

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ  
УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ  
ИНСТИТУТ ЯДЕРНОЙ ФИЗИКИ ИМ.Г.И.БУДКЕРА  
СИБИРСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

*На правах рукописи*

НАЗЬМОВ Владимир Петрович

**ЛИТОГРАФИЧЕСКАЯ ШИРОКОАПЕРТУРНАЯ РЕФРАКЦИОННАЯ  
РЕНТГЕНОВСКАЯ ОПТИКА**

01.04.01. – Приборы и методы экспериментальной физики

Диссертация на соискание учёной степени  
доктора физико-математических наук

Новосибирск

2017

Введение.....	6
Глава 1. РАЗВИТИЕ РЕНТГЕНОЛИТОГРАФИЧЕСКОГО МЕТОДА ФОРМИРОВАНИЯ МИКРОСТРУКТУР СО СВЕРХВЫСОКИМ АСПЕКТНЫМ ОТНОШЕНИЕМ.....	23
1.1. Ультра-HARMs.....	23
1.1.1. Структурирование в ультратолстых слоях резиста .....	23
1.1.2. Характеризация ультрадлинных микроструктур с ультравысоким аспектным отношением.....	29
1.2. Стабилизация HARMs.....	37
1.2.1. Разработка и характеризация поддерживающего суб-слоя, формируемого с помощью рентгеновского излучения... ..	37
1.2.2. Разработка и характеризация поддерживающего суб-слоя, формируемого с помощью ультрафиолетового излучения .	41
1.2.3. Формирование поддерживаемых ультравысоких HARMs .....	42
1.2.4. Разработка интегрированной системы многоуровневой фиксации HARMs.....	46
1.3. Радиационная стойкость микроструктур из SU-8 к рентгеновскому излучению.....	49
1.3.1. Общие замечания.....	49
1.3.2. Изменение структуры полимера в рентгеновских лучах.....	51
1.3.3. Легколетучие фрагменты.....	52
1.3.4. Исследование размера фокуса в условиях эксперимента.....	55
1.4. Выводы к главе 1... ..	56
Глава 2. ПАРАБОЛИЧЕСКИЕ ЛИНЕЙНЫЕ ЛИНЗЫ.....	58
2.1. Основные определения.....	58
2.2. Конструктивные особенности планарных линз.....	61
2.2.1. Выбор материала.....	61
2.2.2. Оптимизация апертуры линзы.....	64

2.2.3. Статистический разброс положения преломляющих структур относительно оптической оси .....	66
2.2.4. Ограничение на дифракционный предел вследствие конечной апертуры линзы.....	67
2.3. Измерение размера фокуса.....	69
2.3.1. Общие замечания.....	69
2.3.2. Разработка флуоресцентного тест-объекта .....	71
2.3.3. Измерение размера фокуса с помощью флуоресцентного тест-объекта.....	74
2.4. Пример применения линейных линз с большой апертурой.....	76
2.5. Выводы к главе 2.....	80
Глава 3. ПАРАБОЛИЧЕСКИЕ ЛИНЗЫ С ТОЧЕЧНЫМ ФОКУСОМ .....	82
3.1. Принцип планарных скрещенных линз .....	82
3.2. Короткая или тонкая линза .....	84
3.2.1. Количество преломляющих микроструктур $N$ .....	84
3.2.2. Поворот линзы вокруг оптической оси.....	86
3.2.3. Тестирование скрещенных линз.....	87
3.2.3.1. Температурные деформации.....	87
3.2.3.2. Измерение размера фокуса.....	91
3.2.3.3. Элементный анализ микропроб.....	96
3.3. Длинная линза - параболическая линза с увеличенной числовой апертурой.....	100
3.3.1. Оптимизация параметров дизайна.....	100
3.3.2. Минимизация фокуса при большом размере источника.....	102
3.3.2.1. Расчёт величины фокуса.....	102
3.3.2.2. Измерение размера фокуса... ..	106
3.3.3. Рентгеновская микроскопия с помощью скрещенных полимерных преломляющих линз.....	108
3.3.3.1. Рентгеновская микроскопия сфокусированным лучом... ..	108
3.3.3.2. Микроскопия большого поля зрения.....	112

3.3.3.2.1. Моделирование.....	112
3.3.3.2.2. Экспериментальное исследование частично прозрачных микрообъектов.....	114
3.3.3.3. Многопольный рентгеновский микроскоп .....	121
3.3.4. Рентгеновский телескоп.....	129
3.4. Адиабатическая линза - следующий шаг по пути увеличения числовой апертуры.....	131
3.4.1. Моделирование и изготовление линзы.....	131
3.4.2. Измерение размера фокуса.....	140
3.5. Выводы к главе 3.....	142
Глава 4. КИНОФОРМНАЯ ЛИНЗА.....	145
4.1. Математическая модель линзы.....	145
4.2. Исследование процесса формирования линз.....	151
4.2.1. Линзы из ПММА.....	151
4.2.2. SU-8-линзы и их исследование.....	152
4.2.3. Никелевые линзы.....	160
4.3. Выводы к главе 4.....	165
Глава 5. МОЗАИЧНАЯ ЛИНЗА.....	166
5.1. Одномерная модель.....	166
5.1.1. Тонкая линза.....	167
5.1.1.1. Теоретическое построение .....	167
5.1.1.1.1. Геометрическая модель 1D мозаичной линзы .	167
5.1.1.1.2. Полуадиабатическое приближение.....	170
5.1.1.2. Изучение принципа формирования планарных полимерных мозаичных линз .....	175
5.1.1.3. Тестирование линз .....	177
5.1.1.3.1. Пропускание излучения линзой.....	178
5.1.1.3.2. Фокусное расстояние.....	182
5.1.1.3.3. Размер фокуса.....	183
5.1.1.4. Линзы из мультиматериала.....	184

5.1.2. Двумерная мозаичная линза .....	188
5.1.2.1. Математическая модель .....	188
5.1.2.2. Исследование мозаичных 2D линз .....	190
5.1.2.3. Исследование 2D линз с цилиндрической симметрией .....	193
5.2. Мозаичная линза с адиабатическим сужением .....	197
5.2.1. Математическая модель мозаичной адиабатической преломляющей 1D линзы .....	198
5.2.2. Оптические характеристики линзы с упорядочением по правилу мозаики адиабатически меняющихся в размере преломляющих элементов .....	203
5.3. Монохроматизация рентгеновского излучения .....	206
5.3.1. Предварительные замечания .....	206
5.3.2. Экспериментальное исследование монохроматизации .....	207
5.3.3. Модель полихромной линзы .....	211
5.4. Выводы к Главе 5 .....	219
Основные результаты работы .....	222
Рекомендации по использованию результатов и перспективы .....	224
Перечень сокращений .....	225
Список иллюстративного материала .....	227
Цитированная литература .....	228

## **ВВЕДЕНИЕ**

### **Актуальность темы исследования**

В последнее время благодаря развитию высокоточной техники (гониометры, детекторы, апертурные диафрагмы, моторизованные перемещатели 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 (микрорассеяние), 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 характеристики. Это позволяет результативно использовать указанные выше методы для научных исследований, в частности в биологии, химии, археологии, истории и хронологии, астрогеологии, физике.

Использование характеристического флуоресцентного излучения и уникальной скачкообразной спектральной зависимости фотоэлектрического поглощения в диапазоне жёсткого рентгеновского излучения для большинства атомов таблицы Менделеева позволяет изучить химический состав и объёмное строение объекта. С другой стороны, благодаря относительно короткой длине волны, дифракционный предел рентгеновской оптики значительно ниже такового для видимого излучения, что позволяет передать изображения объекта с пространственным разрешением до нанометрового диапазона. В то же время, благодаря высокому фазовому контрасту, открытому Цернике для оптического диапазона спектра и отчётливо проявляющемуся в жёстком рентгеновском диапазоне, может также быть выявлена незначительная вариация оптической плотности объекта.

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 повысить в целях скорейшего получения информации освещённость объекта путём концентрации излучения. С другой стороны, сами объекты обладают по своей природе микронными размерами, как то частицы пыли, аэрозолей, продукты микро- и нано-технологий, фракталы, элементы живых систем 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 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 с наиболее оптимальными значениями декремента показателя преломления и коэффициента поглощения и более высокими эксплуатационными характеристиками. Однако малый декремент показателя преломления материалов не позволяет изготовить, в частности, фокусирующие элементы рентгеновской оптики с большой апертурой, хотя увеличение апертуры обеспечило бы большой поток излучения на исследуемый объект, сократив длительность эксперимента и повысив точность измерений и производительность, если технологической, операции.

Поскольку апертура преломляющей рентгеновской оптики относительно мала, малы и анализируемые потоки рентгеновского излучения, а потому продолжительность измерений образцов нежелательно велика, особенно если принимать во внимание длительность экспериментов, предоставляемых на

конкурсной основе международным сообществом источников синхротронного излучения (3-5 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) катастрофически меняют свои свойства.

В большом количестве экспериментов чтобы обеспечить высокое пространственное разрешение используют рентгеновское излучение с высокой пространственной когерентностью, каковое генерируют, например, лазеры на свободных электронах [1] или обеспечивают длинные каналы вывода синхротронного излучения [2, 3], где размер поперечной когерентности может достигать единиц миллиметров. 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 принять луч таких размеров [4,5]. Тем не менее, до сих пор не предложено принципиального решения, посредством которого можно было бы повысить эффективность преломляющей рентгеновской оптики, т.к. входная апертура последней во много тысяч раз меньше, чем поперечные размеры пучков предоставляемого рентгеновского излучения, генерируемого различными источниками.

Поэтому представляет как теоретический, так и практический интерес разработка преломляющей 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.

К преимуществам преломляющей рентгеновской оптики можно отнести:

- её принцип, базирующийся на простых физических явлениях;
- конструктивную простоту, допускающую дальнейшее развитие;
- компактность при установке, простоту в юстировке при сохраняющемся направлении распространения первичного пучка;
- возможность эксплуатации в вакууме, атмосфере воздуха и других газов;

- простоту дизайна, мало подверженного влиянию радиации;
- низкий уровень рассеяния рентгеновского излучения;
- невысокую стоимость и вес.

Общая задача разработки преломляющей рентгеновской оптики разделяется на подзадачи, относящиеся к её отдельным элементам, выполняющим следующие функции:

1. Концентрация фотонов на объект. Вследствие большого угла расходимости излучения от характеристических источников рентгеновского излучения или больших расстояний до источника излучения (источники синхротронного излучения (СИ)), поперечный размер пучка рентгеновского излучения, как правило, много больше, чем обеспечивают апертурные диафрагмы в условиях эксперимента, и может достигать размера в несколько сантиметров. Поэтому всегда есть возможность повысить плотность потока фотонов на объект, для чего требуется рентгеновская оптика с большой геометрической и числовой апертурой, чтобы сконцентрировать пучок рентгеновского излучения на относительно коротком расстоянии, ограничиваемом размерами средств измерения (длиной исследовательской кабины, оптической скамьи и др.). Оценочный выигрыш в плотности потока при концентрации излучения в пределах экспериментальной зоны может достигать  $10^5$ .
2. Концентрация потока квантов на площадку, принятую за элемент разрешения в эксперименте с высоким пространственным разрешением. Прогресс в развитии микроскопических методов делает актуальным разрешение около 50 нм. Для его обеспечения требуются фокусирующие элементы с большой числовой апертурой.
3. Формирование параллельного (опорного) пучка излучения. Для проведения исследований с высоким угловым разрешением (дифракция, рассеяние рентгеновских лучей) относительно тонких или слабо поглощающих протяжённых объектов (рентгеновского шнура) длиной до нескольких сантиметров.

4. Формирование специфического пучка излучения для узких приложений: дефлекторов. В случае получения голограмм объектов, пучок падающего излучения может быть поделен пространственно на предметный и опорный с их последующим сведением на экране.
5. Мультипучок с меняющимися параметрами - предполагается для исследования близких по оптическим свойствам объектов. Также представляет интерес использование мультипучка для противораковой терапии, что также нуждается в более высоком потоке фотонов на поражённую зону пациента за короткое время.

### **Степень разработанности темы исследования**

Взгляд на возможность создания преломляющей рентгеновской оптики был крайне противоречив до последнего времени. Первоначально Вильгельм Конрад Рентген в своих экспериментах усмотрел невозможность фокусировки открытого им нового вида излучения, в чём, однако, позже усомнился профессор П.Киркпатрик, указывая на возможные преимущества рентгеновского микроскопа перед электронным как то возможность проведения исследований на воздухе. Причём высокая проникающая способность рентгеновских лучей обеспечивала бы возможность исследования внутренней структуры объектов [6]. Тем не менее, ещё в 80-х годах XX века считалось невозможным (например, профессорами Е.Спиллером [7] и Д. Аттвудом [8]) построение преломляющей рентгеновской оптики из-за большого фокусного расстояния, что следует из очень малого декремента показателя преломления материалов в жёстком рентгеновском диапазоне спектра, и, вдобавок, высокого значения коэффициента поглощения. Однако А.Мишетт, оценив параметры плоско-вогнутой линзы для диапазона мягкого рентгеновского излучения, заключил, что «...такие линзы могут быть не столь уж неприемлемыми...» [9]. Сделанные оценки двояковогнутых линз дали С.Суехиро с коллегами почву для дискуссии о целесообразности создания последних из тяжёлых материалов, таких как золото, платина или вольфрам на

каналах вывода СИ [10] даже в жёстком рентгеновском диапазоне. Однако большая фокусная длина, неизвестная величина декремента показателя преломления в актуальном рентгеновском диапазоне и высокие коэффициенты поглощения материалов не позволят создать светосильную оптику, способную конкурировать с уже хорошо зарекомендовавшей себя электронной микроскопией, считал профессор А.Мишетт [11]. Несмотря на скепсис А.Мишетта, Янгом [12] был проведён всесторонний анализ плосковогнутой преломляющей линзы для диапазона жёсткого рентгеновского излучения, включая выбор материала. На базе наиболее легких из них: лития [13], бериллия [14], стеклоуглерода [15], алмаза [16], алюминия [17], кремния [18] в последующие годы были разработаны универсальные технологии и получены экспериментальные образцы линз с непрерывным преломляющим параболическим профилем, интенсивно, однако, ослабляющем излучение на периферии линзы, ограничивая её апертуру. Благодаря использованию лёгких материалов Кремером и коллегами были созданы линзы с непрерывным преломляющим параболическим профилем и относительно большой апертурой лишь благодаря большому фокусному расстоянию, когда количество преломляющих элементов в линзе относительно невелико [19], какая может быть достигнута без минимизации поглощения и является тривиальным решением, как это показали Снигирёв с соавторами в работе [20]. Однако увеличение апертуры одновременно с минимизацией фокусного расстояния обеспечило бы и больший поток квантов и меньший размер фокуса и, потому, ещё более высокую плотность квантов на объект.

Решение проблемы длинного фокуса предложил Т.Томие, запатентовав линзу, состоящую из последовательности цилиндрических отверстий одинакового диаметра, расположенных на оптической оси и обеспечивающих как линейный, так и точечный фокус (если дно отверстий имеет сферическую форму) [21-24]. Введённая им для характеристики такой линзы величина эффективного радиуса имела порядок сотни микрометров. Но Б.Янгом было предложено снизить поглощение на периферии апертуры линз за счёт удаления пассивного материала и соединения преломляющего профиля в одну ломаную кривую, названную

линзой Френеля (а профиль киноформным), которая затем была реализована по планарной технологии и испытана В.Аристовым и коллегами, о чём сообщено в работах [25-27]. Однако Л.Огнев в работе [28] проанализировал численным методом систему из преломляющих элементов с киноформным профилем и обнаружил, что интенсивность в фокусе такой линзы зависит от толщины линзы, что можно объяснить отклонением сброса фазы от величины, кратной  $2\pi$ . Также Л.Огневым было отмечено возникновение возмущения волнового поля вблизи границы раздела между зонами нулевого и первого порядка. Аналогично Х.Ян в работе [29], используя как геометрическое, так и динамическое приближение и моделируя функцию пропагатора линзы, установил, что на острых вершинах происходит существенное рассеяние излучения, ведущее к искривлению волнового фронта и, как следствие, уменьшению эффективной апертуры и ухудшению величины дифракционного предела. И хотя апертура линзы может быть увеличена за счёт увеличения количества сегментов, ширина их монотонно уменьшается, и геометрическая модель становится неверна, в отличие от дифракционной. С другой стороны, воспроизведение узких сегментов требует прецизионной технологии. Например, М.Пиструп и коллеги запатентовали в [30] линзу из бериллия с киноформным преломляющим профилем, однако о применении или хотя бы о результатах изготовления такой линзы ничего не известно. Тем не менее, К.Эванс-Лютеродт с коллегами с помощью линз с киноформным профилем впервые продемонстрировал превышение величины угла отклонения излучения над углом полного внутреннего отражения материала (линзы) [31], а В.Аристов с сотрудниками разработали и протестировали киноформную линзу из кремния, о чём ими доложено в [32]. Несмотря на очень высокую селективность в Бош-процессе, скорость травления кремния оказалась зависящей от поперечного размера каналов, что в принципе вносит неоднородность в структуру линзы, не обеспечивая в то же время требуемого уровня шероховатости поверхности. Поэтому В.Ярком была предложена (одновременно с настоящей разработкой) преломляющая линза на основе массива микропризм (названная Клессидрой), показавшая, в принципе, возможность иным

способом перераспределить преломляющие элементы в линзе, однако не оптимизированная по другим оптическим параметрам и качеству исполнения, напрямую определяющему размер фокусного пятна [33]. Вдобавок, в модели Клессидры не были учтены особенности длинной линзы.

Параллельно шли поиски пути уменьшения размера фокуса за счёт увеличения числовой апертуры. Так, В.Аристов и коллеги, учтя изменение концентрации плотности энергии на оптической оси линзы по мере распространения излучения от её входа, предложили в [34] преломляющую линзу с уменьшающейся в геометрической прогрессии величиной апертуры вдоль оптической оси линзы, однако закон изменения апертуры не вполне соответствовал ширине распределения функции пропагатора, и К.Шроер с Б.Ленгелером в работе [35] предложили модель линзы с оптимальной функцией уменьшения апертуры, следуя которой ширина поперечного распределения пропагатора в линзе согласуется с величиной апертуры. Однако авторами не были указаны пути реализации такой идеализированной модели.

В то же время для увеличения апертуры в системе изображения микрообъектов рентгеновского микроскопа М.Пиструп в [36] предложил воспользоваться известным из оптики видимого излучения принципом мультипольной линзы, проведя, однако, анализ своей идеи очень обще, чтобы сформировать на практике такую линзу одновременно передающую изображения от нескольких полей зрения непосредственно в рентгеновских лучах.

В дополнение, ссылки по теме разработки преломляющей рентгеновской оптики можно также найти в диссертациях [37-43].

Как сказано выше, для разработки элементов преломляющей оптики предложены различные материалы, практически каждому из которых отвечает свой метод обработки. Метод рентгенолитографии, предложенный Д.Спирсом и Х.Смитом в [44] и позднее одним из них теоретически проанализированный в работе [45], кажется наиболее привлекательным, поскольку позволяет обеспечить как высокую точность формирования сложного рельефа, так и высокую производительность по сравнению с фото- и электронной литографией. В

частности, высокая точность переноса размеров базируется на использовании коротковолнового – рентгеновского – излучения, обеспечивающего меньшее по величине дифракционное искажение топологии, чем фотолитография. Во-вторых, фотохимические реакции, приводящие к изменению молекулярной массы облучаемого рентгеночувствительного материала - рентгенорезиста, определяются главным образом Оже-электронами, инициируемыми рентгеновским излучением, как показано в работах [46, 47], длина свободного пробега которых не превышает десятков нанометров. Разработка метода происходила путём параллельного развития его составляющих: источников излучения, установок экспонирования и совмещения, рентгеновских резистов и рентгеновских масок, а также исследования и оптимизации условий собственно структурирования, охарактеризованных Уено в сборнике [48]. Настольные источники излучения развивались на основе рентгеновских трубок, генерации лазерной плазмы, пинч-эффекта, однако яркость и коллимированность их были неудовлетворительно низки, и будущее было за синхротронным излучением. В части установок экспонирования и совмещения довольно успешные решения были найдены – А.Хойбергером (A.Heuberger), Ю.Мором (J.Mohr). В качестве рентгенорезистов рассматривались как уже используемые, например, для электронной литографии, Д.Гриничем (D.Greenich), так и разрабатывались новые резисты - с химическим усилением, например, Х.Такахаши (H.Takahashi).

Наиболее резонансные работы в области рентгенолитографического структурирования принадлежат Ю.Владимирскому (J.Vladimirsky), Х.Бетцу (H.Betz) и Ф.Серрине (F.Cerrina), К.Сузуки (K.Suzuki). В СССР существенный вклад в развитие метода внесли С.Мазуренко, А.Кривоспицкий, В.Кудряшов, Ю.Боков, В.Чесноков, В.Мишачёв. В ИЯФ СО РАН исследования в области рентгенолитографии под руководством Г.Кулипанова начаты в 1978 году на базе источников СИ – ВЭПП-2 и ВЭПП-3 [49].

Дальнейшее развитие метод рентгенолитографии получил - благодаря работе профессора Бекера и коллег [50] - в лице метода LIGA на базе глубокой рентгенолитографии для решения проблемы создания микроструктур высотой в

сотни микрометров – в сотни раз большей, чем было предложено основоположниками в [44]. Г.Файертаг и соавторы в работе [51] исследовали условия формирования таких микроструктур в зависимости от энергии используемых для передачи изображения квантов. И достижимая величина высоты микроструктур оказалась неким компромиссом между дозой рентгеновского излучения, поглощённого в приповерхностном и придонном слоях. С другой стороны, повышение дозы в приповерхностном слое приводило к усилению влияния эффекта близости. Как отмечали В.Эрфельд и М.Шмидт в [52], в случае использования ПММА наблюдаются вторичные эффекты, которые вызывают искажение как формы и геометрических размеров структур, так и повышают шероховатость поверхности боковых стенок.

Решением проблемы могло бы стать снижение разницы приповерхностной и придонной доз за счёт повышения энергии фотонов. Однако, низкая чувствительность ПММА к рентгеновскому излучению высоких энергий квантов требует неприемлемо длительной экспозиции. Относительно недавно К.Ли и коллеги сообщили в работе [53] о том, что они разработали химически стимулированный негативный фоторезист SU-8 на базе эпоксидной смолы, и, как показали Богданов и Передков в работе [54], высокоаспектные структуры могут быть сформированы из этого материала посредством рентгеновского излучения. Однако, могут ли быть при этом соблюдены требования, накладываемые на процесс формирования преломляющих рентгеновское излучение структур – для этого необходимо провести исследование поведения материала в условиях процесса, а затем изучить его свойства под действием рентгеновского излучения, и в дальнейшем характеристик полученных рентгенооптических элементов и систем.

Понятно, что качество структур, характеризующихся высоким аспектным отношением, сильно зависит от их механических свойств, начиная с момента жидкостного проявления скрытого изображения (они агрегируются в кластеры под действием капиллярных сил, как показал Т.Маппес и соавторы в работе [55]) до поперечных нагрузок на разных этапах применения: механическая

устойчивость особенно важна для формирования фокуса микронных размеров и менее: Б.Шью и коллеги в работе [56] предложили удалять воду из микроструктур после промывки посредством медленного испарения. Однако эксперименты показывают, что ни снижение интенсивности испарения не гарантирует воспроизведения вертикальности структур, ни замена растворителя другим с большим углом смачивания - система, которую исследовали Ф.Кох и коллеги в работе [57].

Чтобы избежать проблемы механической нестабильности, в дизайн вводят конструктивные элементы, которые искажают топологию и меняют её функциональные свойства. Таким образом, можно констатировать, что универсального решения механической нестабильности микроструктур с высоким аспектным отношением к настоящему времени не предложено.

## 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 спектра на базе физического явления преломления рентгеновского излучения;

- LIG-метода формирования вышеназванных систем и изучение их рентгенооптических свойств. Увеличение геометрической и числовой апертуры рентгеновской оптики позволит:

- уменьшить размер фокусного пятна;
- 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 поведение разработанной преломляющей оптики в пользовательских экспериментах.

### **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. Впервые модифицирован метод 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.

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 в несколько раз превышает длину волны (без учёта рассеяния излучения в линзе) используемого рентгеновского излучения, а выигрыш в интенсивности в фокусе 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 широкоапертурная линза, позволившая фокусировать 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 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 около 10.

## **Теоретическая и практическая значимость**

1. Развитые математические модели могут быть использованы для построения систем LIG-оптики с другими входными параметрами на базе других 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 устанавливаются значения искомых параметров, которые в дальнейшем

сравниваются как с моделированными, так и с полученными ранее на других оптических системах (метод сравнения). В дополнение, исследуются физико-химические свойства материала, которые успешно используются при выработке условий формирования микроструктур.

### **Основные положения, выносимые на защиту**

1. Метод формирования ультравысоких структур 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.

### **Достоверность и апробация диссертации**

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 использованием 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 Международных, 10 Российских и 6 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-й, 8-й, 9-й, 10-й и 11-й Международной конференции 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-м, 6-м, 7-м, 8-м и 9-м Международном совещании по технологии высокоаспектных микросистем «HARMST» (Монтерей, США, 2003; Гуонгжу, Южная Корея, 2005; Безансон, Франция 2007; Саскатун, Канада, 2009; Хсин-Чу, Тайвань, 2011) и 10-м Международном совещании по технологии высокоаспектных микро- и наносистем «HARMNST» (Берлин, Германия, 2013), на Национальном совещании по рентгеновской оптике (Нижний Новгород 2003), на 17-м, 20-м и 21-м Международном конгрессе по рентгеновской оптике и микроанализу «ICXOM» (Шамони, Франция, 2003; Карлсруэ, Германия, 2009; Кампинас, Бразилия, 2011), на Европейской конференции по рентгеновской спектроскопии «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 «СХRF» (Гент, Бельгия, 2005), на 8-й, 9-й, 10-й и 11-й Международной конференции 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 наномикро-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 наносистем «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 АНКА (Карлсруэ, 2005; Карлсруэ, 2007; Карлсруэ, 2008; Карлсруэ, 2010 - все Германия), на 2-м совещании по использованию синхротронного излучения источника СИ РЕТРА-III (Гамбург, Германия, 2008), на Международном совещании по инструментарию и методологии исследования микро- и нано-объектов с помощью рентгеновского излучения (Эрице, Италия, 2007).

# Глава 1. РАЗВИТИЕ РЕНТГЕНОЛИТОГРАФИЧЕСКОГО МЕТОДА ФОРМИРОВАНИЯ МИКРОСТРУКТУР СО СВЕРХВЫСОКИМ АСПЕКТНЫМ ОТНОШЕНИЕМ

## 1.1. Ультра-HARMs

### 1.1.1. Структурирование в ультратолстых слоях резиста

Для формирования высоких структур, характеризуемых ультравысоким аспектным отношением (High Aspect Ratio Microstructures, HARM), разработана специальная методика формирования ультратолстых слоёв фоторезиста SU-8. Поскольку исходный форполимер диглицидил эфир бис-фенола А (DGBEA) имеет высокую вязкость (до 80000 сСт), формирование слоёв перед облучением на подложке проводят посредством полива и термической сушки. Проблема формирования высушенного слоя состоит в том, что последующая операция облучения рентгеновским излучением исключает устройство боковых границ слоя, а капиллярные силы (при температуре сушки 95°C) ограничивают толщину слоя высотой не более 1,5 мм: свыше этой толщины в высохшей верхней плёнке образуются трещины и незатвердевший форполимер вытекает наружу. Решение проблемы искали посредством математического моделирования.

Процесс сушки толстого слоя был описан с помощью одномерного уравнения Фика, где искомой функцией  $c(z)$  является остаточная концентрация разбавителя в слое [58] (Здесь и далее научные результаты получены автором лично, за исключением оговорённых в тексте случаев):

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial z} \left\{ \Phi(c) \frac{\partial c}{\partial z} \right\} \quad (1.1)$$

здесь  $\Phi(c)$  - коэффициент диффузии разбавителя (гамма-бутиролакона),  $t$  - время,  $z$  – координата в направлении, ортогональном плоскости подложки. Поскольку, толщина слоя уменьшается в процессе испарения разбавителя, граница слоя, контактирующая с атмосферой, перемещается (т.н. задача Стефана). В качестве граничных условий применены экспериментальные данные о толщине слоя и средней концентрации разбавителя в слое, представленные на рисунке 1-1.

Хорошее совпадение результатов расчёта с экспериментом на рисунке 1-2 наблюдается для степенной зависимости коэффициента диффузии разбавителя от концентрации:  $\Phi(c) = \Phi_0 \exp(b\sqrt{c})$ , где  $\Phi_0$  – коэффициент диффузии при концентрации разбавителя, близкой к нулю,  $b$  – константа.

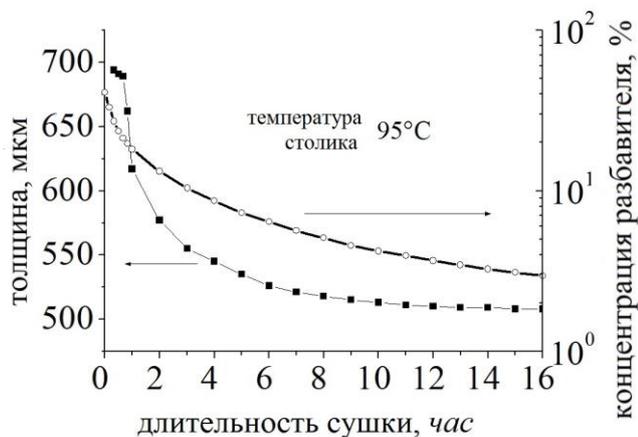


Рисунок 1-1. Измеренные толщина и средняя концентрация разбавителя в слое в зависимости от времени.

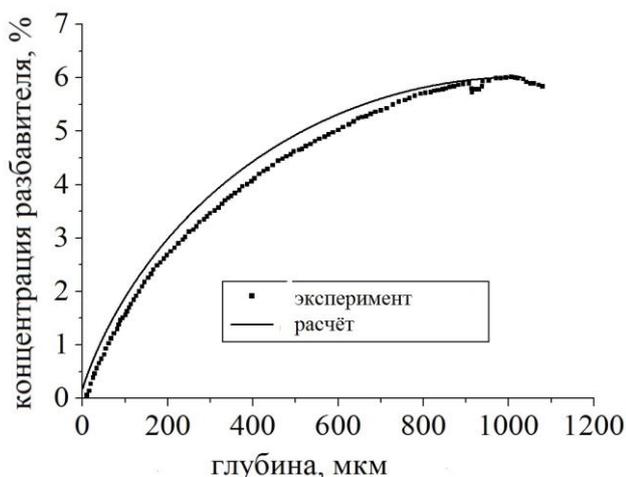


Рисунок 1-2. Распределение концентрации разбавителя по толщине слоя резиста после сушки в течение 3000 минут.

Как видно из рисунка 1-2, перепад концентрации разбавителя на толщине слоя в 1 мм довольно значителен, и с увеличением толщины слоя ещё возрастёт.

С другой стороны, модель позволяет рассчитать требуемую длительность сушки слоя, как продемонстрировано на рисунке 1-3: чтобы достичь средней концентрации разбавителя 3% в слое, например, толщиной 5 мм длительность сушки должна составлять не менее 400 часов.

Чтобы повысить производительность процесса и обеспечить небольшой перепад концентрации разбавителя по толщине слоя, в работе [58] предложен и детально описан универсальный метод, обеспечивающий, с одной стороны равномерную по толщине концентрацию разбавителя, с другой стороны, толщина формируемого слоя не лимитируется больше процессом диффузии и длительностью сушки.

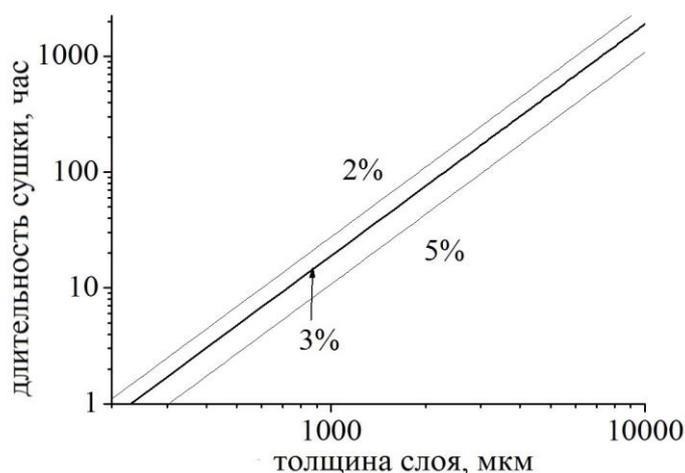


Рисунок 1-3. Длительность сушки в зависимости от толщины слоя, рассчитанная для средней концентрации остаточного разбавителя 2%, 3% и 5%.

В целях формирования ультравысоких структур с ультравысоким аспектным отношением готовили слои фоторезиста толщиной 7 мкм по методике работы [58], которые облучали на станции рентгенолитографии LITHO-III фотонами, генерируемыми в магнитном поле поворотного магнита источника СИ ANKA. Энергия фотонов лежит в диапазоне от 5 до 45 кэВ. Спектр излучения, поглощаемого в фоторезисте SU-8, представлен на рисунке 1-4.

Поскольку с увеличением толщины слоя рентгенорезиста увеличивается его сопротивление потоку джоулевого тепла, рассеянного рентгеновским излучением в слое - полимерный резист обладает низкой, характерной для своего класса материалов теплопроводностью - это ведёт к существенному нагреву и, как следствие, нежелательному изменению размеров и искажению форм передаваемой топологии.

В работе [59] детально проанализированы методы, стимулирующие снижение радиационно-индуцированной температуры, такие как вариация

давления охлаждающего газа в камере облучения (гелия), скорость сканирования и длительность ожидания в поворотных точках скана, частота модуляции и длительность строба падающего излучения, толщина и материал фильтров, поглощающих излучение на входе в установку экспонирования, угол наклона зеркала скользящего падения (если используется отражённый луч СИ), толщина центрального бимстопа (при необходимости). В результате установлено, что для минимизации тепловых искажений следует снижать тепловую нагрузку путём подавления мощности первичного пучка. По совокупности свойств, оптимальным инструментом подавления мощности может быть выбран центральный бимстоп - блокирующий центральную часть пучка СИ, содержащую кванты высоких энергий - в комплекте с фильтром, подавляющим мягкую компоненту спектра. Тем самым, может варьироваться не только мощность, но и спектр падающего излучения.

Благодаря использованию центрального бимстопа, свойства которого также обсуждаются в работе [59], тепловая нагрузка, а потому и тепловые искажения рентгеновской маски и образца минимизируются. Также благодаря использованию бимстопа спектральная полоса первичного излучения может быть сужена, но максимум спектра поглощённой дозы может быть зафиксирован при одной длине волны вследствие подавления мощности – в мягкой области спектра - дополнительными фильтрами, также установленными в канале вывода излучения. При этом фактор уменьшения мощности первичного пучка в эксперименте достигал величины 20. Благодаря возможности варьировать толщину центрального бимстопа и фильтров спектр поглощённого излучения выбирали так, чтобы обеспечить перепад дозы на толщине слоя резиста в диапазоне от 2 до 3.

Ниже описаны типичные условия формирования ультра-HARMs. Толщина титановой мембраны рентгеновской маски 2,4 мкм, толщина поглощающих структур из золота на ней – 100 мкм (технология формирования такой маски описана в работе [60]). С учётом характеристической кривой резиста, доза в приповерхностном слое составляла  $105 \text{ Дж/см}^3$ , а придонная доза -  $40 \text{ Дж/см}^3$ , что

требует 14-часовой длительности облучения слоя резиста толщиной 7 мм. Для сравнения расчётная длительность облучения слоя ПММА толщиной 7 мм при том же соотношении доз на поверхности и у дна составляет 1250 часов.

Задубливание облучённого слоя проводили в вакуумной печи при нагревании до 51°C и удержании достигнутой температуры в течение одного часа. Затем температуру повышали до 75°C с удержанием в течение трёх часов, после чего образцы охлаждали неконтролируемо до комнатной температуры. Процедура занимает около 12 часов.

Скрытое изображение проявляли в PGMEA (Propylene Glycol Methyl Ether Acetate) в течение 6 часов. После полоскания в течение часа в изопропиловом спирте подложки сушили при 30°C в течение 30 мин. Полученные микроструктуры представлены на рисунках 1-5 и 1-6.

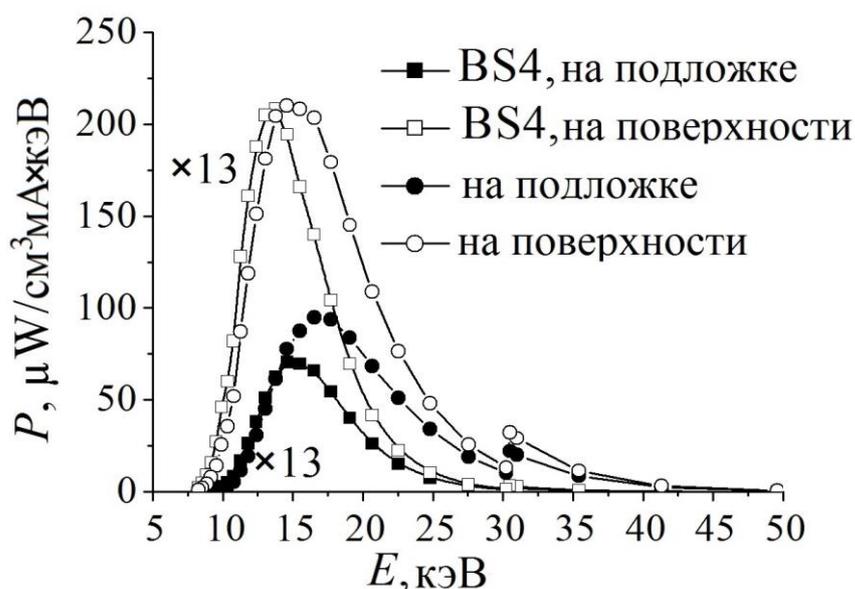


Рисунок 1-4. Расчётный спектр мощности излучения, поглощённого в приповерхностном и придонном слоях 7мм-го слоя фоторезиста mr-L5100PXP, с учётом алюминиевого фильтра, состоящего из 32 фолег по 18,4 мкм толщиной и углеродного фильтра толщиной 652 мкм. Станция ЛИТНО-III (АНКА). Центральный бимстоп имеет толщину 4 мм (BS4). Скачок дозы при энергии фотонов 30 кэВ вызван наличием  $Sb_K$ -края в спектре поглощения триарилсульфониевой соли, присутствующей в составе фоторезиста в качестве фотогенератора [61].

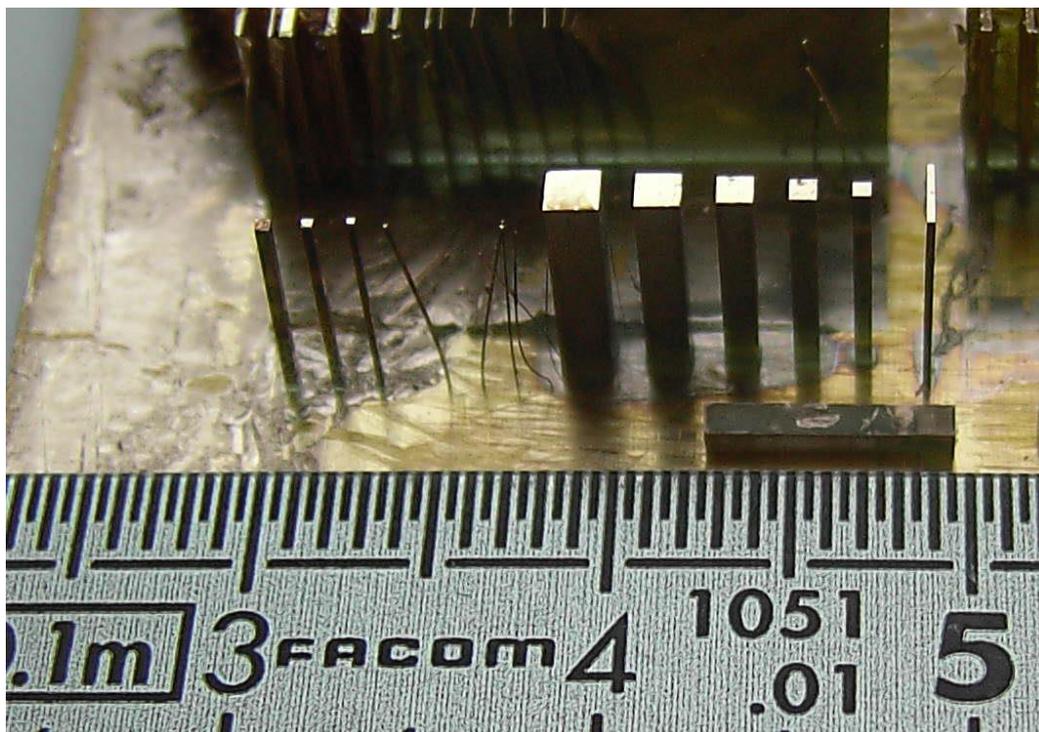


Рисунок 1-5. РЭМ-фотография микроструктур высотой 7000 мкм в резисте  $\mu\text{-L5100PXP}$ . Номинальное сечение структур (слева направо)  $400 \times 400$  мкм;  $300 \times 300$  мкм;  $200 \times 200$  мкм;  $100 \times 100$  мкм;  $80 \times 80$  мкм;  $60 \times 60$  мкм;  $40 \times 40$  мкм;  $1500 \times 1500$  мкм;  $1250 \times 1250$  мкм;  $1000 \times 1000$  мкм;  $750 \times 750$  мкм и  $500 \times 500$  мкм.

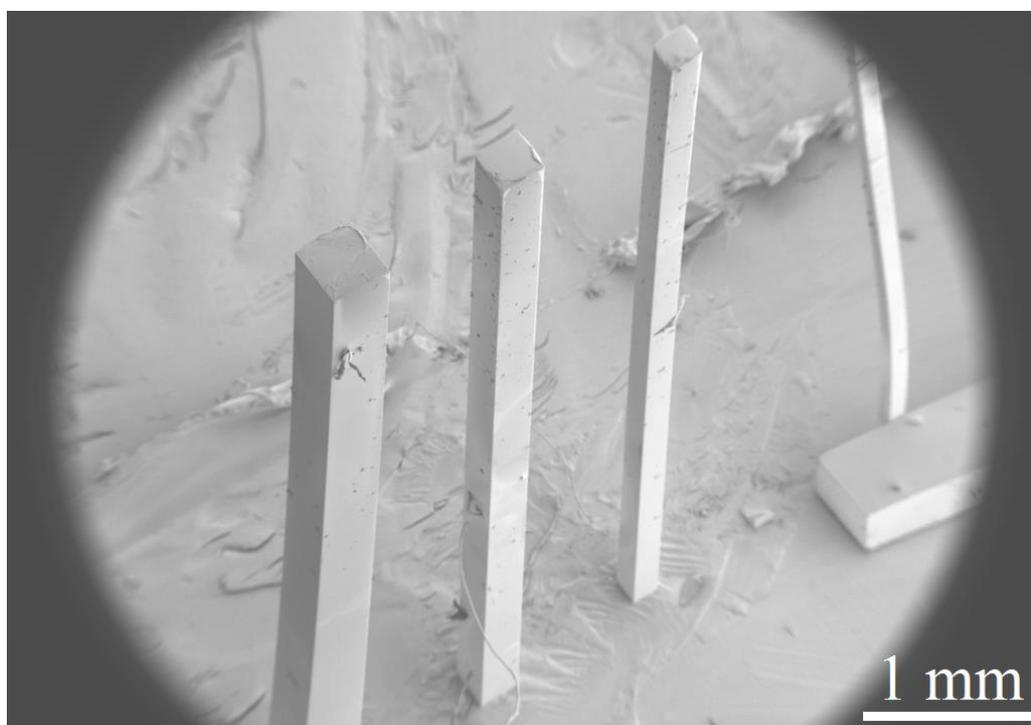


Рисунок 1-6. РЭМ-фотография микроструктур, изображённых на рисунке 1-5 с номинальным сечением:  $400 \times 400$  мкм;  $300 \times 300$  мкм;  $200 \times 200$  мкм и  $100 \times 100$  мкм.

