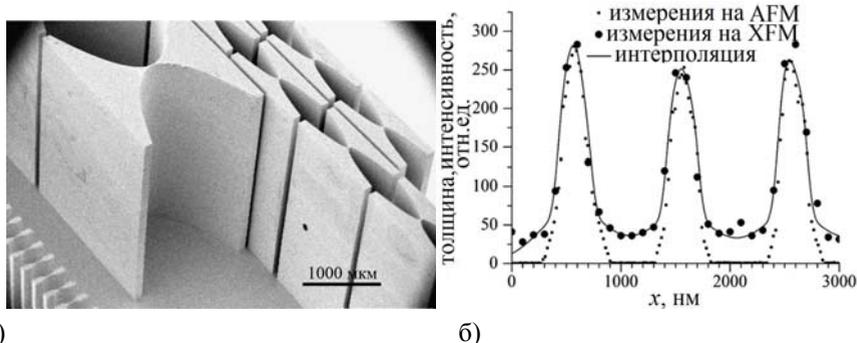


Рис. 4. а) РЭМ-изображение полимерных преломляющих микроструктур из материала SU8 с различным радиусом кривизны боковой поверхности. Высота микроструктур 4000 мкм. Геометрическая апертура представленных линз 1600 и 320 мкм; б) Измеренный рентгенофлуоресцентный сигнал (XFM) от наноструктур из золота, профиль наноструктур, полученный с помощью туннельного микроскопа (AFM) и интерполяционная кривая.

В третьей главе автором предложен и детально разработан принцип формирования фокуса в форме точки с помощью скрещенных планарных преломляющих параболических рентгеновских линз, формируемых на одной подложке, а также разработаны технологические условия формирования таких линз с геометрической апертурой до 0,8 мм. Также выработаны критерии, накладываемые на дизайн при формировании отдельных преломляющих элементов, а именно, минимальное количество преломляющих элементов и точность выполнения угла наклона одной линейной линзы относительно другой, составляющих пару скрещенных линз.

Поставленный автором оригинальный эксперимент показал, что мощность рентгеновского синхротронного излучения при экспонировании

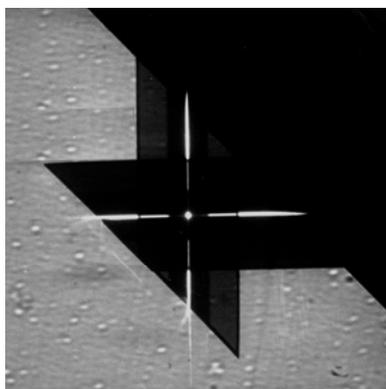
толстых слоёв резиста через маску настолько велика, что вызванные им тепловые искажения мембраны маски приводят к искривлению геометрической оси симметрии линзы, причём величина поперечного смещения Λ преломляющих микроструктур относительно оси симметрии линзы пропорциональна квадратному корню из величины радиационно-индуцированной температуры T :

$$\Lambda \approx h\sqrt{k_T T} \quad (2)$$

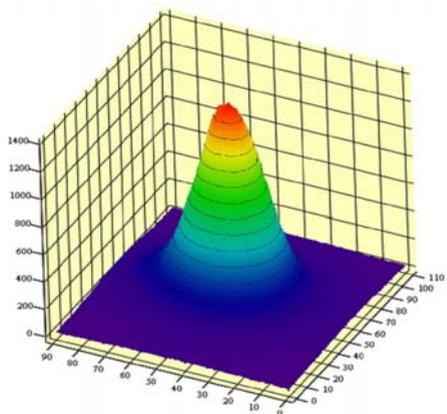
вследствие наклонного положения подложки и рентгеновской маски относительно направления распространения рентгеновского луча. Здесь h – размер облучаемой области, k_T – термический коэффициент расширения материала мембраны маски. Этот факт открывает возможность определения температуры мембраны рентгеновской маски путём измерения величины смещения микроструктур в процессе экспонирования, что может быть использовано для контроля температуры в экспериментах физики и техники.

Тонкая линза с её относительно маленьким акцептансом является отправной точкой исследования, направленного на поиск путей увеличения акцептанса преломляющих линз. На примере тонкой как наиболее простой по конструкции линзы отработан принцип моделирования зависимости размеров фокуса от технологических условий, параметров преломляющего профиля микроструктур, анализируемого с помощью туннельного, электронного, оптического микроскопа и профилометра. В частности, кривизну преломляющего профиля в глубине наклонных структур изучали с помощью предложенного автором оригинального и дающего наиболее достоверные результаты метода послонной сошлифовки с предварительной фиксацией профиля.

Размер фокуса разработанных и сформированных с помощью оптимизированного метода глубокой рентгенолитографии преломляющих скрещенных рентгеновских полимерных линз, измеренный с помощью тест-объекта, описанного в главе 2, при энергии возбуждения 28 кэВ составил около 300 нм по вертикали, включая дифракционный предел (около 60 нм) и проекцию источника (около 180 нм). На рис. 5 представлено изображение фокуса скрещенных линз, наблюдаемое на CCD-камере. Поскольку пространственное разрешение CCD-камеры не позволяет рассмотреть напрямую распределение освещённости в фокусе в деталях, его проекционное изображение получали на CCD-камере, находящейся на расстоянии 12 см позади плоскости фокуса (см. рис. 5б). Распределение имеет форму правильного эллиптического Гауссиана с эксцентриситетом, близким к единице, низким уровнем рассеянного фона. Также прямыми измерениями была подтверждена стабильность размеров фокуса и его положения в течение эксперимента (ок. 75 часов пребывания в пучке мощного синхротронного излучения из установленных последовательно 3-х ондуляторов).



а)



б)

Рис. 5. 2-D (а) и 3-D (б) распределения интенсивности рентгеновского излучения, регистрируемого CCD-камерой, расположенной на 12 см позади плоскости фокуса. 1 пиксел = 0,02 мкм (в пересчёте на проекционное увеличение).

Благодаря большей эффективной апертуре, чем у алюминиевой преломляющей линзы, был достигнут более высокий уровень обнаружительной способности, что демонстрируется на рис. 6.

Длинная линза характеризуется большим, чем у тонкой линзы, акцептансом вследствие более короткого фокусного расстояния, благодаря чему ожидается меньший размер фокуса, расчётные значения дифракционной компоненты которого представлены на рис. 7 для полимерных планарных преломляющих линз, изготавливаемых методом глубокой рентгенолитографии: минимальное значение дифракционного предела для всех линз близко к 40 нанометрам.