### 1.1.2. Характеризация ультрадлинных микроструктур с ультравысоким аспектным отношением

Геометрические параметры изготовленных в резисте mr-L5100PXP микроструктур представлены в Таблице 1.1. (Резист mr-L5100PXP является модификацией широко распространённого фоторезиста SU-8). Микроструктуры с сечением менее чем  $100 \times 100$  мкм не вертикальны вследствие недостаточной механической прочности, однако поддерживающий суб-слой, изготовленный из того же полимерного материала, поможет решить эту проблему (см.раздел 1.2).

Таблица 1.1. - Параметры ультравысоких HARMs.

Номинальный размер микро-структур на маске, мкм	Поперечный размер структур в резистивном слое, мм			Шероховатость боковой стенки, нм			Поверхностная корка, характеристика
	глубина, мм			глубина, мм			
	0	3,5	7,0	0	3,5	7,0	
20	17,8±0,11	18,5±0,11	-	20	21	-	Не обнаружена
40	40,6±0,11	40,2±0,11	40,4±0,11	26	26	27	Не обнаружена
101	100,2±0,2	102,1±0,2	103,3±0,2	140	108	88	Слабые остатки, тонкая плёнка
200	207,8±0,3	207,5±0,3	206,2±0,3	163	154	156	Явные остатки, тонкая плёнка
500	507,5±0,6	507,5±0,6	506,1±0,6	284	146	258	Толстый осадок, толстая плёнка

Для всех микроструктур наблюдается малый угол отклонения боковых стенок (менее 0,015) от вертикали. Хотя в литографии известны методики

получения структур с вертикальными стенками и даже отрицательными углами наклона, но для слоёв небольшой толщины в отличие от данного случая. Можно указать несколько факторов, влияющих в данном случае на наклон боковых стенок, а именно:

- усадка полимерного материала резиста (зависит от дозы и линейный коэффициент её достигает величины  $\sim 2\%$  при дозе выше пороговой);
- рассеяние энергии вторичными и Оже-электронами,
- протяжённый перепад распределения дозы между облучённой открытой областью и областью тени вследствие дифракции рентгеновских лучей на краях структур рентгеновской маски;
- параллакс актиночного излучения;
- величина абсолютной дозы.

Влияние трёх последних эффектов локальное и подробно рассмотрено в работах [58, 59, 60], но величина усадки структур определяется геометрией самой структуры в 3-х измерениях и поэтому зависит от топологии преломляющих элементов. Изменение размеров топологии вследствие усадки материала можно определить численно. При этом матрица искажения геометрии  $\nu$  со своими компонентами:

$$\nu^D = [\nu_{xx}, \nu_{yy}, \nu_{zz}, \nu_{xy}, \nu_{yz}, \nu_{zx}] \quad (1.2)$$

матрица напряжений  $\tau$ , обобщённая матрица жёсткости  $C$ , размерная матрица  $I$  и матрица коэффициентов линейного растяжения:

$$\eta^D = [\eta_{xx}, \eta_{yy}, \eta_{zz}, \eta_{xy}, \eta_{yz}, \eta_{zx}] \quad (1.3)$$

связаны соотношением:

$$\tau = C[\nu - I\eta] \quad (1.4).$$

Элементы матрицы  $\eta$  зависят от дозы и к настоящему времени ещё не изучены.

Оптимизация вышеперечисленных параметров может быть реализована посредством вариации длительности экспозиции, спектра излучения, качества структур на маске, а анализ результатов для простой геометрии структур проведён ниже.

На боковой стенке микроструктур наблюдается нерастворимый остаточный слой с увеличенной шероховатостью - относительно низкой шероховатости боковых стенок структур с малым (менее 10 мкм) поперечным размером – аналогичный наблюдаемому ранее с соавторами в работе [62] в условиях переэкспонирования слоя аналогичного фоторезиста. Толщина слоя соответствует в первом приближении длине пробега фотоэлектронов (см. рисунок 1-7). Более точно, его толщина несколько больше пробега вторичных электронов, поскольку вклад в дозу в окрестности боковых стенок дают все вторичные источники вблизи края геометрической тени. Поэтому ожидаемое влияние различных вторичных источников на качество поверхности боковой стенки структур можно охарактеризовать следующими факторами.

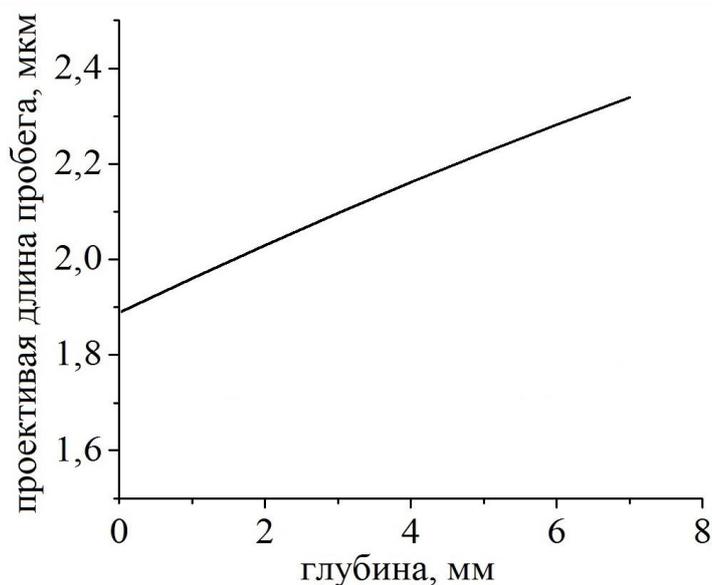


Рисунок 1-7. Средняя длина пробега фотоэлектронов, рассчитанная для различной глубины в резистивном слое с использованием модели, предложенной Фельдманом и Саном [63] с учётом спектра излучения, соответствующего актуальным условиям экспонирования.

а) Однородное распределение дозы в глубину ультратолстого слоя резиста может быть обеспечено за счёт увеличения энергии квантов. При этом, однако, отношение сечений фотоэлектрического поглощения к неупругому рассеянию уменьшается, как показано на рисунке 1-8. Поэтому классическая теневая рентгеновская литография, базирующаяся на фотоэлектрическом поглощении рентгеновских лучей, может быть успешно реализована лишь для энергий

квантов до 20 кэВ (что соответствует толщине слоя резиста около 15 мкм), что также отмечалось в работе [51], а также в диапазоне между 30 кэВ и 35 кэВ (соответствующая толщина слоя резиста 24 мкм) благодаря наличию в этом диапазоне спектра *K*-края поглощения сурьмы, небольшое количество которой входит в состав фоторезиста SU-8.

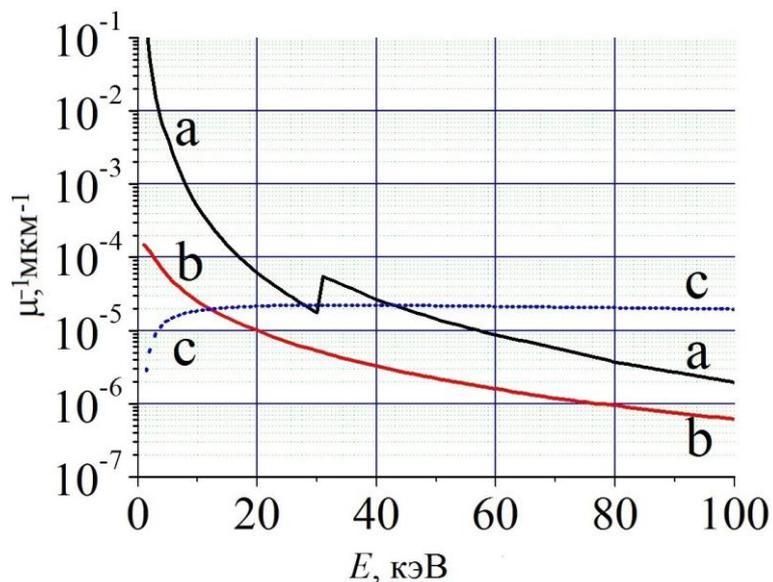
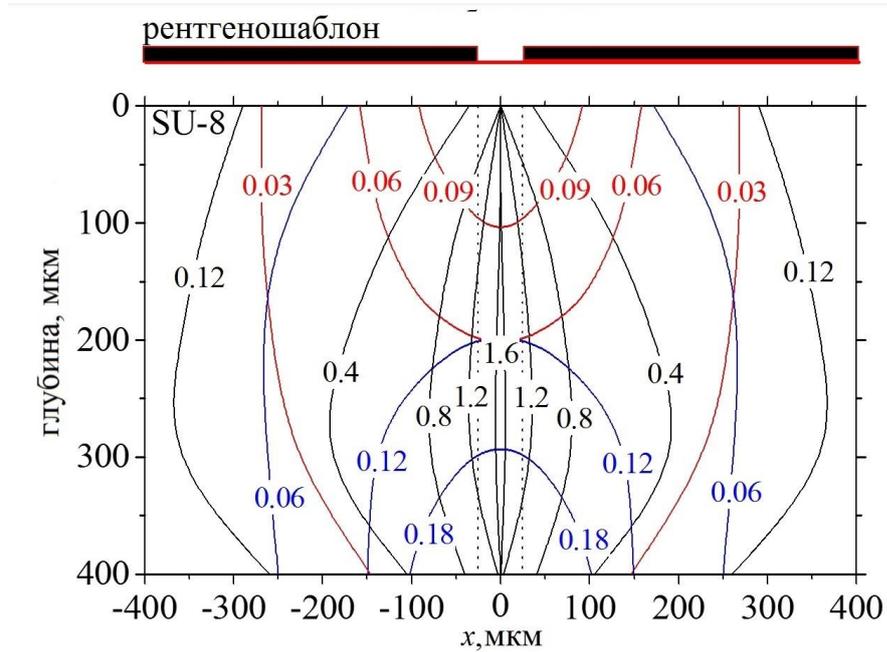


Рисунок 1-8. Линейный коэффициент ослабления излучения в материале фоторезиста SU-8, содержащий вклад (а) фотоэлектрического поглощения, (б) упругого рассеяния, и (с) неупругого рассеяния как функция энергии фотонов согласно данным Хенке [64], Сторма&Израэля [65] и Хаббла [66].

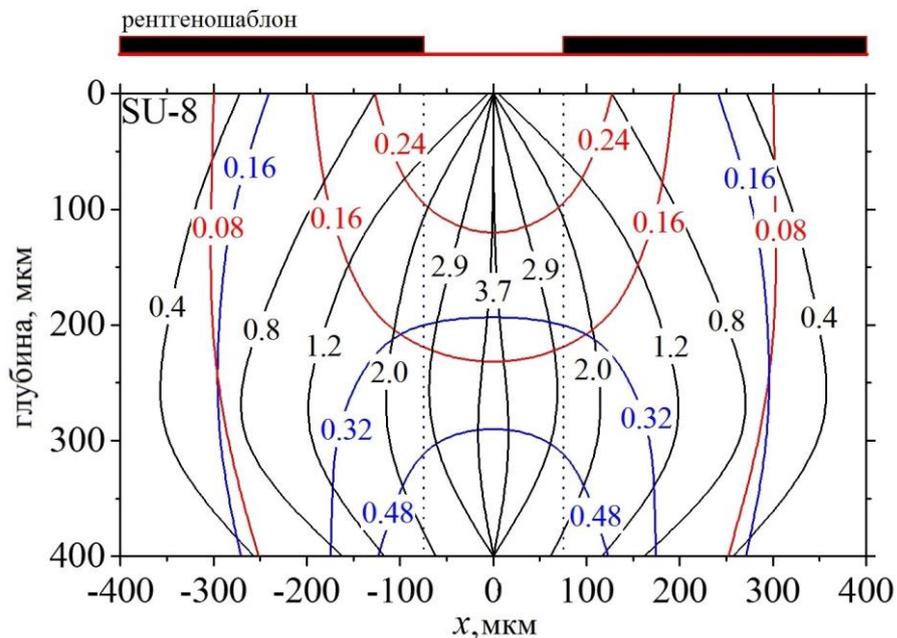
б) При облучении негативного рентгенорезиста рассеянное излучение приводит к возникновению нерастворимых участков между микроструктурами. На основе модели [67] был проведен расчёт распределения дозы рассеянного излучения в толстом слое резиста, учитывая что: результатом процесса рассеяния является потеря энергии рентгеновским квантом без изменения количества квантов, а при фотоэлектрическом поглощении меняется количество квантов, но энергия оставшихся квантов не меняется. Тогда эти процессы могут быть моделированы численно как независимые, что позволяет распространить вышеуказанную модель о рассеянии частиц на рассеяние энергии в полимерной среде с учётом вклада энергии рассеянных фотонов в акте фотоэлектрического поглощения.

Распределение дозы вторичного излучения в среде рентгенорезиста, а также рассеянного и рентгенофлуоресцентного излучения рентгеновской маски и

обратнорассеянного излучения кремниевой подложки рассчитаны для единичной структуры и представлены на рисунке 1-9.



а)



б)

Рисунок 1-9. Расчётное распределение вторичного излучения ( $\text{Дж}/\text{см}^3$ ) (от маски – красным цветом; от фоторезиста – чёрным цветом; от подложки – синим цветом) в слое резиста SU-8 в области микроструктуры с латеральным размером на маске: а) 50 мкм; б) 150 мкм для спектра источника СИ АНКА на станции ЛІТНО-ІІІ. Рентгеновская маска (Ti/Au). Перепад дозы первичного излучения по толщине слоя резиста 1,6.

Из рисунка 1-9 видно, что с увеличением латериального размера структур доза вторичного излучения увеличивается, а ареал распространения дозы расширяется, причём максимальная доза вторичного излучения сосредоточена на оси симметрии структуры вблизи середины слоя резиста.

На рисунке 1-10 представлены микроструктуры с различным латериальным размером. Ореол из остатков резиста наблюдается в средней части структур с диаметром от 150 мкм и более, что согласуется с моделью, представленной рисунком 1-9. Согласно модели, перекрытие областей, облученных вторичным излучением, зависит от размера окружающих структур и расстояния до них, что выражается в несимметрии распределения ореола вокруг структур из остатков резиста вокруг них.

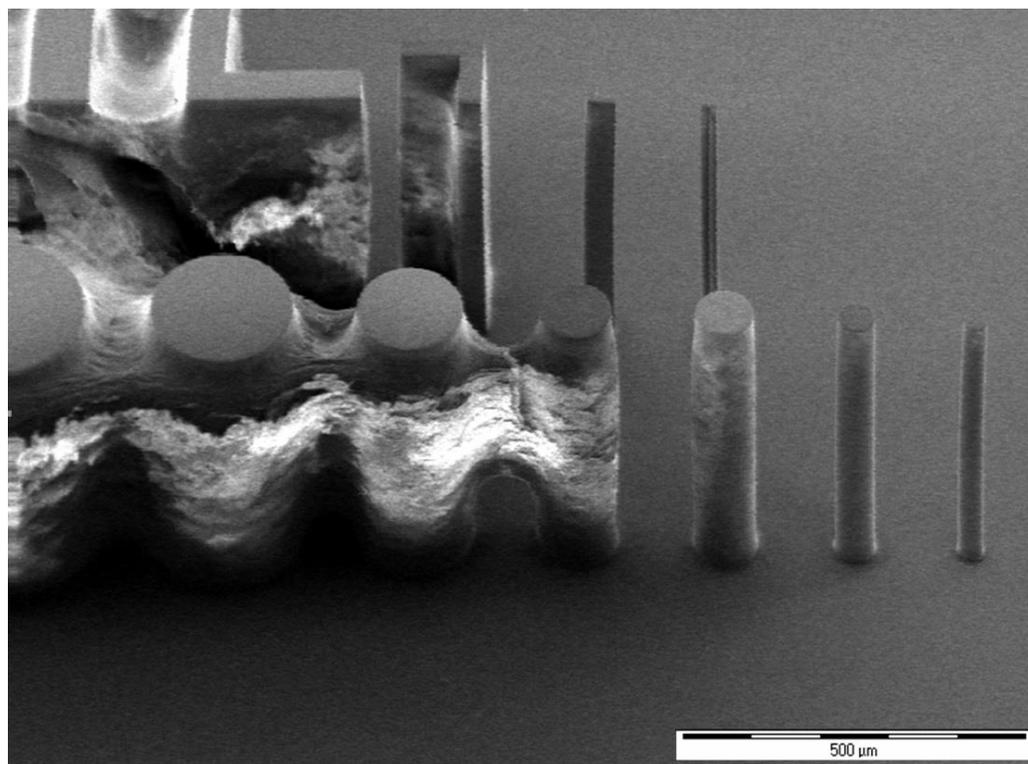
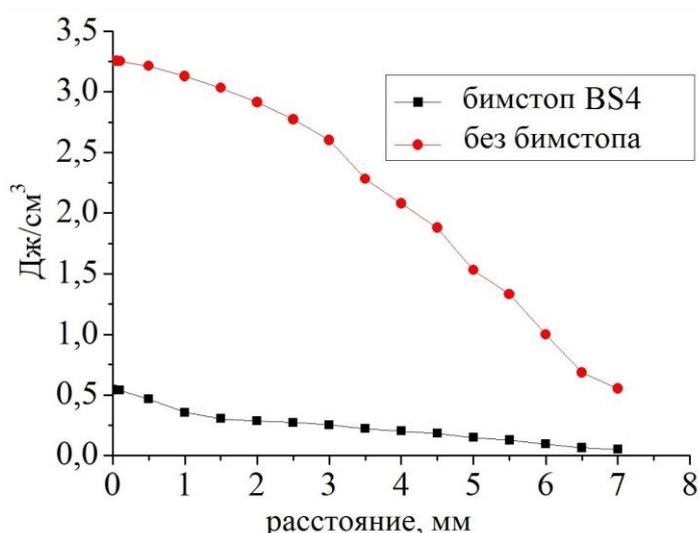


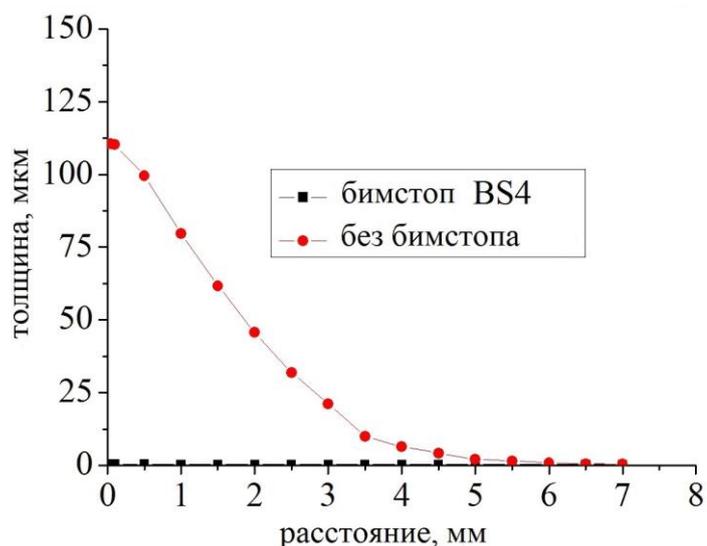
Рисунок 1-10. Микроструктуры из фоторезиста SU-8 высотой 500 мкм (АНКА, ЛІТНО-ІІІ) доза на дне 288 J/cm<sup>3</sup>, доза на поверхности 461 J/cm<sup>3</sup>; без задубливания.

Более детально расчётное распределение дозы в области геометрической тени для нижеуказанных условий облучения (см.рисунок 1-4) представлено на рисунке 1-11: наличие жёсткой компоненты спектра с энергией свыше 15 кэВ (без

бимстопа) вызывает протяжённое распределение дозы в резистивном слое. В результате остатки резиста имеют форму пьедестала вокруг микроструктур, а области геометрической тени заполнены нерастворимым резистивным материалом, что и наблюдается в эксперименте (см. рисунок 1-10). Однако, высокий контраст резиста *mr-L5100PXP*, свойства которого изучены в работе [68], способствует значительному сокращению участков нерастворимого полимера в областях геометрической тени (см. рисунок 1-11).



а)

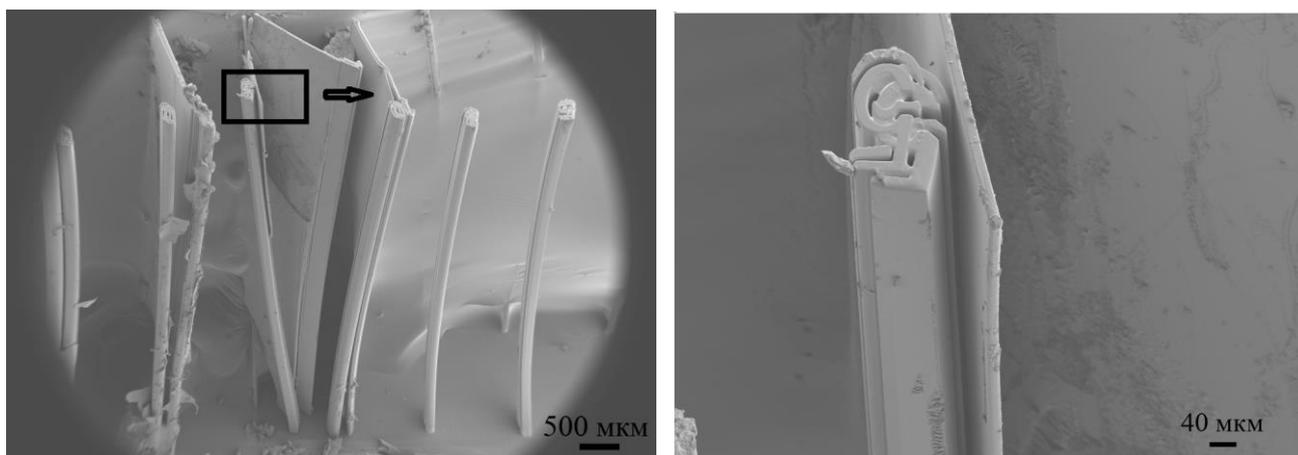


б)

Рисунок 1-11. Расчётное распределение дозы рассеянного излучения (а) и толщины остаточного резиста (б) в области геометрической тени на глубине 3500 мкм для двух различных условий облучения (определённых на рисунке 1-4) как функция расстояния от границы геометрической тени. Придонная доза составляет 40 Дж/см<sup>3</sup>.

В то же время, для HARMs доля рассеянного излучения приблизительно пропорциональна объёму облучённого материала и поэтому её влияние на ухудшение качества структур менее заметно на «тонких» структурах. В частности, в случае «тонких» структур (см. рисунки 1-10 и 1-12) доза от вторичных источников недостаточна, чтобы вызвать формирование нерастворимого ореола (см. Таблицу 1.1).

в) Рассеянное излучение приводит к повышенной шероховатости боковой стенки. Например, шероховатость уменьшается с уменьшением поперечного сечения микроструктур, как показано в Таблице 1.1. Повышенная степень шероховатости является индикатором наличия поверхностной пленки. Для малых структур степень шероховатости боковой стенки снижается.



а)

б)

Рисунок 1-12. Электронно-микроскопическая фотография ламели шириной 18 мкм и высотой 7000 мкм (аспектное отношение 389): (а) общий вид ламели; (б) изображения в рамке на рисунке 1-10а. Шероховатость боковой стенки ламели не более 21 нм.

Спиллер и Федер в работе [69] проанализировано, а Глускиным и коллегами показано экспериментально [70], что дифракция рентгеновских лучей и диссипация энергии фотоэлектронами являются главными факторами, ограничивающими латериальное разрешение в рентгенолитографии. Однако вклад фотоэлектронов становится доминирующим вследствие увеличения энергии первичных квантов, которой отвечает увеличение глубины

проникновения при необходимости повысить толщину резистивного слоя. Длина пробега фотоэлектронов может достигать нескольких микрометров, как продемонстрировано на рисунке 1-7.

Однако расчёт показывает, что помещение резистивного слоя в магнитное поле высокой напряжённости в процессе облучения может снизить размер области диссипации энергии фотоэлектронами до одного микрометра, вследствие скручивания начального прямолинейного участка траектории фотоэлектронов в спираль. Это позволит увеличить аспектное отношение микроструктур до нескольких тысяч. Но такие микроструктуры нуждаются в механической стабилизации, основные принципы которой разработаны и излагаются ниже.

## **1.2. Стабилизация HARMs**

### **1.2.1. Разработка и характеристика поддерживающего суб-слоя, формируемого с помощью рентгеновского излучения**

Вообще говоря, стабилизирующая система может содержать несколько суб-слоёв, скрытых в теле конструкции, а один из суб-слоёв может быть сформирован непосредственно на поверхности микроструктур. На примере такого «верхнего» суб-слоя поясняется принцип формирования всей системы.

Процесс формирования исследовали на примере использования резиста *mg-L5100RXP*, содержащего первоначально 25% разбавителя. Наиболее важное его литографическое преимущество – высокий контраст, который обеспечивает высокую растворимость материала непосредственно ниже пороговой дозы. Более полно свойства резиста представлены в работе [68]. Формирование поддерживающего суб-слоя сопровождается и структурирующее облучение, для которого слой материала оптически полупрозрачен. Более того, если поддерживающий суб-слой формируется с помощью синхротронного излучения, спектр последнего выбирается более мягким. Идея состоит в том, чтобы: не допустить инициации сшивки резиста высокоэнергетическими фотонами вне поддерживающего суб-слоя, так как находящиеся в области геометрической тени

при структурировании растворимые области резиста должны быть удалены; обеспечить большую однородность распределения дозы в поддерживающей плёнке, так как облучение с высокой энергией может вызывать возникновение неоднородной полимерной сети и, поэтому, недостаточной механической прочности.

С целью достижения более гомогенного распределения поглощённой энергии количество поглощенных квантов на единицу объёма может быть увеличено выбором более мягкого спектра излучения путём применения центрального бимстопа на станции вывода СИ. Роль бимстопа выполняла в эксперименте медная пластина толщиной 8 мм и длиной 10 см (в направлении распространения излучения), как описано в [59, 71]. Первичный и результирующий спектр миновавшего бимстоп излучения, поглощенного в приповерхностном слое резиста *mr-L5100PXP*, на станции рентгенолитографии ЛІТНО-I (источника СИ ANKA) представлены на рисунке 1-13. Однако центральный бимстоп не только блокирует фотоны с более высокими энергиями, но и уменьшает мощность падающего излучения приблизительно в 10 раз.

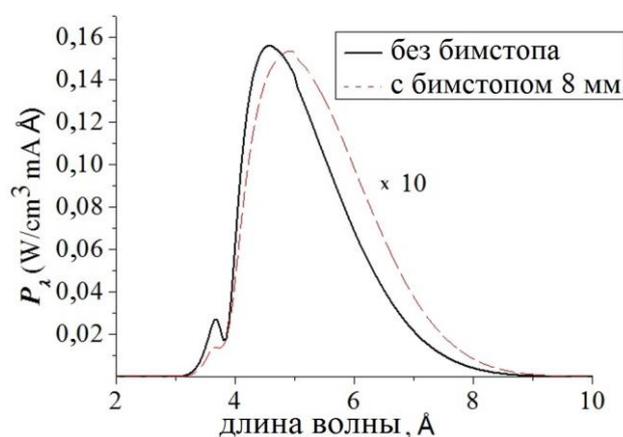


Рисунок 1-13. Расчётное спектральное распределение мощности рентгеновского излучения, поглощённой в приповерхностном слое резиста *mr-L5100PXP* на станции ЛІТНО-I (ANKA).

Толщина суб-слоя на поверхности структур для обоих спектров была измерена в зависимости от дозы и представлена на рисунке 1-14. В случае более мягкого спектра толщина слоя меньше, чем без бимстопа (при той же приповерхностной дозе), что указывает на более высокие значения плотности и,

потому, механической жёсткости слоя, как и ожидалось выше. Более того, пористая полимерная сеть имеет неоднородную толщину, как показано на рисунке 1-15а. Однако плёнка суб-слоя становится более однородной при толщине более 50 мкм (см. рисунок 1-15б).

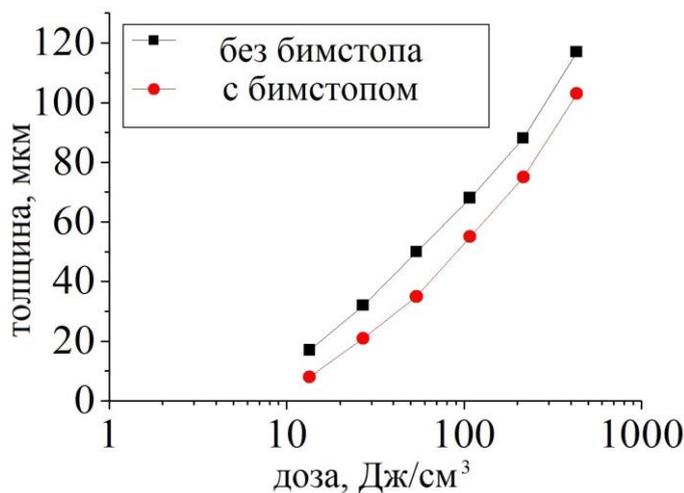


Рисунок 1-14. Измеренная толщина поддерживающего суб-слоя в зависимости от дозы поглощённого излучения.

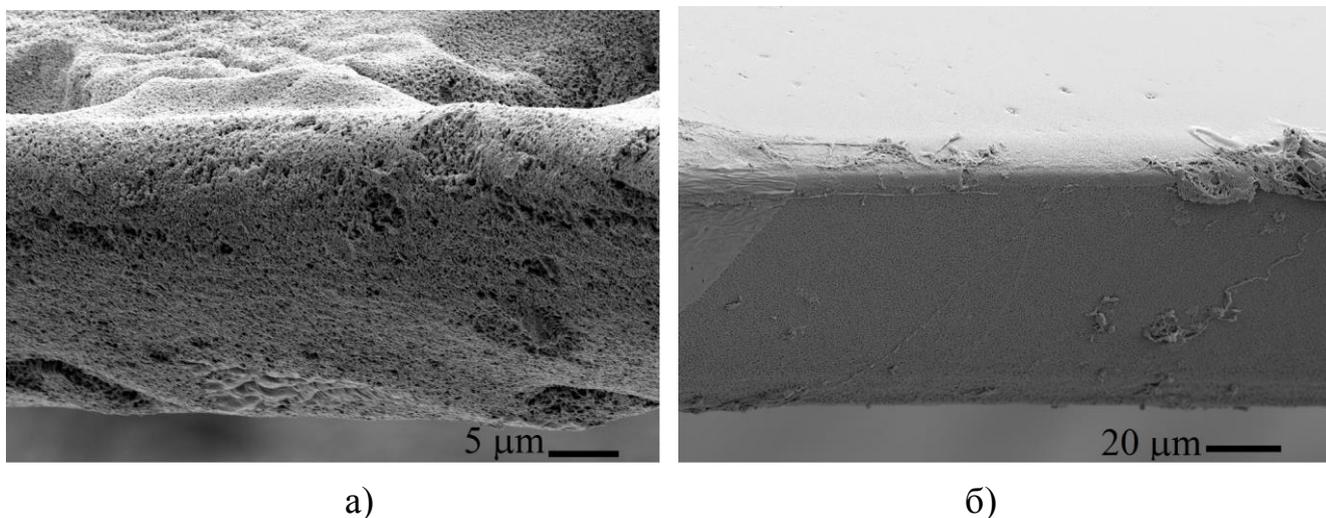


Рисунок 1-15. Электронно-микроскопическая фотография поперечного сечения поддерживающего суб-слоя толщиной 22 мкм (а) и 66 мкм (б).

Толщина поддерживающего суб-слоя может быть предсказана на базе измеренной характеристической кривой резиста. Хотя доза поглощённого излучения  $D(z)$  монотонно уменьшается в глубину  $z$  исходного слоя как:

$$D(z) \approx D_0 \exp(-\alpha z) \quad (1.5)$$

тыльная сторона поддерживающего суб-слоя получается гладкой благодаря высокому контрасту резиста mr-L5100PXP, что и было обнаружено экспериментально. Здесь  $D_0$  – доза на поверхности поддерживающего суб-слоя,  $\alpha$  – линейный коэффициент ослабления излучения материалом резиста. Характеристическая кривая резиста, измеренная в работе [68], приведена на рисунке 1-16. Одна из её интерполяционных функций имеет вид:

$$K(D) = \frac{gD^n}{D_c + gD^n} \quad (1.6)$$

где  $n$ ,  $D_c$  и  $g$  – подгоночные параметры. Тогда ожидаемая толщина поддерживающего суб-слоя  $t$  может быть рассчитана по формуле:

$$t = \int_0^{\infty} \frac{gD_0^n \exp(-\alpha n z) dz}{D_c + gD_0^n \exp(-\alpha n z)} = \frac{1}{\alpha n} \ln \left( 1 + \frac{gD_0^n}{D_c} \right) \quad (1.7)$$

На рисунке 1-14 приведена расчётная зависимость (1.7), удовлетворительно согласующаяся с результатом эксперимента.

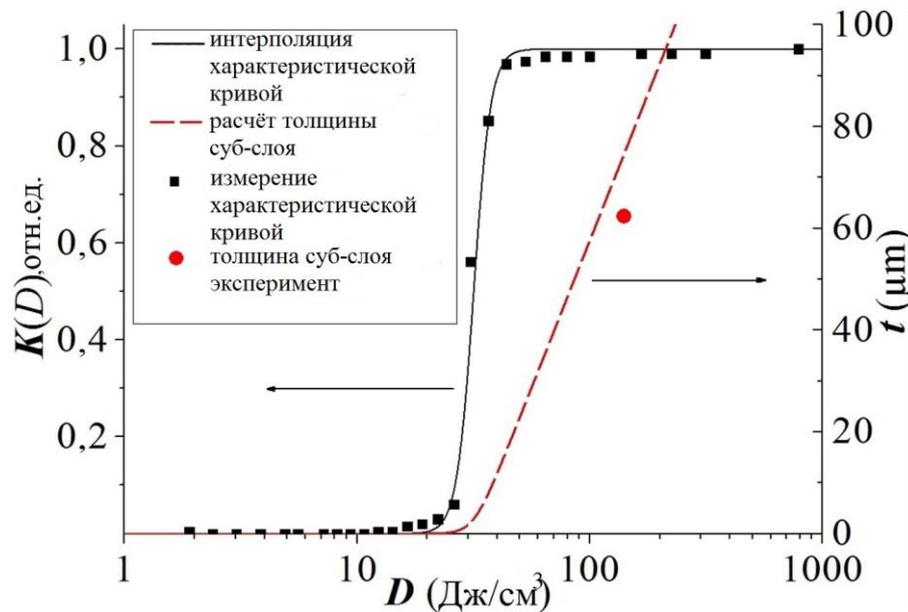


Рисунок 1-16. Характеристическая кривая резиста mr-L5100PXP и интерполяционная кривая для  $D_c = 250$  Дж/см<sup>3</sup>,  $n = 12$ ,  $g = 2,44 \times 10^{-16}$ , а также толщина покровного суб-слоя в зависимости от дозы для  $\alpha = 0,023$  мкм<sup>-1</sup>.

### 1.2.2. Разработка и характеристика поддерживающего суб-слоя, формируемого с помощью ультрафиолетового излучения

Поскольку толщина поддерживающего суб-слоя, сформированного с помощью рентгеновского излучения, может быть относительно велика вследствие большой проникающей способности излучения, сформировать суб-слои меньшей толщины можно с помощью УФ-излучения. Так как коэффициент поглощения УФ материалами значительно выше, чем рентгеновского излучения вышеуказанного диапазона, глубина его проникновения в материалы заметно меньше. Глубина проникновения излучения в материал SU-8, в частности, может быть определена из спектральной функции линейного коэффициента ослабления, измеренного и опубликованного в работе [72].

Для формирования тонких суб-слоёв с помощью ультрафиолетового излучения был использован полосовой фильтр ZBPA254 (фирма Asahi Spectra Co.), вырезающий спектральную полосу шириной 10 нм из широкого спектра, генерируемого ртутной лампой ДРТ-220. Селективное излучение с длиной волны около 254 нм проникает в резист на глубину нескольких микрометров и стимулирует полимеризацию материала соответствующей толщины, как показано на рисунке 1-17 для вышеуказанных условий. Из рисунка 1-17 видно, что данная

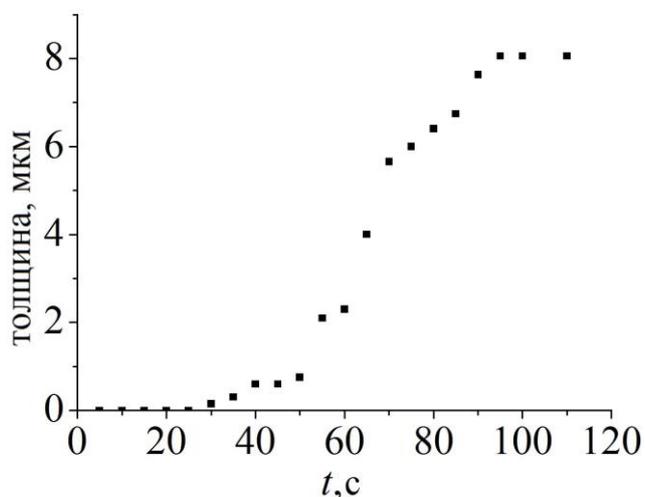


Рисунок 1-17. Характеристическая кривая резиста mr-L5100PXP, полученная с помощью излучения с длиной волны 254 нм.

полимеризованная плёнка существенно тоньше, чем та, чья полимеризация инициирована рентгеновским излучением, что может снять необходимость дважды использовать синхротронное излучение (для структурирования и формирования поддерживающего суб-слоя).

### 1.2.3. Формирование поддерживаемых ультравысоких NARMs

Для формирования поддерживаемых функциональных микроструктур, требующих точного позиционирования и механической стабилизации, формировали толстые слои резиста mr-L5250PXP. После двух последовательных облучений, а именно микроструктурирования и формирования поддерживающего суб-слоя, на станциях LITHO-II и LITHO-I (источник СИ АНКА), соответственно, скрытое изображение подвергли жидкостному проявлению и сушке. Изображение микроструктур с полученным поддерживающим суб-слоем приведено на рисунке 1-18. Толщина суб-слоя равномерная и составляет ок. 62 мкм, что близко к оценке, приведённой выше (см. рисунок 1-16).



Рисунок 1-18. РЭМ-фотография поддерживающего суб-слоя из резиста mr-L5100PXP, применяемого для механической стабилизации ламелей шириной от 20 до 200 мкм и высотой 500 мкм.

Тыльная сторона поддерживающего суб-слоя имеет неровности до 1 мкм, образованные неудалёнными фрагментами полимерной цепи с низкой степенью полимеризации. Поскольку NARMs и поддерживающий суб-слой сформированы из одного и того же исходного слоя материала, поддерживающий суб-слой имеет общую полимерную сеть с микроструктурами, что более эффективно, чем формирование поддерживающего суб-слоя посредством двух последовательных литографических процессов, описанное в работе [73].

Механическая стабилизация длинных микроструктур с высоким аспектным отношением изучалась в работе [74] на примере преломляющих мозаичных рентгеновских линз, дизайн которых представляет собой массив микропризм (см. Главу 5). Поперечный размер микропризм варьировался от 5 to 45 мкм. В результате все микроструктуры, находящиеся под стабилизирующим суб-слоем, демонстрируют меньший изгиб и отсутствие слипания, выгодно отличаясь от микроструктур, не покрытых суб-слоем (слипание которых может иметь место при данных условиях, как показано в исследовании [75]) и показаны на рисунке 1-19.

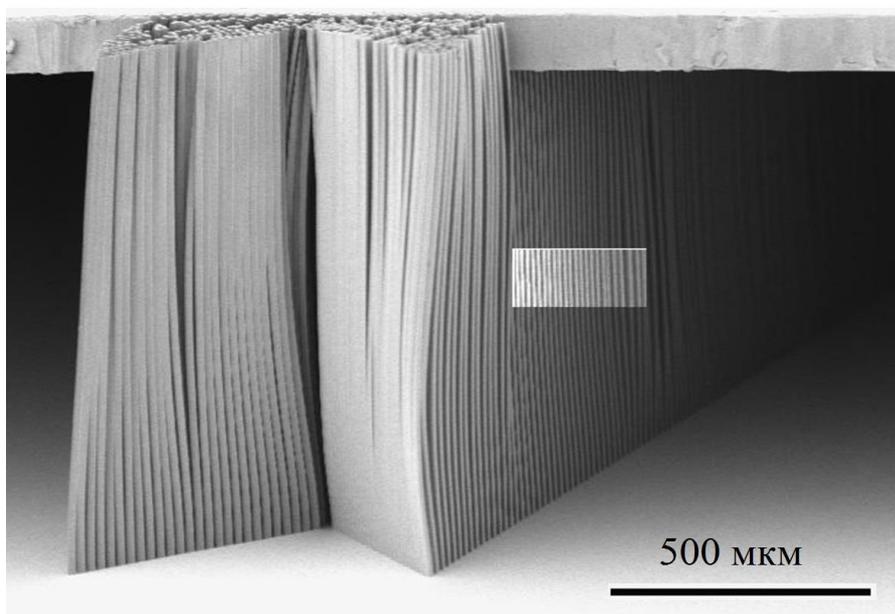


Рисунок 1-19. Преломляющие рентгеновские линзы, а именно массив полимерных призмодных структур высотой 1000 мкм и треугольным сечением с высотой треугольника 20 мкм, изготовленные методом глубокой рентгеновской литографии. Микропризмы, находящиеся под поддерживающим суб-слоем, показывают значительно меньший изгиб, как видно на выделенном участке изображения.

Поддерживающий суб-слой сплошь покрывает массив микроструктур, блокируя доступ проявителя сверху, что подтверждает предположение, что проявление скрытого изображения может быть осуществлено сбоку.

В частности, поддерживающий суб-слой может быть использован для фиксации узких и длинных ламелей конфокальной эллиптической рентгеновской мультизеркальной линзы. Такая линза содержит большой массив микроламелей. Для обеспечения высокого выигрыша интенсивности в фокусе ламели должны быть как можно тоньше - до нескольких микрометров. Как показывают расчёты, фокус размером менее микрометра может быть достигнут, если изгиб ламелей выполнен очень точно, а шероховатость боковой стенки не превышает 20 нм, как указывалось Лагомарзино в работе [76]. Приведённые выше требования могут быть обеспечены применением глубокой рентгенолитографии, которая также позволяет обеспечить высоту ламелей более 1 мм при их толщине до 20 мкм. Поскольку ламели при такой толщине механически недостаточно стабильны, для их фиксации требуется стабилизирующий сверху суб-слой. В результате изогнутые ламели зафиксированы сверху и снизу (за счёт адгезии к подложке), как показано на рисунке 1-20.

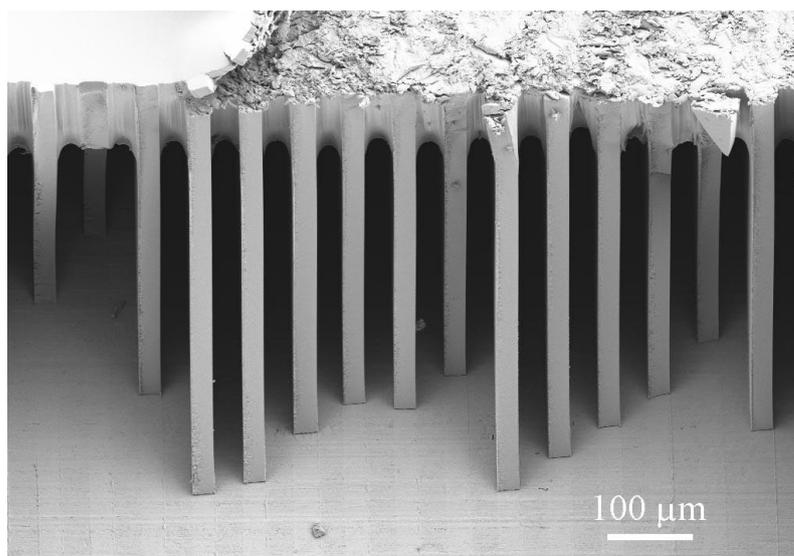


Рисунок 1-20. Электронно-микроскопическая фотография микроламелей толщиной 25 мкм, высотой 450 мкм и длиной 50 мм как элементов конфокальной эллиптической рентгеновской мультизеркальной линзы, изготовленных из резиста mr-L5100PXP.

Важным для рассмотрения случаем является ситуация, когда доставка проявителя сбоку от структур не возможна из-за плотной упаковки или неразрывной границы области, занятой HARMs микроструктурами. Тогда проявление может происходить сквозь структурированный суб-слой, в котором созданы отверстия достаточного размера для конвекции проявителя и продуктов проявления, с одной стороны, но не ухудшающие его механических характеристик - с другой. На рисунке 1-21 представлен пример такой структуры: отверстия в суб-слое толщиной 5 мкм, сформированном с помощью УФ-излучения с длиной волны 254 нм (см подраздел 1.2.2) имеют крестообразную форму с шириной линии около 10 мкм.

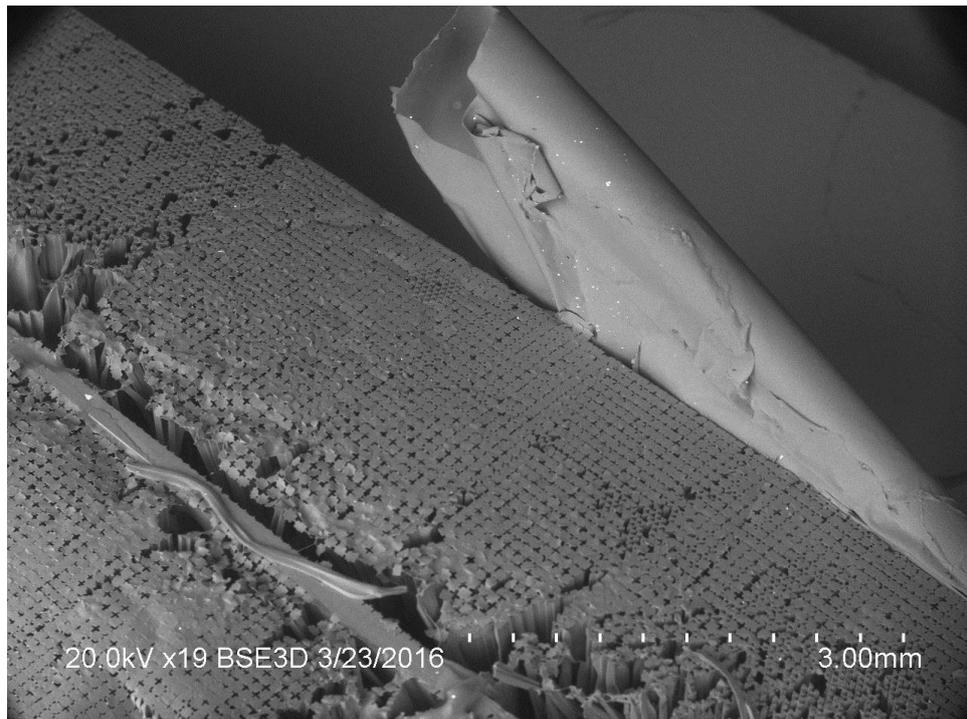


Рисунок 1-21. Электронно-микроскопическая фотография фрагмента преломляющей рентгеновской линзы с мозаичным расположением элементов, фиксированных у поверхности линзы суб-слоем с перфорацией для конвекции проявителя.

#### 1.2.4. Разработка интегрированной системы многоуровневой фиксации HARMs

Как показано в подразделе 1.2.1, длинные, высокого качества, механически стабилизируемые одноуровневые HARMs могут быть сформированы благодаря использованию излучения с меньшей проникающей способностью, такого как мягкие рентгеновские или УФ-лучи, во всяком случае, меньшей, чем длина микроструктур. Этот факт предотвращает нежелательную сшивку материала резиста в окрестностях между микроструктурами. В принципе, такой перенос размеров в толстый слой резиста и интегрирование в него поддерживающих суб-слоёв может быть воспроизведено многократно, что, в конечном счёте, обеспечит формирование архитектурной системы с жёсткой фиксацией, которая интегрирована в ту же полимерную сеть, что и микроструктуры, формируемые как показано в [58]. При этом поддерживающие суб-слои имеют более низкий коэффициент диффузии разбавителя, поэтому концентрация разбавителя в массе между суб-слоями остаётся близкой к средней за время формирования всей системы.

Заключительное структурирующее облучение с помощью жёсткого рентгеновского излучения (которое пронизывает насквозь всю систему слоёв) инициирует скрытое изображение ультра- HARMs, обеспечивая сверхвысокие микроструктуры. После серии экспонирований достаточно одной операции задубливания, которая обеспечит сшивку всех послойно облучённых скрытых изображений, а в ходе последующего жидкостного проявления удаляются необлучённые массы резиста из каждого уровня, и остаётся цельная многоуровневая система микроструктур. Полученная в эксперименте трёхуровневая система микроструктур, как части рентгеновской преломляющей линзы с мозаичным распределением преломляющих элементов (подробное описание таких линз дано в Главе 5) и высотой каждого уровня около 1750 мкм приведена на рисунке 1-22. Поперечный размер микроструктур в данном случае составляет 35 мкм, хотя, согласно расчёту, при длине структур около 5250 мкм

последние должны были быть изогнуты капиллярными силами и агломерированы в кластеры в отсутствие поддерживающего суб-слоя. (Наблюдаемое волнообразное смещение суб-слоёв произошло при их механическом скалывании в отсутствие жёсткой фиксации).

На рисунке 1-23 показана часть второго уровня рентгеновской преломляющей линзы: микроструктуры и поддерживающий суб-слой объединены в одну полимерную сеть, без разрывов.

Для многоуровневой системы, которая в свою очередь является объёмной структурой, но также подвержена влиянию боковых нагрузок, механическая стабильность может быть повышена за счёт введения в систему широких балок вне рабочей области, как показано на рисунке 1-24.

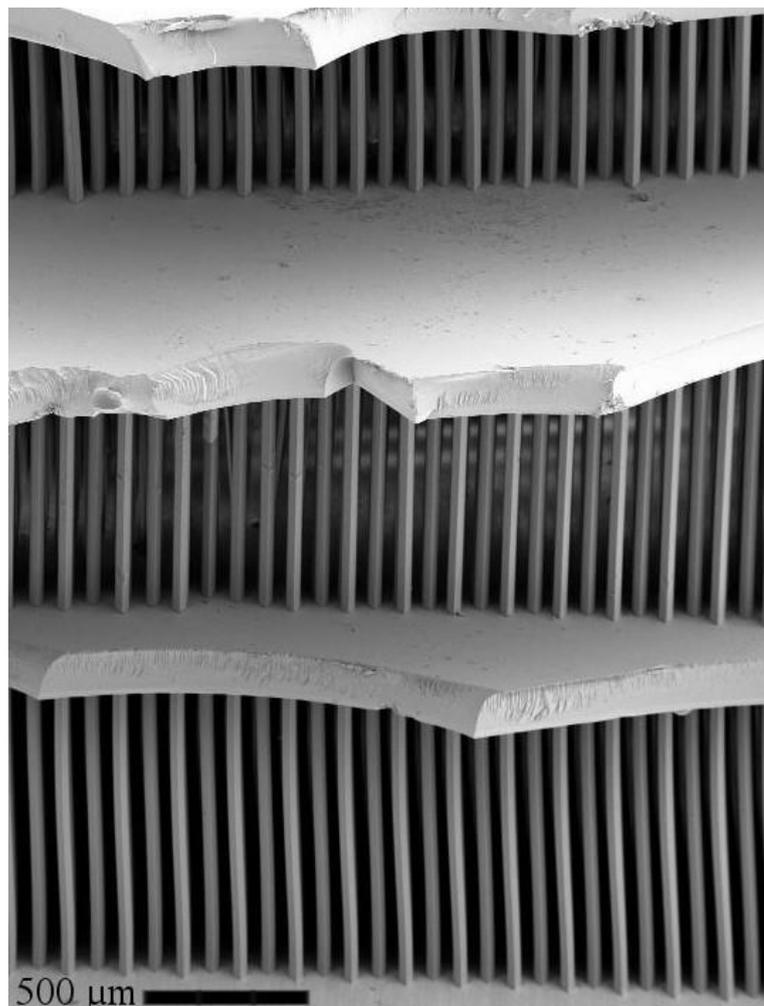


Рисунок 1-22. РЭМ-фотография многоуровневой системы, изготовленной из резиста *mr-L5100PXR*. Микроструктуры имеют треугольное сечение с высотой треугольника 35 мкм. Общая высота системы около 5250 мкм

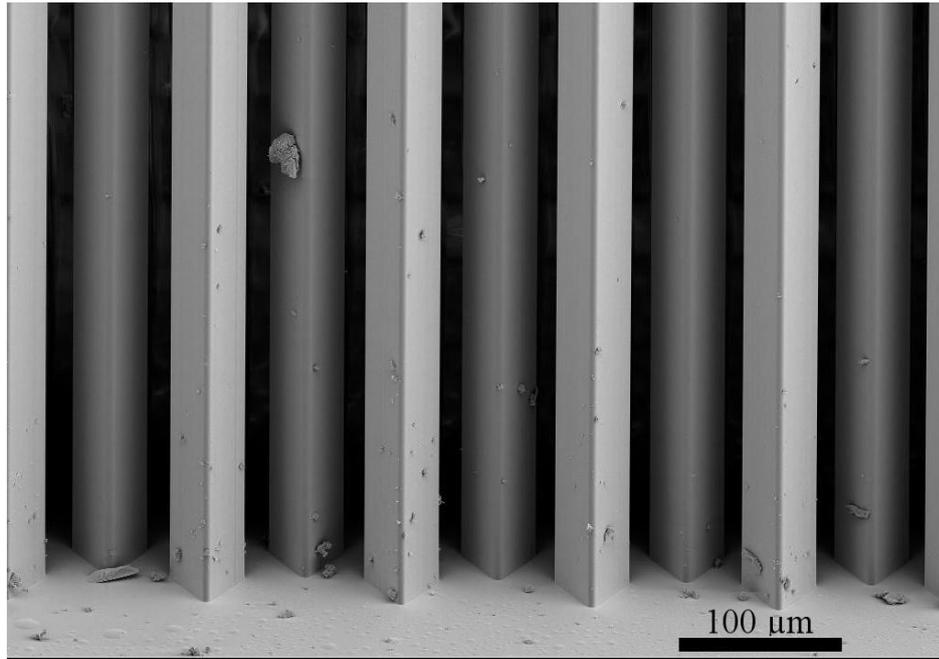


Рисунок 1-23. РЭМ-фотография многоуровневой системы, изготовленной из резиста *mr-L5100PXR*. Фрагмент второго уровня системы. Микроструктуры имеют треугольное сечение с высотой треугольника 45 мкм. Общая высота системы около 5250 мкм.

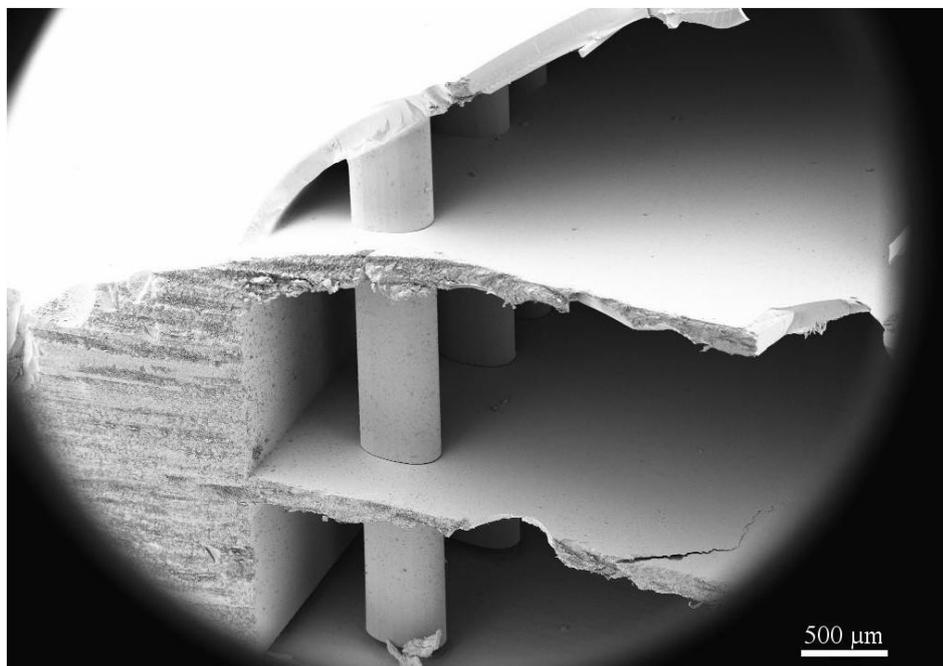


Рисунок 1-24. РЭМ-фотография многоуровневой системы, поддерживаемой микростолбиками, расположенными вне рабочего поля функциональных микроструктур.

Следует отметить, что поддерживающий слой может быть сформирован как с использованием синхротронного излучения рентгеновского диапазона, так и

ультрафиолетового излучения, а также электронного или протонного луча, как отмечено в работе [75].

### **1.3. Радиационная стойкость микроструктур из SU-8 к рентгеновскому излучению**

#### **1.3.1. Общие замечания**

Важным вопросом применения полимерной рентгеновской оптики является её устойчивочть к воздействию ионизирующего излучения, определяющая длительность использования изделия без изменения его свойств.

При формировании полимерной сети в каждой микроструктуре протекает реакция полимеризации, инициированная рентгеновским излучением и последующей термической обработкой. В результате формируется разветвлённая 3-мерная полимерная сеть, включающая циклические группы, которые отличаются высокой радиационной стабильностью среди органических молекул [77-78]. Известно, что введение таких групп в нестабильную органическую молекулу может вызвать увеличением её стойкости к разрушающей радиации в десятки и даже в сотни раз. Например, радиационная стойкость полимера, содержащего эфирные связи достигает  $10^9$  Гй [79].

Во-вторых, как правило в процессе облучения идут процессы деструкции и образование новых связей, влекущие за собой перестройку органической макромолекулы. Следствием такой перестройки является изменение плотности и возникновение внутренних напряжений в микроструктуре, представляющей собой одну макромолекулу. Это особенно будет заметно, если микроструктура имеет низкую степень симметрии, когда большой объём полимера деформируясь, вызовет смещение тонких частей структуры, хотя те, в свою очередь подвержены меньшей деформации. Таким образом, стойкость сложной микроструктуры будет зависеть от её архитектуры.

Хотя стойкость к радиации материала SU-8 до сих пор недостаточно изучена, некоторые предположения относительно изменения микроструктур и их оптических свойств могут быть сделаны. Известно, что радиационно-стимулированная деструкция полимеров протекает с отщеплением водорода и диффузией углеводородных фрагментов с существенно более низкой концентрацией во внешнюю среду [80]. Олигомеров, являющихся продуктами деструкции полимерной сети и определяющих основную потерю массы полимером, на несколько порядков меньше, причём происходит объёмная потеря массы благодаря диффузии продуктов с большой глубины слоёв. При средней энергии квантов около 12 кэВ относительная потеря массы составляет ок.  $10^{-8}$  (мАмин)<sup>-1</sup> при условиях, описанных в [81].

Поскольку объём полимера меняется мало, то потеря массы вызывает соответствующую потерю плотности, которая, в свою очередь, входит линейно в декремент коэффициента преломления. Вследствие слабого поглощения полимерным материалом рентгеновского излучения высоких энергий, изменение декремента показателя преломления происходит почти одинаково вдоль всей длины линзы (см. Раздел. 4.3.1). Поэтому, например, изменение фокусного расстояния на 1 % при указанных выше условиях можно ожидать при экспозиционной дозе  $\sim 10^6$  мАмин. Однако, такое медленное изменение фокусного расстояния может быть скорректировано посредством доюстировки линз в ходе эксперимента. С другой стороны, эти изменения могут также быть учтены на этапе разработки преломляющего профиля. С целью моделирования указанного явления необходимо в дальнейшем изучение рентгенооптических свойств линз в условиях реального эксперимента.

Как следует из вышесказанного, материал SU-8 может обеспечить высокую устойчивость структур к воздействию радиации, как показано в соавторстве в [82]. С целью проверки данного утверждения тестовые микроструктуры с архитектурой, близкой к архитектуре микролинз, высотой 1 мм были облучены белым пучком СИ на станции ЛІТНО-III источника СИ АНКА. Доза поглощённого излучения на поверхности и у подножия микроструктур составила

1,8 МДж/см<sup>3</sup> и 1,0 МДж/см<sup>3</sup>, соответственно. После облучения не было замечено изменений геометрических размеров структур с точностью 0,2 мкм.

### 1.3.2. Изменение структуры полимера в рентгеновских лучах

Высокая радиационная стойкость полимерного материала резиста состоит в том, что его свойства меняются под действием больших доз радиации, но эти изменения не заметны при дозах, которые вызывают изменение свойств большинства полимеров. Для выявления таких изменений плёнки фоторезиста SU-8 толщиной 100 нм облучали пучком рентгеновского синхротронного излучения на станции LITHO-III источника СИ АНКА. Исходный спектр излучения был модифицирован с помощью фильтров, чтобы перепад дозы по толщине плёнок не превышал 10%. Структура материала после облучения изучалась путём измерения углового распределения рассеянного рентгеновского синхротронного излучения на станции «Аномальное рассеяние» источника СИ ВЭПП-3. Характерное распределение приведено на Рисунке 1-25. Как видно из рисунка 1-25, при больших углах рассеяния, соответствующих межзатомным

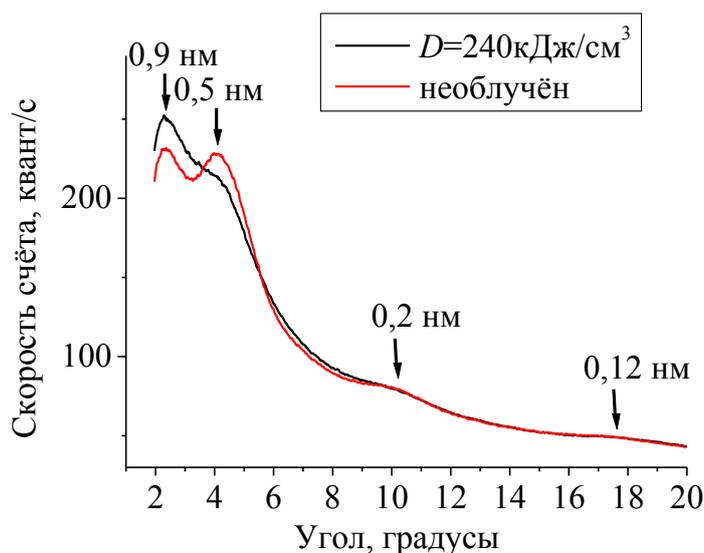


Рисунок 1-25. Угловое распределение рассеянного в плёнках SU-8 рентгеновского излучения с энергией квантов 33 кэВ.

расстояниям, амплитуда рассеяния не меняется с дозой. Напротив, амплитуда рассеяния на относительно длинных цепочках макромолекулы меняется заметно, что можно объяснить объединением маленьких цепочек в большие. Действительно, как показывают полученные в соавторстве результаты обработки ИК спектров облучённого полимера (см., например, [83]), при дозе около 40 Дж/см<sup>3</sup>, достаточной для высококачественного структурирования, не все эпоксидные группы участвуют в реакции полимеризации – часть их остаётся не раскрытыми. И лишь под действием последующего облучения (уже сформированных микроструктур) при комнатной температуре и без последующей термообработки происходит дальнейшее объединение форполимерных молекул в макромолекулярную сеть.

Таким образом, с ростом дозы масса молекулярной сети растёт за счёт присоединения всё новых мономерных групп. Однако, также локально происходит и деструкция сети, результатом которой является выделение летучих продуктов.

### 1.3.3. Легколетучие фрагменты

Один из методов, позволяющих определить влияние ионизирующего излучения на материал – исследование продуктов (летучих) деструкции последнего. При этом, чтобы выявить изменение оптической плотности в смысле преломляющей рентгеновской оптики достаточно в первом приближении выявить изменение массы полимера под действием радиации и его геометрических размеров. Измеренное изменение массы свободновисящих пластинок из фоторезиста SU-8 заимствовано из работы [81] и представлено на рисунке 1-26.

Как видно из рисунка 1-26, потеря массы увеличивается линейно с дозой для тонких плёнок, что указывает на диффузионный механизм газовой выделенной и относительно большую длину диффузии фрагментов. Как следует из рисунка 1-26, относительная скорость потери массы составляет около  $2 \times 10^{-8}$  г/г (мАмин)<sup>-1</sup>, что удобно выразить через абсолютную дозу как  $\sim 5,5 \times 10^{-11}$  г/г (Дж/см<sup>3</sup>)<sup>-1</sup>.

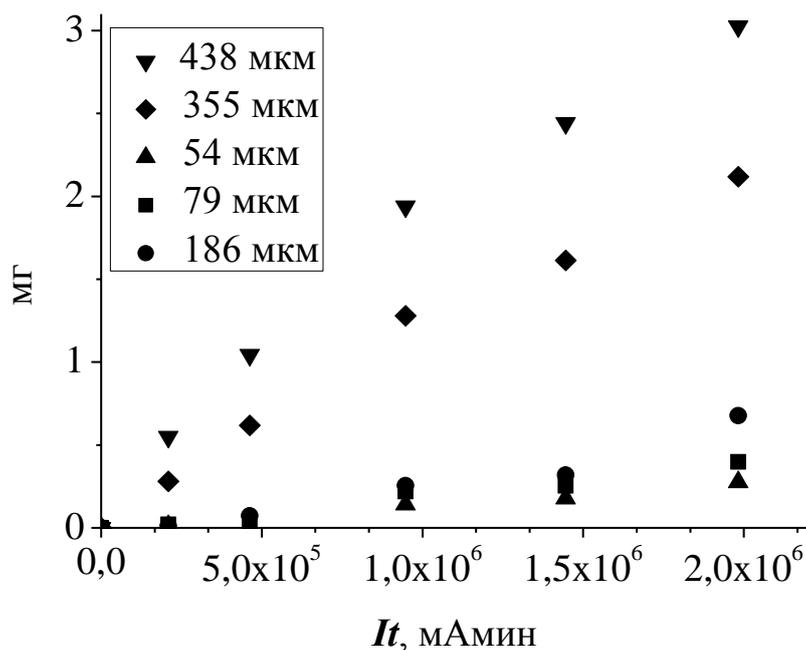
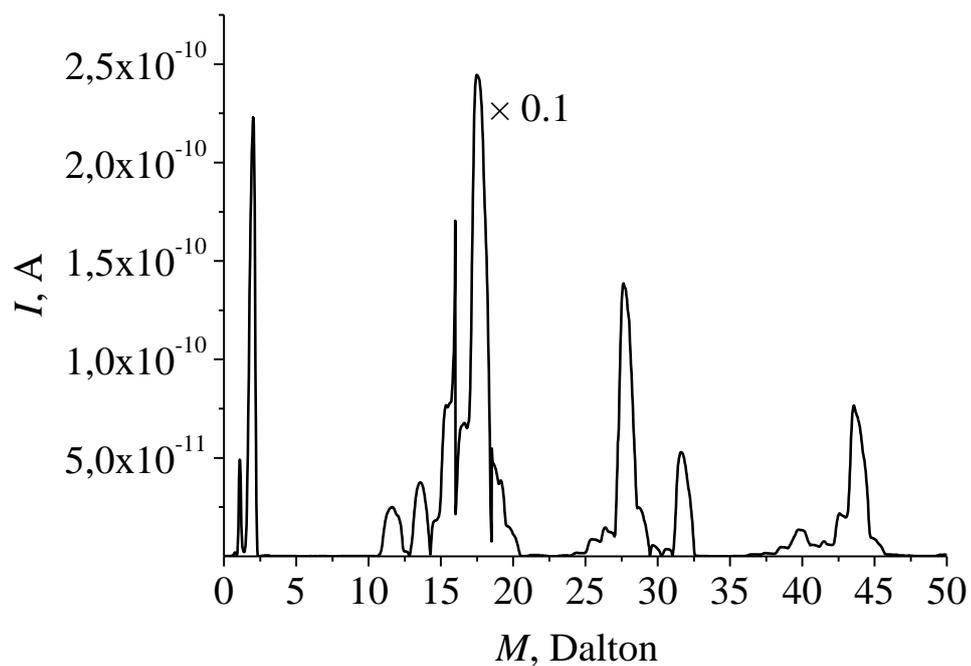


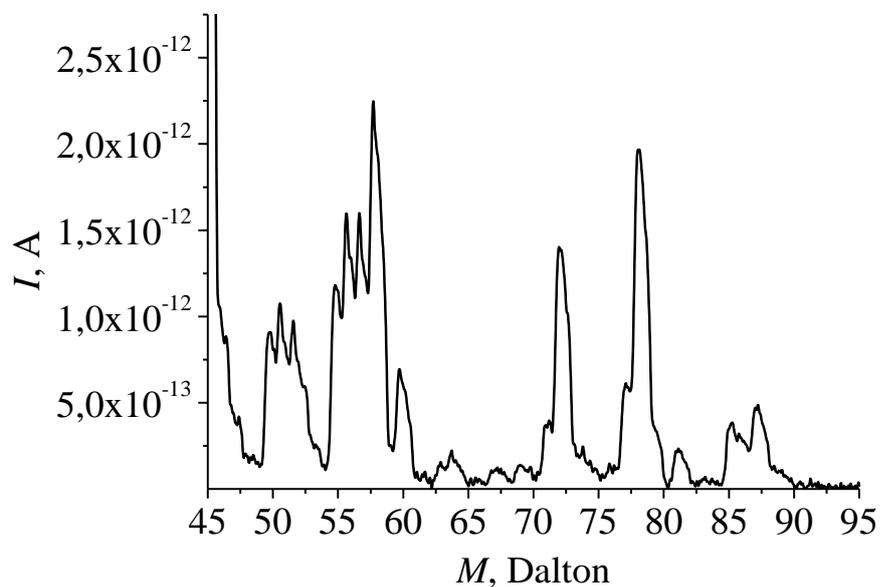
Рисунок 1-26. Измеренная при различных экспозиционных дозах потеря массы плёнкой SU-8 различной толщины.

В диапазоне лёгких масс (от 1 до 45 Дальтон) большой вклад вносят продукты, синтезированные на воздухе с участием кислорода и азота, однако отчётливый пик (воды) с массой 18 Дальтон, как показано на рисунке 1-27, относится именно к материалу, поскольку он не наблюдался при облучении кюветы без образца. В диапазоне масс 45...90 Дальтон хорошо идентифицируются продукты деструкции материала: олигомеры, фенильная группа и т.д. со значительно более низким выходом, чем вода. С учётом ослабления и поглощения падающего излучения можно заключить, чтобы изменить декремент показателя преломления на 1%, следует облучить материал с дозой около 200 МДж/см<sup>3</sup>.

Сброс воды материалом является как бы защитной функцией материала от радиационной нагрузки. Но с ростом дозы количество растворённой в полимерном материале воды уменьшится и ожидается превалирование реакций фрагментации собственно полимерной сети и более интенсивный выход тяжёлых



a)



б)

Рисунок 1-27. Ток ионов масс-спектрометра в зависимости от массы летучих фрагментов из плёнки SU-8, облучённой белым пучком синхротронного рентгеновского излучения на станции ТОРО-ТОМО (АНКА) в диапазоне масс а) от 1 до 50 Дальтон и б) от 45 до 95 Дальтон.

продуктов. Чтобы установить границы применения рентгеновской преломляющей оптики из полимера SU-8 и его аналогов следует дальше изучать их свойства под действием больших доз радиации.

### 1.3.4. Исследование размера фокуса в условиях эксперимента

Размер фокуса измеряли непосредственно в пользовательском эксперименте, подвергая 2-D линзу с параболическим профилем (см. подраздел 3.2.3.2) облучению из ондулятора, установленного на станции ID18F(ESRF). Линза находилась в пучке СИ приблизительно 75% времени от длительности эксперимента, поэтому измерения размера фокуса проводили периодически, один раз в сутки. Полученный результат представлен на рисунке 1-28. Благодаря высокой проникающей способности излучения с энергией квантов 28 кэВ, доза в первой и последней микроструктурах линзы различалась всего на 7 %.

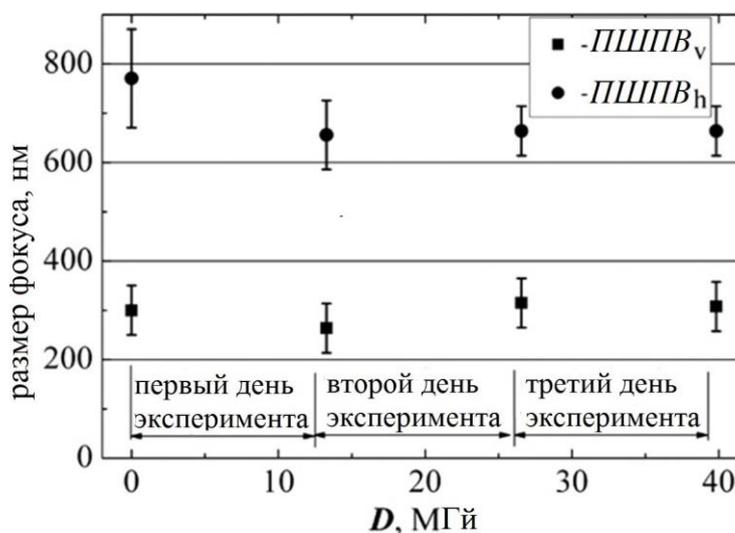


Рисунок 1-28. Размер фокуса в зависимости от дозы в первой микроструктуре полимерной линзы при энергии квантов 28 кэВ на станции ID18F(ESRF), измеренный в течение одного эксперимента по рентгеновской микроскопии.

Как видно из рисунка 1-28, размер фокуса (измерения проводили всегда на одном расстоянии от линзы) остаётся постоянным в пределах точности измерений. Следует также заметить, что радиационно-индуцированная

температура (расчётное её значение ок. 0,15 К при мощности дозы в эксперименте 230 Гй/с) в микроструктурах не вызывает каких-либо заметной деформации преломляющего профиля.

#### 1.4. Выводы к Главе 1

На основе анализа диффузионной модели растворителя предложен и успешно опробован новый метод формирования толстых слоёв негативного резиста, обеспечивающий требуемую однородность и толщину слоя вплоть до прогнозируемой максимальной толщины в 25 мкм, когда структурирование методом глубокой рентгенолитографии ещё может обеспечить требуемые геометрические параметры микроструктур.

На базе проведённого математического моделирования и экспериментального изучения метода структурирования установлено, что в условиях глубокой рентгенолитографии на синхротронном излучении вторичные эффекты, такие как рассеяние излучения в слое резиста и перенос энергии вторичными фотоэлектронами с одной стороны, а также большой перепад дозы по толщине слоя резиста с другой стороны оказывают определяющее влияние на точность воспроизведения и качество микроструктур с ультравысоким аспектным отношением. Поэтому для формирования микроструктур экспериментально апробировано экспонирование выделенным из широкого диапазона спектра излучением, актуальным для заданной толщины слоя резиста, подавляя относительно мягкую компоненту спектра - с помощью фильтров, и относительно жёсткую компоненту - посредством зеркала скользящего падения или центрального бимстопа. Как следствие, сужению спектрального диапазона отвечает снижение мощности поглощаемого излучения, что обеспечивает, в свою очередь, минимизацию тепловых деформаций передаваемой топологии. Выработанные условия облучения подтверждены достигнутыми высокими характеристиками полученных микроструктур с аспектным отношением до 560.

Для механической стабилизации микроструктур со сверхвысоким аспектным отношением разработан и успешно опробован литографический метод формирования поддерживающих слоёв. С этой целью спектр излучения может быть сформирован как на основе широкого спектрального диапазона СИ, так и от УФ-источников, в зависимости от толщины поддерживающего слоя. Продемонстрировано успешное формирование многоуровневой системы поддержки микроструктур с ультравысоким аспектным отношением.

Исследование под влиянием ионизирующего излучения процесса деструкции полимера SU-8 выявило, что причиной высокой стабильности изготовленных из него микроструктур являются конкурирующие процессы сшивки и деструкции полимерной сети, причём потери массы в большей мере определяются выходом в атмосферу растворённой в полимере воды.

## Глава 2. ПАРАБОЛИЧЕСКИЕ ЛИНЕЙНЫЕ ЛИНЗЫ

### 2.1. Основные определения

В преломляющей линзе соотношение между углами падения  $\alpha_0$  и преломления  $\alpha_1$  (см. рисунок 2-1), отсчитываемыми от нормали к границе раздела между вакуумом, откуда приходит излучение и для которого показатель преломления  $n_1 = 1$  и средой с комплексным показателем преломления  $n_2 = 1 - \delta + i\beta$  даётся законом Снеллиуса [86]:

$$\frac{\sin \alpha_1}{\sin \alpha_0} = 1 - \delta + i\beta \quad (2.1)$$

Или

$$\sin \alpha_0 - \sin \alpha_1 = (\delta - i\beta) \sin \alpha_0 \quad (2.2)$$

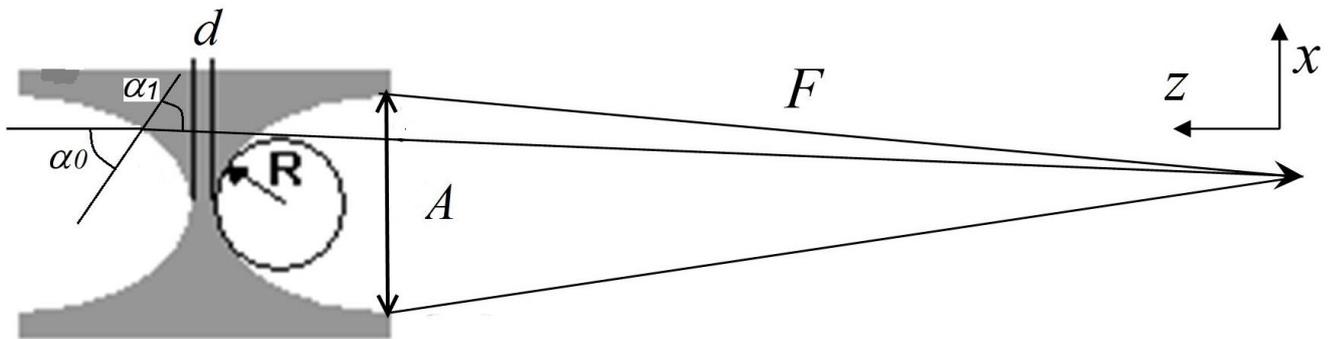


Рисунок 2-1. Преломляющая линза, состоящая из одного элемента.

Здесь  $\delta$  - декремент показателя преломления,  $\beta$  - коэффициент поглощения излучения материалом [87]. Применяя теорему сложения для разности тригонометрических функций [88]:  $\sin \alpha_0 - \sin \alpha_1 = 2 \sin\left(\frac{\alpha_0 - \alpha_1}{2}\right) \cos\left(\frac{\alpha_0 + \alpha_1}{2}\right)$  левая часть уравнения (2.2) преобразуется к виду:

$$2 \sin\left(\frac{\alpha_0 - \alpha_1}{2}\right) (\cos \alpha_0 - \Delta\alpha \sin \alpha_0) \approx \Delta\alpha \cos \alpha_0 \quad (2.3)$$

при условии, что  $\alpha_0 - \alpha_1 \equiv \Delta\alpha \ll 1$ . (Это условие выполняется даже для довольно больших углов  $\alpha_0$  и  $\alpha_1$ , таких, что  $\cos \alpha_0 \approx \sin \alpha_0$ ). Таким образом, уравнение (2.1) принимает вид:

$$\Delta\alpha = (\delta - i\beta) \operatorname{tg} \alpha_0 \quad (2.4)$$

Если угол имеет мнимую часть, фронт преломлённой волны определяют как плоскость вещественной фазы, распространяющейся в среде волны, поэтому угол, на который отклоняется падающий луч от первоначального направления распространения в вакууме:

$$\Delta\alpha \approx \delta \frac{dz}{dx} \quad (2.5)$$

Таким образом, угол преломления рентгеновского излучения на границе раздела двух сред пропорционален производной от функции преломляющей поверхности и очень мал в нашем случае, поскольку в рентгеновском диапазоне длин волн  $\delta \ll 1$ .

Как следствие, на практике длина линзы зачастую много меньше фокусного расстояния (приближение тонкой линзы дано, например, в [86]) - случай, для которого многие важные оптические свойства линзы описываются простыми соотношениями (см. ниже). Для линзы с параболическим преломляющим профилем, используемым в целях минимизации aberrаций и описываемым функцией  $z = x^2/2R$  ( $R$ -радиус кривизны профиля), в качестве основных оптических свойств можно выделить следующие:

- Рефракционный принцип. Согласно закону Снеллиуса рентгеновские лучи, преломляясь на каждом участке параболического профиля, отстоящем на расстоянии  $x$  от оптической оси линзы, собираются в фокусе. При этом фокусное расстояние с учётом (2.5):

$$F = \frac{x}{\Delta\alpha} = \frac{x}{\delta \frac{x}{R}} = \frac{R}{\delta} \quad (2.6)$$

Для  $N$  фокусирующих элементов (имеющих  $2N$  преломляющих поверхностей), если суммарная их длина много меньше фокусного расстояния, то:

$$F_N = \frac{R}{2N\delta} \quad (2.7)$$

- Дифракционный принцип. Для плоской волны, фронт которой претерпел сдвиг по фазе в материале линзы (составленную из  $2N$  преломляющих поверхностей), при распространении в вакууме за линзой условие равенства фаз в фокусе имеет вид:

$$\delta \frac{2x^2}{2R} N - \sqrt{F_N^2 + x^2} \approx \delta \frac{x^2}{R} N - F_N - \frac{x^2}{2F_N} = 0 \quad (2.8)$$

Опуская в (2.8) независящую от  $x$  постоянную  $F_N$ , получим:

$$\frac{\delta N}{R} = \frac{1}{2F_N} \quad (2.9)$$

Или:

$$F_N = \frac{R}{2N\delta} \quad (2.10),$$

что совпадает с (2.7), поэтому фокус для когерентной и некогерентной плоской волны для линзы с параболическим профилем находится в одной точке.

### Эффективная апертура.

Поток энергии через апертуру ограничен поглощением на периферии линзы:

$$A_3 = \int_{-\infty}^{\infty} \exp \left[ -2\mu N \left( \frac{x^2}{2R} \right) \right] dx \quad (2.11),$$

после преобразования:

$$A_3 = \sqrt{\frac{\pi R}{\mu N}} \quad (2.12)$$

или, подставив фокусное расстояние из (2.7):

$$A_3 = \sqrt{\frac{\delta F \lambda}{2\beta}} \quad (2.13)$$

здесь  $\beta = \lambda\mu/4\pi$ , где  $\lambda$  – длина волны,

**Числовая апертура:**

$$NA = \frac{A_3}{F} = \sqrt{\frac{\delta\lambda}{2\beta F}} \quad (2.14)$$

причём  $NA \ll \sqrt{2\delta}$

**Акцептанс:**

$$\varepsilon = NA \times A_3 = \frac{\delta\lambda}{2\beta} \quad (2.15)$$

**Дифракционный предел [89]:**

$$\Delta = \frac{0,75\lambda}{NA} = 1,06\sqrt{\frac{\lambda\beta F}{\delta}} \quad (2.16)$$

причём  $\Delta \gg \lambda$  и в работе [90] показано теоретически, что с помощью таких линз может быть достигнуто пространственное разрешение до 20 нм.

**Выигрыш в интенсивности в фокусе составляет**  $G = A_a/\Delta$ . Подставляя в это определение равенство (2.16), выигрыш 1-D линзы:

$$G = \frac{\varepsilon}{0,75\lambda} \quad (2.17),$$

где произведение  $A_3 \times NA = \varepsilon$  – акцептанс рентгеновской линзы, а выигрыш 2-D линзы пропорционален  $\varepsilon^2$ .

## 2.2. Конструктивные особенности планарных линз

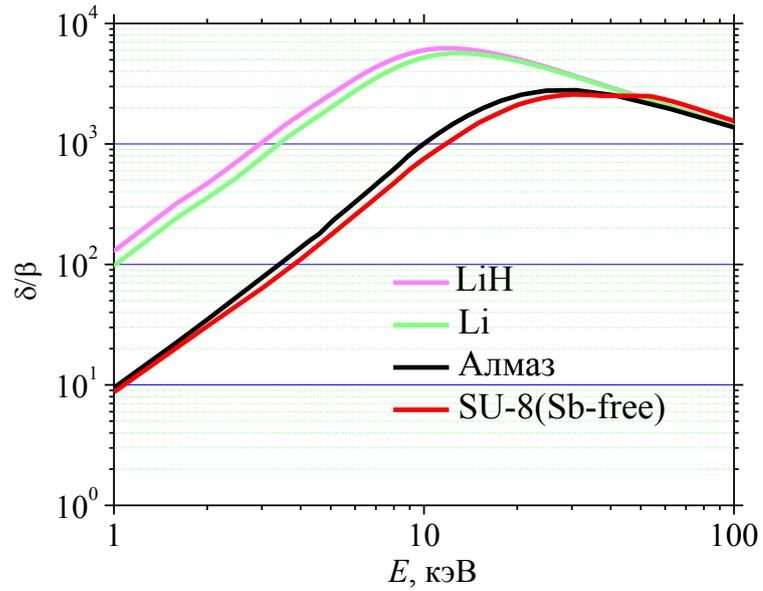
### 2.2.1. Выбор материала

Составленная из большого количества одинаковых преломляющих элементов, линза, тем не менее, обеспечивает высокое пропускание излучения. Согласно (2.13), наибольшим выигрышем характеризуются линзы, изготовленные из материалов с максимальным значением отношения  $\delta/\beta$ , которое характерно для

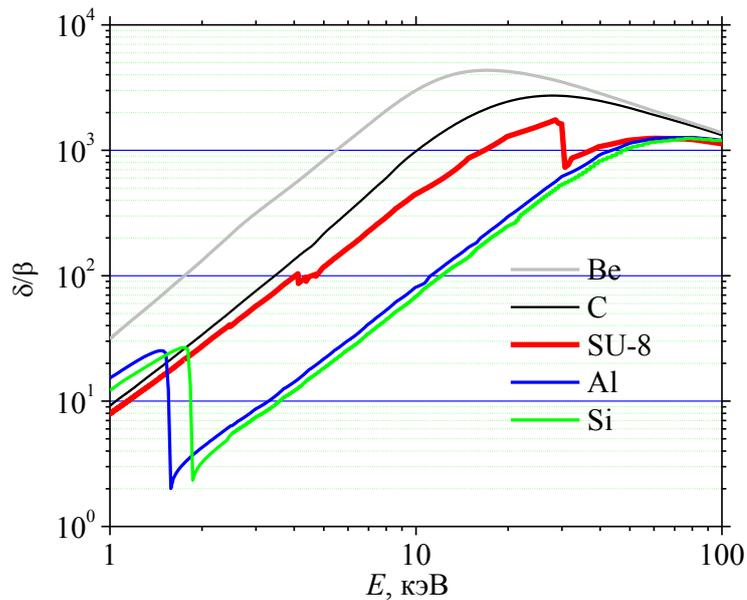
химических элементов (и их соединений) с низким атомным номером. Хотя рекордсменом по вышеуказанному параметру является гидрид лития (см. рисунок 2-2а), однако технология его обработки ещё сложна, чтобы создать линзы, которые бы позволили достичь теоретического предела [91]. Вдобавок, материал является нестабильным в атмосфере кислорода и азота. Следующий кандидат – литий (см. рисунок 2-2а). Известны попытки создать технологию литиевых линз, однако, на существующем её этапе трудно создать требуемую форму профиля. С другой стороны, материал требует особого обращения и не может эксплуатироваться в стандартных условиях [92]. Бериллий обладает третьим по величине отношением  $\delta/\beta$  (рисунок 2-2б). Для его успешного применения решаются задачи полировки и защиты поверхности от воздействия атмосферы воздуха. Однако высокая кристалличность бериллия [93] способствует высокому уровню рассеянного фона. Наиболее подходящим материалом для рентгеновских линз считается бор с его высокой радиационной стойкостью и твёрдостью. Плазменным травлением в слое бора были получены структуры с фокусирующим профилем. Однако, высокий уровень шероховатости поверхности боковых стенок вызывает существенный по величине ореол вокруг фокуса вследствие рассеяния рентгеновских лучей [94]. Таким образом, наряду с обеспечением высокого значения  $\delta/\beta$  большое значение имеет выбор технологии изготовления преломляющих линз.