Посредством анализа интеграла Кирхгоффа для условий прохождения излучения сквозь полимерную преломляющую линзу, проведённого автором, определено влияние размера источника излучения и степени монохроматизации излучения на выигрыш в интенсивности в фокусе линзы. При измерении размера фокуса линзы величина последнего должна значительно превосходить ширину линий тест-объекта чтобы минимизировать вторичные эффекты, искажающие истинный его размер, однако контраст линий при этом существенно снижается и требуется длительное время для набора статистики. Чтобы обойти это противоречие, автором реализовано измерение размера фокуса голомографическим методом в проекционной моде микроскопа, когда величина «размытости» изображения напрямую связана с размером фокуса. Размер фокуса, вычисленный посредством деконволюции полученных изображений, сделанных для раз-

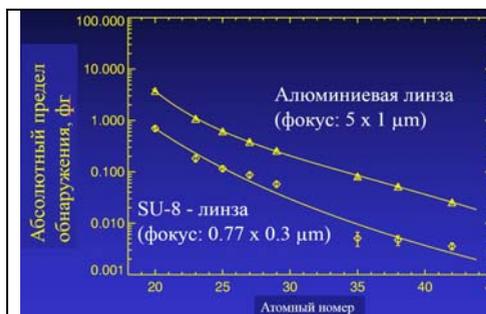


Рис. 6. Измеренная для материалов с различным атомным номером абсолютная обнаружительная способность в фокусе полимерной, изготовленной рентгенолитографическим методом, и алюминиевой преломляющей рентгеновской линзы на станции ID18F(ESRF).

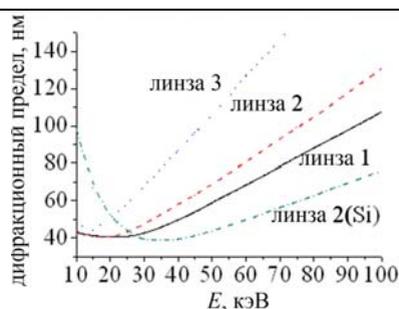


Рис. 7. Расчётное значение дифракционного предела в зависимости от энергии квантов для длинных 2D – преломляющих линз из полимерного материала SU-8 и кремния. Линзы, пронумерованные как 1 (сплошная линия), 2 и 3 различаются радиусом кривизны преломляющей поверхности и количеством преломляющих элементов.

личных расстояний за задней фокальной плоскостью при энергии квантов 22 кэВ, составил 80 нм и близок к ожидаемому. Приложение фокуса такого размера к микроскопии в целях оптимизации длительности сканирования сфокусированным пучком позволило установить, что при шаге сканирования величиной 125 нм можно однозначно детектировать отдельно расположенные нанообъекты, флуоресцентное излучение которых возбуждается на спаде интенсивности фокусного пятна.

Установлено, что обеспечиваемое длинными линзами преимущество короткофокусной оптики перед многослойными зеркалами, зонными пластинками и многослойными Лауэ-линзами (из-за их малой апертуры) особенно отчётливо проявляется, когда размер источника излучения даёт существенный вклад в размер фокуса в режиме рентгеновской микроскопии сфокусированным пучком.

При проведении исследований методом микроскопии по большому полю с помощью полимерных преломляющих линз, служащих в качестве объектива и конденсора, экспериментально показано влияние на пространственное разрешение выбранной оптической схемы микроскопа, как то: а) освещение объекта когерентным и параллельным лучом; б) освещение объекта частично когерентным и параллельным лучом; в) освещение объекта частично когерентным и расходящимся лучом из конденсора. Последняя

схема обеспечивает лучшее пространственное разрешение и максимальную видность объектов, обладающих лишь фазовым контрастом при незначительном амплитудном, как показано на рис. 8а. Измеренная минимальная детектируемая толщина органического объекта в такой схеме при энергии квантов 14 кэВ составила 200 нм, а экспериментально достигнутое пространственное разрешение (энергия квантов 17,4 кэВ) составило 73 нм, как показано на рис. 8б.

Апертура преломляющих рентгеновских линз с непрерывным параболическим профилем мала вследствие поглощения в материале и

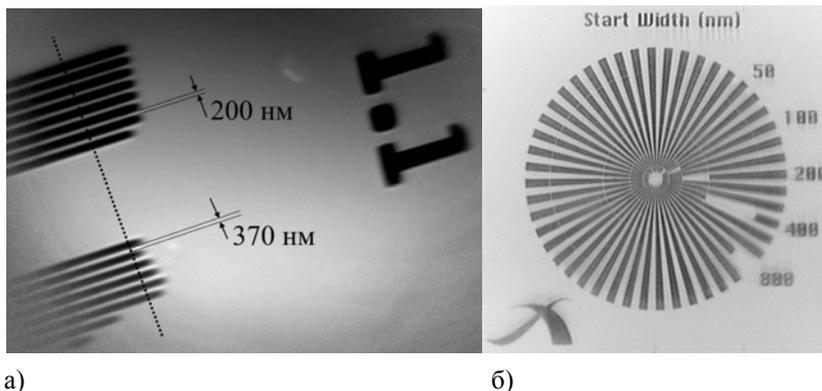
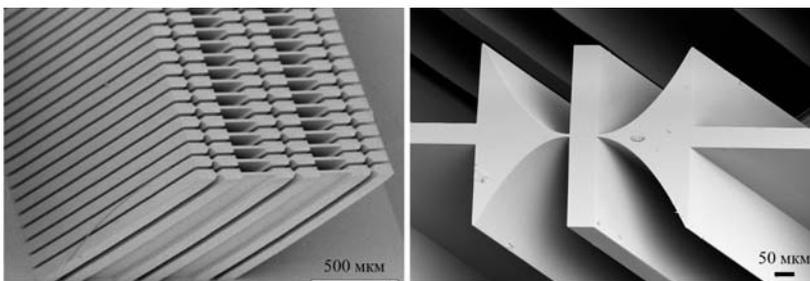


Рис. 8. а) Увеличенное изображение (в схеме микроскопа с большим полем и конденсором) тестовой микроструктуры из ПММА толщиной 5 мкм на станции FLUO(ANKA) при энергии квантов 14 кэВ. Амплитудный контраст тест-объекта 0,00078, а сдвиг фазы, вызываемый тест-объектом, 0,47 рад; б) Увеличенное изображение тестовой микроструктуры в схеме микроскопа с большим полем и конденсором на станции P05(PETRA III) при энергии квантов 17,4 кэВ. Все размеры даны в нанометрах.

ограничивает размер поля зрения. Автором предложен путь решения данной проблемы посредством создания рентгеновской многопольной планарной преломляющей линзы (как массива сублинз, интегрированных в одну), представленной на рис. 9, и разработки технологии её формирования на базе метода сверхглубокой рентгенолитографии.