Углерод и полимеры на базе углерода (рисунок 2-2б) также исследуются на возможность формирования фокусирующих структур [12, 95, 96, 97]. В частности, в некоторых исследовательских центрах развивается технология плазменного травления [98] и стимулированного наносекундным лазером распыления алмаза [99], боковые стенки которого характеризуются высокой степенью шероховатости.

Использование точных технологий, таких как электронная и глубокая рентгеновская литография, позволяет сформировать элементы рентгеновских линз с точностью воспроизведения заданного профиля до 10 нм и шероховатостью боковой стенки до 5 нм [100, 101, 102] и высоте микроструктур до 7 мкм (см. Главу 1).



а)



б)

Рисунок 2-2. Расчётная зависимость функции  $\delta/\beta$  от энергии квантов для различных материалов с малым атомным номером: а) гидроксида лития, алмаза и материала на базе фоторезиста SU8, не имеющего в своём составе сурьмы; б) бериллия, графита, фоторезиста SU8 стандартного состава, алюминия и кремния.

Негативный фоторезист SU-8, служащий для переноса изображения методом глубокой рентгенолитографии, представляет собой материал с типичным для

полимеров содержанием элементов с малым атомным номером и поэтому также характеризуется высокими значениями параметра  $\delta/\beta$  (см. 2-2б). Благодаря этому апертура линз может быть довольно большой. В то же время на базе состава форполимера SU-8 разработан новый резистивный материал, не содержащий в своём составе атомов сурьмы (и результаты его исследования – обнадеживающие), что позволит ещё увеличить апертуру линз (рисунок 2-2а). Благодаря высокой радиационной стойкости материал позволяет прямое воспроизведение рентгеновских линз. Он также позволяет сделать процесс структурирования простым и дешёвым.

### 2.2.2. Оптимизация апертуры линзы

В определении (2.11) принято, что апертура линзы не ограничена, однако на практике апертура должна быть ограничена вследствие конечных геометрических размеров держателя и рентгеновского пучка, поэтому оптимальную апертуру  $A_{opt}$  определяли в [103] из условия максимального выигрыша интенсивности в фокусе:

$$\max \left[ \int_{-A_{opt}/2}^{A_{opt}/2} \exp\left(-\frac{\mu N x^2}{R} - Nb\right) dx \right] / \sigma \quad (2.18)$$

где  $\sigma$  размер фокуса,  $\mu$  - линейный коэффициент ослабления материала линз,  $R$ ,  $b$ ,  $N$  - радиус кривизны, ширина мостика между апексами параболических профилей линз и количество преломляющих элементов, соответственно.

Максимум в уравнении (2.18) существует, поскольку во-первых, при малых  $A$  для фиксированных  $\sigma$  и  $F$  выигрыш возрастает с увеличением  $A$ . Во-вторых, большие апертуры  $A$  соответствуют большему радиусу кривизны профиля и, поэтому, большему количеству фокусирующих элементов  $N$ , как это следует из уравнения (2.7). Как следствие, увеличивается количество промежуточных мостиков и, соответственно, поглощение в линзе. Как результат, выигрыш интенсивности в фокусе линзы уменьшается.

При определении оптимальной апертуры фокусирующих элементов следует отметить, что в размер фокуса  $\sigma$  дают вклад как дифракционная компонента  $\Delta_{Dif}$ , так и проекция размера источника излучения  $s$  на фокусную плоскость, т.е.:

$$\sigma = \sqrt{\Delta_{Dif}^2 + \left(\frac{sL_2}{L_1}\right)^2} \quad (2.19)$$

где  $L_1$  и  $L_2$  - расстояние от источника излучения до линзы и от линзы до плоскости изображения, связанные условием тонкой линзы  $1/L_1 + 1/L_2 = 1/F$ .

В общем случае величина  $\Delta_{Dif}$  в уравнении (2.19) зависит от размера апертуры линзы  $A$  [12] и, как правило, много меньше, чем величина проекции источника излучения.

Для оценки величин, входящих в определение (2.19), можно использовать параметры станции ID-18F (ESRF), специализированной под решение задач микроскопии [103]. Станция является типичной для обслуживания преломляющей рентгеновской оптики, где:  $s_y = 60$  мкм,  $L_{1y} = 59$  м. Для  $E = 25$  кэВ ( $\lambda = 0,496$  Å) декремент показателя преломления SU-8  $\delta = 4,28 \cdot 10^{-7}$  и  $L_{2y} = 50$  см, тогда размер изображения источника 508 нм, а дифракционный предел  $\sigma_{Dif} = 57$  нм. Поэтому, в данном случае можно пренебречь первым слагаемым в (2.19).

Принимая во внимание условие ограниченности длины линзы и ограничение на дифракционный предел, а также условие (2.18), оптимальная апертура  $A_{opt}$  определена как апертура, которая обеспечивает пропускание, составляющее 0,97 от пропускания линзы с бесконечно большой апертурой. Отсюда, используя свойства функции  $erf(x)$  [104] следует, что оптимальная геометрическая апертура  $A_{opt}$  фокусирующих элементов:

$$A_{opt} = 1,22 \sqrt{\frac{F\delta\lambda}{\beta}} \quad (2.20)$$

### 2.2.3. Статистический разброс положения преломляющих структур относительно оптической оси линзы

Перенос представленного в математической форме профиля линзы в резистивный слой осуществляется на первом этапе формирования преломляющих рентгеновских линз методом электронной литографии. Вследствие конечной точности сшивки субполей при переносе топологии в электронный резист, нанесённый на заготовку промежуточной рентгеновской маски, положение  $i$ -го преломляющего профиля может отклоняться на величину  $\Delta_i$ . Влияние этого отклонения на интенсивность в фокусе линзы можно рассматривать как малое изменение преломляющего профиля микроструктур. В модели короткой линзы результирующий профиль, усреднённый по  $N$  отклонённым по случайному закону элементам (т.е.  $2N$  пар парабол):

$$\frac{\sum_{2N} (x + \Delta_i)^2}{2R} = \frac{2N \left( x + \frac{\sum_{2N} \Delta_i}{2N} \right)^2 - \frac{\left( \sum_{2N} \Delta_i \right)^2}{2N} + \sum_{2N} \Delta_i^2}{2R} \quad (2.21)$$

где  $x$  – ось, перпендикулярная оптической оси (как показано на рисунке 2-1), вдоль которой происходит отклонение фокусирующих элементов,  $R$  – радиус кривизны преломляющего параболического профиля микроструктур. Первое слагаемое в правой части равенства (2.21) описывает параболический профиль с тем же радиусом кривизны, но смещённый относительно оптической оси. Второе и третье слагаемое описывают смещение усредненного профиля вдоль оптической оси линзы, соответственно. Из равенства (2.21) видно, что кривизна усредненного параболического профиля, составленного из бесконечно длинных параболических профилей, пропорциональна только  $N$  и не зависит от локального смещения элементов  $\Delta_i$  (для простоты модели поглощение излучения материалом линзы не рассматривается). Слагаемые в (2.21), не содержащие  $x$ , отвечают за уменьшение пропускания излучения линзой со смещёнными элементами по сравнению с линзой, где фокусирующие элементы не смещены.

Для параболического профиля конечной длины, который реализуется на практике, слагаемое в равенстве (2.21), пропорциональное  $x$ , отвечает за изменение в размере и положении фокуса. Если принять, что пропускание линзы конечной длины составляет 0,97 от пропускания бесконечно длинной линзы, то уменьшение интенсивности в фокусе вследствие отклонения её элементов от оптической оси можно выразить через величину  $\Delta_i$ . С точностью не хуже 10% оно может быть оценено по формуле:

$$\frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^{x_0} \exp\left(-\frac{\mu N x^2}{R} - \frac{2x\mu \sum_{2N} \Delta_i}{R}\right) dx \approx 0.97 - 0.51\alpha + 0.2\alpha^2 \quad (2.22)$$

для  $\alpha < 1$ , и  $x_0 \approx 1.53$  являющегося корнем уравнения  $\text{erf}(x_0) = 0.97$ , и

$$\alpha = \sqrt{\frac{8\pi\beta\delta F}{\lambda R^2}} \cdot \sum_{2N} \Delta_i = A_{opt} \frac{4,11\beta \sum_{2N} \Delta_i}{\lambda R} \quad (2.23)$$

В диапазоне энергий фотонов от 10 до 40 кэВ коэффициент поглощения  $\beta$  материала SU-8 варьируется от  $5,6 \cdot 10^{-9}$  до  $1,5 \cdot 10^{-10}$ . Поскольку, на практике  $A_{opt}/R \sim$  лежит в пределах от 2 до 4, относительное уменьшение интенсивности в фокусе вследствие отклонения микроструктур пренебрежимо мало, если такие отклонения  $\Delta_i$  являются статистическими и не превышают нескольких микрометров (тогда в уравнении (2.23)  $\alpha \ll 1$ ). Численный расчёт интенсивности (для  $\Delta_i \leq 5$  мкм и  $A_{opt} = 150$  мкм) в фокусе для монотонной вариации отклонения  $\Delta_i$  при условии, что  $\sum_{2N} \Delta_i = 0$  также даёт несущественное увеличение размера фокуса.

#### 2.2.4. Ограничение на дифракционный предел вследствие конечной апертуры линзы

Поскольку длина линзы и геометрическая апертура  $A$  ограничены размером рабочей области, а количество преломляющих элементов, определяющих фокусное расстояние, находится посредством (2.7), напряжённость

электрического поля в фокусе такой усечённой линзы является суперпозицией плоских волн напряжённостью  $E_0$ , попавших в апертуру линзы:

$$E(x') = \int_{-\frac{A}{2}}^{\frac{A}{2}} E_0 \exp \left[ -\frac{\mu N x^2}{2R} - \frac{4\pi i \delta N x^2}{2R\lambda} + \frac{2\pi i (x - x')^2}{2\lambda F} \right] dx \quad (2.24)$$

Здесь первое слагаемое в показателе экспоненты описывает ослабление излучения материалом линзы, второе слагаемое – задержку по фазе при взаимодействии с материалом линзы с параболической формой кривизны преломляющей поверхности, третье слагаемое – задержка по фазе на пути в вакууме от линзы до фокуса. Энергия в фокусе линзы (с точностью до постоянного множителя):

$$I = \int_{-\infty}^{\infty} |E(x')|^2 dx' \quad (2.25)$$

здесь  $|E(x')|^2 = E(x')E(x')^*$ , а  $E(x')^*$  является комплексно сопряжённой по отношению к  $E(x')$  величиной. Если интерполировать зависимость  $|E(x')|^2$  функцией Гаусса, что справедливо для преломляющих параболических линз [105] и учесть согласно [88], что  $I = \sqrt{2\pi}\sigma$  где  $\sigma$  - среднеквадратичная ширина фокуса, то, подставив (2.24) в (2.25) и меняя порядок интегрирования, что легко сделать, поскольку нечётный член, пропорциональный  $x x'$  может быть опущен, и, опуская промежуточные преобразования, можно записать величину дифракционного предела для фокуса преломляющей линзы с ограниченной апертурой, определённую как ширину на полувысоте распределения интенсивности, в виде, полученном в работе [106] как:

$$\Delta = 0.264\lambda F \sqrt{\frac{2}{A} \sqrt{\omega} \exp\left(-\frac{\omega A^2}{4}\right) + \omega \operatorname{erf}\left(\frac{A}{2} \sqrt{\omega}\right)} \quad (2.26)$$

где  $\omega = 2\pi\beta/F\lambda\delta$ . Расчётное значение  $\Delta$ , представленное на рисунке 2-3 графически, стремится при  $A \rightarrow \infty$  к своему предельному значению, полученному в работе [105] как  $\Delta = 0,664\sqrt{F\lambda\beta/\delta}$ .

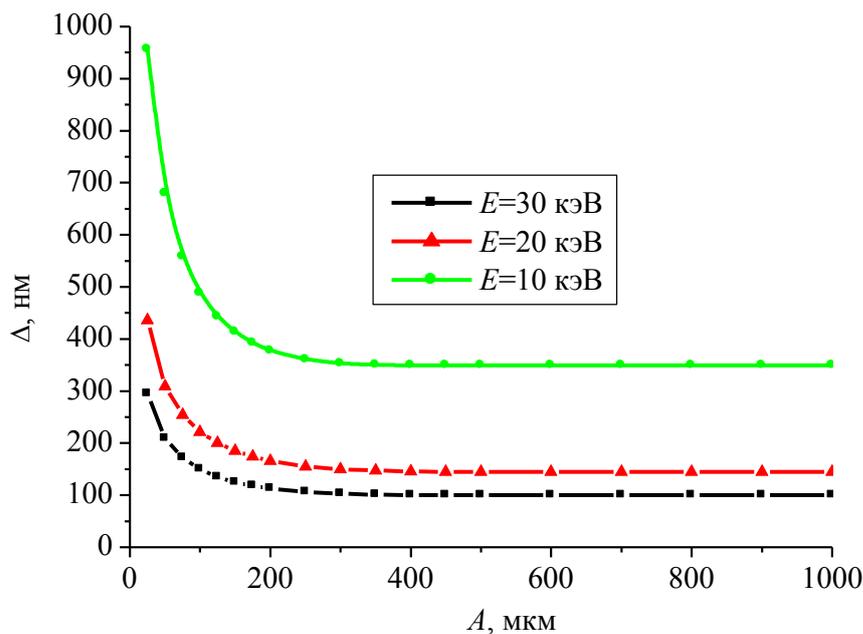


Рисунок 2-3. Расчётные значения дифракционного предела для параболических преломляющих линз из материала SU8 в зависимости от величины геометрической апертуры при  $F=1$  м и различных энергиях рентгеновских квантов.

Действительно, первое слагаемое в (2.26) быстро уменьшается с ростом  $A$  и при ограничении апертуры величиной  $A_{\text{opt}}$  (2.20) достигает значения:

$$\Delta = 0,677\sqrt{F\lambda\beta/\delta} \quad (2.27),$$

близкого к предельному.

## 2.3. Измерение размера фокуса

### 2.3.1. Общие замечания

В целях измерения размера фокуса разработаны различные методики, каждая из которых имеет свои преимущества и недостатки. В зависимости от ожидаемого размера фокуса и технического оснащения установки выбирают методику, которая в совокупности с технической реализацией давала бы достаточную точность измерения. Например, прямое изображение объектов в т.ч. линии

фокуса с помощью рентгеновской камеры может обеспечить разрешение не лучше, чем удвоенный размер пикселя CCD-камеры, минимальный размер которого на сегодняшний день около 0,35 мкм. Такого разрешения вполне достаточно для тестирования линз с большой апертурой, какие показаны на рисунке 2-4.

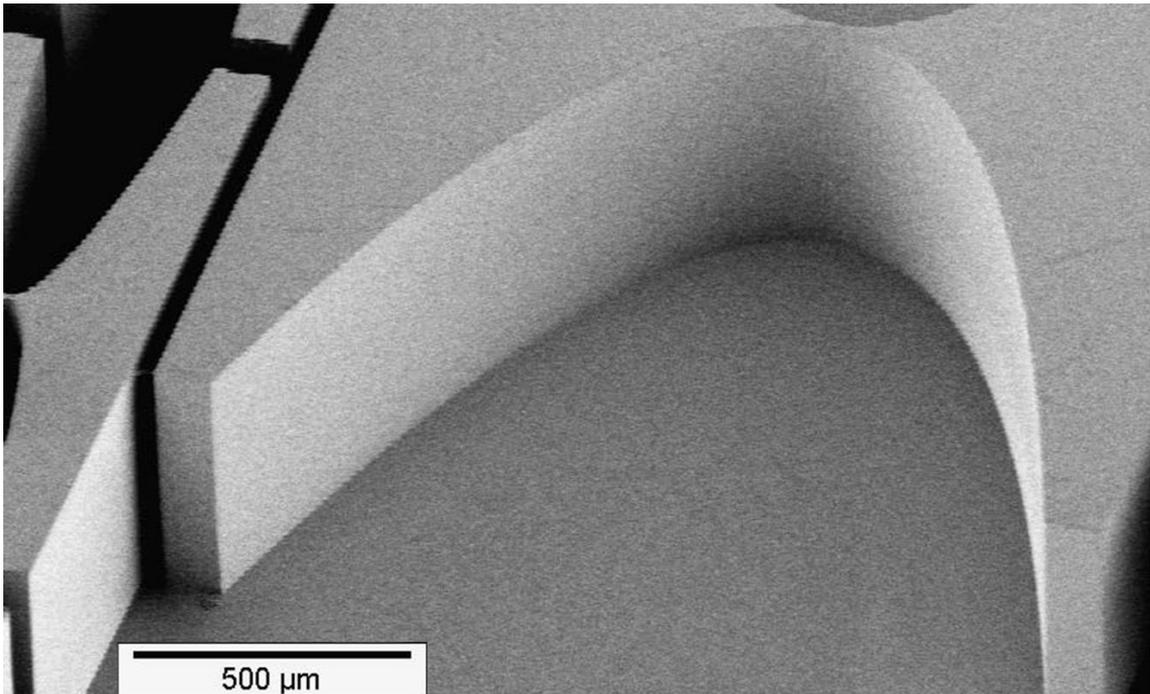


Рисунок 2-4. РЭМ-изображение преломляющих элементов линейной линзы, изготовленной из фоторезиста SU-8, с апертурой шириной 1500 мкм и высотой микроструктур 1000 мкм.

На рисунке 2-5 приведено оцифрованное изображение представленных на рисунке 2-4 линз на CCD-камере, полученное в радиографической моде. Видно, что вся апертура линз пропускает рентгеновские лучи в соответствии с геометрической симметрией структур. Разница в интенсивности объясняется различным количеством преломляющих элементов.

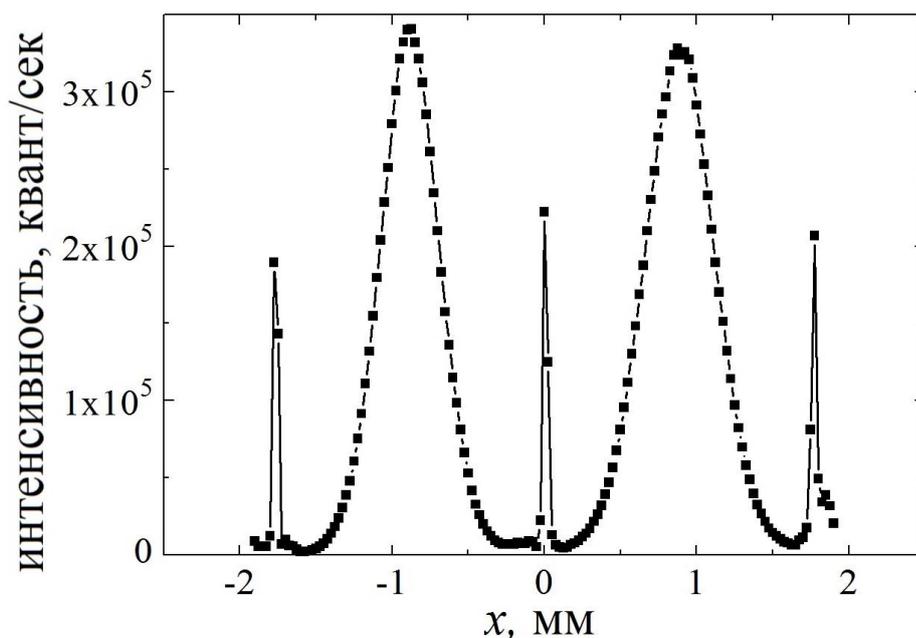


Рисунок 2-5. Измеренная интенсивность потока фотонов, прошедших сквозь линзы с апертурой 1500 мкм в режиме радиографии на станции ID-18F (ESRF) при энергии фотонов 14 кэВ.

Другой метод измерения размера фокуса базируется на детектировании рентгенофлуоресцентного излучения, характерного для мишени-объекта. Так как фотоэлектроны на пути дрейфа в мишени способны генерировать рентгенофлуоресцентные кванты по мере падения кинетической энергии первых, с целью успешного использования данного метода необходим специализированный тест-объект, характерные размеры которого намного бы уступали длине свободного пробега фотоэлектронов в материале мишени.

### 2.3.2. Разработка флуоресцентного тест-объекта

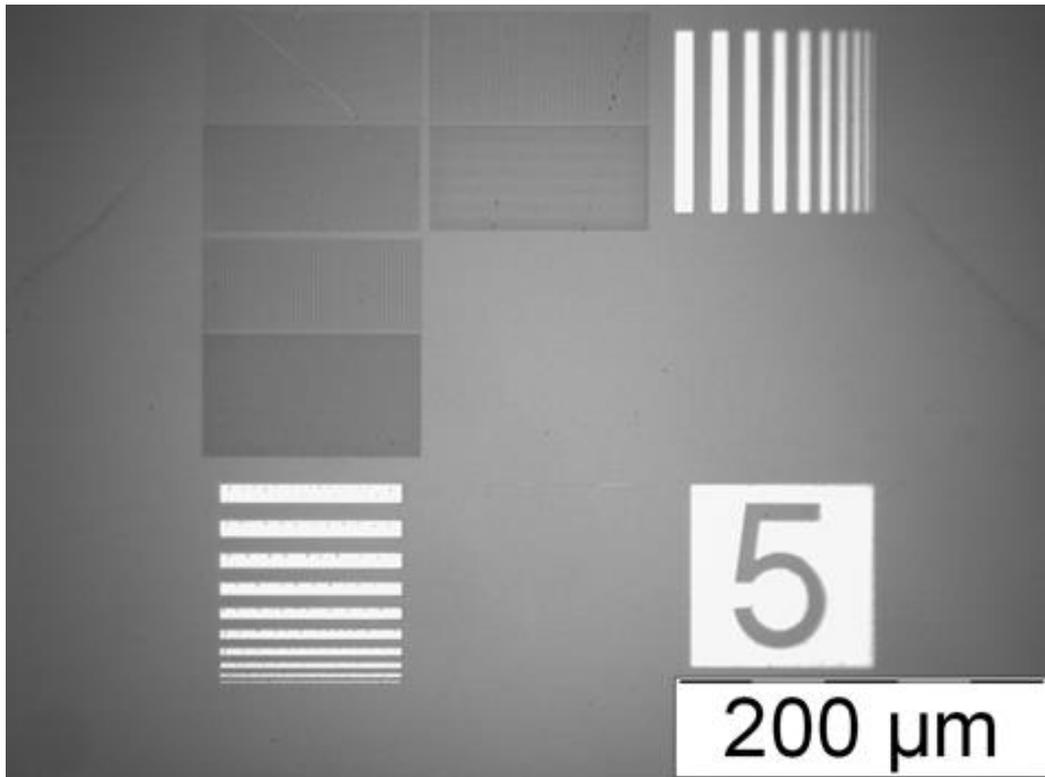
В целях измерения фокуса субмикронного размера с помощью рентгенофлуоресцентного отклика была разработан тест-объект, содержащий три различных массива микроструктур в форме линий из золота, как сообщается в работе [103]. В двух (по горизонтали и вертикали) суб-массивах (размером  $100 \times 100$  мкм) первого массива ширина линий и расстояние между ними варьируется от 10 мкм до 1 мкм – грубая шкала (см. рисунок 2-6а). В трёх суб-массивах

второго массива (размером  $50 \times 100$  мкм) ширина линий составляет 250 нм, 300 нм и 350 нм при шаге повторения 0,99 мкм (по вертикали) – точная шкала. В трёх суб-массивах третьего массива (размером  $50 \times 100$  мкм) при ширине линий 250 нм, 300 нм и 350 нм шаг периодичности - 1,99 мкм (по горизонтали) – точная шкала. Эти линии формируют линейку Нониуса для измерения размера фокуса менее 1 мкм. На рисунке 2-6 представлены электронно-микроскопические фотографии системы тестовых линий флуоресцентного тест-объекта.

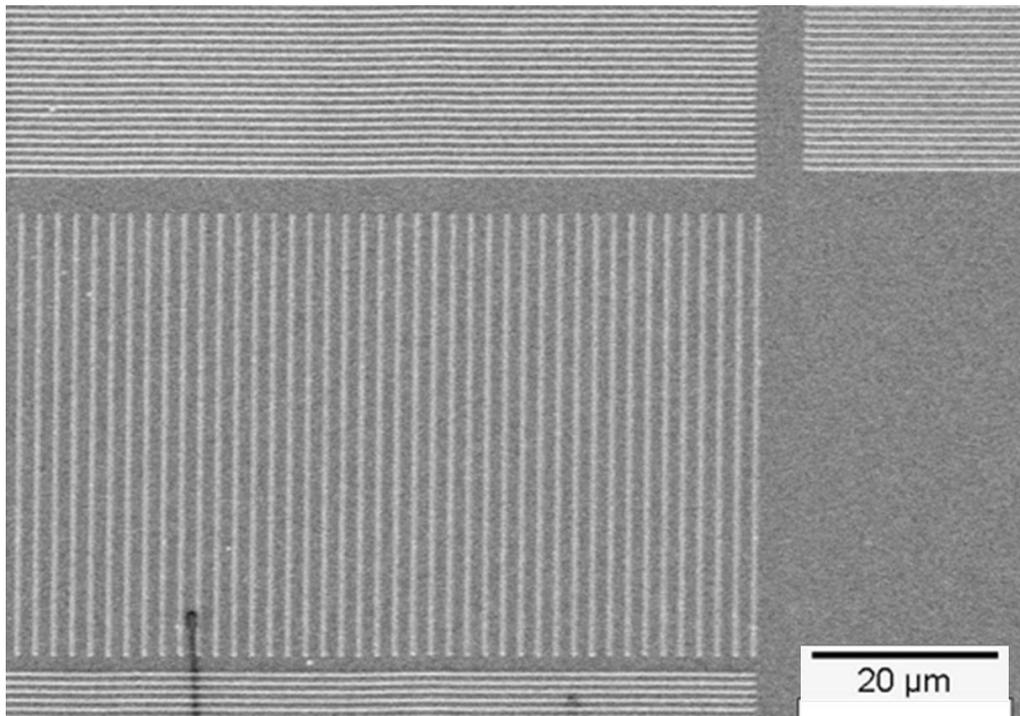
При условии, что шаг периодичности линий соблюдается с точностью, обеспечиваемой электронно-лучевой установкой (10 нм), при перемещении тест-объекта с шагом 1 мкм по вертикали (или 2 мкм по горизонтали) поперек рентгеновского луча размер фокуса может быть измерен с точностью до 15 нм. Это снимает необходимость перемещения тестовой структуры с шагом менее 1 мкм, что зачастую не обеспечивается шаговыми перемещателями. С другой стороны, точность изготовления и инспекции тестовых линий из золота не лучше 10 нм, но использование последовательности идентичных наноструктур позволяет усреднить результат измерений по нескольким периодам, а также обнаружить ошибки в системе перемещения шагового двигателя и учесть их при обработке экспериментальных данных.

При проведении измерений размера фокуса посредством детектирования флуоресцентного сигнала от золотых линий скорость счёта достигала 1000 квант/с. В результате, чтобы просканировать с шагом 100 нм весь массив, содержащий 60 линий, требовалось менее 15 минут.

Высота тестовых линии из золота около 90 нм. На рисунке 2-7 приведён результат инспекции линий с помощью туннельного микроскопа, взятый из работы [82].



a)



б)

Рисунок 2-6. Электронно-микроскопические фотографии системы тестовых линий флуоресцентного тест-объекта. а) общий вид; б) фрагмент из центра тест-объекта, содержащий участки трёх квадрантов, включающих линии из второго и третьего массивов для точной горизонтальной и для точной вертикальной юстировки.

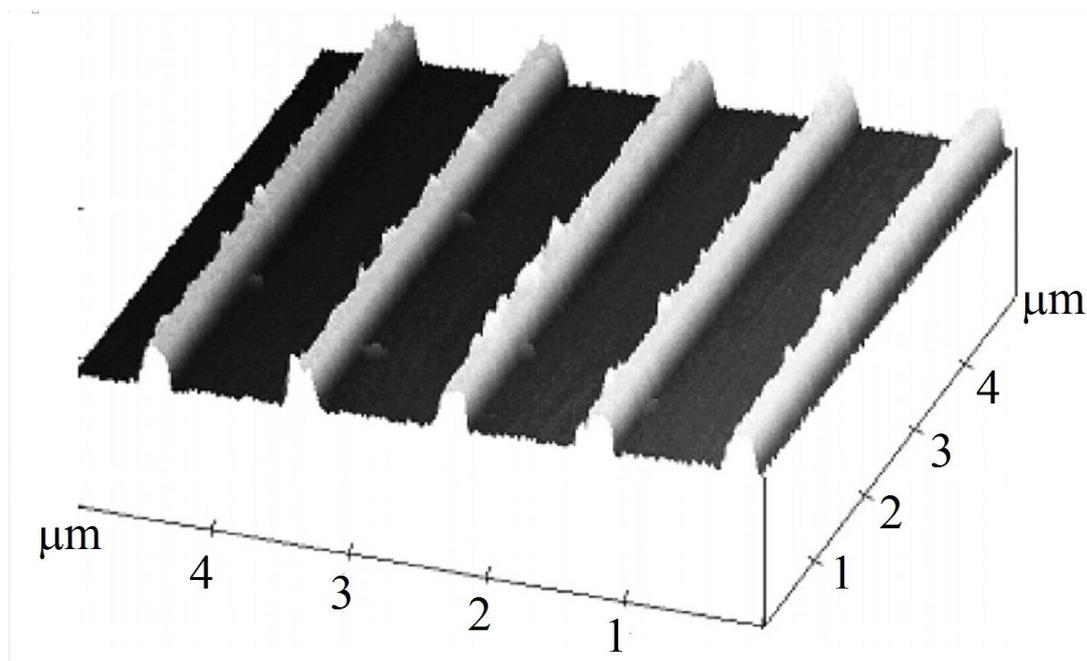


Рисунок 2-7. Профиль тестовых линий из золота, полученный на туннельном микроскопе. Ширина линий 250 нм.

### 2.3.3. Измерение размера фокуса с помощью флуоресцентного тест-объекта

Как сообщается в работе [103], измерения ширины фокуса с помощью системы линий флуоресцентного тест-объекта проводили на станции ID-18 (ESRF), измерительное оборудование которой в экспериментальной зоне показано на рисунке 2-8. Причём, измерение размера фокуса завершало цикл облучения с целью изучения стойкости линз к действию ионизирующего излучения.

Линзу перед измерением размера фокуса облучали монохроматическим излучением с энергией 15,85 кэВ. Излучение поступало из трёх ондуляторов типа U-32, смонтированных в линию, в течение 54 часов. При этом на первую микроструктуру линзы (рисунок 2-9, в центре) падал поток квантов  $2,7 \cdot 10^{13}$  квант/(с·мм<sup>2</sup>). Таким образом, за время облучения накопленная доза составила 1,75 ГГй.

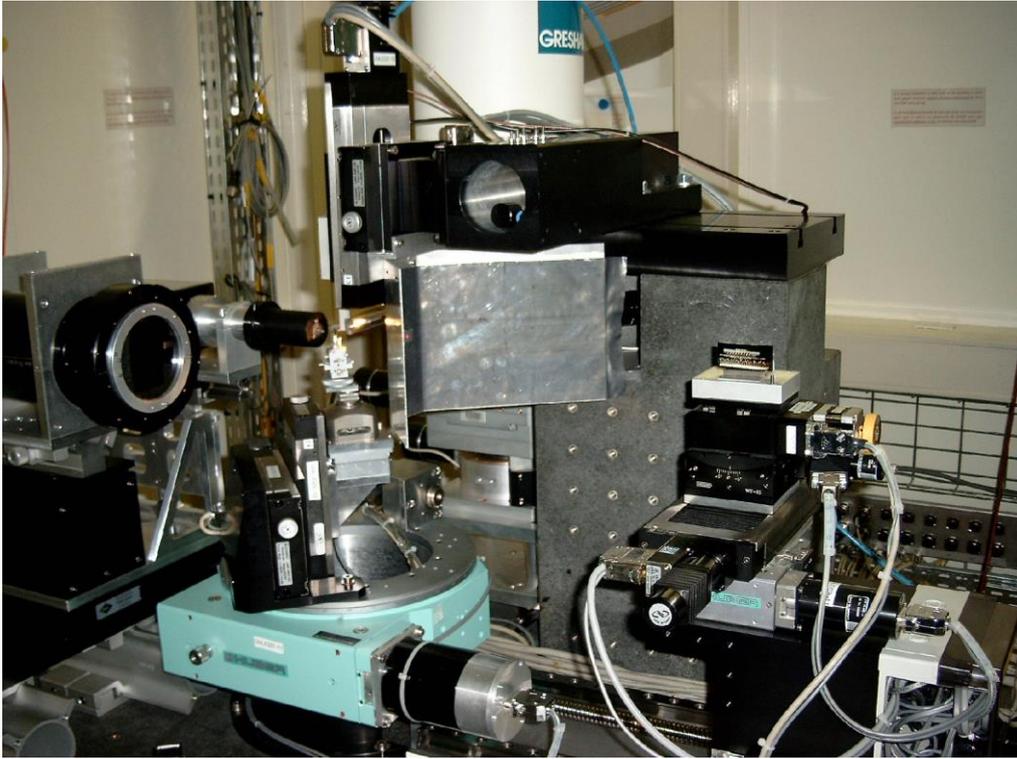


Рисунок 2-8. Вид экспериментальной зоны станции ID-18F (ESRF). Преломляющая рентгеновская линза (справа) отделена от зоны детектора (слева) свинцовым щитком, защищающим детектор от рассеянного рентгеновского излучения.

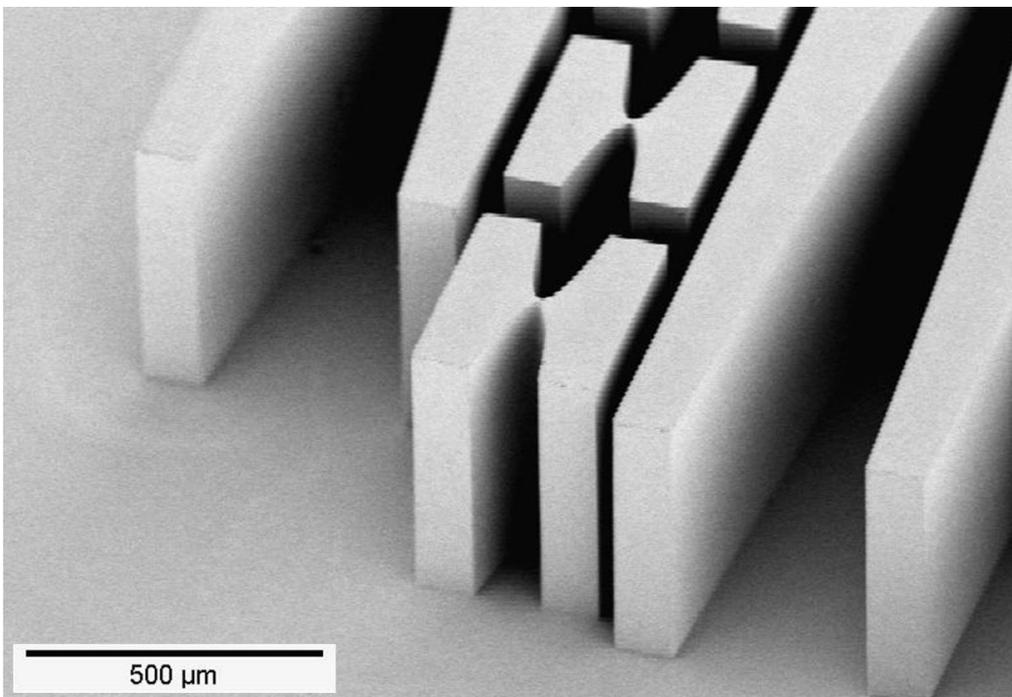


Рисунок 2-9. РЭМ-изображение преломляющих микроструктур трёх различных преломляющих рентгеновских линз на кремниевой подложке. Высота микроструктур 1000 мкм.

Поток рентгеновского флуоресцентного излучения линий  $L_{\alpha,\beta}$  золота тест-объекта, установленного в фокальной плоскости, регистрировали Si(Li)-детектором. Фрагмент скана линий через фокус линзы показан на рисунке 2-10. Наилучшее совпадение распределения интенсивности регистрируемого потока фотонов и профиля линий из золота достигается при ширине линии фокуса  $105 \pm 15$  нм (ожидаемое значение 93 нм). Расчётный выигрыш в интенсивности с учётом измеренного размера фокуса достигает величины 407.

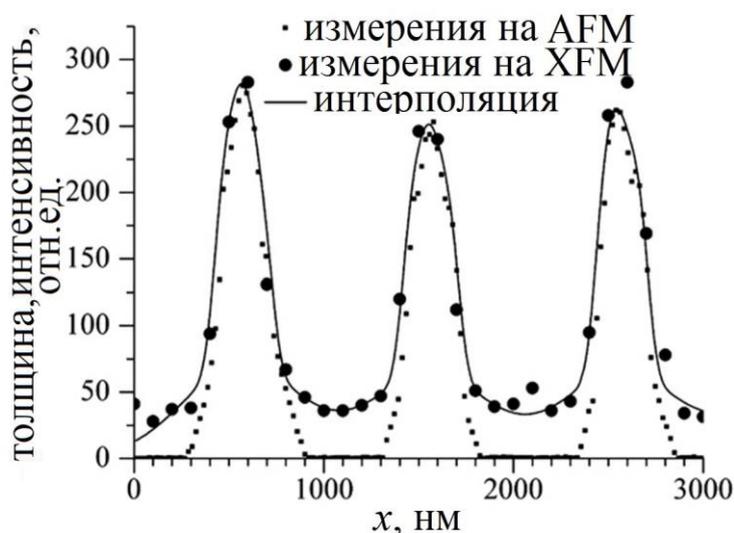


Рисунок 2-10. Измеренный рентгенофлуоресцентный сигнал (XFM) от линий золота, его интерполяционная кривая, построенная для линии фокуса шириной 105 нм, и профиль тестовых линий, полученный с помощью туннельного микроскопа (AFM).

Различие между измеренным и ожидаемым фокусом в 12 нм может быть объяснено большой крутизной боковых стенок тестовых линий, находящейся вблизи границы области чувствительности туннельного микроскопа.

#### 2.4. Пример применения линейных линз с большой апертурой

Разработанные преломляющие линейные линзы с большой апертурой в дальнейшем использовались в скрещенной геометрии в качестве конденсора для концентрации излучения на объект (см. Главу 3). Однако, в некоторых

экспериментах представляет интерес использование 1-D линз [107, 108] как, например, для возбуждения стоячих рентгеновских волн на подложке, как показано на рисунке 2-11. При этом в пучностях стоячей волны будет возникать наиболее интенсивный отклик рентгенолюминесцентного излучения из облучаемого (примесного, в данном случае) материала. Причём периодичность отклика зависит от угла наклона изучаемой слоистой системы. Поэтому получаемая кривая качания характеризует структуру объекта. В качестве исследуемых субстанций могут выступать тонкие слои материала или группы атомов, как на твёрдой подложке, так и в жидкости, как сообщалось в работе [109].

Преломляющая линейная линза в данном эксперименте концентрирует поток фотонов на образец, с одной стороны, а с другой стороны - служит апертурной диафрагмой для обеспечения когерентного фронта волны в области объекта (рисунок 2-12). Для этого линзы с большой апертурой (рисунок 2-13) ориентируют для фокусировки излучения в вертикальной плоскости.

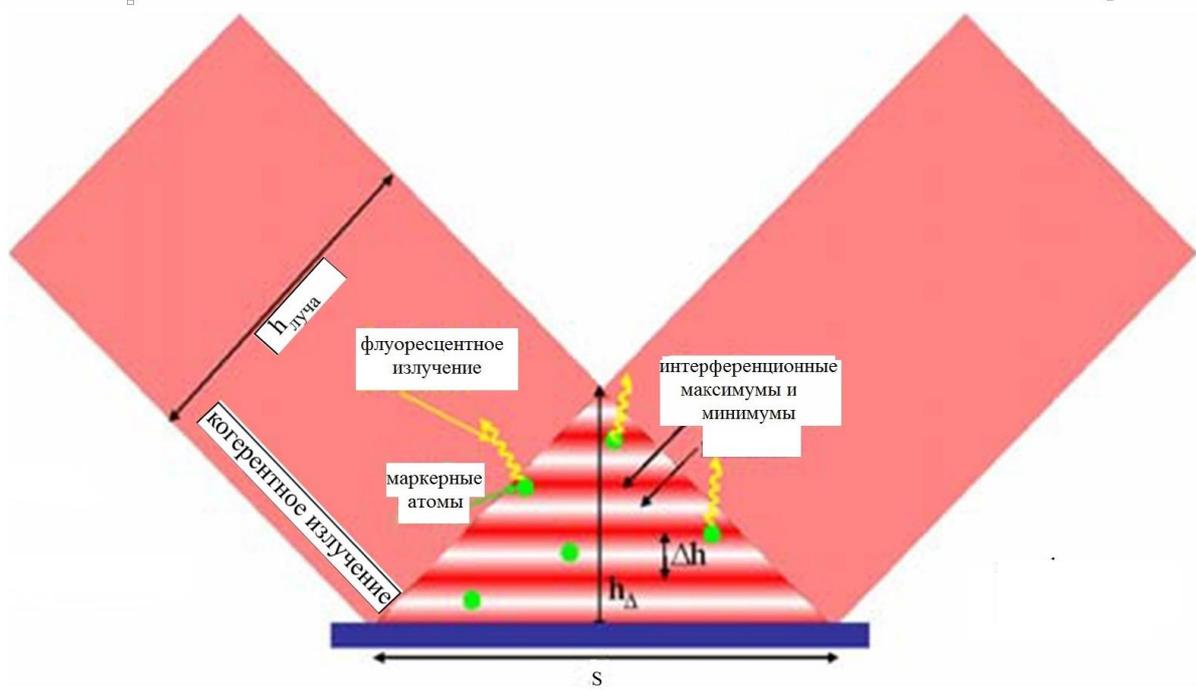


Рисунок 2-11. Схематическое изображение генерации стоячих рентгеновских волн. Первичный луч, характеризуемый величиной пространственной когерентности  $h_{\text{луча}}$  отражается от поверхности образца. В треугольной области высотой  $\Delta h$  падающая и отражённая волна интерферируют с образованием стоячей волны с периодом  $h_{\Delta}$ .