С целью обеспечения большого значения коэффициента увеличения, высота резистивного слоя достигала 3 мкм, а расстояние между оптическими осями полей зрения - 800 мкм. При этом относительное различие между измеренными фокусными расстояниями девяти сублинз (массив 3 × 3) не превышает 3%. Определены условия применимости такой линзы в качестве конденсора и объектива для многопольного рентгеновского микроскопа.



а) б)
 Рис. 9. РЭМ-изображение элементов преломляющих мультилинз, изготовленных в слое SU-8: а) фрагмент 3×1 объективной мультилинзы типа ХХУУ; б) преломляющий элемент конденсорной мультилинзы с введённым бимстопом на оптической оси.

На базе вышеуказанных двумерных массивов микроструктур, выступающих в роли мультиконденсорной и мультиобъективной полимерных преломляющих линз, автором впервые собран и испытан многопольный рентгеновский микроскоп. Причём, в качестве конденсорной сублинзы предложена и испытана оригинальная преломляющая линза с имплементированным на её оптической оси центральным бимстопом (см. Рис.9), что позволило повысить пространственное разрешение рентгеновского изображения до 190 нм (см. Рис. 10) вследствие увеличения числовой апертуры.

Полученный массив 3×3 линз позволил увеличить эффективное поле зрения, включающее 9 субполей, до величины $1,5 \times 1,5$ мм. Тем не менее, каждая сублинза из массива линз может быть использована для получения индивидуальных изображений. По результатам проведённого исследования были выработаны требования к компоновке многопольного микроскопа и стыковке отдельных полей, содержащих реконструированные изображения.

Благодаря малой величине декремента показателя преломления полимерного материала можно с высокой точностью менять направление распространения рентгеновских лучей или менять угловую расходимость первичного рентгеновского луча. На базе двух систем фокусирующих микроструктур (объектива и окуляра) был собран рентгеновский телескоп, посредством которого автору удалось уменьшить расходимость первичного луча СИ до величины менее 0,5 мкрад, увеличив при этом освещённость объекта в 10 раз.

Адиабатическая линза. Адаптируя геометрические размеры преломляющих элементов к функции пропагатора электромагнитной волны в линзе, разработана двумерная планарная адиабатическая линза, которая характеризуется ещё более коротким фокусным расстоянием, чем длинная

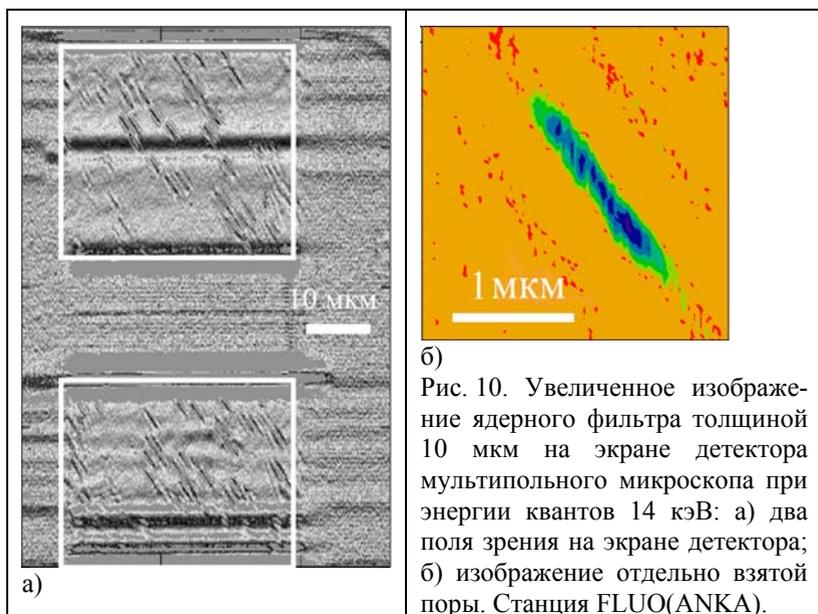


Рис. 10. Увеличенное изображение ядерного фильтра толщиной 10 мкм на экране детектора мультиполюсного микроскопа при энергии квантов 14 кэВ: а) два поля зрения на экране детектора; б) изображение отдельно взятой поры. Станция FLUO(ANKA).

линза, и ещё большей величиной акцептанса. Соответственно, снижается размер дифракционной составляющей и проекция размера источника излучения в фокусном пятне. Автором предложена математическая модель адиабатической линзы с учётом особенностей планарной технологии. Изготовленная в соответствии с предложенной моделью линза (элементы которой показаны на рис. 11) с адиабатическим сужением апертуры и фокусом в форме точки исследована в пучках когерентного излучения при энергии квантов 18,6 кэВ. Размер фокуса по обеим координатам составил величину около 67 нм.

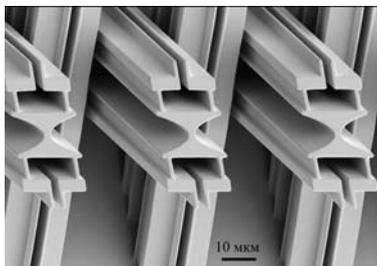


Рис. 11. РЭМ-изображение трёх пар преломляющих микроструктур, расположенных у выходной плоскости адиабатической линзы.

В четвёртой главе автором изучено увеличение акцептанса преломляющей линзы, формируемой путём удаления пассивного материала и

объединения зон с преломляющим профилем в непрерывный т.н. киноформный профиль, за счёт чего геометрическая апертура может быть увеличена благодаря добавлению всё более узких периферийных зон, проблема формирования которых сдерживает применение такого типа линз: изгиб и слипание концов сегментов наблюдается при изготовлении линз из позитивного резиста ПММА (рис. 12), а волнистость концов сегментов – для линз, изготовленных из негативного фоторезиста SU-8 (рис. 12). В изготовленных линзах с геометрической апертурой 2000 мкм ширина последнего сегмента достигает 2 мкм при аспектном отношении более 400.

В настоящей главе проанализировано влияние точности изготовления элементов киноформного профиля на величину эффективной апертуры. В частности, ожидается сужение активной апертуры в четыре раза при возрастании ошибки передачи размеров с 1 мкм до 5 мкм. Такие ошибки наблюдаются для структур высотой 100 мкм и 1000 мкм, соответственно. Вследствие искажения тонких сегментов преломляющего профиля измеренный размер фокуса изготовленных рентгеновских полимерных преломляющих линз ограничивается величиной 2-3 мкм.