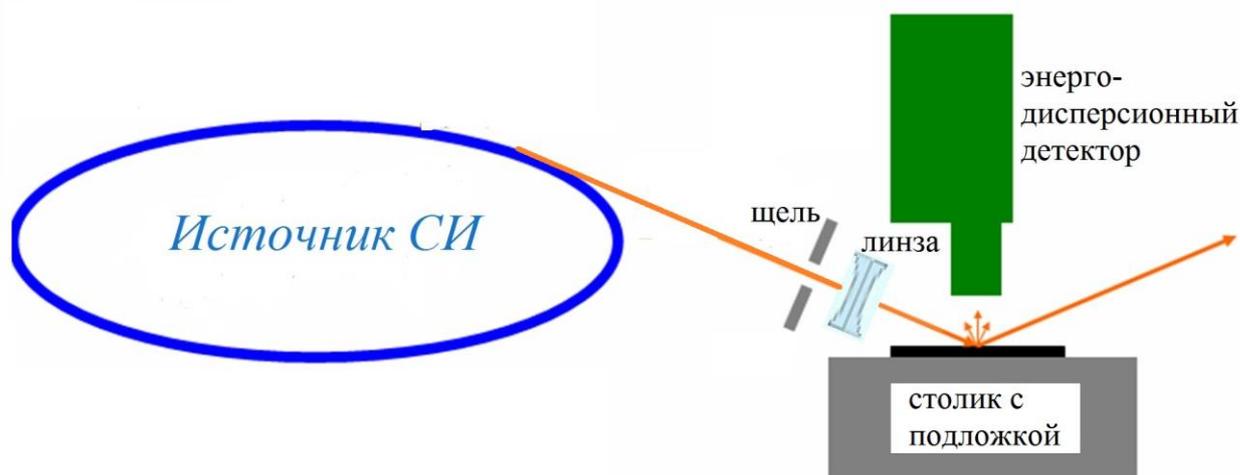


Рисунок 2-12. Принцип регистрации сигнала в эксперименте со стоячими рентгеновскими волнами.

Для проведения исследований использовали экспериментальную станцию BL-10 (DELTA), удалённую от точки излучения, находящейся в вигглере SAW, на расстояние 34 метра ( $L_2$ ). При этом размер области пространственной когерентности на входе в линзу составляет 41 мкм для квантов с энергией 12,9 кэВ, способных вызвать флюоресценцию, например, с  $L_{III}$ -края золота. Соответствующая по размеру области когерентности эффективная апертура линзы для указанной выше энергии квантов обеспечивает фокусное расстояние  $F=110$  мм, при этом глубина фокуса составляет около 150 мкм. Общий вид экспериментальной зоны станции с установленной преломляющей линзой и подложкой, закреплённой на гониометрическом столике, показаны на рисунке 2-14. При вертикальном размере электронного пучка СИ 80 мкм размер фокуса на подложке в вертикальной плоскости:

$$\sigma = \sqrt{\Delta_{Dif}^2 + \left(\frac{sL_1}{L_2}\right)^2} \quad (2.28)$$

не превышает 0,3 мкм. Здесь  $\Delta_{Dif}$  – дифракционный предел, а величина  $L_1$  связана с фокусным расстоянием и расстоянием до источника соотношением  $\frac{1}{F} = \frac{1}{L_1} + \frac{1}{L_2}$ .

Благодаря малой расходимости луча после линзы и достаточной степени

монохроматизации излучения ( $\Delta\lambda/\lambda \approx 4 \times 10^{-4}$ ) можно без разрушения исследовать состав многослойной структуры толщиной до 250 нм.

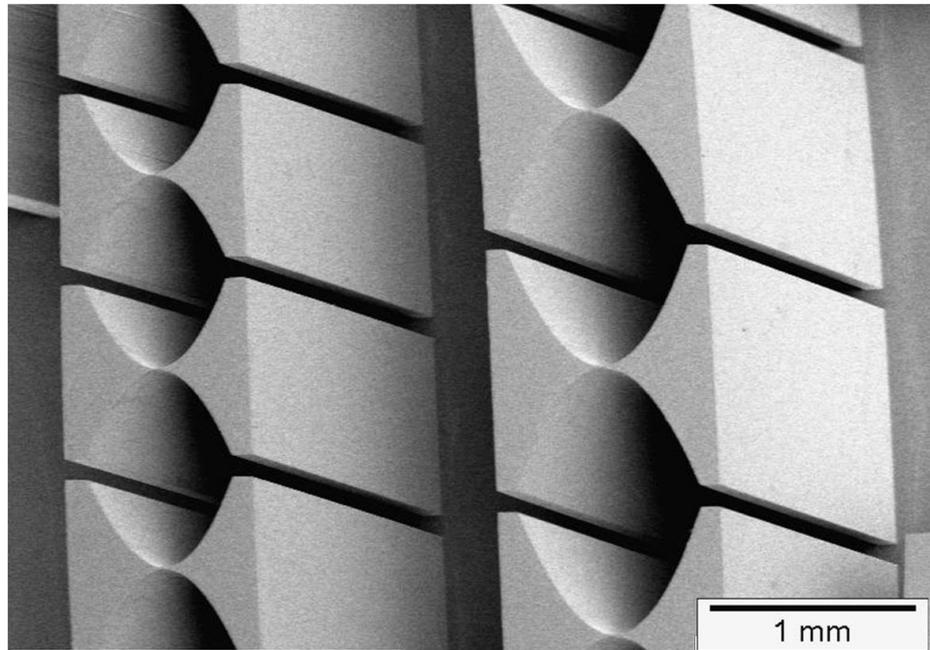


Рисунок 2-13. РЭМ-фотография линейных линз с апертурой 806 мкм и 608 мкм. Высота микроструктур 2100 мкм.

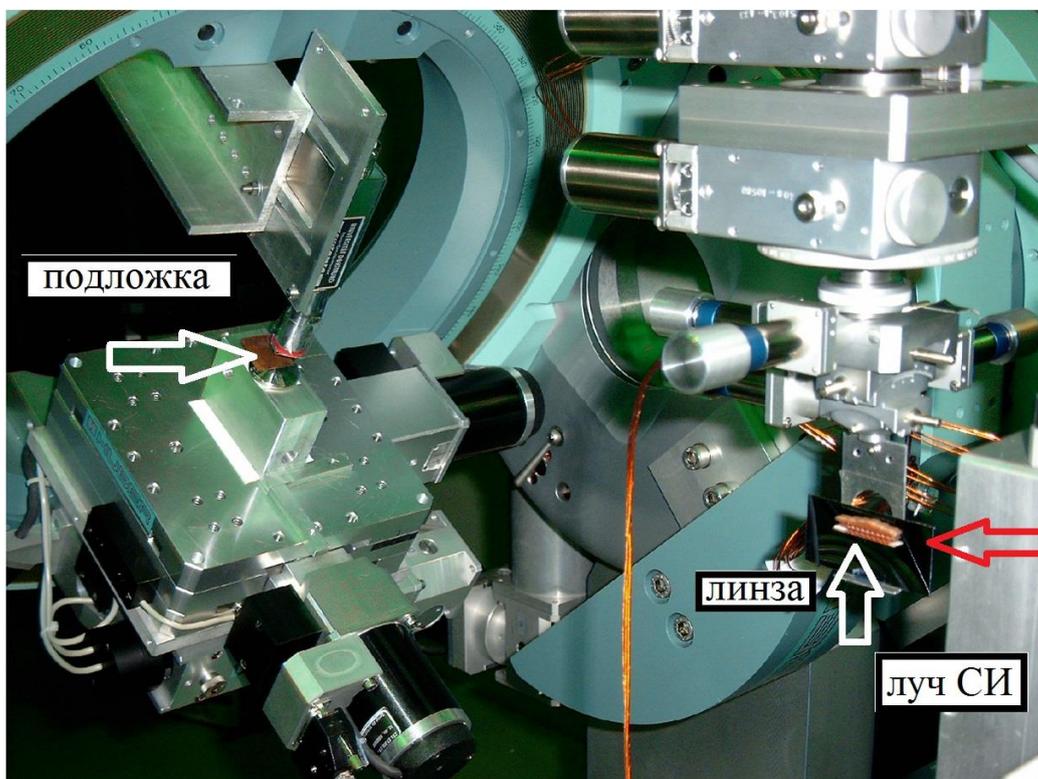


Рисунок 2-14. Экспериментальная зона станции BL-10 (DELTA).

Благодаря большой высоте микроструктур, которая обеспечивается рентгенолитографическим методом изготовления, посредством таких линз может быть исследована достаточно большая площадь образца, расположенного в пределах глубины фокуса линзы.

## 2.5. Выводы к главе 2.

Для характеристики рентгеновских линз введено понятие акцептанса, который для тонкой линзы зависит только от свойств материала и энергии квантов. Показано, что выигрыш для параболических преломляющих рентгеновских линз определяется главным образом материалом линзы, а поскольку каждому материалу отвечает определённая технология обработки – то и технологией. Поэтому наиболее эффективные линзы могут быть получены благодаря применению наиболее развитой и точной технологии. Выработаны основные критерии дизайна параболических преломляющих линз, накладываемые на количество фокусирующих элементов в линзе, радиус кривизны преломляющей поверхности, взаимную точность позиционирования преломляющих микроструктур, апертуру линзы. Путём анализа интеграла Кирхгоффа для тонкой линзы показано, как геометрическое ограничение апертуры влияет на величину дифракционного предела линзы.

На базе метода переноса изображения в глубокой рентгенолитографии разработаны условия изготовления и изготовлены преломляющие полимерные 1-D линзы с апертурой до 1,5 мм, длиной линии фокуса до 2,1 мм и шириной линии фокуса - до 100 нм. Разработан тест-объект и предложена методика измерения размера фокуса на базе массива нано-линий с фиксированным шагом и образующих с кратным одному микрометру шагом перемещения шагового двигателя подложки шкалу Нониуса.

Линзы с большой апертурой могут быть применены в различных физических экспериментах в качестве концентратора рентгеновского излучения с малой его расходимостью.

В качестве приложения подготовлен эксперимент по концентрации рентгеновского излучения на объект с помощью линз с линейным фокусом при изучении методом стоячих рентгеновских волн слоистой системы, состоящей из различных материалов.

## Глава 3. ПАРАБОЛИЧЕСКИЕ ЛИНЗЫ С ТОЧЕЧНЫМ ФОКУСОМ

### 3.1. Принцип планарных скрещенных линз

Несмотря на созданную возможность генерации длинного и яркого фокуса с размером в нанометровом диапазоне, исследователей чаще интересует возможность изучения свойств объектов в 2-х и 3-х измерениях, что ставит задачей формирование линз с точечной формой фокуса. На настоящем этапе развития метода рентгенолитографии сложно сформировать линзу с аксиальной симметрией, поэтому было предложено в работе [110] объединить две линейные линзы, расположенные ортогонально друг к другу, как показано на рисунке 3-1, поскольку оптические свойства по каждой из осей определяются параметрами одной соответствующей линзы, как указывалось в работе [111].

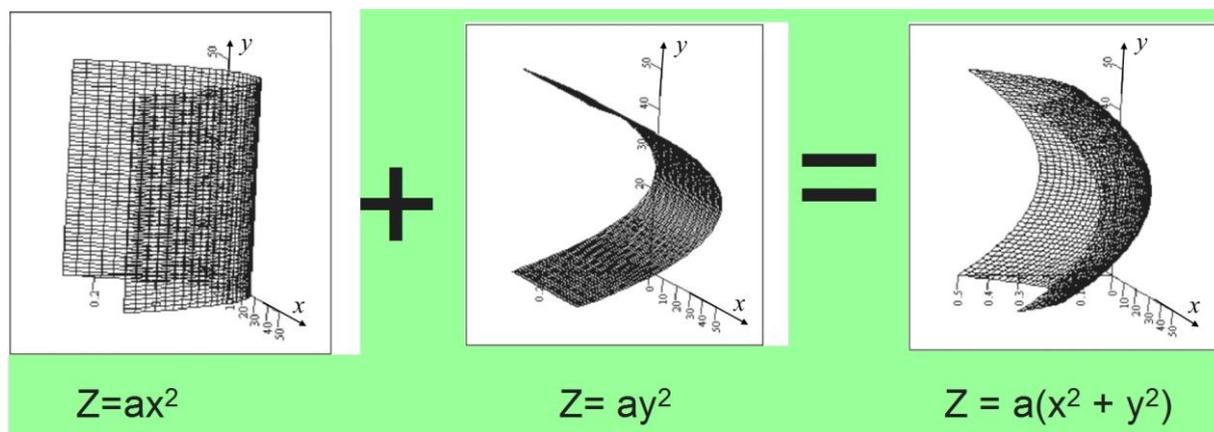
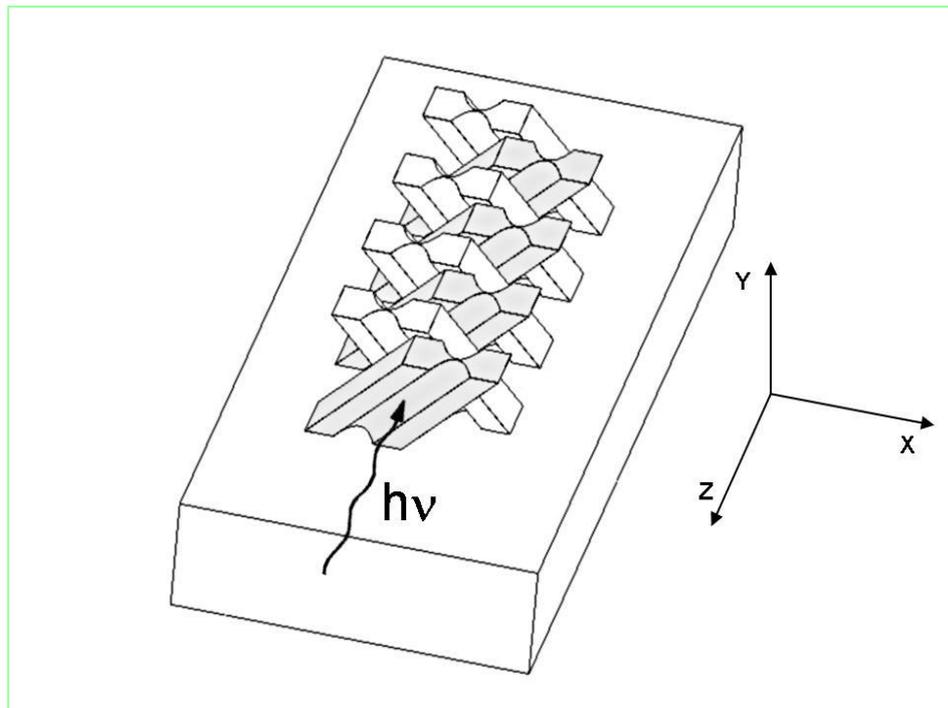
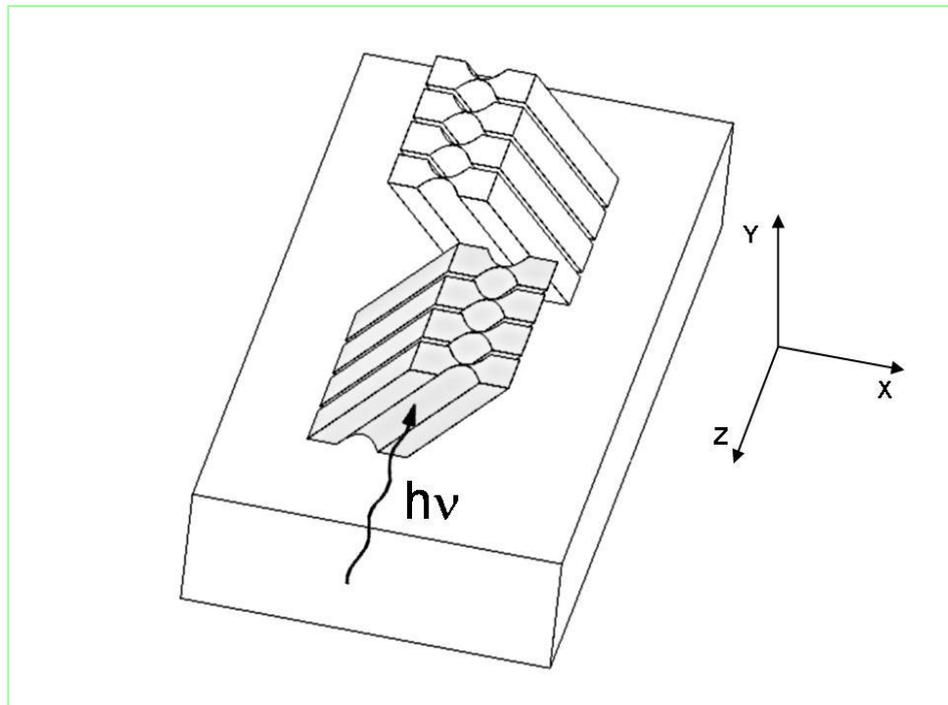


Рисунок 3-1. Принцип формирования линзы с фокусом в форме точки. Первая линза фокусирует излучение по одной оси, вторая линза – по другой оси, суммарная поверхность фокусирует одновременно по двум осям, согласно определению (2.7).

На базе вышеуказанного принципа в работе [103] были предложены два способа компоновки скрещенных линз, различающиеся способом чередования микроструктур, а именно ХУХУ и ХХУУ, как показано на рисунке 3-2.



а)



б)

Рисунок 3-2. Два способа компоновки преломляющих микроструктур с различным чередованием в линзе: а) XYXY; б) XXYY. Углы наклона микроструктур  $+45^\circ$  и  $-45^\circ$  относительно подложки.

Чтобы обеспечить минимальный размер фокуса по обеим осям одновременно, фокусные плоскости входящих в состав скрещенной линзы линейных линз должны совпадать. Но, поскольку геометрически преломляющие микроструктуры следуют друг за другом на фиксированном расстоянии, обеспечение общей для обеих линейных линз фокусной плоскости требует, чтобы фокусные расстояния (точнее, рабочие отрезки) линейных линз отличались на соответствующее расстояние. Это различие приводит к различным коэффициентам увеличения по осям  $x$  и  $y$ . Поэтому эксцентриситет изображения рентгеновского источника меняется по сравнению с эксцентриситетом источника излучения. В результате эксцентриситет эллиптического источника излучения может быть минимизирован, в принципе, до нуля.

В настоящей Главе рассматривались и изучались линзы с непрерывным параболическим профилем на широко используемый диапазон энергий 5-80 кэВ и фокусные расстояния, менее 1 м и эффективной апертурой, определяемой формулой (2.20).

### 3.2. Короткая или тонкая линза

Если длина рентгеновской линзы много меньше, чем её фокусное расстояние, в таком случае меняется только направление распространения рентгеновской волны, пока она распространяется в линзе. Для моделирования такой линзы варьировались количество преломляющих микроструктур  $N$  и радиус кривизны  $R$ .

#### 3.2.1. Количество преломляющих микроструктур $N$

Фокусное расстояние  $F$  для линейных линз, преломляющих по осям  $x$  и  $y$ , согласно [103]:

$$F_{x,y} = \frac{R_{x,y}}{2N_{x,y}\delta} + \frac{A_{x,y}N_{x,y}}{24R_{x,y}} \quad (3.1)$$

Здесь  $N_x$  и  $N_y$ ,  $A_x$ ,  $A_y$ ,  $R_x$ ,  $R_y$ , количество элементов, преломляющих по осям  $x$  и  $y$ , геометрическая апертура и радиус кривизны парабол, соответственно.

Если одна линейная линза смещена относительно другой на величину  $d$ , то для совпадения фокусных плоскостей должно выполняться:

$$F_x = F_y + d \quad (3.2)$$

При этом суммарная длина двух линз  $l_x$  и  $l_y$  не более длины рабочей области на рентгеновской маске  $l_m$  (см. рисунок 3-3):

$$l_x + l_y \leq l_m \quad (3.3)$$

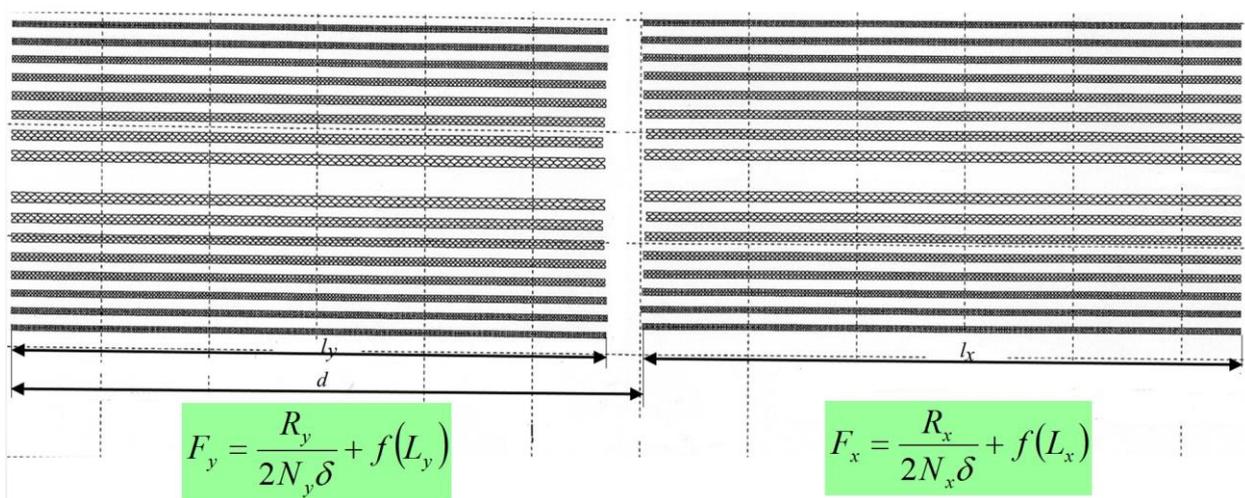


Рисунок 3-3. Схема размещения линейных линз типа ХХУУ на подложке. Слева массив линз, фокусирующих по оси  $y$ , справа – по оси  $x$ . Т.о. из 32 линейных линз на подложке могут быть составлены 16 скрещенных линз, каждой из которых соответствует своя энергия квантов и фокусное расстояние (после коррекции).

Коррекция производится для обеспечения необходимого количества преломляющих элементов путём механического удаления из исходной матрицы микроструктур избыточных, как показано на рисунке 3-4. С учётом малого декремента показателя преломления обеспечение вышеуказанного фокусного расстояния требует, чтобы количество элементов  $N_x$  и  $N_y$  составляло несколько десятков или сотен. Тогда, пренебрегая вторым слагаемым в уравнении (3.1), разница в фокусном расстоянии между двумя линзами с различным количеством элементов, а именно  $N$  и  $N-1$  даёт:

$$\Delta F = \frac{dF}{dN} \cdot \Delta N \approx \frac{F}{N}, \quad (3.4)$$

что соответствует длине порядка 1 мм, что сравнимо с глубиной фокуса линзы.

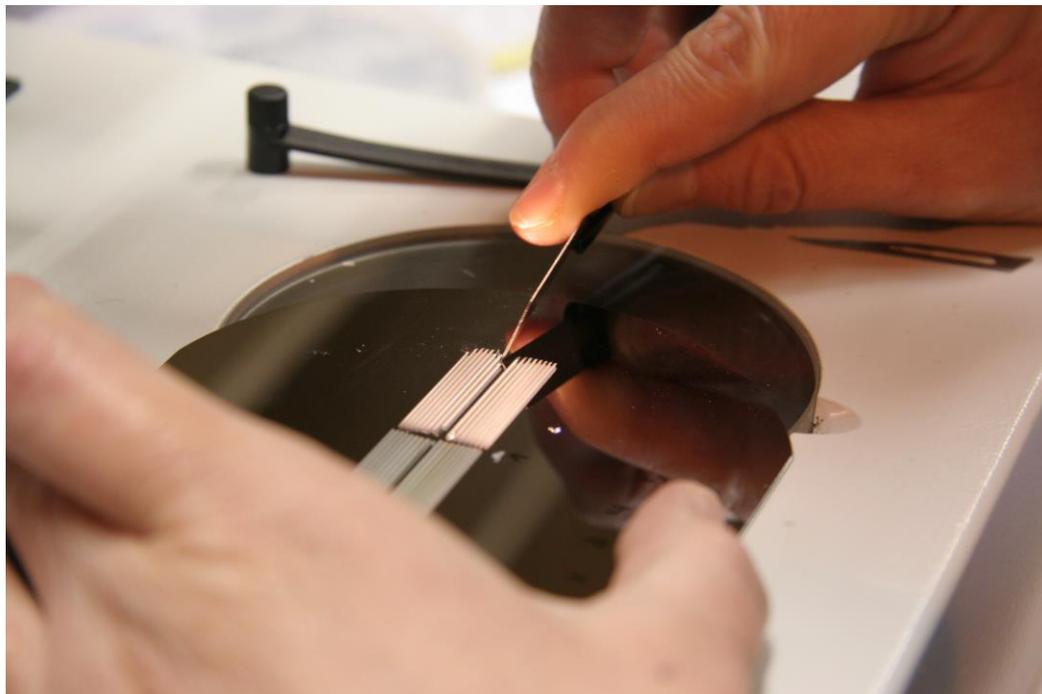


Рисунок 3-4. Удаление преломляющих микроструктур с помощью скальпеля.

Однако, более точное совмещение фокусных плоскостей может быть обеспечено вариацией величины  $d$  или выборочным удалением преломляющих структур, длина которых составляет несколько десятков или сотен микрометров.

### 3.2.2. Поворот линзы вокруг оптической оси

Если линейные линзы наклонены одна относительно другой на угол  $90+\phi$  (вследствие ошибки угла выставки подложки и маски при переносе топологии в процессе рентгеновского экспонирования), то новые фокусные расстояния  $F_{x'}$  и  $F_{y'}$  не совпадают с ожидаемыми расстояниями  $F_x$  и  $F_y$ , поскольку:

$$\frac{1}{F_{y'}} = \frac{\cos^2 \phi}{F_y}, \quad \frac{1}{F_{x'}} = \frac{\cos^2 \phi}{F_x} \quad (3.5)$$

где  $F_{x'}$  и  $F_{y'}$  фокусные расстояния в плоскостях  $y'z$  и  $x'z$ , а поворот происходит относительно плоскости  $yz$  (или  $xz$ ) на угол  $\phi$ . С учётом разнесения обеих линз на расстояние  $d$  друг от друга (случай XXYY) согласно [112]:

$$\frac{1}{F_y} = \frac{\cos^2 \phi}{F_{y'}} + \frac{\sin^2 \phi}{F_{x'}} - \frac{d \sin^2 \phi \cos^2 \phi}{F_{x'} F_{y'}} \quad (3.6)$$

и

$$\frac{1}{F_x} = \frac{\cos^2 \phi}{F_{x'}} + \frac{\sin^2 \phi}{F_{y'}} - \frac{d \sin^2 \phi \cos^2 \phi}{F_{x'} F_{y'}} \quad (3.7)$$

где  $d = F_x - F_y$ , для  $\phi = 0$ . Тогда разнесение фокусных плоскостей:

$$d - (F_x - F_y) = \frac{d[1 - F_y F_x \cos(2\phi)]}{F_x^2 + F_x d(\sin^4 \phi + \cos^4 \phi) + d^2 \sin^4 \phi \cos^4 \phi} \quad (3.8)$$

Для  $\phi \ll 1$  из (3.8) следует:

$$d - (F_x - F_y) \approx 2d\phi^2 \quad (3.9)$$

Оценки показывают, что величина в левой части (3.9) может достигать нескольких десятков микрометров на один градус угла  $\phi$ , что может быть учтено при юстировке линз.

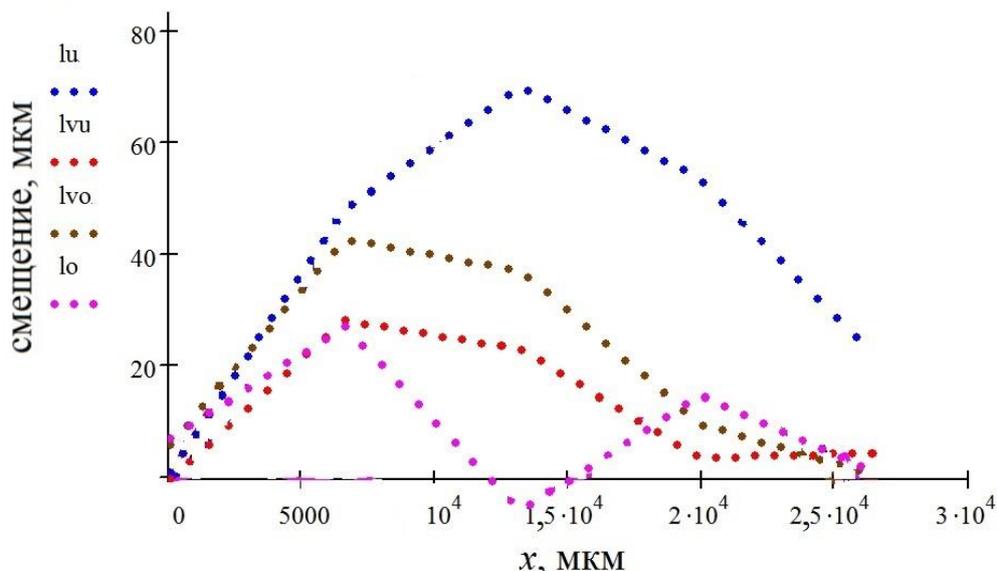
Разнесение фокусных плоскостей значительно меньше для линз типа XYXY, поскольку в этом случае  $d$  соответствует расстоянию между двумя соседними преломляющими элементами X и Y, а именно от 20 до 50 мкм.

### 3.2.3. Тестирование скрещенных линз

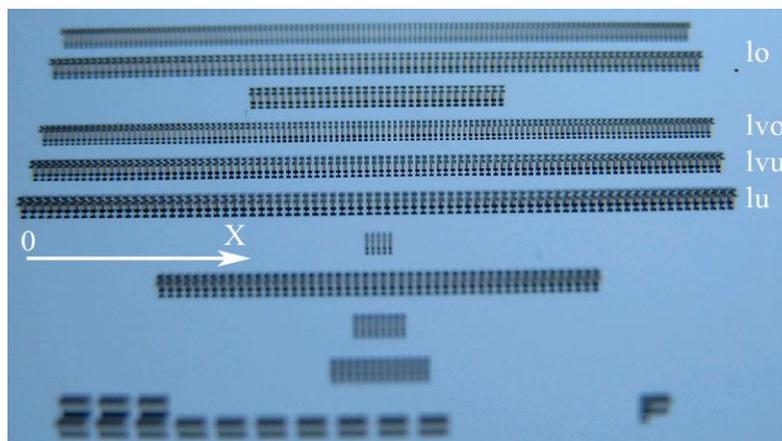
#### 3.2.3.1. Температурные деформации

При рентгенолитографической передаче изображения вследствие наклонной ориентации слоя рентгеновского резиста и рентгеновской маски при облучении рентгеновским излучением наблюдается смещение микроструктур на маске и неверное их позиционирование, вызванное радиационным нагревом, как показано в работе [59]. Причиной смещения является изгиб мембраны вызванный поглощением энергии рентгеновского излучения. При этом реальное положение

отпечатка не совпадает с его положением при чисто проекционном переносе на расстояние, названное смещением  $\Lambda$  микроструктур. На рисунке 3-5а показано измеренное смещение микроструктур относительно геометрической оси симметрии: наибольшее смещение наблюдается для микроструктур в центре линзы, лежащей в середине поля облучения.



а)



б)

Рисунок 3-5. Смещение микроструктур от геометрической оси симметрии для различных линз в поле облучения (а); расположение линз на подложке (б).

При перпендикулярной ориентации падающего пучка СИ смещение микроструктур на маске, вызванное радиационным нагревом оценивается как:  $\Lambda \approx k_T \times \Delta T \times h$ , где  $\Delta T$  - радиационно-индуцированная температура в облучённой

области размером  $h$ , коэффициент термического расширения  $k_T$  (для титана  $k_T = 8,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ). Оценочные значения:  $h \approx 3 \text{ мм}$  и  $\Delta T \approx 10 \text{ К}$  (ток электронов в кольце ускорителя 100 мА), локальное термическое смещение  $\Delta \leq 0,25 \text{ мкм}$ .

При наклонном ( $45^\circ$ ) падении на маску пучка СИ проекция на подложку теплового прогиба мембраны, как показано в работе [59], определяется как:

$$\Delta \approx h\sqrt{k_T\Delta T} \quad (3.10)$$

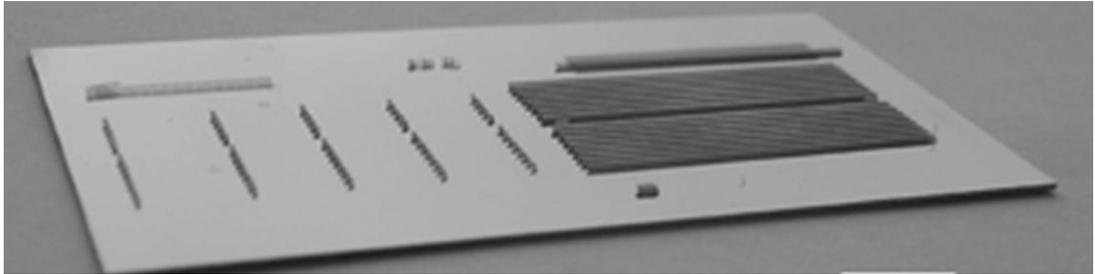
что даёт  $\Delta \approx 30 \text{ мкм}$  при выше указанных условиях, что и наблюдается на рисунке 3-5. Причём, для  $\Delta$  до 100 мкм смещение монотонно нарастает к середине линзы, демонстрируя прогиб близкий по форме к параболическому (см. рисунок 3-5), то для  $\Delta$  свыше 150 мкм - наблюдается уплощение кривой прогиба в средней части линзы, вызванное, вероятно, касанием подложки мембраной маски.

Проблема определения истинного смещение структур состоит в том, что только один конец линз (левый на рисунке 3-5) зафиксирован жёстко, поскольку находится вблизи края мембраны и геометрической тени, а другой конец смещается вместе с прогибом средней части мембраны, несмотря на близкое расположение края геометрической тени.

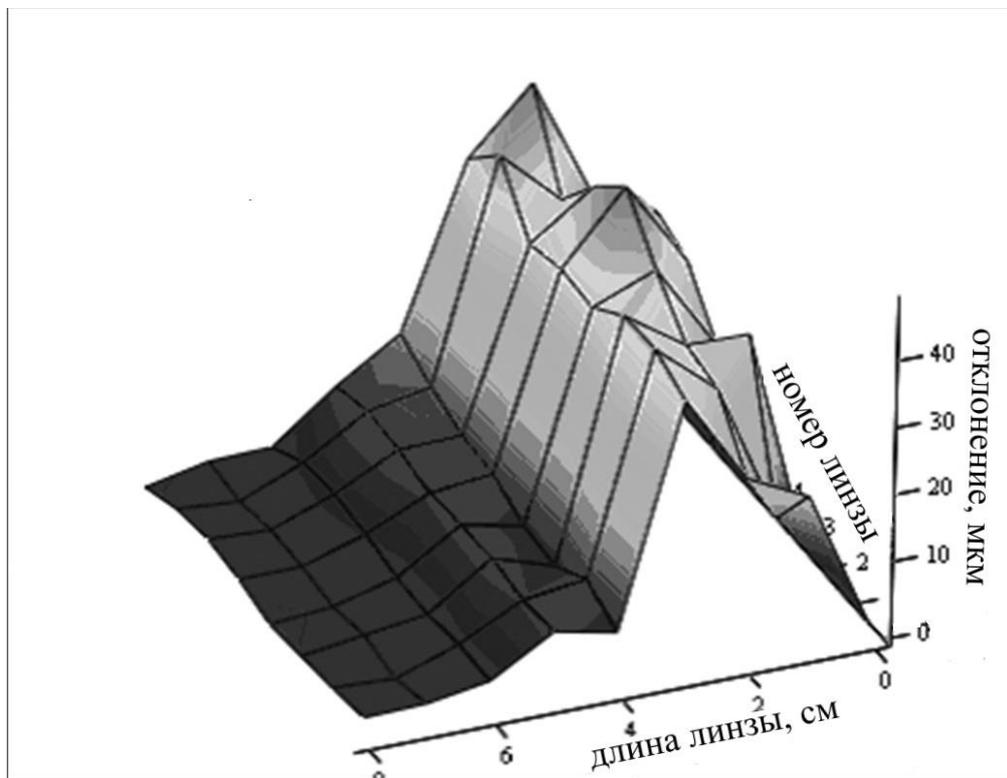
Для измерения смещения структур одну половину рентгеновской маски облучали через щелевидные диафрагмы (готовые структуры показаны на рисунке 3-6а), минимизируя нагрев подложки при энергии электронов в кольце источника СИ АНКА -  $E = 2,5 \text{ ГэВ}$ , токе электронов  $I = 110 \text{ мА}$  и скорости сканирования по вертикали 20 мм/с. В этом поле облучения смещение микроструктур не превышало точности измерения - 2 мкм (см. рисунок 3-6б). Данные структуры образовали базовую ось, относительно которой измерены смещения структур в нагретом поле маски при стандартном облучении. Смещение достигало 40 мкм, как видно из рисунка 3-6б.

Анализ различных методов снижения смещения микроструктур позволяет сделать следующие выводы.

- при давлении гелия, заполняющего вакуумную камеру до  $\sim 20$  мбар и более, зависимость радиационно-индуцированной температуры близка к минимальным значениям, однако недостаточно низка;



а)



б)

Рисунок 3-6. а) Преломляющие микроструктуры на кремниевой подложке. Слева – структуры, полученные облучением через диафрагму со щелями шириной 300 мкм, справа – стандартным облучением всего поля  $25 \times 30$  мм. б) Измеренное отклонение изображения микроструктур от положения несмещённой проекции.

- увеличение скорости сканирования способствует снижению пиковых значений радиационно-индуцированной температуры, однако средняя температура в режиме насыщения остаётся высокой, но не зависит от скорости сканирования;

- при стробировании рентгеновского пучка длительность строба должна быть не более  $10^{-5}$  с, но такие методы в вакуумной технике пока не известны;
- наиболее эффективно подавление мощности падающего СИ - посредством использования зеркала скользящего падения или центрального бимстопа в совокупности с поглощающими фильтрами. Первое средство подавляет жёсткую компоненту спектра, а фильтры – мягкую. При этом как снижается мощность, так и формируется новый спектр с необходимой шириной полосы;
- тепловое смещение может быть также уменьшено применением более толстых рентгеновских масок. Например, тепловой прогиб бериллиевой маски толщиной 500 мкм в ~85 раз меньше, чем маски на основе титановой мембраны толщиной 2,4 мкм.
- существенное снижение прогиба также возможно в случае значительного уменьшения габаритных размеров маски, т.е. формирование рёбер жёсткости маски.

При подавлении мощности первичного луча рентгеновского СИ в 10 - 100 раз (в зависимости от начальных условий) может быть обеспечена субмикронная точность переноса рисунка. На практике были опробованы все вышеперечисленные методы. Успешное изготовление коммерческих рентгеновских линз подтвердило результаты проведённого анализа.

### 3.2.3.2. Измерение размера фокуса

Линзы со скрещенной геометрией были изготовлены в соответствии с методикой, описанной в Главе 1. Тем не менее, для минимизации воздействия технологических параметров на размер фокуса изучалось влияние угла наклона рентгеновской маски при облучении, величины дозы поглощённого излучения, а также перепада дозы по толщине резистивного слоя на величину шероховатости боковой стенки микроструктур. Во-вторых, с целью уменьшения термического прогиба мембраны использовали бериллиевую маску. В качестве объекта

исследования были выбраны линзы типа ХХУУ, причём фокусные расстояния по обеим осям координат были уравнены путём механического удаления необходимого количества преломляющих микроструктур (см. рисунок 3-4).

Фокусирующие свойства линз были исследованы при энергии квантов 28 кэВ на станции ID-18F(ESRF), экспериментальная зона которой показана на рисунке 3-7 [103].

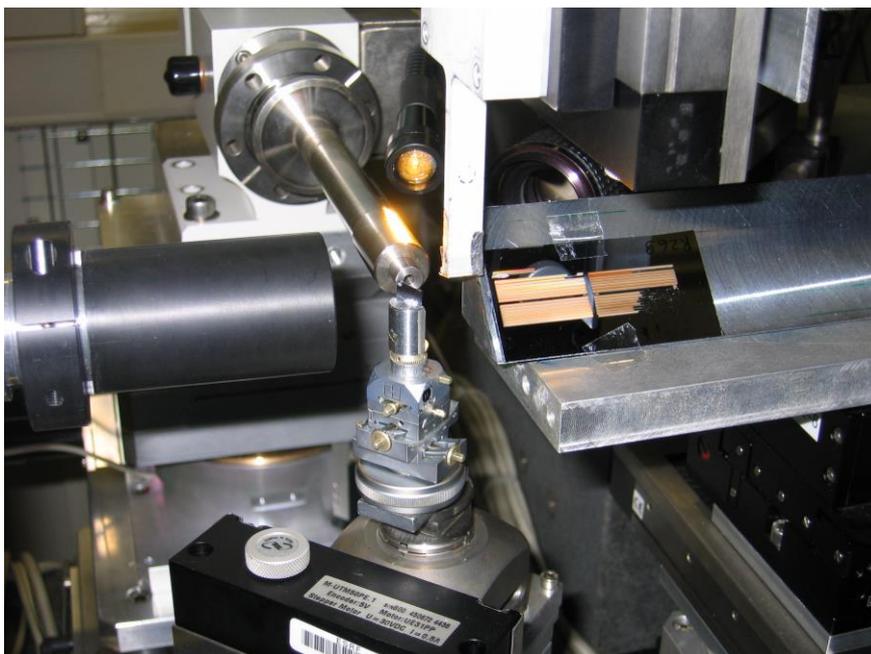


Рисунок 3-7. Фотография рентгеновской преломляющей линзы, CCD- камеры, приёмной головки Si(Li)-детектора, тест-объекта на станции ID-18F(ESRF) при измерении размера фокуса.

Использовали излучение стоящих друг за другом трёх ондуляторов типа U-32, настроенных на 7-ю гармонику. Поскольку размер источника излучения в камере накопителя 60 мкм × 800 мкм, зазор в первичных щелях фронтэнда был установлен размером 140 мкм (гор.) × 1000 мкм (верт.), чтобы минимизировать потери потока квантов. Наличие CCD- камеры позволяет относительно быстро отъюстировать линзу в пучке, контролируя её положение визуально.. Перекрещивание двух линейных фокусов характерно для скрещенной линзы, как показано на рисунке 3-8а.

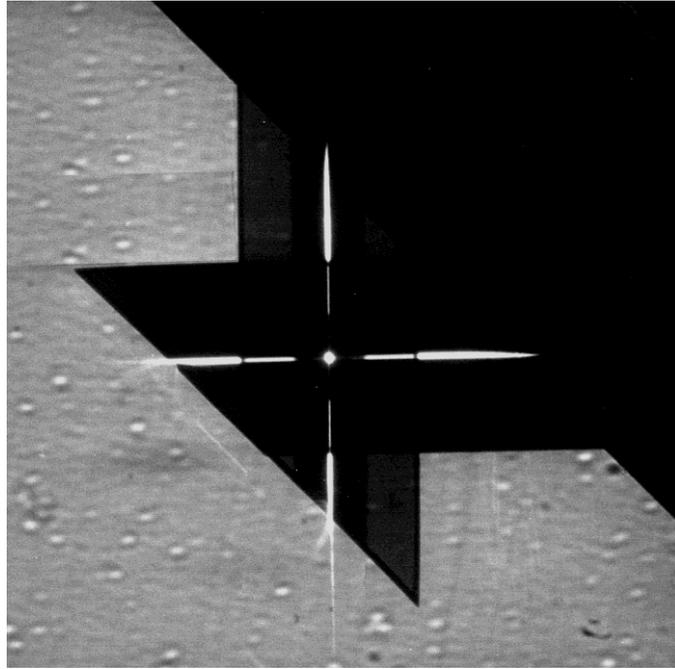
Благодаря размещению CCD- камеры на значительном расстоянии за фокусной плоскостью, камера передаёт увеличенное проекционное изображение

фокуса, поэтому последнее может быть проанализировано детально: распределение интенсивности в фокусе имеет вид функции гаусса с симметрией вращения, как показано на рисунке 3-8б.

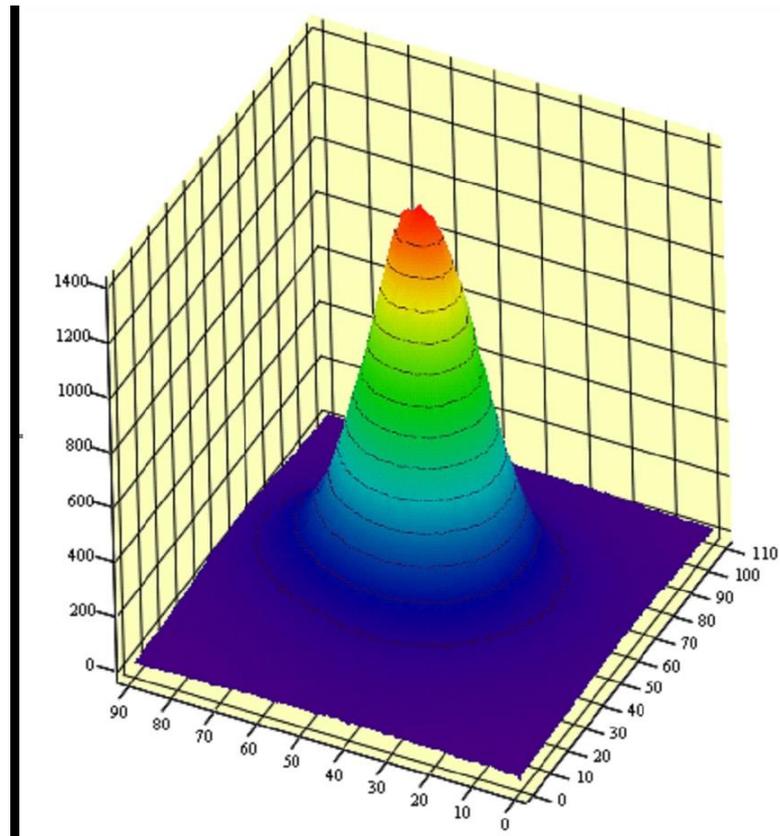
Для определения размеров фокуса был использован тест-объект, описанный в подразделе 2.3.2. Детектируемая зависимость потока рентгенофлуоресцентных квантов от линий из золота на тест-объекте показана на рисунке 3-9, из которой следует предварительный размер ширина фокуса на полувисоте функции интенсивности как  $370 \pm 30$  нм по вертикали и  $800 \pm 60$  нм (ПШПВ) по горизонтали.

Следует отметить, что вторичные электроны так же, как и рентгеновские кванты возбуждают атомы наноструктур тест-объекта, вызывая флуоресценцию с *L*-оболочек в окрестностях фокуса, пока, по мере дрейфа, их кинетическая энергия не упадёт ниже энергии возбуждения. Поэтому длина дрейфового пути фотоэлектронов даёт вклад в уширение наблюдаемого размера фокуса. Длина дрейфового пути фотоэлектронов  $R_e$  определяется их начальной энергией и конечной энергией в условиях многократного рассеяния в среде, рассмотренных в работе [67]. Чтобы минимизировать эффект уширения фокуса, детектирующие линии должны быть более узкие, чем  $R_e$  или изготавливаться из материала, содержащего более высокие по энергии атомные уровни, как, например, молибден.

С учётом экспериментальных данных длины свободного пробега электронов в золоте согласно [113]  $R_e \approx 220$  нм скорректированный размер фокуса по вертикали  $300 \pm 30$  нм и  $770 \pm 60$  нм - по горизонтали. После вычета вклада в размер фокуса проекции источника излучения, размер фокуса, включающий дифракцию рентгеновского излучения, ошибку юстировки и неточность изготовления линзы, составил 240 нм по вертикали и 590 нм по горизонтали, соответственно.



а)



б)

Рисунок 3-8. а) 2-D – изображение на CCD-камере линейных фокусов и фокуса скрещенной преломляющей линзы - яркая круглая точка в центре изображения; (б) 3-D распределение интенсивности рентгеновского излучения на CCD-камере, расположенной в 12-ти см позади фокусной плоскости. 1 пиксел = 0,02 мкм (в фокусной плоскости).

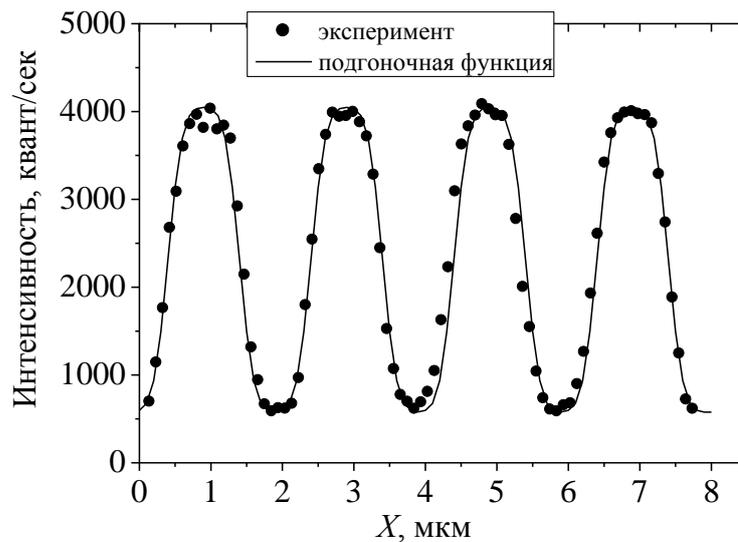


Рисунок 3-9. Интенсивность рентгенофлуоресцентного сигнала на детекторе в зависимости от положения линии из золота на тест-объекте. Шаг сканирования по вертикали 0,1 мкм.

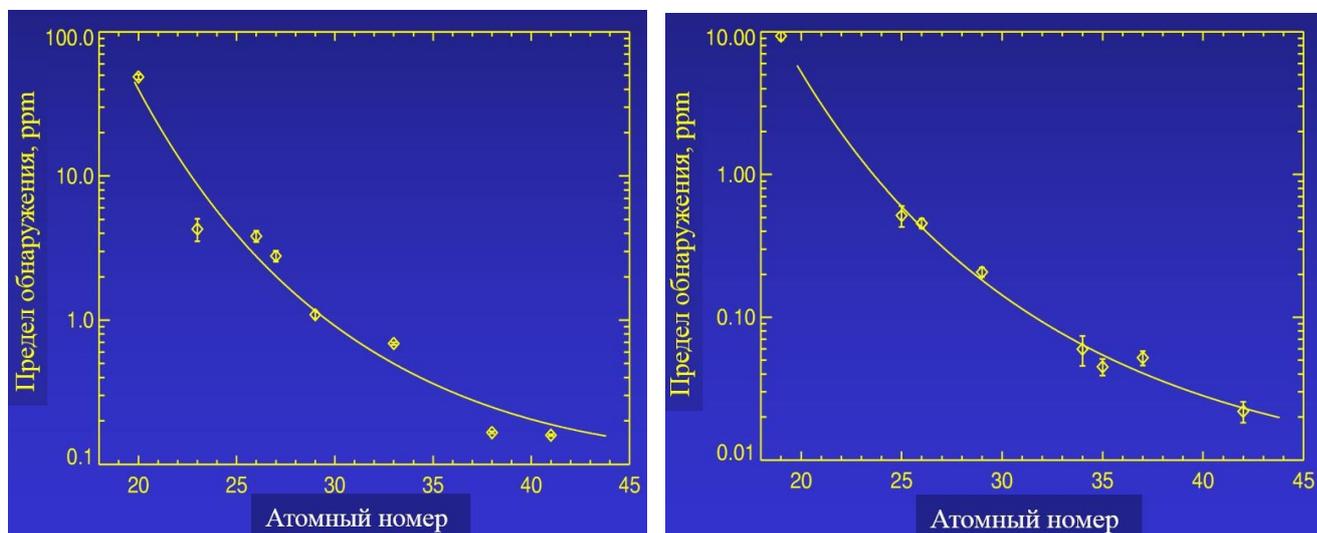
Вследствие использования апертурной диафрагмы на входе в линзу (55 мкм по вертикали и 82 мкм по горизонтали), часть излучения, которая бы попала в фокус, была блокирована. Поэтому в эксперименте размер дифракционного предела больше, чем расчетный для неограниченной апертуры линзы, и составляет 60 нм по вертикали и 57 нм по горизонтали. Таким образом, вносимая погрешность в размер фокуса составляет ок. 230 нм.

Поскольку линзы изготавливались в одном технологическом цикле, можно предположить, что аналогичная погрешность в определении размера фокуса имеет место и по горизонтали. Однако, вследствие дискретности числа фокусирующих элементов и, поэтому, дискретности подгонки фокусного расстояния - с шагом около 2 мм (93 фокусирующих микроструктуры для рабочего отрезка 178 мм по вертикали и 98 – для рабочего отрезка 208 мм по горизонтали), плоскости изображений не совпадали на ~1 мм. При этом расчётный градиент концентрации энергии электрического поля за линзой составил около 200 нм/мм вблизи фокуса, поэтому большой эксцентриситет фокуса может целиком объясняться несоответствием фокусных плоскостей.

Методы сближения фокусных плоскостей, как относительный поворот линз вокруг оптической оси - рассмотрен в подразделе 3.2.2, а выборочное удаление фокусирующих микроструктур – в подразделе 3.2.1.

### 3.2.3.3.Элементный анализ микропроб

Высокая интенсивность потока квантов в фокусе рентгеновской линзы (до  $3 \times 10^9$  квант/с) при энергии возбуждения 28 кэВ и высокой монохроматизации спектра  $\Delta E/E \approx 10^{-4}$  на станции ID-18F (ESRF) позволили достичь относительного предела обнаружения лёгких и средних элементов таблицы Менделеева до 0,02 ppm, как показано на рисунке 3-10. Было также установлено, что абсолютный предел обнаружительной способности на тестовых объектах в 3 раза превышает таковой, достигнутый с помощью преломляющих алюминиевых линз (см. рисунок 3-11). Минимальный абсолютный предел детектирования при этом достиг величины в несколько аттограмм.



а)

б)

Рисунок 3-10. Предел относительной обнаружительной способности, достигнутый на тестовой стеклянной матрице NIST SRM 1mm (а) и биологической матрице NIST SRM1577a (б) за 500 сек на станции ID18F(ESRF) в фокусе полимерной скрещенной линзы при энергии квантов 28 кэВ.

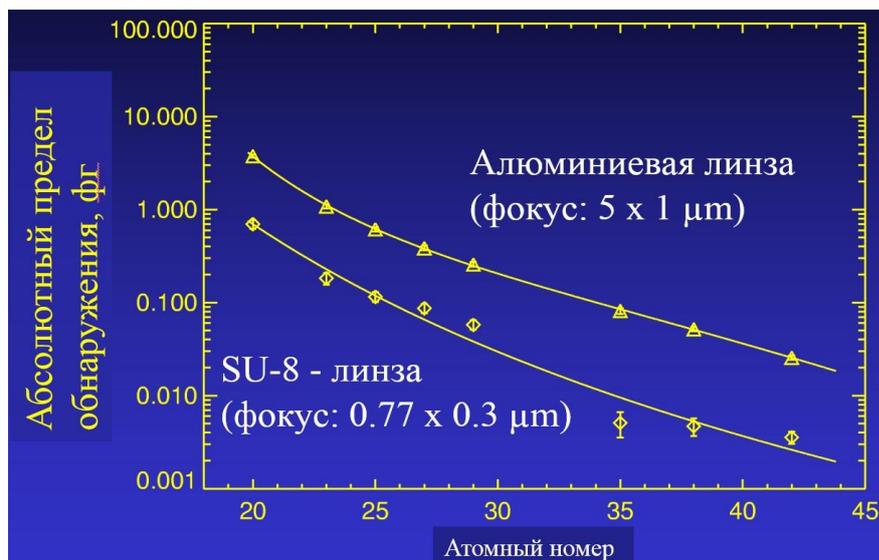


Рисунок 3-11. Измеренная для материалов с различным атомным номером абсолютная обнаружительная способность в фокусе преломляющей линзы на станции ID18F(ESRF). Верхняя кривая соответствует алюминиевой линзе с фокусом размером  $1 \times 5 \mu\text{m}$ , нижняя кривая соответствует полимерной линзе.

Исследование с высоким пространственным разрешением инородных включений в алмазе позволяет установить геофизические условия формирования последнего в земной коре. На рисунке 3-12 представлено измеренное на станции ID-18F (ESRF) при энергии 28 кэВ и размере фокуса  $0,6 \mu\text{m} \times 0,9 \mu\text{m}$  (верт.  $\times$  гор.) распределение химических элементов в образце природного алмаза, добытого в ЮАР.

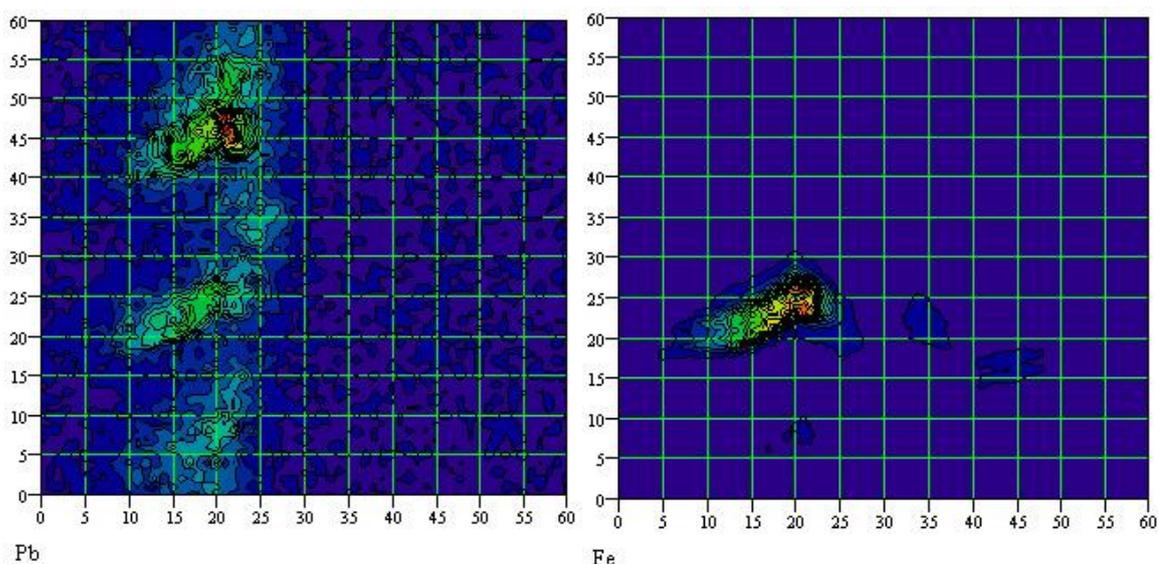


Рисунок 3-12. 2D распределение включений свинца и железа в кристалле алмаза, полученное с помощью сфокусированного рентгеновского луча. Размер поля сканирования  $60 \mu\text{m} \times 60 \mu\text{m}$ , размер пикселя  $0,5 \mu\text{m} \times 0,5 \mu\text{m}$ .

Высокая плотность потока квантов в фокусе особенно необходима при исследовании объёмного распределения элементов методом 3D-микротомографии, так как в ходе исследования проводится картографирование объекта во многих плоскостях, ориентируемых под разными углами к направлению падающего пучка СИ.

В частности, методом рентгенолюминесцентной 3D-микротомографии с энергией возбуждения 28 кэВ изучали распределение элементов в промышленном шлаке, как сообщается в работе [114]. Для этого частицу золы диаметром около 15 мкм закрепляли на оси вращения, изготовленной из углеродной нити диаметром 200 мкм. Конец оси вращения с закреплённой на ней частицей представлен на фотографии (см. рисунок 3-13).

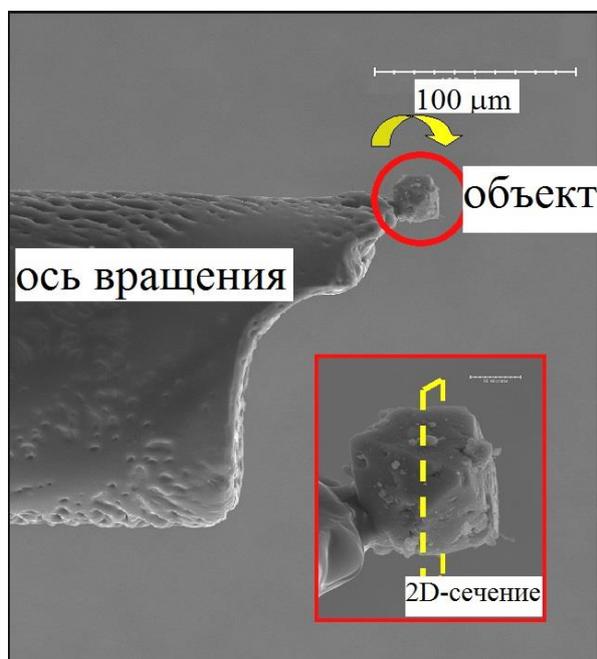


Рисунок 3-13. Размещение частицы промышленного шлака на оси вращения гониометра для исследования объёмного распределения элементов методом рентгенолюминесцентной 3D-микротомографии на станции ID18F (ESRF).

Рентгенофлюоресцентный сигнал измеряли с помощью Si(Li)- детектора, расположенного в плоскости орбиты электронов источника СИ и объекта, как показано на рисунке 3-14. В процессе измерений объект перемещали горизонтально и вертикально, вращали в интервале углов от 0 до 180° с шагом 3°. Томографические сканы содержат по 60 положений трансляций и 60 положений угла поворота, время детектирования 1 с. На рисунке 3-15 представлено

измеренное пространственное распределение химических элементов в частице промышленного шлака с пространственным разрешением около 400 нм.

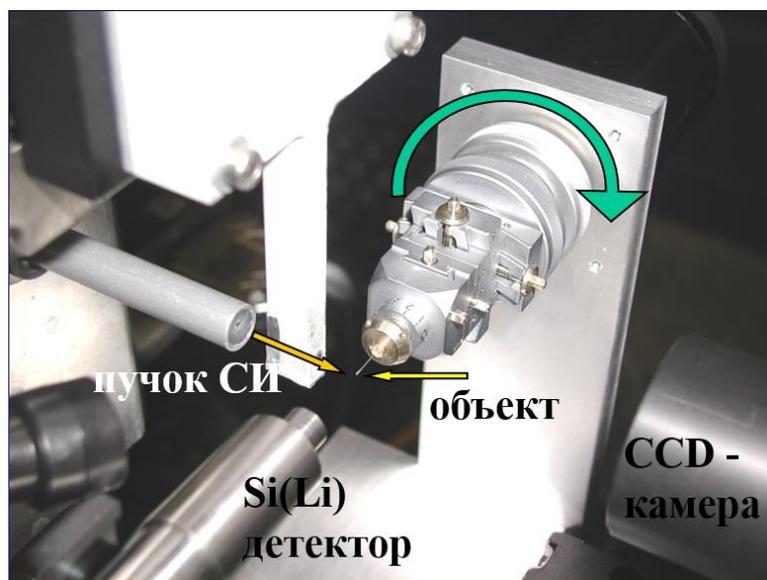


Рисунок 3-14. Расположение измерительного оборудования на станции ID18F (ESRF) при исследовании частицы промышленного шлака методом рентгенолюминесцентной 3D-микротомографии.

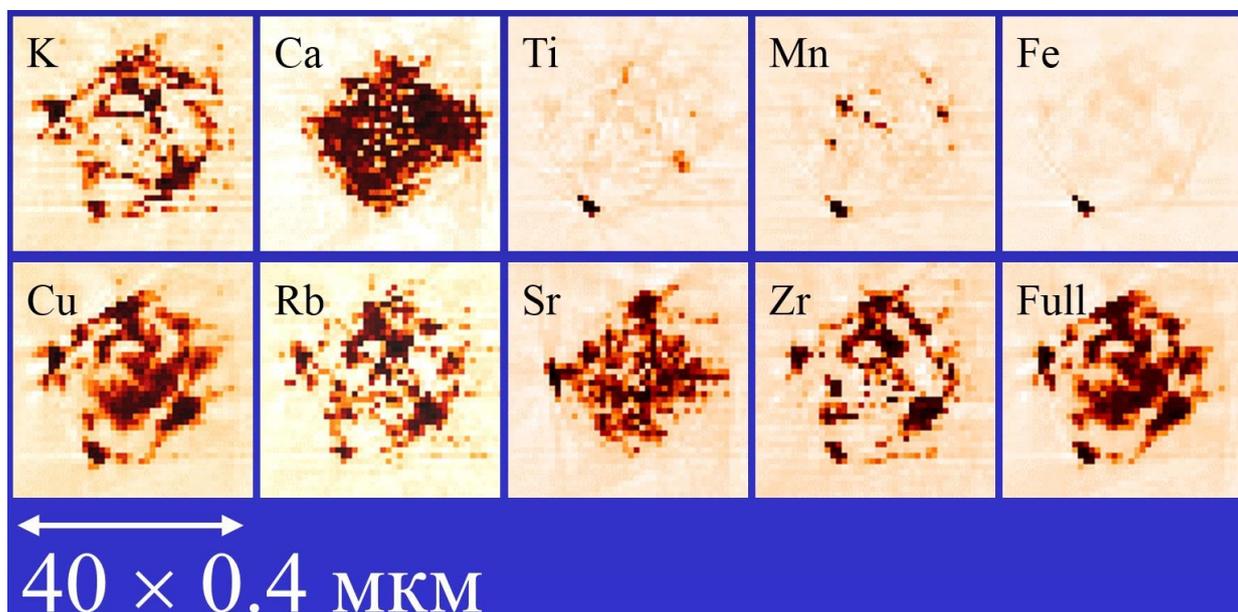


Рисунок 3-15. Измеренное при энергии квантов 28 кэВ на станции ID18F (ESRF) методом рентгенолюминесцентной 3D-микротомографии пространственное распределение химических элементов в частице промышленного шлака, находившейся в фокусе полимерной преломляющей рентгеновской линзы.

### 3.3. Длинная линза - параболическая линза с увеличенной числовой апертурой

#### 3.3.1. Оптимизация параметров дизайна

Если при рассмотрении оптических свойств линзы нельзя пренебречь её длиной, такая линза считается длинной или короткофокусной, как это определено в работах [105, 112, 115]. Короткофокусная линза может иметь одинаковую с тонкой линзой геометрическую апертуру, однако, вследствие бóльшего числа преломляющих элементов, фронт рентгеновской волны меняет не только направление своего распространения, но и происходит изменение величины напряжённости поля, что в случае тонкой линзы происходит вне последней. Т.о. числовая апертура длинной линзы больше, чем тонкой. Это находит своё выражение в меньшем размере фокуса. Используя уравнение (1.16) и определения размеров фокуса, данные в работе [105], числовая апертура  $NA_{sl}$  тонкой линзы:

$$NA_{sl} = 0.707 \sqrt{\frac{\lambda \delta}{F \beta}} \quad (3.11),$$

а числовая апертура длинной линзы:

$$NA_{sl} = 2.55 \sqrt{\frac{\lambda \delta}{L_c \beta}} \quad (3.12)$$

и может намного превышать числовую апертуру тонкой линзы, поскольку  $L_c \ll F$  где  $L_c = \sqrt{pR/2\delta}$ , а  $p$  – период. Особенностью литографической длинной линзы (типа ХУХУ) является тот факт, что период  $p$  в два раза больше периода чередования преломляющих структур, как показано на рисунке 3-16.  $B_L = L_c \text{tg}(L/L_c)$ , где  $L$  – длина линзы. Кратчайшее фокусное расстояние равно  $2L_c/\pi$  реализуется, если фокус лежит в плоскости последней микроструктуры.

Длинные линзы, изготовленные из материала SU-8 с различными геометрическими параметрами, приведёнными в Таблице 3.1, изучались в работе [116] и показаны на рисунке 3-17: при одной из энергий квантов для каждой из линз выполняется условие минимального фокусного расстояния.

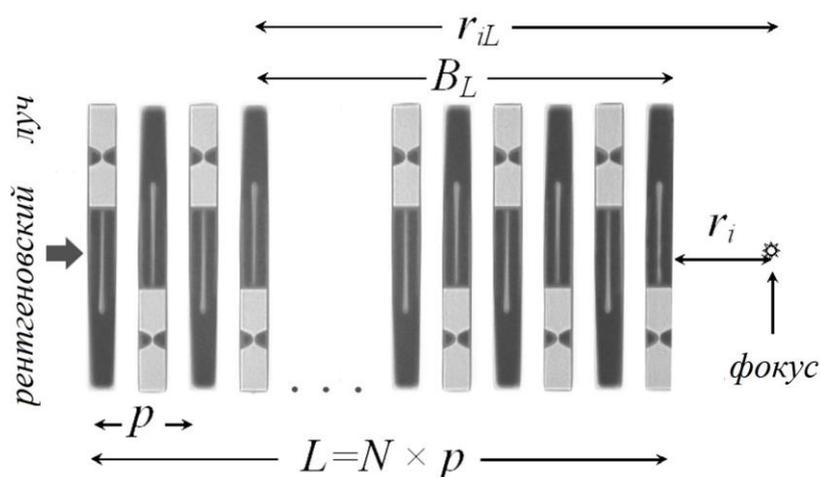


Рисунок 3-16. Изображение скрещенной преломляющей линзы типа XYXY (вид сверху). Чередуются микроструктуры, стоящие под углами  $45^\circ$  и  $-45^\circ$  к подложке и преломляющие поочередно по осям  $x$  или  $y$ . Высота и ширина микроструктур намного больше геометрической апертуры линзы.

Оптические свойства линз рассчитаны в приближении непрерывной фокусировки, введённой в работе [105] и представлены на рисунке 3-18, исходя из максимального размера области облучения длина линз (от 58 мм и менее) может быть адаптирована под необходимую энергию квантов. Кремниевая линза на рисунке 3-18 имеет меньший выигрыш, чем полимерные линзы по причине более высокого коэффициента поглощения, а минимальное значение дифракционного предела лежит в диапазоне более высоких энергий квантов.

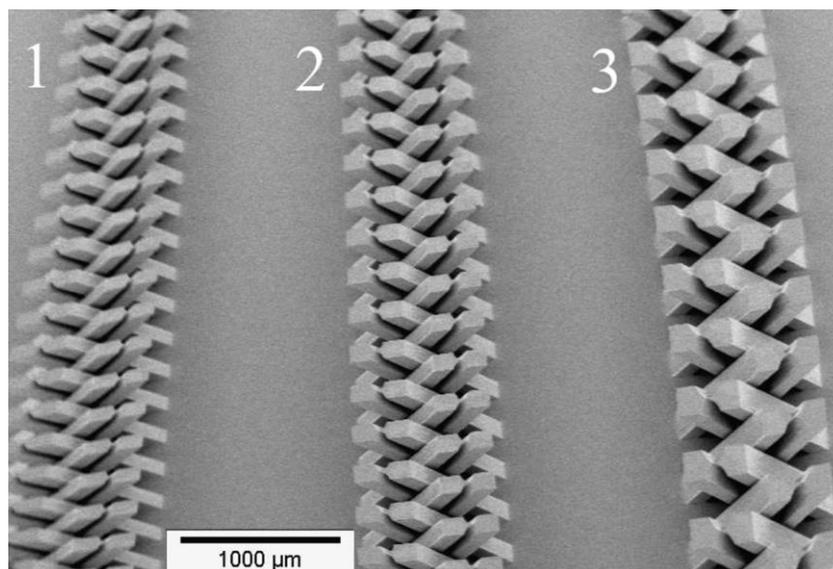


Рисунок 3-17. РЭМ-фотография длинных преломляющих линз из полимерного материала на кремниевой подложке. Преломляющие элементы расположены на расстоянии 30 мкм друг от друга.

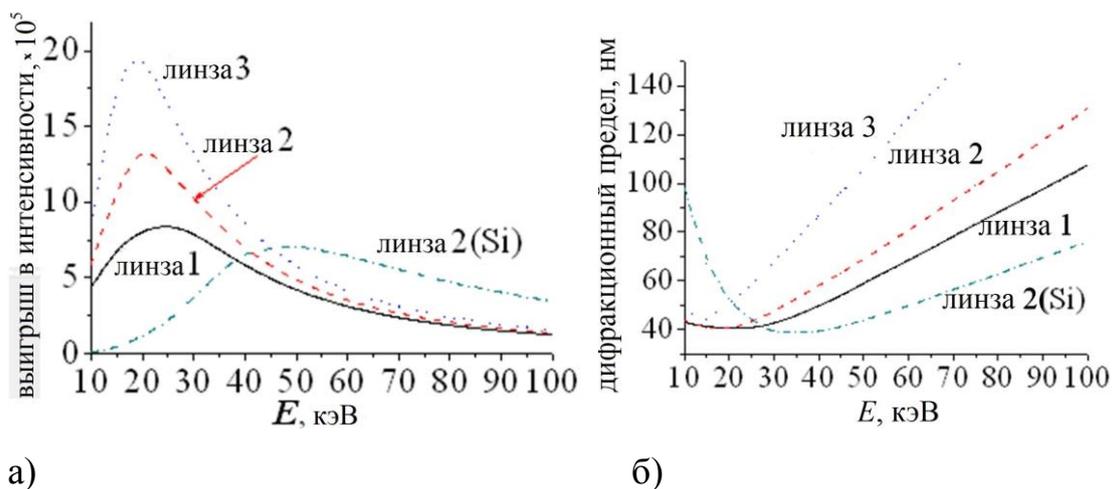


Рисунок 3-18. Рассчитанные выигрыш (а) и дифракционный предел (б) в зависимости от энергии квантов для полимерных и кремниевой преломляющих длинных линз. Геометрические параметры линз даны в Таблице 3.1. Кремниевая линза имеет геометрические параметры линзы 2.

Таблица 3.1. - Геометрические параметры линз.

Номер линзы на рисунке 3-17	Радиус кривизны	Апертура геометрическая	$N$	в микрометрах	
				Длина структуры	$p$
1	4,125	$45 \times 45$	188	130	320
2	6,125	$60 \times 60$	165	154	368
3	10,125	$100 \times 100$	106	254	568

### 3.3.2. Минимизация фокуса при большом размере источника

#### 3.3.2.1. Расчёт величины фокуса

Для обеспечения фокуса в нанометровом диапазоне размеров важно знать влияние других параметров на величину последнего, таких как монохроматичность и размер источника излучения в условиях эксперимента. Расчёт размера фокуса в зависимости от вышеперечисленных параметров проводили в работе [116] применительно к условиям станции рентгенофлуоресцентной микроскопии FLUO (ANKA).

В качестве монохроматора на станции установлено многослойное зеркало, обеспечивающее спектральную полосу  $\Delta E/E = 1,4 \times 10^{-2}$ . Проекционное

изображение пучка электронов в кольце источника СИ ANKA (200 мкм (верт.) × 800 мкм (гор.) - ПШПВ) должно быть уменьшено при этом хотя бы в 1000 раз, что требует экстремально короткого фокусного расстояния. Поэтому посредством щелей, установленных на расстоянии 9 м перед линзой (по направлению распространения излучения), был сформирован вторичный источник излучения, как показано на рисунке 3-19. Интенсивность излучения (по вертикали) в фокусе линзы рассчитывалась как:

$$I_v(y_4, \lambda, \sigma_v) = \frac{\int_{-3\sigma_v}^{3\sigma_v} |E(y_1, \lambda, y_4)|^2 \exp\left(-\frac{y_1^2}{2\sigma_v^2}\right) dy_1}{\sqrt{2\pi} \cdot 2.35\sigma_v \cdot \left(\frac{L_1 + L_2}{L_2}\right)} \quad (3.13),$$

где распределение напряжённости поля:

$$E(y_1, \lambda, y_4) = \int_{-c_v/2}^{c_v/2} \int_{-A/2}^{A/2} \exp\left\{-i\pi\left[\frac{(y_2 - y_3)^2}{\lambda \cdot L_2} + \frac{(y_1 - y_2)^2}{\lambda \cdot L_1}\right]\right\} P(y_3, y_4, \lambda, r_i) dy_2 dy_3 \quad (3.14)$$

определено с помощью функции пропагатора из работы [105]:

$$P(y_3, y_4, \lambda, r_i) = \exp\left[-i\pi \frac{2y_3 y_4 - c_L(y_4^2 + y_3^2) + y_3^2 r_i s_L / z_C}{\lambda(r_i c_L + z_C s_L)}\right] / \sqrt{i\lambda(r_i c_L + z_C s_L)} \quad (3.15)$$

здесь:  $z_C = \sqrt{\frac{pR}{2(\delta - i\beta)}}$ ;  $c_L = \cos\left(\frac{pN}{z_C}\right)$ ;  $s_L = \sin\left(\frac{pN}{z_C}\right)$ .

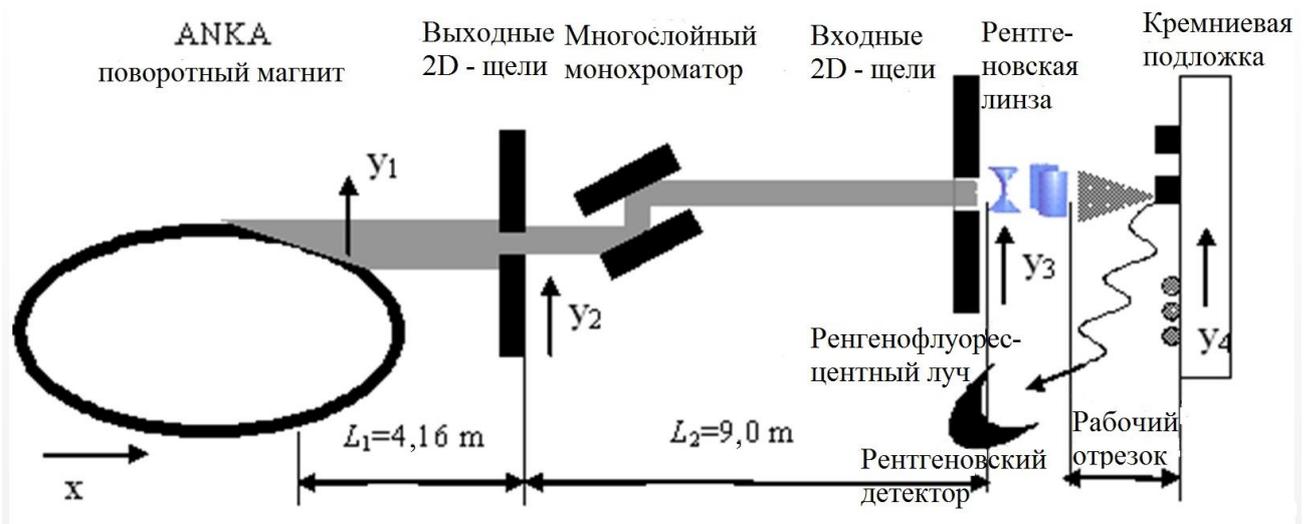


Рисунок 3-19. Схема эксперимента на станции FLUO (ANKA). Плоскость  $y_1$  – плоскость источника излучения;  $y_2$  – плоскость первых щелей;  $y_3$  – плоскость на входе в линзу;  $y_4$  – плоскость изображения.

Здесь  $c_v$  – величина зазора в системе первых щелей,  $A$  – апертура линзы,  $r_i$  – рабочий отрезок линзы. Для энергии квантов 22 кэВ рабочий отрезок составил  $r_i = 1,6$  мм, а параметр  $B_L = 32$  мм.

Как видно из рисунков 3-20 и 3-21, с уменьшением вторичного источника (щелевого зазора) уменьшается размер фокуса и увеличивается когерентность излучения в плоскости линзы, достигая полной когерентности при размере источника около 10 мкм, обеспечивая достижение дифракционного предела в фокусе.

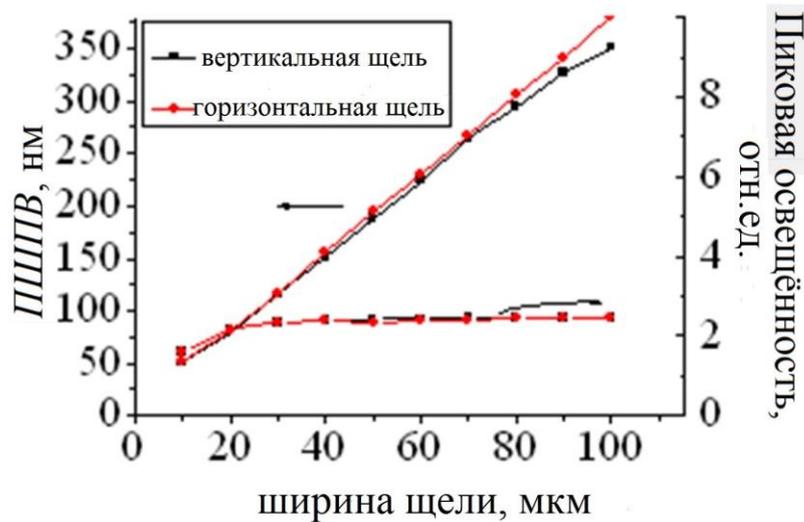


Рисунок 3-20. Рассчитанные размер фокуса и максимальная интенсивность в фокусе как функции ширины щели при энергии квантов 22 кэВ на станции FLUO (ANKA).

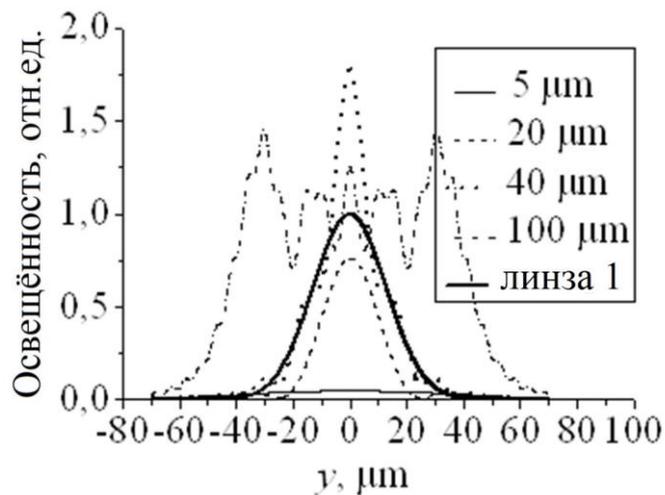


Рисунок 3-21. Рассчитанное распределение освещённости в плоскости на входе в линзу для различной ширины зазора и функция пропускания линзы 1 (см. Таблицу 3-1) при энергии квантов 22 кэВ на станции FLUO (ANKA).

Из рисунка 3-22а видно, что в случае моноэнергетической плоской волны расчётный размер фокуса 40 нм (ПШПВ), что соответствует результату предварительного расчёта на рисунке 3-18б, взятому из работы [116]. Однако конечная ширина энергетической полосы даёт как удлинение фокуса вдоль оптической оси, так и поперечное его уширение до 61 нм (ПШПВ), как видно из рисунка 3-22б. Теперь, принимая во внимание размер вторичного источника 20 мкм, ожидаемый результирующий размер фокуса составит 84 нм (ПШПВ), как показано на рисунке 3-22в.

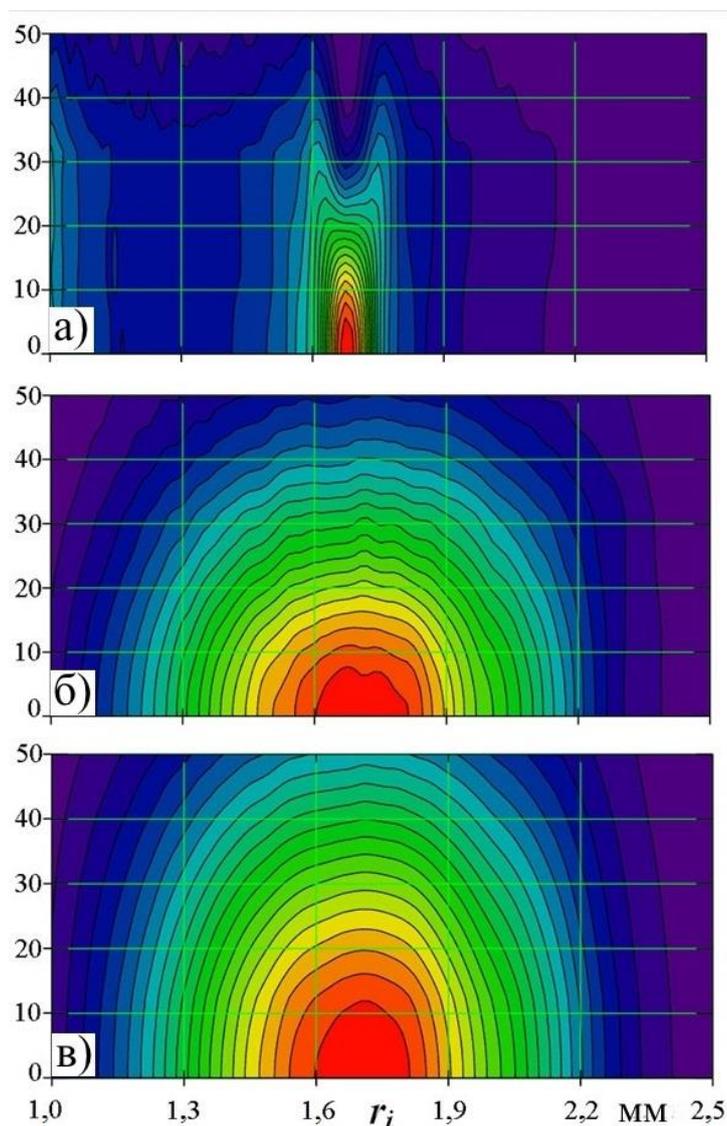


Рисунок 3-22. Расчётное распределение интенсивности в фокусе для линзы 1 (из Таблицы 3.1) для энергии квантов 22 кэВ при освещении плоской монохроматической волной (а); плоской волной с монохроматичностью  $1,4 \times 10^{-2}$  (б); волной от источника СИ с монохроматичностью  $1,4 \times 10^{-2}$ , прошедшей сквозь щелевой зазор размером 20 мкм (в). Шкала по вертикали в нанометрах.

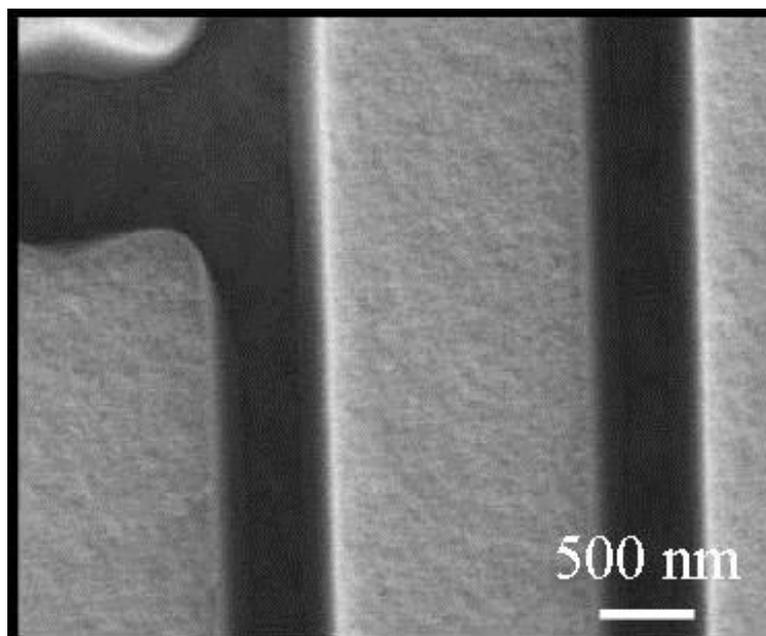
### 3.3.2.2. Измерение размера фокуса

Для измерения размера фокуса в работе [116] был использован метод голомографии, предложенный в работе [117], который позволяет получать представление о тонких деталях объекта, анализируя фазо-контрастное изображение последнего, при этом фаза волны излучения, прошедшего сквозь объект, меняется существенно, а амплитуда - незначительно вследствие малого коэффициента поглощения в вышеуказанном диапазоне спектра.