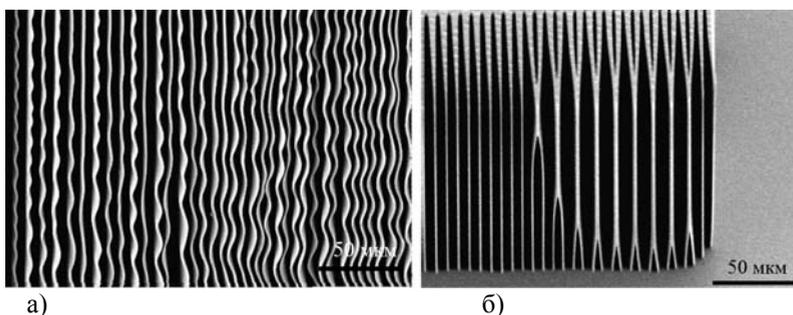


Рис. 12. РЭМ изображение периферийных сегментов линзы с киноформным профилем в слое SU-8 толщиной 990 мкм (а) и в слое ПММА толщиной 200 мкм (б).

Для установления причин отклонения оптических свойств от ожидаемых апертура линзы была исследована в радиографической моде с помощью узкого рентгеновского луча, при этом регистрация интенсивности излучения в фокусе позволила выявить вклад каждого участка апертуры. Установлено, что в линзе происходит перераспределение энергии в соседние зоны со всё более возрастающим вкладом по мере уменьшения ширины зоны вследствие рассеяния излучения сегментами на углы большие, чем ожидаемые в идеальном случае. В результате, эффективно используется лишь до 400 мкм геометрической апертуры, а искажение фронта волны и рассеянный фон ограничивают размер фокуса.

Особенно важна разработка линз с большой апертурой для экспериментов с использованием квантов высоких энергий, где трудно

обеспечить большую апертуру с посредством других типов оптики. Поэтому исследовались линзы с киноформным дизайном, выполненные из никеля, декремент показателя преломления которого в ~ 7 раз выше, чем у полимеров. С помощью никелевой планарной преломляющей киноформной линзы был впервые в мире сконцентрирован луч с энергией более 200 кэВ в фокус размером около 5 мкм, как показано на рис. 13. Однако для линзы из никеля также наблюдалось ограничение активной апертуры величиной ок. 300 мкм (поскольку форма для гальванического осаждения никеля также выполняется из ПММА), вследствие чего выигрыш интенсивности в фокусе составила величину 20 ± 2 по сравнению с ожидаемой величиной 33.

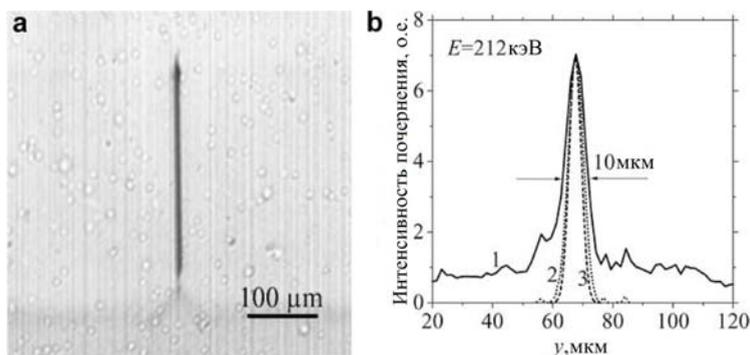


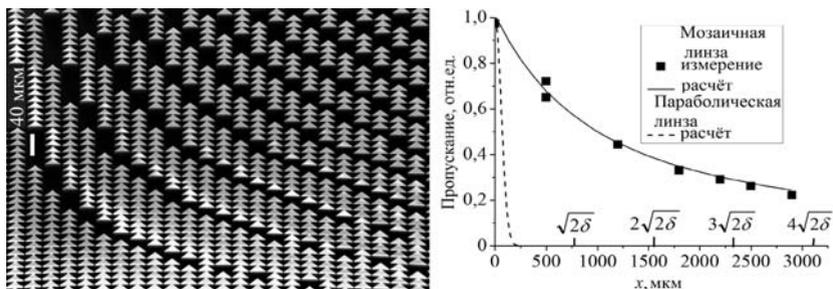
Рис. 13. Фотография рентгеновской плёнки Kodak облучённой в сфокусированным лучом (а) и оцифрованное распределение пропускания рентгеновской плёнки в фокусе (б) при энергии фотонов 212 кэВ: 1 – измеренное почернение; 2 – расчётное распределение дозы поглощённого излучения, 3 – расчётное распределение энергии фотонов в фокусе (ПШПВ = $5,4 \pm 0,5$ мкм) за вычетом размера источника и размера фокуса, сформированного когерентным освещением линзы.

Сложность управления волновым фронтом в линзе при недостаточной точности воспроизведения киноформного профиля побудила к поиску другого принципа построения линзы с широкой апертурой.

В пятой главе автором изучено увеличение акцептанса преломляющей линзы путём удаления пассивного материала и перегруппировки преломляющих элементов. На основании нового принципа группировки предложена *мозаичная линза*.

По сравнению с принципом упорядочения преломляющих элементов в линзе типа Клессидра и отвечающем условию распространению излучения в тонкой линзе, в нашей модели призмодные преломляющие элементы упорядочены в ряды квазиравномерно отстоящими друг от друга, а относительное положение рядов адаптировано к свойствам пропагатора для длинной (толстой) линзы. Пример сформированной линзы с мозаичным расположением преломляющих элементов приведён на рис. 14. Большое

количество призмодных преломляющих элементов, выстроенных в ряд, осуществляет транспорт рентгеновского луча в фокус. Чтобы компенсировать набег фазы в каждом ряду, возникающий после удаления пассивного материала, в каждый ряд линзы введены компенсирующие элементы, но их толщина намного меньше, чем суммарная длина удалённого пассивного материала. Таким образом, результирующий фазовый декремент соответствует таковому, обеспечиваемому непрерывным параболическим профилем, а специфическое квазирегулярное расположение микропризм напоминает орнамент мозаики.



а)

б)

Рис. 14. а) РЭМ-фотография фрагмента линзы с мозаичной компоновкой фокусирующих элементов, вид сверху. Высота микроструктур 50 мкм. б) Измеренное пропускание полимерной линзы с мозаичной компоновкой преломляющих элементов в сравнении с параболической линзой с непрерывным параболическим профилем. Энергия квантов 15,8 кэВ.

С помощью предложенной автором математической модели *тонкой мозаичной линзы* (полуadiaбатическое приближение) получено аналитически, что размер фокуса такой линзы описывается суммой двух компонент: одна из них – это результат интерференции когерентного излучения при нулевом поглощении линзой, вторая – учитывает сокращение поперечного размера преломляющих элементов вдоль оптической оси и рассеяние излучения на их шероховатой преломляющей боковой поверхности. Вторая компонента может быть минимизирована усовершенствованием технологии.

В настоящей работе автором экспериментально продемонстрировано, что вся апертура линзы шириной 6 мм активна, что показано на рис. 14. Поглощение материала не играет такой важной роли при увеличении размера апертуры, как это имеет место для линз с непрерывным параболическим профилем, что позволяет превысить величину дифракционного предела последних. В эксперименте продемонстрирован высокий потенциал мозаичной компоновки, который может быть использован для создания фокусирующих линз с размером фокуса менее микрометра.

Характерно, что угловой акцептанс такой линзы может в несколько раз превышать угол полного внутреннего отражения материала линзы (Рис.14). Несмотря на то, что линза состоит из большого количества отдельно стоящих преломляющих микроструктур, все они направляют излучение в один фокус гауссовой формы, размер которого близок к ожидаемому, а фокусное расстояние меняется с энергией по параболическому закону так же, как это наблюдается для линзы с непрерывным параболическим профилем, что подтверждено автором экспериментально. Как следует из модели линзы, если обозначить за N количество рядов, в которые сгруппированы преломляющие элементы, то эффективная апертура увеличивается с количеством рядов логарифмически:

$$A_s = \frac{2F\delta}{h\mu} \ln \frac{e^\gamma N\mu h^2}{F\delta} \quad , \quad (3)$$

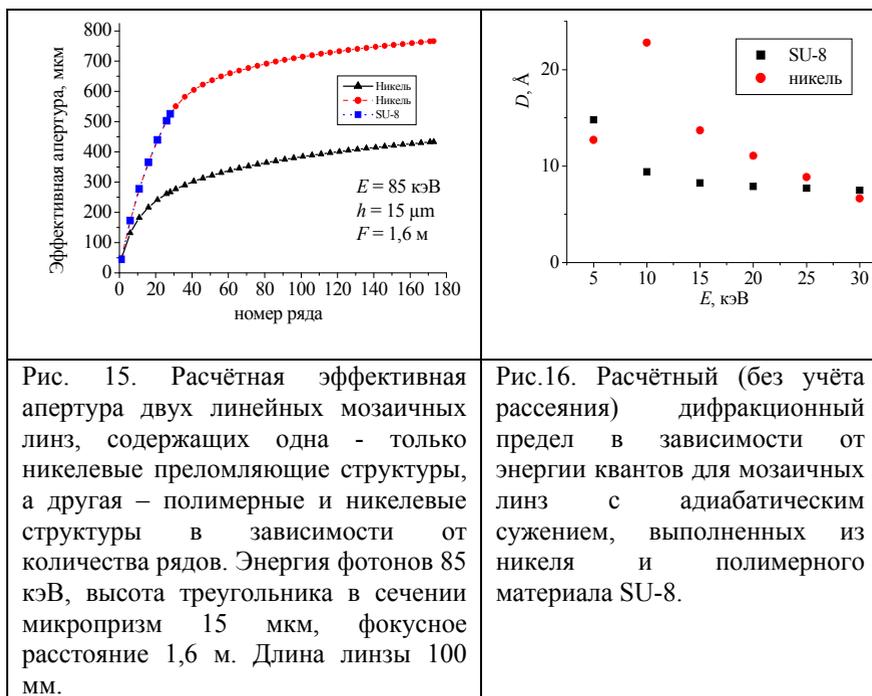
где F – фокусное расстояние, δ – декремент показателя преломления материала линзы, μ – линейный коэффициент ослабления излучения материалом линзы, h – высота треугольника в поперечном сечении преломляющих элементов, γ – постоянная Эйлера – Машерони. Поэтому представляет интерес выявить в дальнейших исследованиях пределы эффективной и геометрической апертуры линзы с мозаичным упорядочением.

Расчёты показывают, что акцептанс полимерных 2D линз может в тысячи раз превышать акцептанс линз с непрерывным параболическим профилем. Экспериментальное исследование таких линз позволило определить величину достигнутой в данной разработке эффективной апертуры – около 600×600 мкм при выигрыше в интенсивности в фокусе 176 и размере фокуса 46×46 мкм для энергии квантов 12 кэВ.

Эффективная апертура мозаичной линзы ограничивается не столько поглощением, сколько величиной декремента показателя, что особенно проявляется с ростом энергии квантов. Поэтому в целях увеличения акцептанса линзы с мозаичной компоновкой для больших энергий квантов автором предложена комбинированная линза, состоящая из преломляющих элементов, выполненных из *различных материалов*. А именно, вблизи оптической оси располагаются преломляющие элементы, выполненные из лёгких материалов с относительно малым декрементом показателя преломления, а на периферии – из тяжёлых материалов с большим значением последнего. Например, для условий фокусировки на станции элементного анализа, установленной на 8-м канале вывода СИ из источника ВЭПП-4, эффективная апертура линзы, сформированной на базе только никелевых элементов, не превышает 400 мкм, а после замены преломляющих элементов в 22-х рядах в средней части линзы на полимерные – до 750 мкм (см. рис. 15). При осуществлении двумерной фокусировки с помощью таких линз выигрыш в интенсивности в фокусе почти учетверяется. Линзы с преломляющими элементами, выполненными из различных материалов,

могут представлять интерес для исследований, проводимых при энергиях квантов более 50 кэВ.

Дальнейший прогресс по пути увеличения акцептанса преломляющих линз предлагается осуществить посредством увеличения числовой апертуры *мозаичной линзы* путём *адиабатического сжатия* апертуры и преломляющих элементов за счёт вариации параметров искривлённой по закону первого и второго порядков преломляющей боковой поверхности призмодных микроструктур мозаичной адиабатической линзы. При этом положение микроструктур и параметры их треугольного сечения меняются в соответствии с характеристикой функции пропатора в каждом сечении линзы. Автором предложена математическая модель такой линзы в геометрическом приближении. Модель позволяет рассчитать начальную геометрическую, числовую и эффективную апертуру и геометрические параметры преломляющих элементов. Расчётный размер фокуса такой линзы может достигать нескольких ангстрем (см. рис. 16), а выигрыш интенсивности в фокусе – 10^7 .



Благодаря большей величине акцептанса мозаичные линзы могут более эффективно выполнять другие функции в сравнении с линзами с параболическим профилем, а именно монохроматизацию излучения. С

учётом квадратичной зависимости декремента показателя преломления материала линзы от энергии квантов (вдалеке от краёв поглощения), ширина полосы $\Delta\lambda$ в окрестности длины волны λ излучения, проходящего в фокус мозаичной линзы, размер которого соответствует высоте треугольного сечения призматических отклоняющих элементов:

$$\Delta\lambda = \frac{\lambda}{2n}, \quad (4)$$

где n – номер ряда. Этот принцип использован автором для разработки компактного монохроматора рентгеновского излучения, состоящего из входных щелей, планарной преломляющей линзы с мозаичным расположением элементов, центрального бимстопа и апертурной диафрагмы, причём весь монохроматор с успехом может уместиться на площадке диаметром 40 мм и быть выполнен методом глубокой рентгенолитографии.