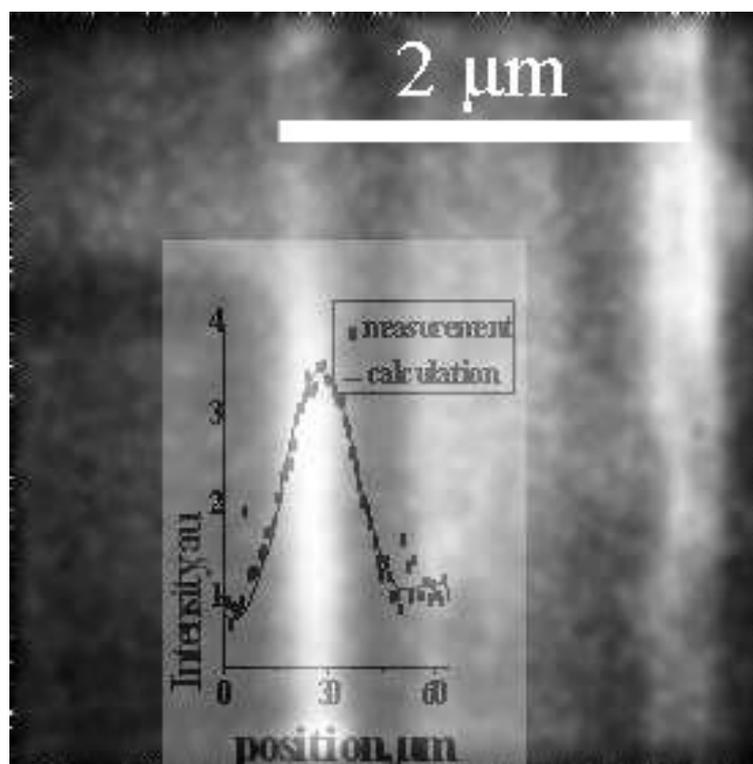
Для получения фазового изображения достаточно детектора с относительно невысоким пространственным разрешением, причём дополнительная информация для восстановления 3-х-мерного распределения оптической плотности объекта извлекается из серии изображений, сделанных на различных расстояниях от объекта до детектора (или различных длинах волн излучения) [117]. При различных расстояниях могут быть определены фазовые свойства объекта и, вдобавок, неизвестные оптические параметры, а именно искомый размер фокуса как вторичного источника излучения.

Рентгеновская CCD-камера на базе флуоресцентного кристалла YAG(Ce) обеспечивала пространственное разрешение  $0,53 \times 0,53$  мкм и располагалась на расстоянии 320 мм позади линзы. Тестовый микрообъект (см. рисунок 3-23а) устанавливался на различных расстояниях за фокусом: от 0 до 20 мм. На CCD-камере регистрировалась интенсивность электрического поля (см. рисунок 3-23б), которая является свёрткой распределения электрического поля после линзы и комплексной функцией пропускания излучения тестовым микрообъектом.

Распределение интенсивности изображения тестового микрообъекта на детекторе (см. вставку на рисунке 3-23б) рассчитывали, используя описание пропагатора электрического поля (3.15). В результате деконволюции искомый размер фокуса составил  $80 \pm 5$  нм, что находится в хорошем согласии с ожидаемой величиной (см. подраздел 3.3.2.1). Следует заметить, что на CCD – камере регистрировали изображения объекта посредством рентгеновских лучей с максимальным увеличением 64 крат.



а)



б)

Рисунок 3-23. а) РЭМ-фотография тестового микрообъекта: золотая структура толщиной 1,3 мкм на титановой мембране толщиной 2,4 мкм обеспечивает контраст поглощения 0,139 и фазовый контраст 0,956 при энергии квантов 22 кэВ. б) изображение на детекторе тестового микрообъекта, расположенного на 5 мм позади фокусной плоскости. На вставке: график интенсивности измеренного распределения (квадраты) и подгоночная кривая (сплошная линия), рассчитанная для размера фокуса 80 нм (ПШПВ).

### 3.3.3. Рентгеновская микроскопия с помощью скрещенных полимерных преломляющих линз

#### 3.3.3.1. Рентгеновская микроскопия сфокусированным лучом

Сканирование сфокусированным лучом в рентгеновской микроскопии позволяет определять локальное содержание химических элементов, а также снизить вклад рассеянного фона. В эксперименте сфокусированный луч формировали посредством литографических полимерных 2D линз, как описано в [116]. Тестовые наносферы из золота со средним диаметром 80 нм в качестве нанообъектов были рассредоточены в органической плёнке, образующейся после высыхания растворителя из коллоидного раствора.

Энергия возбуждения составляла 22 кэВ. Рентгенофлуоресцентный детектор VortexEx регистрировал кванты с энергией, соответствующей энергии уровней  $L_\alpha$  and  $L_\beta$  золота от подложки с наносферами, удалённой на расстоянии 18 мм.

Для микроскопии была использована линза 2 (см. Таблицу 3.1) с рабочим отрезком  $r_i = 5$  мм. При размере фокуса в 1 мкм был организован режим быстрого просмотра т.н. zoom (см. рисунок 3-24).

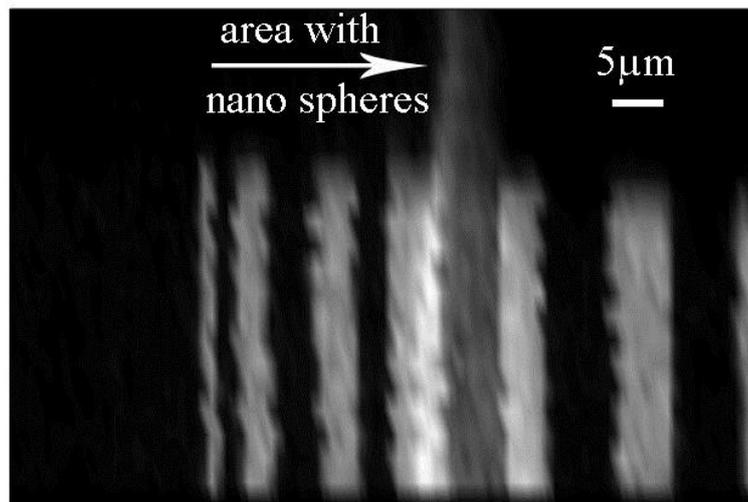


Рисунок 3-24. Рентгенофлуоресцентная картограмма тест-объекта, содержащего область с наносферами и литографические структуры из золота толщиной 2 мкм. Шаг сканирования 1 мкм, длительность считывания 1 сек. Энергия квантов 22 кэВ. Скорость счёта  $30 \text{ s}^{-1}$ . Станция FLUO (ANKA).

Затем для регистрации наночастиц рабочее расстояние было уменьшено с 5 мм до 1,6 мм, а шаг сканирования с 1 мкм до 125 нм, соответственно.

На рисунке 3-25 представлена полученная картограмма области с наночастицами. Для сравнения показано изображение той же области подложки, сделанное с помощью электронного микроскопа. Положение наночастиц согласуется между собой, однако заметно некоторое локальное «рассовмещение», связанное с тем, что наносферы покрыты органической плёнкой толщиной около 5 мкм, которая экранирует и рассеивает поток вторичный электронов, что не позволяет показать истинное расположение частиц в электронный микроскоп. При этом отдельные наносферы могут быть однозначно идентифицированы в рентгеновский микроскоп по одиночным максимумам интенсивности, как показано на рисунке 3-26. Протяжённые пики интенсивности флюоресценции могут генерироваться наносферами, агрегированными в кластеры.

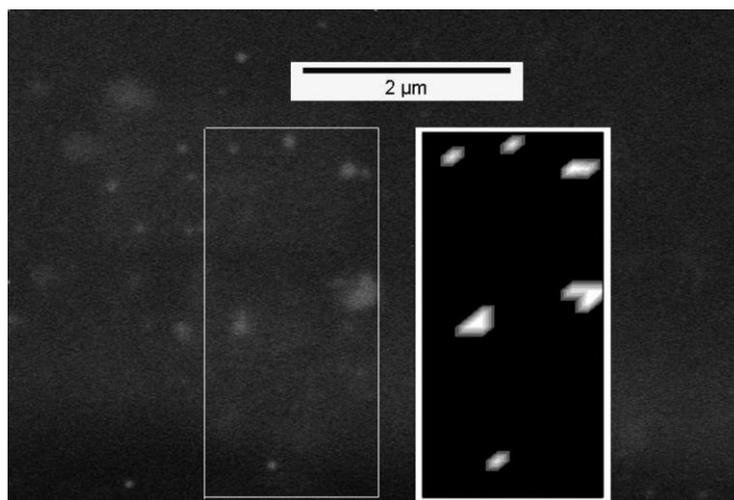


Рисунок 3-25. РЭМ-изображение области с наночастицами на кремниевой подложке (в рамке с тонкими границами) и изображение той же области с помощью рентгеновского микроскопа (в рамке с жирными границами) при энергии квантов 22 кэВ. Станция FLUO (АНКА).

Оценка результирующей скорости счёта  $W$  квантов, генерированных одной наносферой, была сделана в работе [116]:

$$W = Q \times R_{mono} \times ATF \times A_j^2 \times q \times NA_{det} \times \Delta\lambda, \quad (3.16)$$

где  $Q$  – спектральная яркость источника СИ,  $R_{mono}$  – коэффициент отражения монохроматора,  $ATF$  – угловой акцептанс линзы, установленной в

экспериментальной зоне станции,  $A_s^2$  - эффективная апертура линзы ( $37,6 \text{ мкм} \times 37,6 \text{ мкм}$  для луча СИ, распределение которого на входной плоскости линзы показано на рисунке 3-21),  $q$  – яркость источника флуоресцентного излучения (в нашем случае золотые сферы), включая выход флуоресценции из золота;  $NA_{\text{det}}$  – угловая функция детектора с чувствительной площадкой размером  $50 \text{ мм}^2$ , с учётом эффективности детектора,  $\Delta\lambda$  - ширина полосы монохроматора.

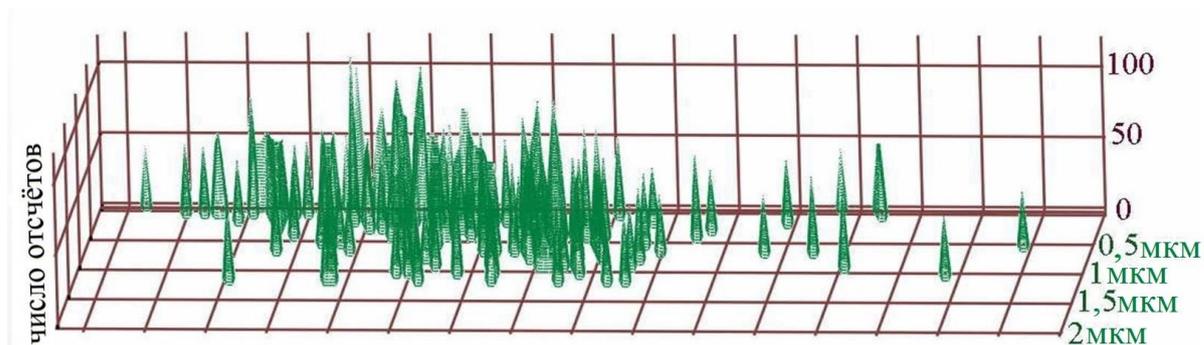


Рисунок 3-26. Картографирование участка подложки, содержащего наночастицы, посредством регистрации рентгенофлуоресцентного излучения в энергетической полосе, включающей линии  $\text{Au-L}_\alpha$  и  $\text{Au-L}_\beta$ . В левой части рисунка наблюдается скопление агрегированных частиц. Отдельные пики интенсивности в правой части рисунка соответствуют одиночным наносферам. Время считывания сигнала 180 сек на точку при шаге сканирования 125 нм. Энергия квантов 22 кэВ.

Расчётный поток фотонов от золотой сферы составил около 0,16 квант/с, поэтому длительность набора статистики задавалась 180 с на точку, что обеспечивало счёт около 30 квантов, что и наблюдалось в эксперименте (см. рисунок 3-26).

С другой стороны, выигрыш в интенсивности в фокусе (см. Раздел 2.1) являющийся отношением эффективной апертуры к диаметру фокуса ( $37,6 \text{ мкм}/0,082 \text{ мкм}$ )<sup>2</sup>  $\approx 2,1 \cdot 10^5$ , даёт скорость счёта около 30 квантов/мин. от одной наносферы.

Дальнейшая минимизация фокуса до дифракционного предела посредством уменьшения щелевого зазора приведёт к снижению потока фотонов более чем в 2 раза, как показано на рисунке 3-20, что может быть компенсировано более высокой эффективностью детектора и увеличением апертуры рентгеновских линз.

Одним из направлений разработки линз с большей числовой апертурой, которая может быть получена оптимизацией размеров фокусирующих элементов, является так называемая адиабатическая линза (см. Раздел 3.4)

Таким образом, благодаря короткому фокусному расстоянию (32 мм, что соответствует величине  $B_L$  в нашем случае) с помощью скрещенных преломляющих линз может быть достигнут фокус точечной формы величиной менее 100 нм.

В сравнении с другой рентгеновской фокусирующей оптикой размер фокуса в аналогичных условиях составил бы около 250 нм в случае многослойного рентгеновского зеркала, типичная длина которого около 100 нм. По другой координате можно ожидать ещё большую величину фокуса, поскольку второе зеркало находится приблизительно на двойном фокусном расстоянии от объекта.

Многослойные Лауэ-линзы, исследованные при энергии квантов - 19,5 кэВ, имеют эффективность ок. 17% при фокусном расстоянии 2,6 мм и апертуре 15 мкм  $\times$  15 мкм [118]. Такая апертура обеспечила бы более низкую статистику при вышеуказанных условиях эксперимента. Поэтому лишь преломляющие линзы обеспечивают проведение уникальных измерений при вышеуказанных условиях.

Используя преломляющие линзы на станциях, базирующихся на источнике СИ 3-го поколения с маленьким эмиттансом пучка электронов, дифракционный предел в фокусе линзы может быть достигнут без организации вторичного источника. Вследствие, соответственно, большей области когерентности стало бы возможно применение линз с ещё большей апертурой, увеличив функцию  $ATF$ , обеспечивающую увеличение скорости счёта пропорционально  $A_e^4$ .

В результате проведённого исследования можно констатировать преимущество сканирующего микроскопа на базе полимерных преломляющих линз в возможности селективного детектирования химических элементов, недостаток - это длительное время сканирования, при этом пространственное разрешение зависит от свойств источника излучения и оптической схемы станции.

### 3.3.3.2. Микроскопия большого поля зрения

#### 3.3.3.2.1. Моделирование

При моделировании рентгеновского микроскопа с большой апертурой принято, что пространственное разрешение детектора  $s$  во много раз превышает дифракционный предел объективной преломляющей рентгеновской длинной линзы [105]:

$$\Delta = 0,664\sqrt{\beta\lambda F_L \alpha_L / \delta} \quad (3.17)$$

здесь  $F_L$  фокусное расстояние длинной линзы,  $\alpha_L = 0.5(C_L + u_L/S_L)$ ;  $C_L = \cos u_L$ ;  $S_L = \sin u_L$ ;  $u_L = L/L_c$ ;  $F_L = L_c/S_L$ ;  $L$  – длина линзы;  $R$  – радиус кривизны параболического профиля;  $p$  – период повторения преломляющих элементов в линзе. Тогда максимальный коэффициент увеличения микроскопа:

$$M = s/\Delta \quad (3.18)$$

С другой стороны, фактор увеличения  $M$  длинной линзы:

$$M = r_{iL}/r_{oL} \quad (3.19)$$

где  $r_{oL} = r_o + B_L$ ,  $r_{iL} = r_i + B_L$ ;  $r_o$  расстояние от объекта до линзы;  $r_i$  расстояние от линзы до изображения, показанные на рисунках 3-16 и 3-27. Для длинной линзы, модель которой предложена в [105], поле зрения может быть определено как:

$$FOV = A + 2\psi r_o \quad (3.20)$$

где  $\psi = \sqrt{2\delta} / \tan\left(\frac{L\sqrt{2\delta}}{A}\right)$  и  $A$  – меньшая из двух величин геометрической апертуры и эффективной апертуры, а аргумент тангенса не превышает величину  $\pi/4$  (случай самоизображающей линзы [105]). Как следует из (3.20), преломляющая линза может принимать излучение в большом угловом растворе, которому должен соответствовать и конденсор.

Аналогично, размер поля изображения  $FOVI$  может быть определён как  $A + 2\psi r_i$  или:

$$FOVI = FOV + 2\psi r_{oL}(M - 1) \quad (3.21)$$

и является функцией энергии фотонов.

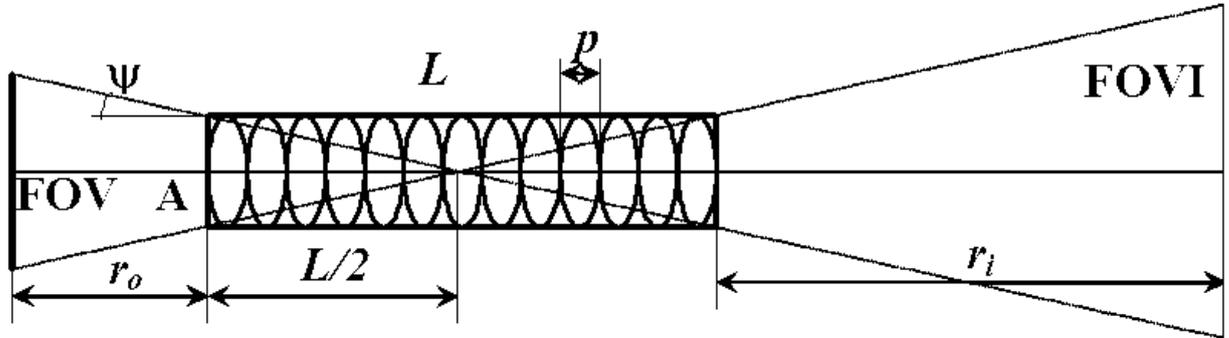
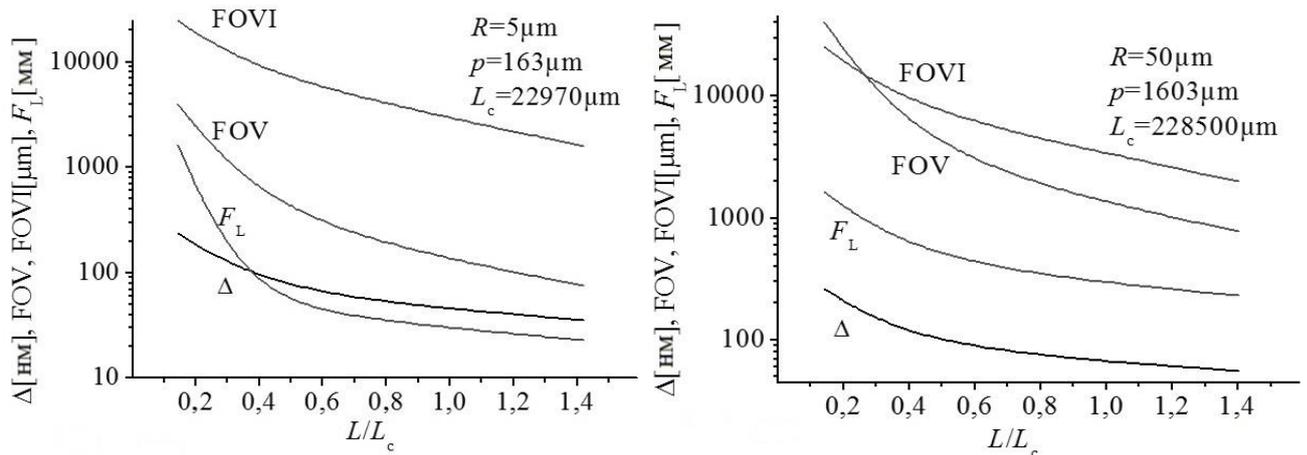


Рисунок 3-27. Эскиз рентгеновской преломляющей линзы, переводящей поле наблюдения FOV в поле изображения FOVI.

Из геометрии следует, что максимальное поле зрения микроскопа может быть достигнуто без наложения соседних полей изображений ( $FOVI$ ), если  $r_o \rightarrow F_L$ . Во-вторых, уменьшение дифракционного предела  $\Delta$  ведёт к уменьшению полей FOV и FOVI, как следует из рисунка 3-28.



а)

б)

Рисунок 3-28. Расчётная величина дифракционного предела, полей FOV, FOVI, и  $F_L$  как функции длины линзы для энергии фотонов 18 кэВ, расстояния до изображения  $r_i = 1$  м и различных параметров дизайна линз.

Для линз с геометрическими параметрами  $R = 5$  и  $50$  мкм, а также вариации периода повторения  $p = 163$  и  $1603$  мкм, размеры полей  $FOV/FOVI$  были рассчитаны для  $r_i = 1$  м и энергии фотонов  $18$  кэВ, что близко к оптимальной энергии для выбранного материала линзы [116]. Как видно из рисунка 3-28, коэффициент увеличения растёт с увеличением длины линзы при фиксированных  $R$  и  $p$ , однако величина  $FOV$  падает, причём с бóльшим наклоном, чем дифракционный предел  $\Delta$ .

Для увеличения числовой апертуры в качестве объектной длинной линзы может быть рассмотрена линза с адиабатическим сужением, для которой угол  $\psi$  в уравнении (3.20) может достигать большей величины, чем в случае самоизображающей линзы (см. раздел 3.4). Однако, как показывает эксперимент, увеличение числовой апертуры благодаря применению адиабатической линзы в качестве объектной не превышает  $\sim 3\%$  [119], в то же время увеличение количества преломляющих микроструктур (и их мостиков) приведёт к снижению потока квантов.

### 3.3.3.2.2. Экспериментальное исследование частично прозрачных микрообъектов

В отличие от оптики видимого света, где встречаются непрозрачные объекты, для жёсткого рентгеновского излучения все микрообъекты в той или иной мере проницаемы, что позволяет изучать их внутреннюю структуру. Для передачи изображения протяжённых объектов используется микроскопия по большому полю, свободная от ошибок исполнения перемещений, что имеет место в сканирующем рентгеновском микроскопе.

В подразделе 3.3.3.1 описан метод проекционной микроскопии с помощью скрещенных преломляющих линз, когда свойства источника излучения влияют на пространственное разрешение. В рентгеновской микроскопии с большим полем зрения можно формировать изображение, используя первичный источник излучения (см. рисунок 3-29).

Пространственное разрешение при микроскопии с большим полем зрения изучали экспериментально, варьируя условия получения изображения. В частности, при освещении объекта когерентным пучком СИ изображение сохраняет следы интерференции рентгеновских лучей, искажающих детали. Например, при энергии фотонов 10 кэВ и длине канала вывода СИ ТОРО-ТОМО(АНКА) - 30 м размер области поперечной когерентности (по вертикали) достигает 6 мкм, поэтому почти весь объект, показанный на рисунке 3-30, освещён когерентно, что ухудшает пространственное разрешение, несмотря на высокий амплитудный контраст объекта (0,42). Во-вторых, углы дифракции излучения на элементах объекта так малы, что излучение из каждой точки объекта освещает лишь центральную часть апертуры линзы (фокусное расстояние 18 мм). В результате наблюдаются некомпенсированные биения напряжённости электромагнитного поля, ухудшающие пространственное разрешение.

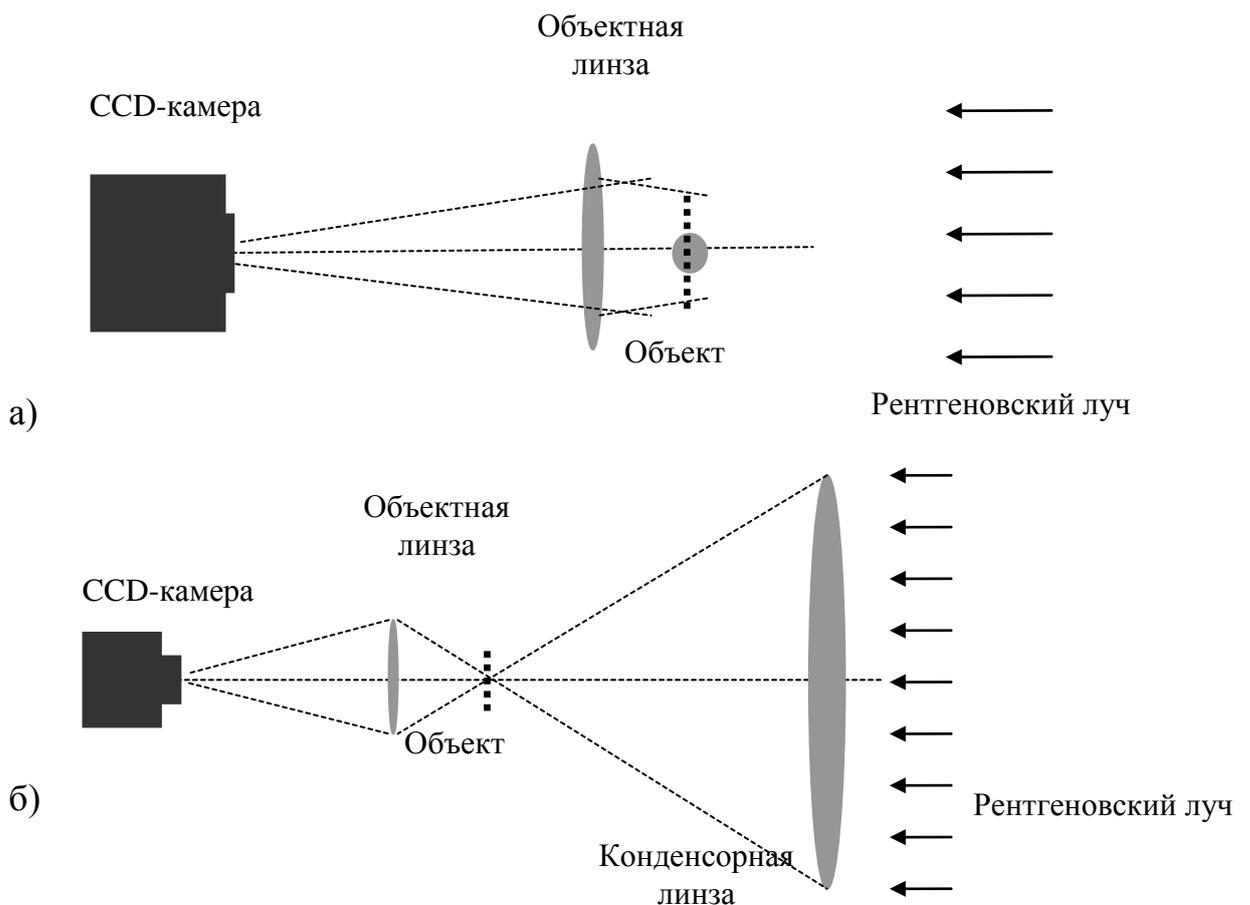


Рисунок 3-29. Схемы рентгеновского микроскопа: без конденсора (а) и с конденсором (б), реализованные на базе скрещенных полимерных преломляющих линз.

Как следует из [105], если угловые размеры источника в плоскости объекта меньше характерных углов дифракции излучения объектом (случай когерентного изображения), то градиент фазы функции объекта непосредственно влияет на интенсивность изображения, обеспечивая визуализацию прозрачных объектов и фазовый контраст. На рисунке 3-31 представлено изображение тест-объекта с равным амплитудным и фазовым контрастом (по 0,41). Размер поперечной

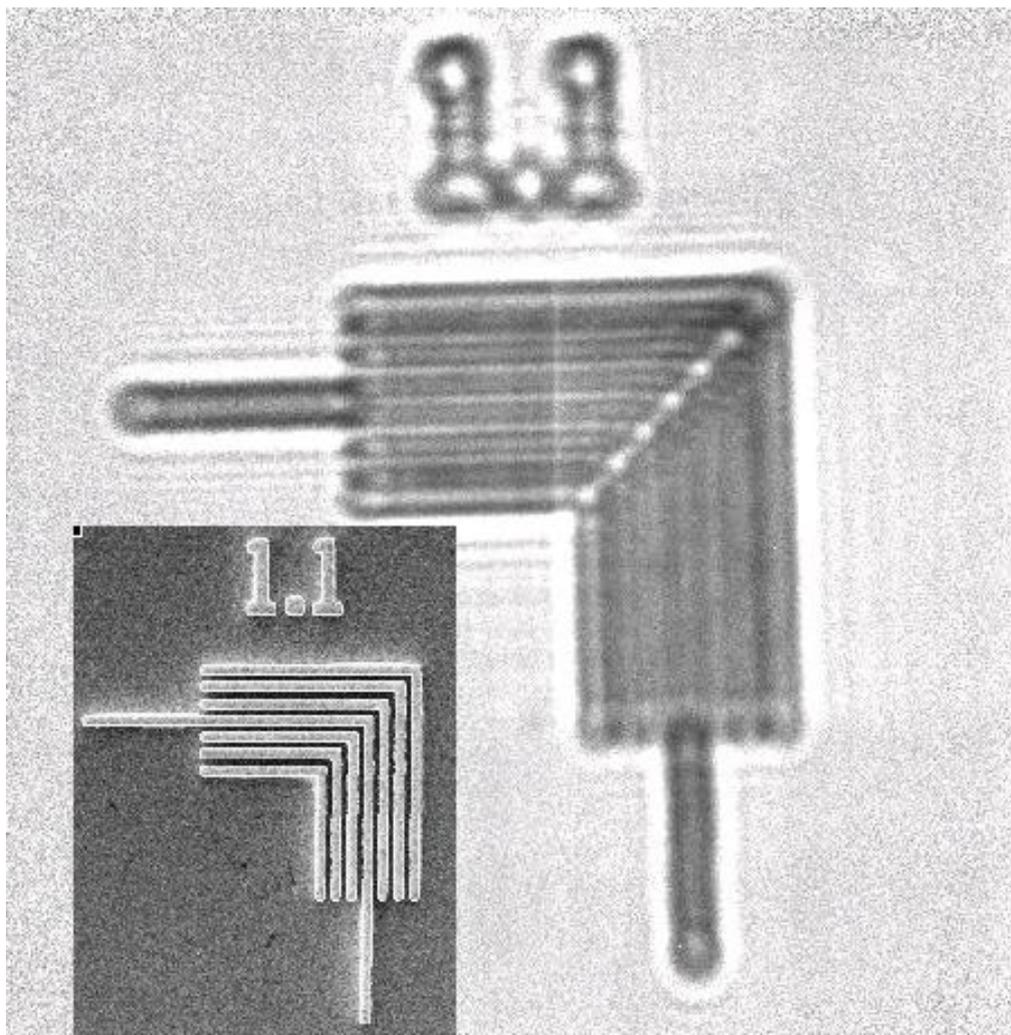


Рисунок 3-30. Изображение посредством рентгеновского микроскопа без конденсора тест-объекта на станции ТОРО-ТОМО (АНКА) из работы [120]. Период следования линий 1,1 мкм, зазор между линиями 0,4 мкм. Коэффициент увеличения в рентгеновских лучах - 160. Толщина золотых линий 2,3 мкм. На вставке приведено электронно-микроскопическое изображение тест-объекта.

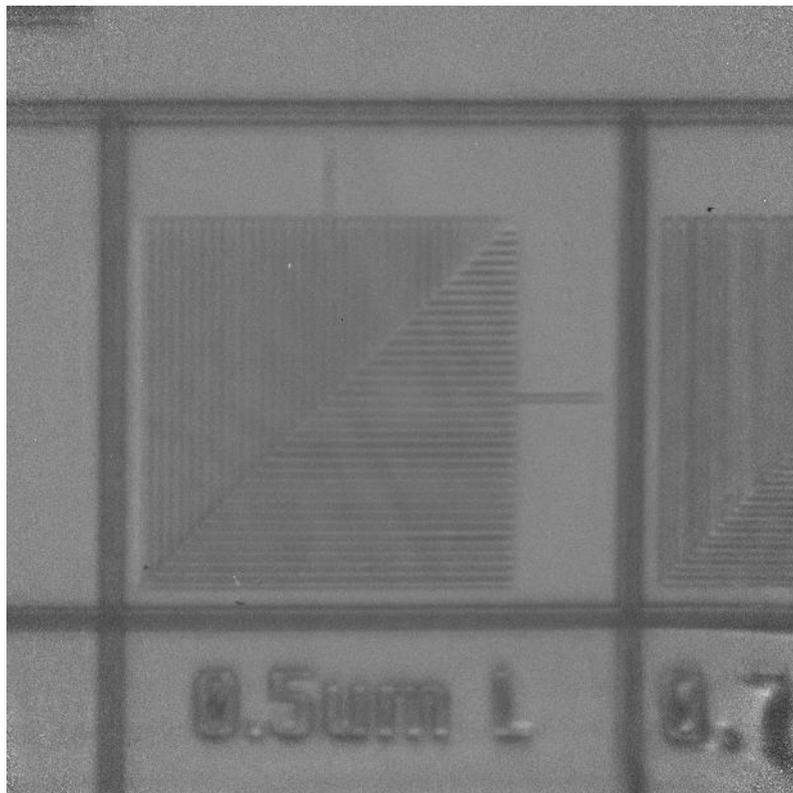
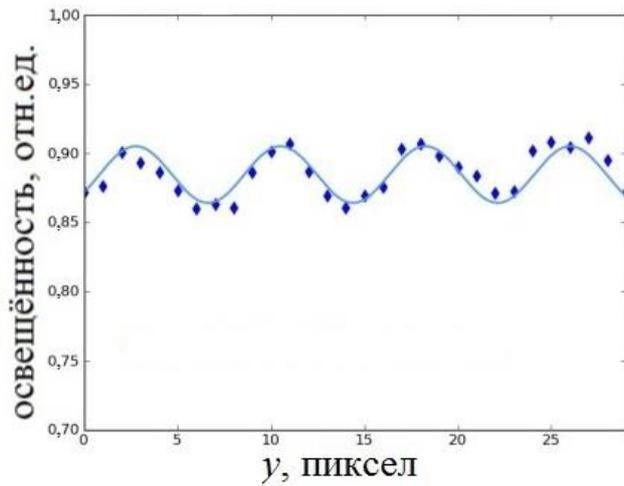


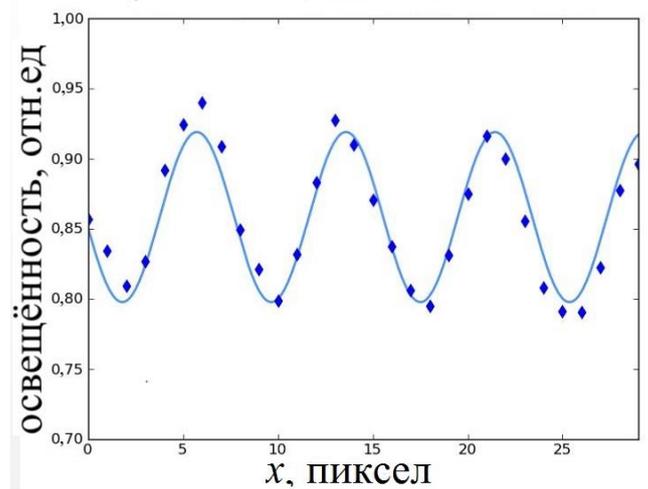
Рисунок 3-31. Изображение посредством рентгеновского микроскопа без конденсора тест-объекта (производство компании Xradia) при энергии квантов 19 кэВ. Толщина золотых структур 3 мкм. Фокусное расстояние 74 мм, увеличение в рентгеновских лучах 11,5. Станция BW2(DORIS): размер источника излучения по вертикали 242 мкм (ПШПВ), по горизонтали - 537 мкм (ПШПВ), удаление источника от линзы - 37 м, как показано в соавторстве в [121].

когерентности (по вертикали) 3 мкм, что обеспечивает меньшее размытия деталей вследствие интерференции рентгеновских волн по сравнению с рисунком 3-30. При этом, однако, конечный размер источника также вызывает размытие изображения: на 484 нм - по вертикали и 1074 нм - по горизонтали. Как следствие видность (см. рисунок 3-32) изображения по горизонтали (0,046) - в 3 раза меньше, чем видность изображения по вертикали (0,141).

Для повышения освещённости объекта в рентгеновской микроскопии аналогично микроскопии в видимом свете, используют конденсор, применённый в соавторстве в [122]. Благодаря конденсору объект, лежащий в его задней фокусной плоскости, играет роль вторичного источника, а вся апертура объектной линзы может быть освещена рассеянным объектом светом, как показано на рисунке 3-29б, поэтому можно ожидать пространственного разрешения, близкого к теоретическому.



а)



б)

Рисунок 3-32. Распределения интенсивности изображения (приведено на рисунке 3-31) по горизонтали (а) и вертикали (б). 1 пиксел = 130,4 нм.

На рисунке 3-33 представлено изображение тест-объекта (т.н. Siemens star),

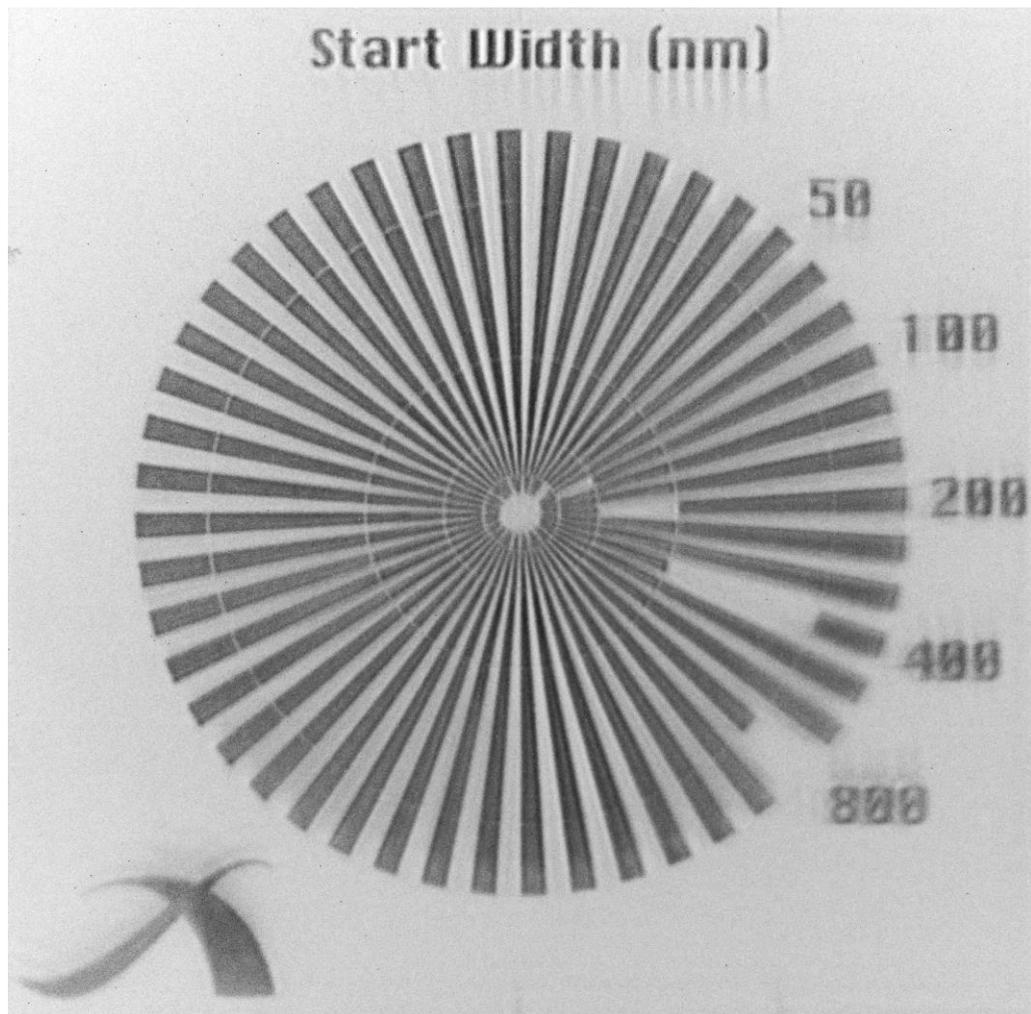


Рисунок 3-33. Изображение в рентгеновский микроскоп тест-объекта на станции P05(PETRA III) при энергии квантов 17,4 кэВ. Размер поля зрения  $35 \times 35$  мкм.

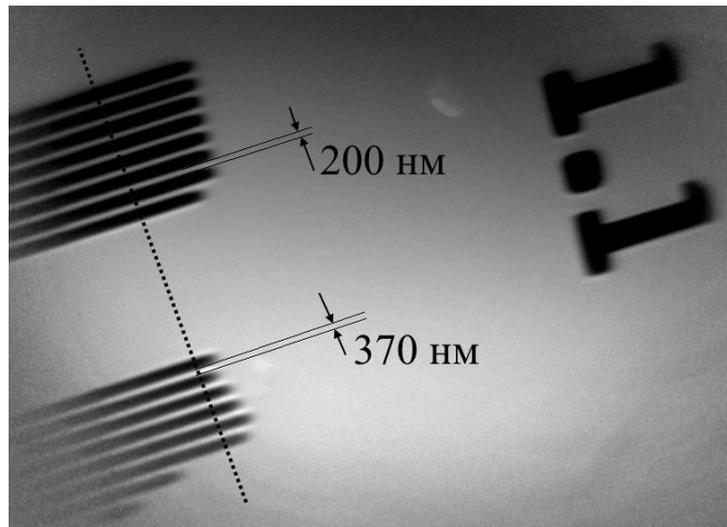
амплитудный контраст которого при толщине золота в 1 мкм – 0,2, а фазовый контраст - 0,63. В центральном круге различимы линии, минимальная ширина которых 50 нм. Причём, согласно данным с электронного микроскопа, линии в центральном круге смыкаются вершинами, что отчётливо регистрируется в рентгеновский микроскоп, о чём сообщается в соавторстве в [123]. Результирующее пространственное разрешение при энергии 17,4 кэВ и рабочем отрезке длиной 100 мм составило 73 нм по сравнению с ожидаемым 51 нм.

Как отмечено в работе [112], свойства источника излучения в случае использовании конденсора не влияют на пространственное разрешение изображения, что, однако, не всегда выполняется. В случае изображения, приведённого на рисунке 3-33, недостаточно высокого качества конденсор является причиной двоения и размытия изображения (в правом нижнем квадранте поля зрения), чем также можно объяснить несоответствие ожидаемого и достигнутого пространственного разрешения.

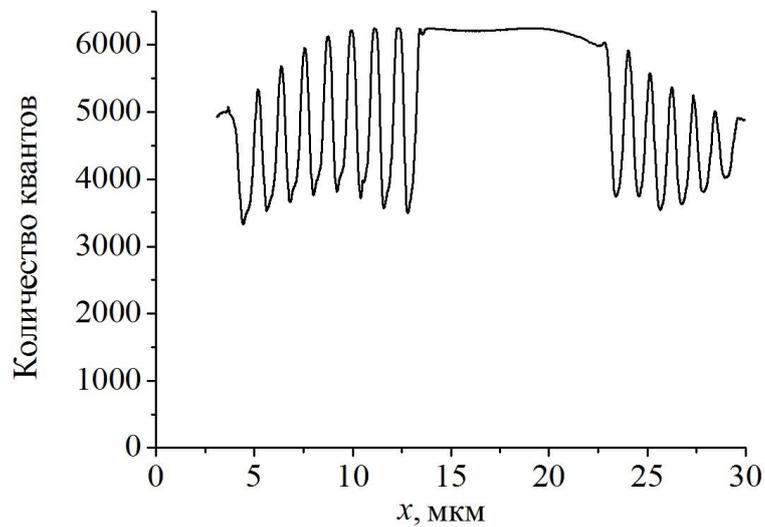
Изображение в микроскоп с конденсором объекта с низким амплитудным контрастом представлено на рисунке 3-34а. Микроструктуры из ПММА толщиной ок. 5 мкм имеют амплитудный контраст 0,00078 при энергии квантов 14 кэВ, а сдвигают фазу на 0,47 рад. Благодаря высокому фазовому контрасту достигается видность изображения ок. 0,28 (см. рисунок 3-34б) и пространственное разрешение 73 нм. Тогда, при условии 26%-го превышения минимального сигнала над шумом (что соответствует минимальной статистике в 160 квантов для 16-разрядного детектора) минимальная толщина структур из органического материала, регистрируемая в рентгеновский микроскоп с большим полем зрения при вышеуказанных условиях и видности 0,01, достигает ок. 200 нм.