Монохроматор построен по принципу дисперсии квантов различных энергий на различные углы и концентрируемых затем вблизи оптической оси за линзой на расстоянии, определяемом энергией последних. Экспериментально подтверждено, что энергетическое разрешение монохроматора улучшается с увеличением числовой апертуры линзы и уменьшением величины выходной диафрагмы. Экспериментально достигнутая энергетическая ширина полосы $\Delta E/E = 1,8 \times 10^{-2}$ (см. рис. 17) при энергии квантов первичного луча 15,8 кэВ сравнима с шириной полосы стандартного монохроматора на базе многослойных зеркал и хорошо согласуется с расчётом. Энергетическое разрешение монохроматора может легко варьироваться подбором величины апертурной диафрагмы и ширины бимстопа.

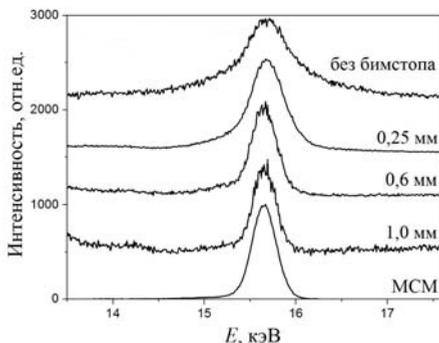


Рис. 17. Спектральная зависимость интенсивности монохроматора на базе мозаичной линзы при различной ширине бимстопа или без бимстопа, выходной диафрагме диаметром 20 мкм и многослойного рентгеновского монохроматора (MCM). Величина интенсивности нормирована на максимум.

Вследствие возрастающей с номером ряда согласно (4) дисперсии энергетический диапазон излучения, направляемого каждым рядом

преломляющих элементов в фокус линзы, сужается, всё больше ограничивая поток квантов. С целью повышения потока квантов в фокус мозаичной линзы автором предложена её модификация путём введения в дизайн центрального (нулевого, без поглощения) ряда, а также нелинейной зависимости увеличения количества преломляющих элементов в зависимости от расстояния от оптической оси (с учётом спектрально-углового распределения синхротронного излучения), как показано на рис. 18, что ведёт к снижению потерь в линзе за счёт поглощения, с одной стороны, и снижению дисперсии по сравнению с исходной моделью – с другой. В результате ожидается трехкратное увеличение выигрыша интенсивности излучения в фокусе по сравнению с версией без модификации.

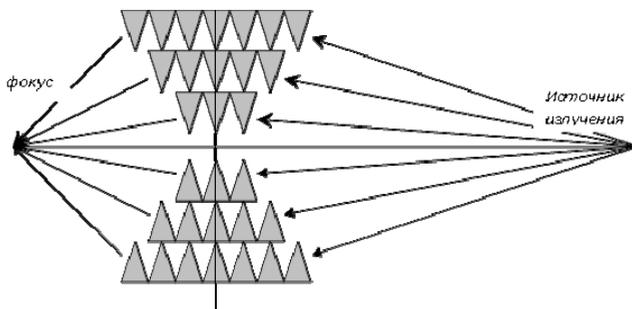


Рис. 18. Схема полихромной преломляющей линзы с мозаичным расположением преломляющих элементов. Количество преломляющих элементов в каждом ряду возрастает нелинейно с расстоянием данного ряда от оптической оси.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В заключении приведены основные результаты работы:

1. Показано, что потенциальный – позволяющий дальнейшее развитие - метод глубокой рентгенолитографии может быть использован для формирования высококачественных элементов и систем преломляющей рентгеновской оптики.

2. Доказано, что легко структурируемый полимерный материал на базе фоторезиста SU-8 и его аналог резист mrx могут быть предложены не только для отработки формирования модельных элементов рентгеновской оптики, но для формирования последних с целью их многократного использования.

3. На базе планарных полимерных и металлических преломляющих микроструктур разработаны элементы и системы рентгеновской оптики, которые можно объединить по принципу изготовления в один подкласс – «LIG– оптики». К вышеуказанному подклассу можно отнести преломляющие и фазосдвигающие элементы, телескопы, монохроматоры, а также

интерферометры, амплитудные и фазовые диафрагмы, также предложенные и исследованные (за рамками настоящей работы).

4. Проведено теоретическое моделирование рентгенооптических свойств преломляющих элементов и систем планарной рентгеновской LIG-оптики с учётом особенностей их изготовления.

5. Экспериментально проверено, что планарные линзы и системы линз могут применяться для 1D - и 2D-нанофокусировки рентгеновского излучения, передачи рентгеновских изображений, а также в качестве конденсоров рентгеновского излучения.

6. Установлено, что в области энергий квантов более 100 кэВ преломляющие линзы LIG-оптики имеют значительные перспективы по сравнению с другими видами рентгеновской оптики.

7. Продемонстрирована передача изображения многопольным рентгеновским микроскопом в нескольких полях зрения одновременно с пространственным разрешением в нанометровом диапазоне.

8. Предложено характеризовать оптические свойства рентгеновских линз посредством их акцептанса, который является функцией числовой апертуры и эффективной апертуры. Наибольший акцептанс среди рассмотренных систем ожидается для линз с адиабатическим сужением и мозаичной расстановкой призмодных преломляющих элементов. В результате, выигрыш в интенсивности в фокусе может достигать величины 10^7 , а размер фокуса до 10 \AA (в рамках геометрической оптики).

9. Показано, что фокусирующие планарные преломляющие мозаичные линзы на базе призмодных микроструктур могут быть использованы для монохроматизации рентгеновского излучения широкого спектра. Для энергии фотонов 16 кэВ достигнуто энергетическое разрешение $1,8 \times 10^{-2}$. Возможные приложения монохроматора на базе рентгеновской линзы перекрывают интересы от флуоресцентного анализа микрообъектов до микроскопии в жёстких рентгеновских лучах.

10. Широкий диапазон вариации конструктивных параметров планарных преломляющих рентгеновских линз обеспечивает возможность их применения на различных источниках рентгеновского излучения с учётом технических параметров последних.

11. В экспериментах по материаловедению с помощью изготовленных элементов LIG-оптики были изучены важные свойства физических объектов, а также достигнуты рекордные значения обнаружительной способности - менее 10 аг.

12. Посредством телескопической системы, созданной на базе полимерных преломляющих рентгеновских линз, достигнута расходимость выходного пучка излучения менее 0,5 мкрад и выигрыш в интенсивности около 10.

Основные результаты диссертации опубликованы в следующих работах и защищены следующими патентами:

1. Назьмов В.П. Коэффициент поглощения излучения резистом и контраст маски в рентгеновской литографии на синхротронном излучении // Тезисы докладов и рекомендации научно-технических конференций. 1981. Сер.3. Микроэлектроника. Разработка и изготовление твердотельных изделий электронной техники. Вып.1 (158) -С.35-38.
2. Gluskin E.S., ..., Nazmov V.P., et al. V.V. Experiments on X-ray lithography using synchrotron radiation from the VEPP-2M storage ring // NIM. 1983. Vol.208. P.393-398
3. Nazmov V.P., et al. Modelling and manufacture of regular microstructures with high aspect ratio in acrylic plastic // NIM A. 2000. Vol.448, №1-2. P.493-496.
4. Nazmov V.P., et al. Investigation of radiation-induced surface temperature of thick polymer layers under influence of synchrotron radiation // NIM B. 2000. Vol.170, №3-4. P.369-374.
5. Kondratyev V.I., ..., Nazmov V.P., et al. Preliminary testing of microstructured Imaging Plating with improved spatial resolution // NIM A. 2000. Vol.448, №1-2. P.207-210.
6. Shabel'nikov L., Nazmov V., et al. X-ray lens with kinoform refractive profile created by x-ray lithography // Proc. SPIE. 2002. Vol.4783, P.176-184.
7. Nazmov V., et al. Fabrication and preliminary testing of X-ray lenses in thick SU-8 resist layers // Microsyst. Technol. 2004. Vol.10, №10. P.716-721.
8. Snigirev A.A., ..., Nazmov V., et al. Focusing properties of x-ray polymer refractive lenses from SU-8 resist layer // Proc. SPIE. 2003. Vol.5195. P.21-31.
9. Nazmov V., et al. Kinoform X-ray lens creation in polymer materials by deep X-ray lithography // NIM B. 2004. Vol. 217, №3. P.409-416.
10. Nazmov V., et al. Refractive lenses fabricated by deep SR lithography and LIGA technology for X-ray energies from 1 keV to 1 MeV // AIP Conf. Proc., 2004, Vol. 705, P.752-755.
11. Nazmov V., et al. Planar sets of cross x-ray refractive lenses from SU-8 polymer // Proc. SPIE. 2004. Vol.5539. P. 235-243.
12. Snigirev A.A., ..., Nazmov V.P., et al. Submicron focusing of high-energy x-rays with Ni refractive lenses // Proc. SPIE. 2004. Vol.5539. P.244-250.
13. Snigireva I.I., ... Nazmov V.P., et al. Near-diffraction limited coherent x-ray focusing using planar refractive lenses made of epoxy SU-8 resist // Proc. SPIE. Vol.5539. P.20-30.
14. Nazmov V.P., et al. Planar sets of cross x-ray refractive lenses from SU-8 polymer // Proc. SPIE. Vol.5539. P.235-243
15. Назьмов В. П., и др. Планарные рентгеновские преломляющий линзы из никеля для диапазона энергий свыше 100 кэВ: физика изготовления, дизайн // Известия РАН, Сер. Физ. 2004, Т.68, №4, С.482-488.

16. Nazmov V., et al. LIGA fabrication of X-ray nickel lenses // *Microsyst. Technol.* 2005. Vol.11, №4-5. P.292-297.
17. Chernov V.A., ..., Nazmov V.P., et al. Study of SR beam focusing with X-ray compound refractive lenses at the VEPP-3 storage ring // *NIM A.* 2005. Vol.543, №1. P.326-332.
18. Nazmov V., et al. Crossed planar X-ray lenses made from nickel for X-ray micro focusing and imaging applications // *NIM A.* 2007. Vol.582. P.120-122.
19. Reznikova E., ...Nazmov V., et al. Investigation of phase contrast hard X-Ray microscopy using planar sets of refractive crossed linear parabolic lenses made from SU-8 polymer // *Phys.stat.sol.A.* 2007. Vol.204, №8. P.2811-2816.
20. Nazmov V., et al. X-ray lenses fabricated by LIGA technology // *AIP Conf. Proc.* 2007. Vol.879. P.770-773.
21. Reznikova E., ..., Nazmov V., et al. Soft X-ray lithography of high aspect ratio SU8 submicron structures // *Microsyst. Technol.* 2008. Vol.14. P.1683-1688.
22. Simon M., Reznikova E., Nazmov A., Last A. Measurement of sidewalls of high aspect ratio microstructures // *Microsystem Technologies.* 2008. Vol.14, no.9-11. P.1727-1729.
23. Nazmov V., et al. Reflectivity test of X-ray mirrors for deep X-ray lithography // *Microsyst. Technol.* 2008. Vol.14, no.9-11. P.1299-1303.
24. Umbach M., Nazmov V., et al. Numerical simulations of achromatic X-ray lenses // *Proc.SPIE.* 2008. Vol.7077. P.70770G.
25. Simon M., ..., Nazmov V., et al. Testing of X-ray prism lenses // *Proc.SPIE.* 2008. Vol.7100. P.710025.
26. Umbach M., Nazmov V., et al. Achromatic X-ray focusing using diffractive and refractive elements // *Proc. SPIE.* 2008. Vol.7100. P.71001U.
27. Simon M., ..., Nazmov V., et al. X-ray prism lenses with large apertures // *Proc. SPIE.* 2008. Vol.7077. P.70771Q.
28. Nazmov V., et al. Highly efficient 2-D nano focusing by an optical system of planar refractive lenses // *Journ. Phys.: Conf..Ser.*2009. Vol.186, no.1, P.012069.
29. Reznikova E., ..., Nazmov V., et al. Transmission hard X-ray microscope with increased view field using planar refractive objectives and condensers made of SU-8 polymer // *Journ. Phys.: Conf.Ser.* 2009. Vol.186, P.012070.
30. Nazmov V., et al. Visualization of the development process in deep X-ray lithography // *NIM A.* 2009. Vol.603. P.153-156.
31. Simon M., Nazmov V., et al. Refractive x-ray optics made from polymer microstructures // *Proc. SPIE.* 2010. Vol.7716. P.77161B.
32. Haibel A., ..., Nazmov V., et al. Micro- and nano-tomography at the GKSS Imaging Beamline at PETRA III // *Proc. SPIE.* 2010. Vol.7804. P.78040B.
33. Simon M., ..., Nazmov V., et al. A new type of X-ray condenser lenses with large apertures fabricated by rolling of structured films // *AIP Conf. Proc.* 2010. Vol.1221. P.85-92.

34. Nazmov A., et al. Parabolic crossed planar polymeric x-ray lenses // Journ. Micromech. Microeng. 2011. Vol.21, no.1. P.015020.
35. Vogt H., ..., Nazmov V., et al. X-ray refractive large aperture rolled prism lenses as condensers for x-ray tubes // Proc. SPIE. 2011. Vol.8167. P.81670V.
36. Vogt H., ..., Nazmov V., et al. Advances in the development of x-ray refractive large aperture rolled prism lenses // Proc. SPIE. 2011. Vol.8076. P.80760I.
37. Nazmov V., et al. Polymerization of SU-8 under irradiation stimulated by temperature increase // Journ.Surf.Invest.: X-ray, Synchrotron and Neutron Techn. 2011, Vol.5, no.6. P.1023-1027.
38. Simon M., ..., Nazmov V., et al. Refractive optics for hard X-ray transmission microscopy // AIP Conf. Proc. 2011. Vol.1365. P.208-211.
39. Nazmov V., et al. Investigation of the radiation-induced thermal flexure of an x-ray lithography mask during a tilted exposure // Journ.Vac. Sci. Technol. B. 2011. Vol.29. P.011007.
40. Liu T., ..., Nazmov V., et al. A desktop X-ray monochromator for synchrotron radiation, based on refraction in mosaic prism lenses // Journ. Synch. Rad. 2012 Vol.19, Pt.2. P.191-197.
41. Nazmov V., et al. Polymer refractive crossed long lens: a new optical component for nanoimaging and nanofocussing in the hard X-ray region // Journ. Instr. 2012. Vol.7. P.P07019.
42. Simon M.,..., Nazmov V., et al. Refractive optical elements and optical system for high energy x-ray microscopy // AIP Conf. Proc. 2012. Vol.1437. P.116-120.
43. Kunka D., ..., Nazmov V., et al. Characterization method for new resist formulations for HAR patterns made by X ray lithography // Microsyst. Technol. 2013. Vol.20, no.10-11. P.2023-2029.
44. Nazmov V., et al. Mosaic-like micropillar array for hard X-ray focusing - one-dimensional version // Journ. Micromech. Microeng. 2013. Vol.23, no.9. P.095015.
45. Fukui H., ..., Nazmov V., et al. Large-aperture refractive lenses for momentum-resolved spectroscopy with hard X-rays // Journ. Synch. Rad. 2013. Vol.20, Pt. 4. P.591-595.
46. Ogurreck M., ..., Nazmov V., et al. The nanotomography endstation at the PETRA III imaging beamline // Journ. Phys.: Conf.Ser. 2013. Vol.425, no.18. P.182002.
47. Nazmov V., et al. LIGA micro-openings for coherence characterization of X-rays // Microsys. Technol. 2014. Vol.20, no.10-11. P.2031-2036.
48. Nazmov V., et al. Multi-field x-ray microscope based on array of refractive lenses // Journ. Micromech. Microeng. 2014. Vol.24, no.7. P.075005.
49. Marschall F., ..., Nazmov V., et al. X-ray full field microscopy at 30 keV // Journ. Phys.: Conf. Ser. 2014. Vol.499. P.012007.

50. Nazmov V., et al. Development and characterization of ultra high aspect ratio microstructures made by ultra deep X-ray lithography // Journ. Mater. Process. Technol. 2015. Vol.225. P.170-177.
51. Nazmov V., et al. Modified X-ray polymer refractive cross lens with adiabatic contraction and its realization // Journ. Micromech. Microeng. 2015. Vol.25, no.5. P.055010.
52. Goldenberg B.G., ..., Nazmov V.P., et al. Multibeam X-ray lithography to form deep regular microstructures // Journ. Surf. Invest.: X-ray, Synchrotron and Neutron Techn. 2016. Vol.10, no.1. P.92-95.
53. Nazmov V., et al. A method of mechanical stabilization of ultra-high-AR microstructures // Journ. Mater. Process. Technol. 2016. Vol.231. P.319-325.
54. Nazmov V., et al. Large-aperture two-dimensional x-ray refractive mosaic lenses // Appl. Opt. 2016. Vol.55. P.7138-7141.
55. Ogurreck M., Nazmov V., et al. X-ray imaging setup at beamline BW2 for testing of X-ray lenses and kinematic mounting mechanics // DORIS Annual report. 2010. P.55-56.
56. Tolochko B.P., ...Nazmov V.P., et al. The synchrotron radiation beamline 8-b at VEPP-4 collider for SAXS, WAXS and micro tomography investigation of fast processes at extreme condition of high temperature and pressure with nanosecond time resolution // Physics Procedia. 2016. Vol.84. P.427-433.
57. Ancharova U.V., ..., Nazmov V.P., et al. Structure investigations of radiation-modified polymers polyethylene and polymethylmethacrylate // Physics procedia. 2016. Vol.84. P.360-365.
58. Nazmov V., Mohr J. Röntgenlinse // Патент ФРГ DE 10 2004 059 285 A1, заявлен 09.12.2004, приоритет от 14.06.2006.
59. Nazmov V., Reznikova E., Mohr J., Wittemann R., Matthis B. An X-ray lens for focusing X-rays in two dimensions including a material permeable to X-ray radiation including a resist layer from a crosslinked polymer strongly bonded to the substrate // Патент ФРГ DE 10315898 A1, приоритет от 28.10.2004.
60. Nazmov V., Reznikova E., Mohr J. X-ray lens // Патент Европейского союза EP 1 701 360 A2, заявлен 29.11.2005, приоритет от 09.12.2004.
61. Назьмов В.П., Толочко Б.П. Преломляющая рентгеновская линза // Патент России RU2572045. Приоритет от 03.12.2013, зарегистрирован в Госреестре РФ 01.12.2015.
62. Nazmov V., Reznikova E., Mohr J. X-ray lens // Патент США US7263163 B2. Заявлен 06.12.2005, приоритет от 28.08.2007.

НАЗЬМОВ Владимир Петрович

**Литографическая широкоапертурная
рефракционная рентгеновская оптика**

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание учёной степени
доктора физико-математических наук

Сдано в набор 10.04.2018 г.

Подписано в печать 11.04.2018 г.

Формат 60x90 1/16 Объем 2.7 усл. печ.л., 2.2 уч.-изд.л.

Тираж 100 экз. Бесплатно. Заказ № 5

Обработано на РС и отпечатано

на ротапринтере ИЯФ СО РАН,

Новосибирск, 630090, пр. Академика Лаврентьева, 11