В заключение можно привести пример использования рентгеновского микроскопа для исследования качества воспроизведения микроструктур актуальной в настоящее время рентгеновской дифракционной решётки, разрабатываемой для исследования методом фазового контраста макрообъектов с

пространственным разрешением до 1 мкм [124]. Такая потребность возникает в связи с различной толщиной структур решётки, старт гальванического осаждения которых варьируется вследствие возникновения под действием обратно рассеянных из подложки фотоэлектронов плохо растворимой плёнки рентгенорезиста. Толщина плёнки носит случайный характер. Высота структур



а)



б)

Рисунок 3-34. Изображение в рентгеновский микроскоп тестовой микроструктуры на станции FLUO(АНКА) при энергии квантов 14 кэВ: а) изображение на CCD-камере; б) распределение интенсивности в сечении, обозначенном пунктиром.

различна по полю решётки, как показано на рисунке 3-35а, что приводит к неравномерной фоновой освещённости поля зрения. При выяснении причин

неравномерного осаждения металла оптический и электронный микроскоп не способны «заглянуть» в щели шириной 1...2 мкм между структурами высотой 10 мкм и более, что, однако с успехом может осуществить рентгеновский микроскоп (см. рисунок 3-35б).

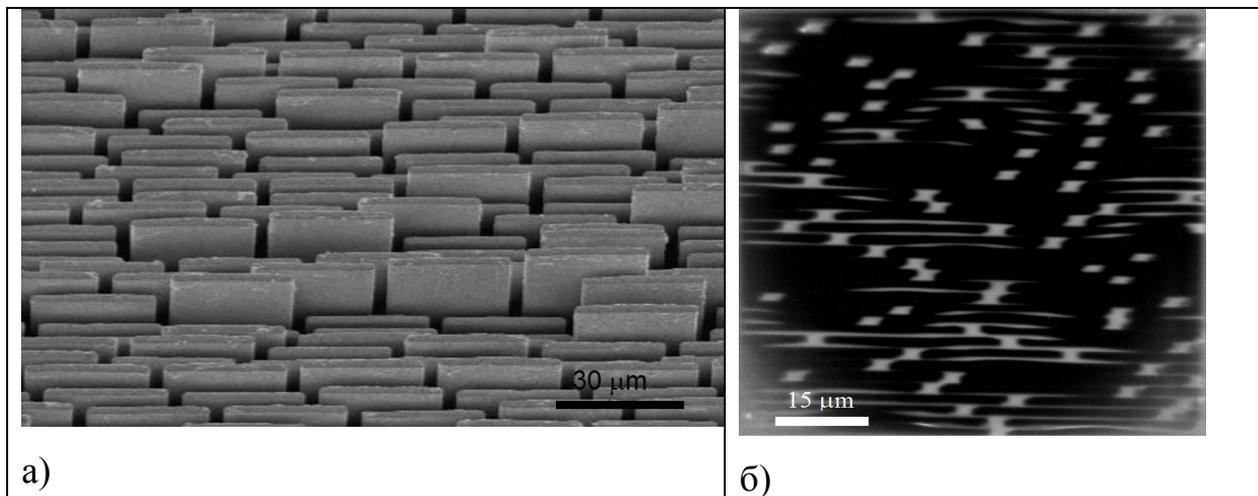


Рисунок 3-35. Увеличенное изображение участка рентгеновской дифракционной решётки: а) в электронный микроскоп под углом 45°; б) в рентгеновский микроскоп на станции FLUO(ANKA) при энергии квантов 14 кэВ и нормальном падении рентгеновского луча.

### 3.3.3.3. Многопольный рентгеновский микроскоп

Вследствие большой величины коэффициента поглощения, апертура рентгеновских преломляющих линз очень мала. С другой стороны, как показано на рисунке 3-26, увеличение поля зрения сопровождается увеличением фокусного расстояния и, как следствие, снижением пространственного разрешения. Чтобы увеличить поле зрения рентгеновского микроскопа без ухудшения его пространственного разрешения было предложено деление большого поля объекта на суб-поля при независимой параллельной передаче изображения последних системой преломляющих линз [36] аналогично двумерному массиву микролинз, изготавливаемых промышленно для видимого диапазона спектра. Тогда в рентгеновской оптике требуется формировать трёхмерный массив микролинз. Такая техника до настоящего времени не была разработана.

В то же время благодаря возможности переноса изображения большого количества элементов в глубокой рентгеновской литографии (см. Главу 1) массив микролинз может быть сформирован, причём на одной подложке. В результате, суммарная апертура массива линз может соответствовать толщине слоя резиста, используемого при рентгенолитографическом переносе изображения, в частности, нескольких миллиметров.

Соблюдая геометрические требования к формированию массива параллельных микролинз (См. подраздел 3.3.3.2.1.), в работе [125] предложена мультилинза, включающая систему преломляющих суб-линз в пределах апертуры мультилинзы, разделённых непрозрачными перемычками. Обеспечивая однородность, высокое пропускание и предотвращая суб-поля изображений от перекрытия, такая мультилинза может передавать изображение отдельных областей объекта, как схематически показано на рисунке 3-36.

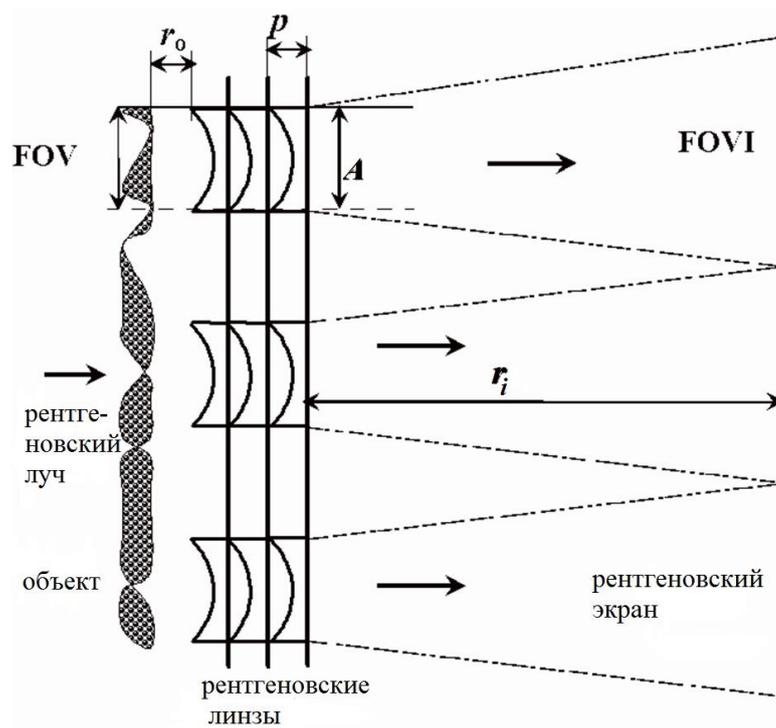
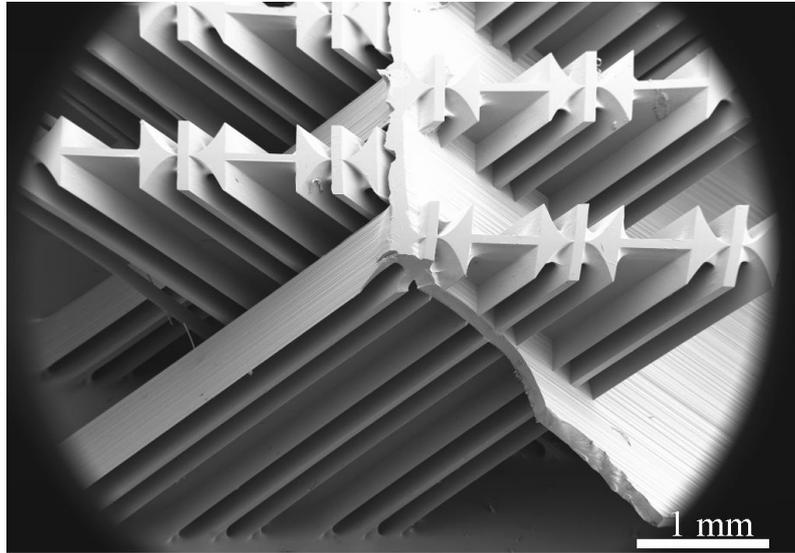


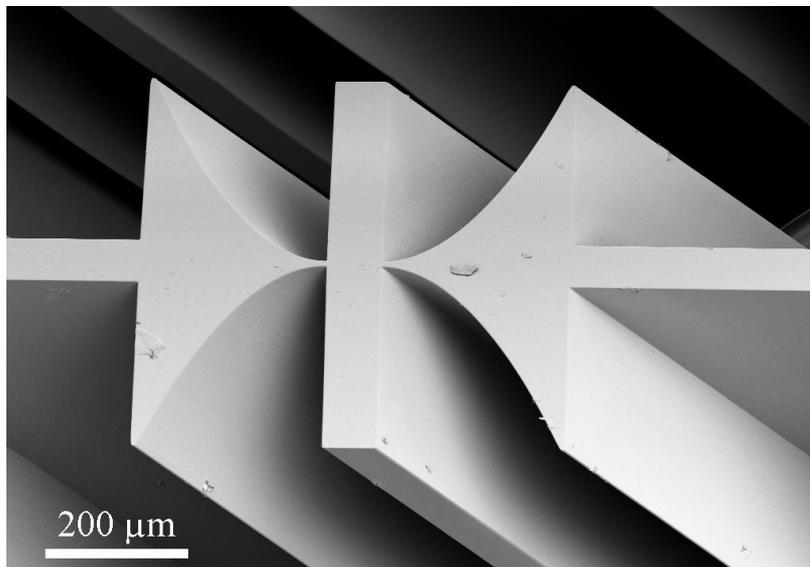
Рисунок 3-36. Эскиз 1D мульти-польной преломляющей линзы, содержащей массив отдельных плоско-вогнутых линз с параболическим преломляющим профилем.

При этом промежуточные диафрагмы (не показаны на рисунке 3-36) блокируют распространение паразитного луча между апертурами суб-линз.

Базируясь на результатах, полученных в работах [103, 107, 126] и систематизированных в подразделе 3.3.3.2 для одиночных линз, для обеспечения высокого пространственного разрешения была разработана модель мультилинзы для передачи изображения в 2D геометрии как в качестве конденсора (см. рисунок 3-37), так и объектива (см. рисунок 3-38).

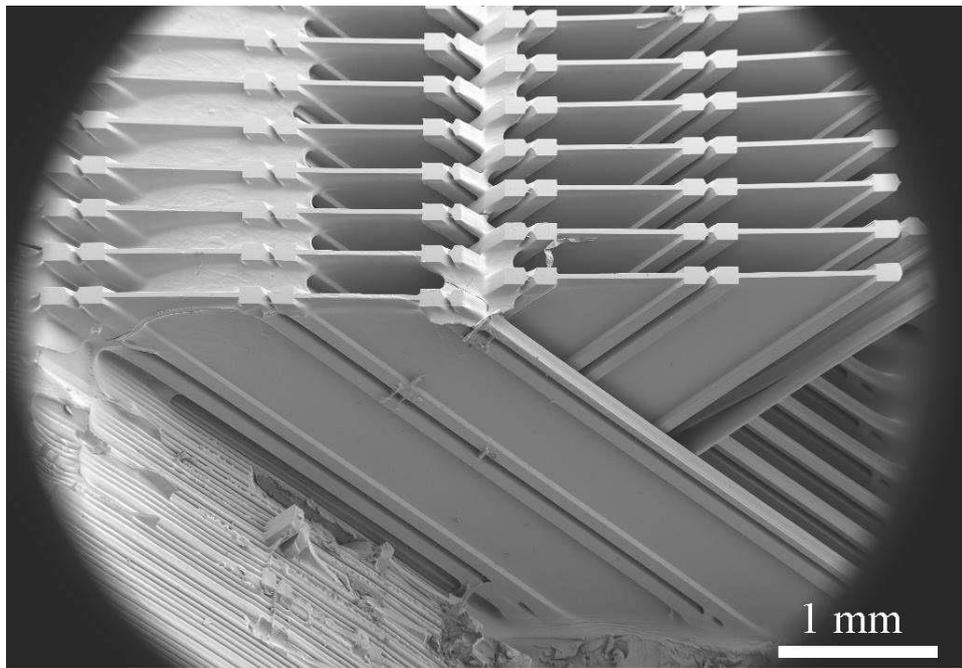


а)

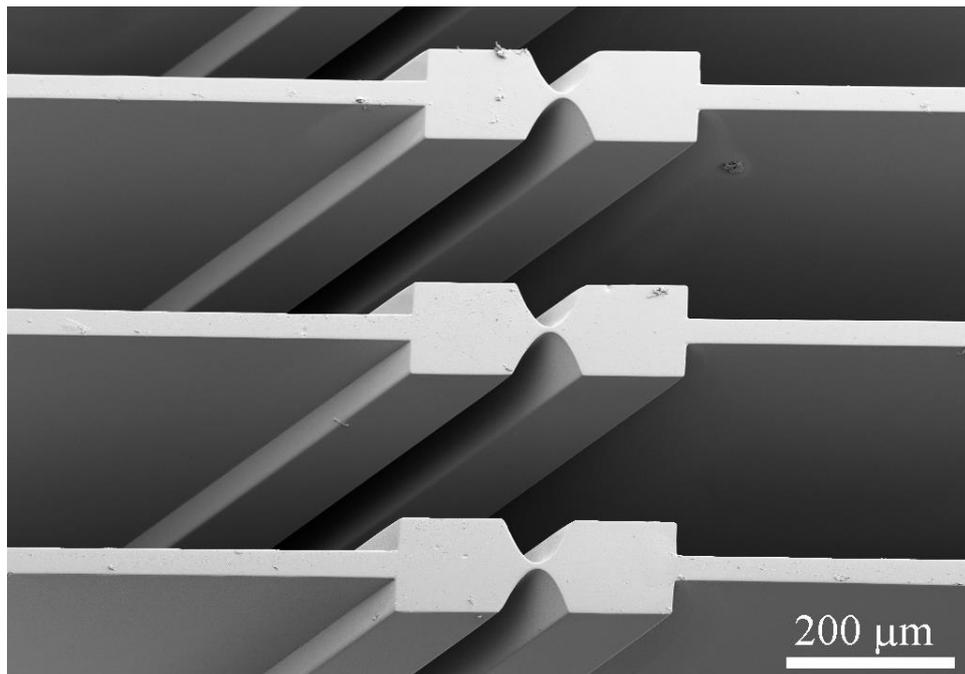


б)

Рисунок 3-37. РЭМ-изображение преломляющей конденсорной  $3 \times 3$  мультилинзы, изготовленной в слое SU-8 толщиной 3070 мкм: а) часть массива  $3 \times 3$  конденсорной мультилинзы; б) одиночная микроструктура с имплементированным бимстопом шириной 52 мкм в центре апертуры сублинзы. Геометрические параметры линз приведены в таблице 3.2.



а)



б)

Рисунок 3-38. РЭМ-изображение массива  $3 \times 3$  преломляющей объектной мультилинзы, изготовленной в слое материала SU-8 толщиной 3000 мкм: а) часть  $3 \times 3$  массива (угол зрения  $45^\circ$ ). Вследствие большой высоты и малой ширины каждый элемент линзы стабилизирован посредством бокового держателя (на фото - слева); б) преломляющие элементы трёх суб-линз с параболическим профилем, наклонённых на  $45^\circ$  и входящих в состав 1D мультилинзы. Геометрические параметры линз приведены в таблице 3.2.

Таблица 3.2. - Геометрические параметры мультилинз.

в микрометрах

Тип линзы	Радиус кривизны одиночной линзы	Количество одиночных линз, $N$	Апертура одиночных линз	Продольный период, $p$ ,	Поперечный период
Объектив	6,75	147	$62 \times 62$	400	800
Конденсор	47	36	$370 \times 370$	1586	800

Схема собранного на оптической скамье станции FLUO(АНКА) мультиполюсного микроскопа показана на рисунке 3-39. Микроскоп был испытан при энергии фотонов 14 кэВ в энергетической полосе  $\Delta E/E = 1,4 \times 10^{-2}$ .

Поскольку угол расходимости рентгеновского луча  $\Delta\psi_c$  после конденсора  $\Delta\psi_c = A_c/r_{iLc}$  ( $\Delta\psi_c \approx 0,27$  мрад) значительно меньше приёмного угла объектной суб-линзы (8,2 мрад, как следует из (3.20), размер FOV в соотношении  $FOV = A_o + \Delta\psi_c F_L$  имеет величину 62 мкм по сравнению с эффективной апертурой объектной линзы  $A_o$ , равной 47 мкм.

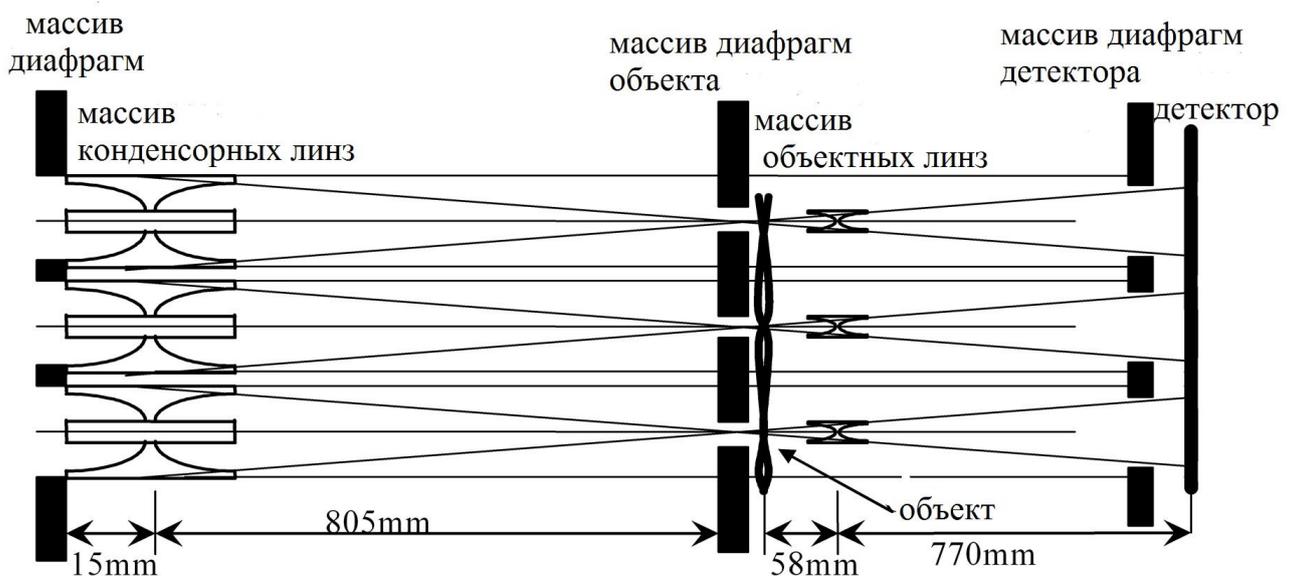


Рисунок 3-39. Схема мультиполюсного микроскопа в одном измерении ( $3 \times 1$ ) с параметрами  $r_{oL} = 58$  мм,  $F_L = 54$  мм,  $B_L = 10$  мм, и  $r_o = 48$  мм.

Благодаря введённому в дизайн конденсорных суб-линз центральному бимстопу, на каждой объектной суб-линзе освещённая область достигала 58 мкм (ПШПВ). При этом числовая апертура конденсорных суб-линз достигала  $2,6 \times 10^{-4}$  рад ( $1,87 \times 10^{-4}$  рад без бимстопа). Это соответствует размеру проекции точки объекта на объектную линзу в 15,5 мкм. Из формулы Аббе следует, что пространственное разрешение в данном случае можно ожидать 180 нм по сравнению с величиной 107 нм, которая была бы достигнута в случае идеального освещения апертуры объектной суб-линзы конденсорной суб-линзой.

В качестве тест-объекта использовали трековую мембрану марки Transwell® из полиэфира с номинальной плотностью пор  $4 \times 10^6$  на  $1 \text{ см}^2$ . Мембрана толщиной 10 мкм с номинальным диаметром пор 0,4 мкм фиксировалась на держателе в атмосфере воздуха. Расчётный контраст поглощения и сдвиг фазы рентгеновского излучения на толщине материала мембраны относительно воздуха 0,000057 и 0,044 рад, соответственно. Изображения наклонных пор фиксировались детектором, как показано на рисунке 3-40, причём угол наклона пор относительно нормали к поверхности мембраны составил  $9^\circ$ .

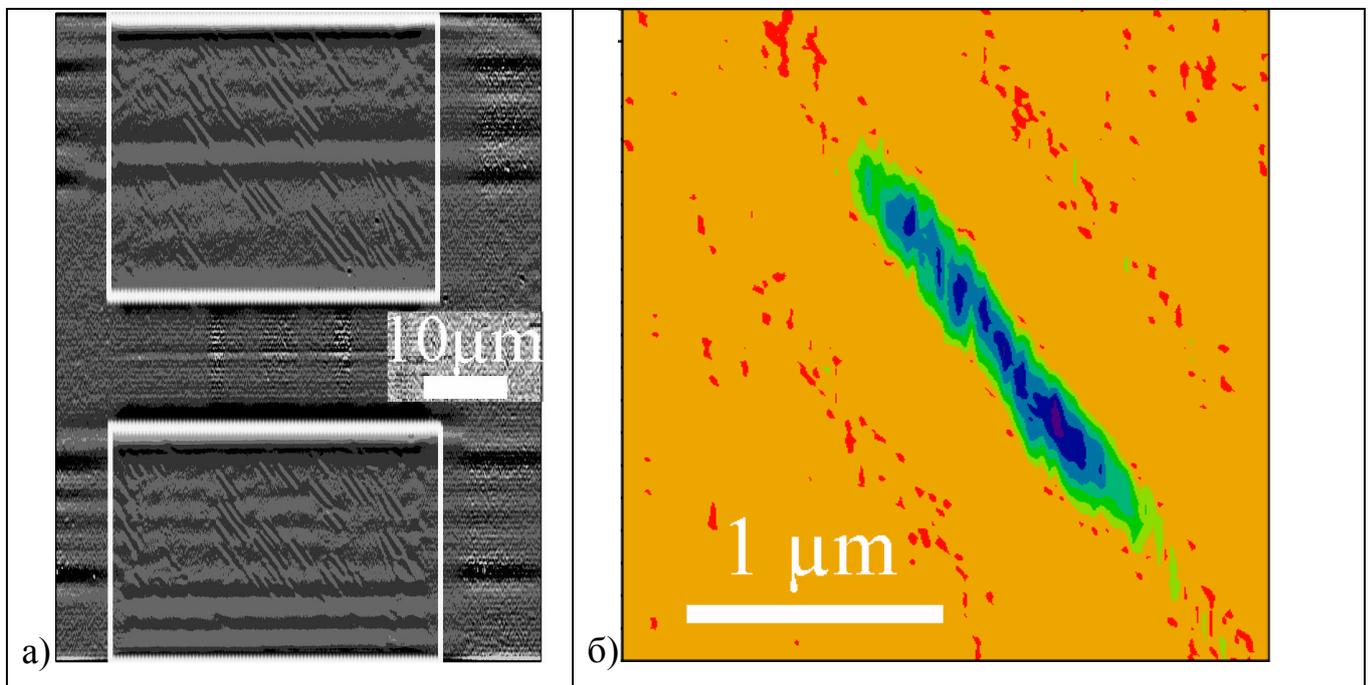


Рисунок 3-40. а) Одновременное изображение 2-х участков ядерной трековой мембраны на рентгеновском детекторе. Коэффициент увеличения в рентгеновских лучах 24,8. Размер каждого из полей зрения на объекте 39 мкм × 39 мкм; б) Изображение одной поры. Энергия квантов 14 кэВ. Станция FLUO(ANKA).

Пространственное разрешение, рассчитанное путём анализа передаточной функция (MTF) составило 186 нм, как показано на рисунке 3-41.

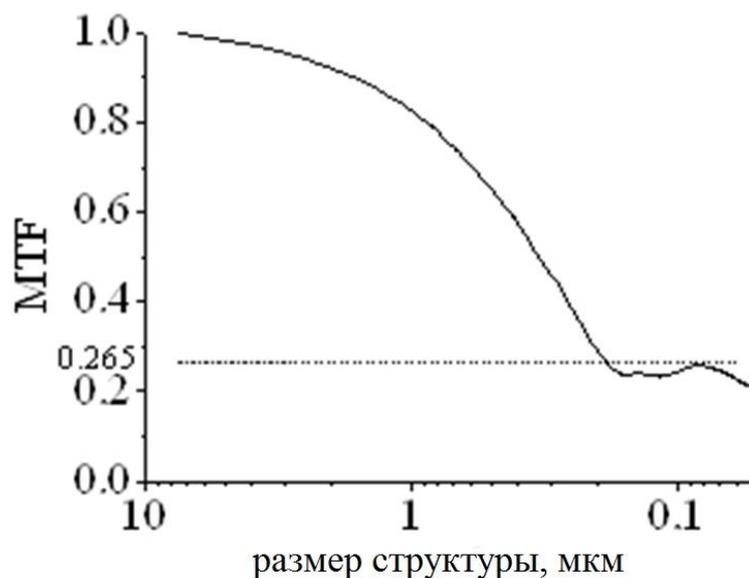


Рисунок 3-41. Передаточная функция MTF, определение которой дано, например, в [127], рассчитана по изображению трековой мембраны с порами, приведённому на рисунке 3-40.

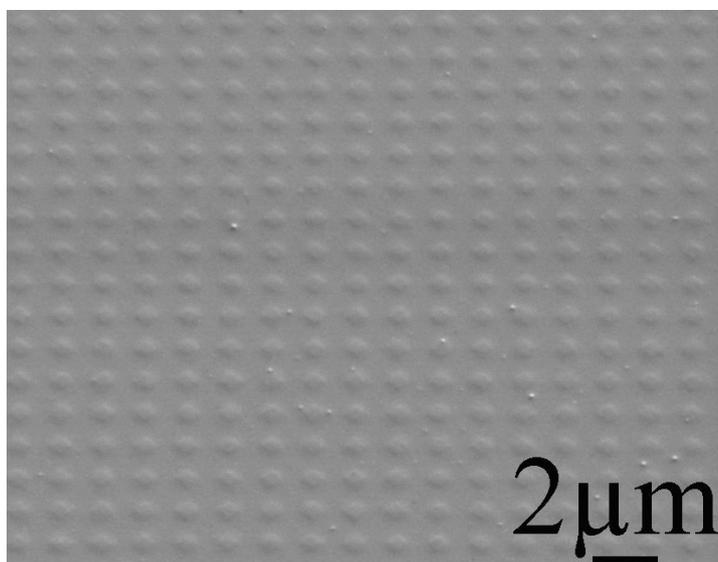


Рисунок 3-42. Массив тестовых микроструктур из SU-8 толщиной 0,5 мкм, изготовленных методом глубокой рентгенолитографии на станции LITHO-I (АНКА) для исследования характеристик мультипольного микроскопа.

С целью изучения условий сшивки суб-полей мультипольного микроскопа в сверхбольшое поле зрения, был применён тест-объект с периодической

структурой, удобной для контроля параллельности движения и исключающей неоднозначность интерпретации изображения (см. рисунок 3-42).

Измерения были проведены на станции FLUO(ANKA). Благодаря относительно невысокому собственному коэффициенту увеличения детектора величиной 12,4 производилась одновременная запись изображений 4-х суб-полей, что позволило уменьшить общее время съёмки с двенадцати до трёх часов.

При сшивке поле, результат которой представлен в работе [125], выявлено небольшое рассовмещение отдельных микроструктур на периферии суб-полей вследствие напряжения и волнистости 2,5-микронной толщины мембраны-держателя объекта. Во-вторых, вследствие недостаточно высокого качества рентгеновской маски при изготовлении конденсорных и объектных линз оптические оси 3-х систем суб-линз и направление распространения рентгеновского луча оставались непараллельны друг другу во время получения изображений, что позволило достигнуть удовлетворительной точности совмещения с рентгеновским лучом только одной системы объектой и конденсорной суб-линз. Зато в трёх суб-полях изображения FOVI возникли неустраняемые полутонные полосы по всему полю, как видно из рисунке 3-43.

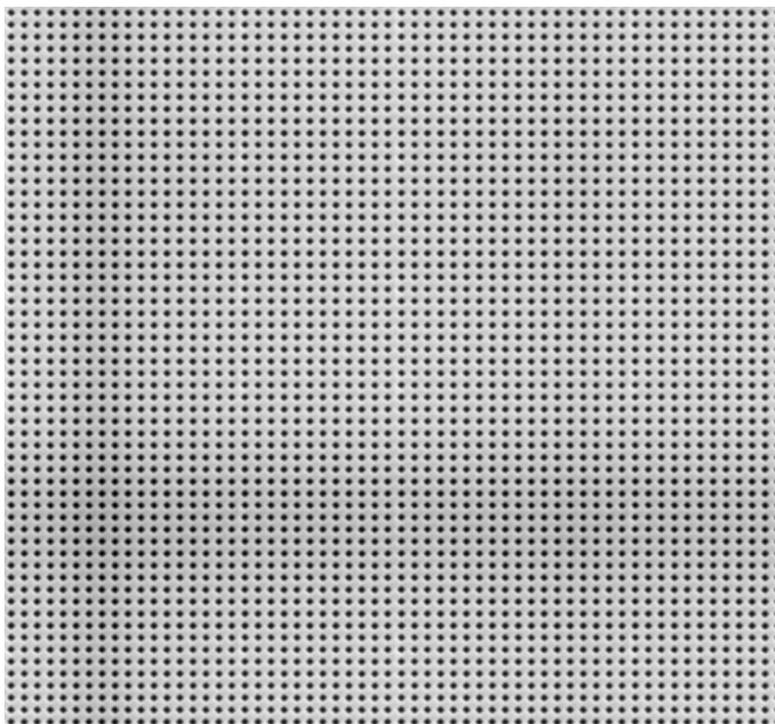


Рисунок 3-43. Сшитая из 4-х суб-полей центральная часть FOVI размером  $78 \times 78$  мкм сверхбольшого поля изображения. Энергия квантов 14 keV.

В процессе исследования передачи изображения мультипольным микроскопом было установлено, что конденсор с низким углом расходимости не является оптимальным в качестве осветителя в данном случае. Ожидается, что бóльшая числовая апертура и больший акцептанс могут быть обеспечены использованием двумерной мозаичной линзой (см. подраздел 5.1.2.).

Дальнейшему увеличению поля изображения FOVI посредством увеличения расстояния до изображения  $r_{iL}$  отвечает увеличение расстояний между осями субполей изображений, что может быть реализовано на базе дальнейшей разработки рентгенолитографического метода формирования микроструктур в большей толщине резистивного слоя (см. Главу 1). В частности, в слое с достигнутой толщиной 7 мм может быть сформирован массив скрещенных линз с апертурой  $5 \times 5$  мм. Однако, линзам с такой апертурой должны отвечать размеры как рентгеновского луча, так и детектора. При этом увеличение высоты микроструктур в процессах глубокой рентгенолитографии позволит как увеличить числовую апертуру конденсорной линзы, так и увеличить количество полей зрения. Это позволит повысить производительность рентгеновского мультипольного микроскопа.

Мультипольные линзы могут найти применение для инспекции полупроводниковых микросхем, сравнительно больших биологических, медицинских и геологических/астрогеологических объектов, требующих большой производительности микроскопа и пространственного разрешения в нанометровом диапазоне.

### 3.3.4. Рентгеновский телескоп

Угол расходимости синхротронного излучения лежит в диапазоне углов, на которые отклоняется излучение преломляющими рентгеновскими линзами, поэтому он может быть относительно просто ими скомпенсирован для получения коллимированного рентгеновского луча СИ, например, при исследовании

объектов методом малоуглового рассеяния, когда характеристический угол рассеяния излучения объектом очень мал. В частности, в настоящее время большой интерес представляют сегнетоэлектрики, некоторые из которых обладают гигантской электрострикцией. В таких материалах фазовый переход протянут на сотни градусов, а структурный фазовый переход не реализуется, генерируя кластеры, размеры которых могут достигать 1000 Å и более. Хотя такие материалы известны более 50-ти лет, механизм возникновения аномально большой электрострикции до сих пор окончательно не понят.

Для решения таких задач был разработан рентгеновский телескоп - рефрактор, в котором две преломляющие рентгеновские линзы объединены на оптической оси в одну телескопическую систему: одна преломляющая линза – объектив - с эффективной апертурой 360 мкм концентрирует первичное излучение от источника СИ на окуляр с эффективной апертурой 10 мкм. Компактность полимерных преломляющих LIG-линз позволила сбазировать телескоп на одной кремниевой подложке.

Созданный рентгеновский телескоп был применён для формирования дифракционной картины от одного из сегнетоэлектриков (см. рисунок 3-44). При

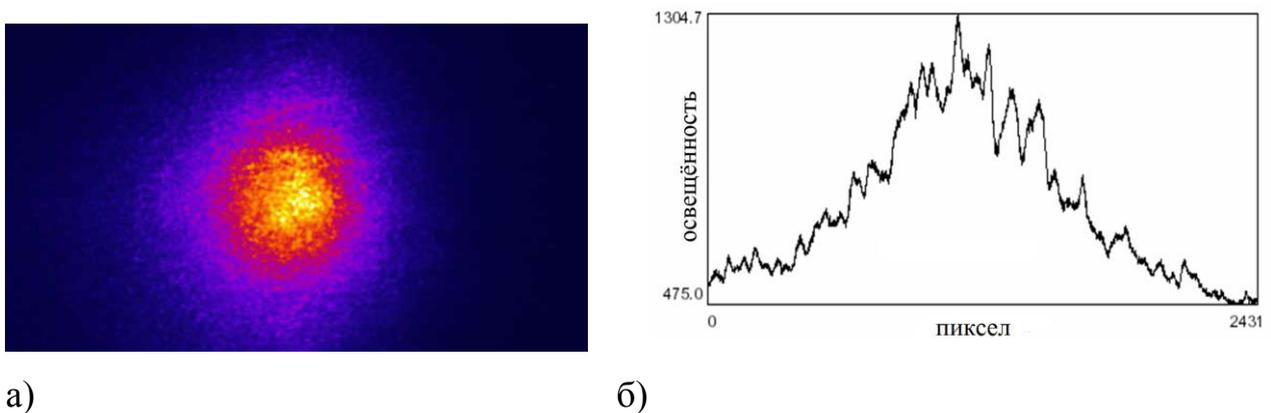


Рисунок 3-44. Спеклы сегнетоэлектрического релаксора, полученные на станции BL22XU (Spring-8) при энергии квантов 9 кэВ: а) 2-D распределение интенсивности рассеянного релаксором излучения; б) 1-D распределение, проходящее через центр 2-D распределения.

этом рентгеновский луч был сжат с 360 мкм до 10 мкм, обеспечив выигрыш в интенсивности около 10 с угловым разбросом выходящего из окуляра луча менее 0,5 мкрад.

В эксперименте было обнаружено, что видность изображения упала до 70% относительно видности изображения от вышеуказанного объекта без телескопа, вероятно, по причине рассеяния излучения собственно преломляющими линзами.

### **3.4. Адиабатическая линза - следующий шаг по пути увеличения числовой апертуры**

#### **3.4.1. Моделирование и изготовление линзы**

Согласование апертуры линзы с поперечным размером фронта электромагнитной волны по мере распространения последней вдоль оптической оси линзы позволило минимизировать неактивную часть апертуры, уменьшив тем самым длину линзы, что обеспечило дальнейшее увеличение числовой апертуры и, как следствие, уменьшение размера фокуса. Поскольку в результате такой модификации линзы не происходит потерь энергии электромагнитного поля на последующих преломляющих элементах после первого, такое сужение было названо адиабатическим [35]. Размеры (апертура, радиус кривизны, длина) каждого последующего преломляющего элемента задаются меньше, чем предыдущего до тех пор, пока энергия излучения не сконцентрируется вблизи оптической оси. Техника и технология, которые бы обеспечили изготовление вышеуказанной последовательности структур, уменьшающихся по заданному закону вплоть до самых маленьких, имеющих размер несколько нанометров (как ожидается в работе [35]), до настоящего времени не разработаны.

Как было показано в Главе 2, каждому материалу присуща своя технология формирования, поэтому представляет интерес рассмотрение линз с адиабатическим сужением, которые могли бы быть изготовлены с учётом особенностей технологии глубокой рентгенолитографии (см. Главу 1), когда преломляющие элементы - двояковогнутые с кривизной по параболическому закону - имеют цилиндрическую симметрию. С учётом этих особенностей теория адиабатических линз (предложенная в работе [35]) была модифицирована: результаты представлены в работе [128].

В работе [35] адиабатическая линза представлена элементами с симметрией вращения относительно оптической оси, но литографически к настоящему времени может быть реализована лишь система из одномерно преломляющих структур. Во-вторых, непрерывно уменьшающиеся зазоры между структурами, фигурирующие в работе [35], заменены на минимально реализуемые в литографии согласно работе [103]. Тогда длина одного двояковогнутого преломляющего элемента, фокусирующего в одном направлении и повторяющегося с удвоенным шагом:  $\Delta z = 2 \cdot \left( 2 \cdot \frac{A^2}{2R} + b + c \right)$ , а результирующий угол отклонения луча от первоначального направления  $\Delta \psi$ :

$$\Delta \psi \approx -\frac{4\delta}{1-\delta} \frac{A}{R}, \quad (3.22)$$

где  $A(z)$  – координата граничного луча линзы (см. рисунок 3-45);  $c$  – расстояние между соседними микроструктурами;  $b$  – расстояние между апексами соседних профилей.

В-третьих, в отличие от [35], где каждый элементарный угол  $\Delta \psi$  рассчитывается без учёта угла, уже аккумуляированного рентгеновским лучом в линзе до акта преломления, в настоящей модели учитывается, что входящий луч уже имеет некоторый угол наклона к оптической оси.

Если угол, отклонённый на отрезке элементарной длины линзы до акта взаимодействия с преломляющей поверхностью обозначен как  $\psi$ , то, используя

соотношение  $\tan(x + y) = \frac{\tan x + \tan y}{1 - \tan x \cdot \tan y}$  (согласно [88]), скорректированный угол  $\alpha_s$

имеет величину:

$$\tan \alpha_s \approx \tan \alpha (1 + \tan^2 \psi) \quad (3.23).$$

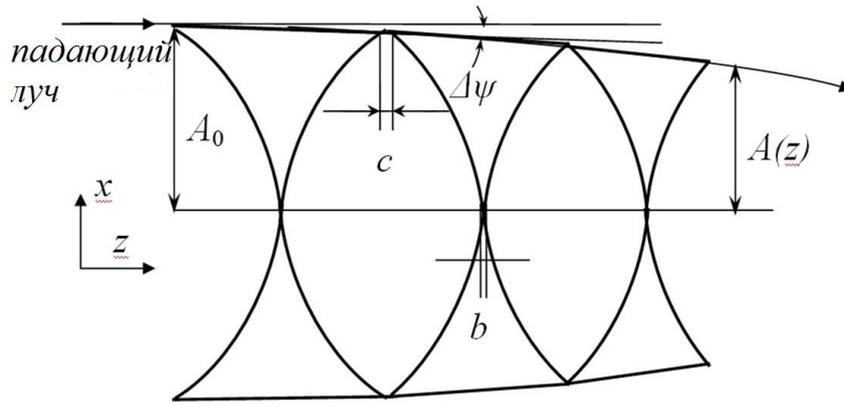


Рисунок 3-45. Схематическое изображение распространения луча в адиабатической линзе.

Записав изменение угла отклонения рентгеновского луча вдоль оптической оси линзы через  $d\psi = \frac{\Delta\psi}{\Delta z} dz$  и учитывая (3.22), можно рассчитать суммарный угол  $\psi(z)$ , набегающий на отрезке длиной  $z$  как:

$$\psi(z) = \int_0^z \frac{2\left(\frac{\delta}{1-\delta}\right) [1 + \psi(z)^2] dz}{A(z) + (b+c) \frac{R(z)}{A(z)}} \quad (3.24),$$

где сделана замена с учётом приближённого равенства  $\tan^2 \psi \approx \psi^2$ . Интегрируя (3.24) по длине  $z$ , получим поперечное смещение луча, аккумулированное на участке линзы длиной  $z$ :

$$A(0) - \int_0^z dz \int_0^z \frac{\delta_1 dz}{A(z) + \zeta} = A(z) \quad (3.25).$$

В уравнение (3.25) введены обозначения:  $\zeta = (b+c) \frac{R(z)}{A(z)}$  и  $\delta_1 = \frac{\delta}{1-\delta}$ .

Соотношение  $\frac{A(z)}{R(z)} = \kappa$  может быть определено как постоянная топологии, не зависящая от координаты  $z$  вдоль длины линзы.

В первом приближении можно пренебречь вторым слагаемым в числителе под интегралом в (3.24). Тогда 2-я производная от левой и правой частей (3.25) примет вид:

$$\frac{d^2 A(z)}{dz^2} = -\frac{\delta_1}{A(z) + \zeta} \quad (3.26).$$

Общее решение уравнения (3.26) ищется в виде:

$$A(z) = A_0 - \sum_n c_n z^n \quad (3.27).$$

Подставляя  $A(z)$  в уравнение (3.26) и приравнявая коэффициенты при одинаковых степенях  $z$ , получено:

$$A(z) = A_0 S_1(z) \quad (3.28),$$

где

$$S_1(z) = \left[ 1 - \sum_{k=1}^{\infty} c_k \delta_1^k \left( \frac{z}{A_0 + \zeta} \right)^{2k} \right] \quad (3.29),$$

$$\text{и } c_k = \frac{\sum_{l=1}^{k-1} 2l(2l-1)c_l c_{k-l}}{2k(2k-1)}, c_1 = 0,5.$$

Координату входа луча в линзу можно выбрать в любом сечении апертуры меньше, чем  $A_0$  и выражения для угла пропагатора будут подобными, поэтому (3.28) описывает все лучи в пределах апертуры линзы.

Представив общее решение уравнения (3.25) с учётом обоих слагаемых под знаком интеграла в уравнении (3.24) как сумму  $S(z) = [S_1(z) + S_2(z)]$ , тогда скорректированное поперечное отклонение лучей в линзе при распространении вдоль оптической оси  $z$ :

$$A(z) = A_0 S(z) \quad (3.30),$$

при этом функция  $S_2(z)$  является решением уравнения:

$$\left( \frac{\delta}{1-\delta} \right)^3 \left[ \int_0^z \frac{dz}{A_0 S_1(z) + \zeta} \right]^2 = \frac{d^2 S_2(z)}{dz^2} [S_2(z) + \zeta] \quad (3.31).$$

Для упрощения  $A(z)$  заменено в уравнении (3.25) на  $A_0 S_1(z)$ , поскольку  $S_1(z) \gg S_2(z)$ . Решение для  $S_2(z)$  также может быть представлено в виде (3.27), а первый не исчезающий член ряда имеет вид:

$$a_4 = \left( \frac{\delta}{1-\delta} \right)^3 \frac{1}{12\zeta(A_0 + \zeta)} \quad (3.32).$$

Таким образом, зная  $S(z)$ , можно воспользоваться соотношением (3.30) для определения эффективной апертуры линзы как суммарного пропускания в заданном сечении  $z$  линзы:

$$A_y(z) = \int_0^{A_0} 2dxT(z, x) \quad (3.33).$$

Числовая апертура (среднеквадратичное значение)  $\sigma_{NA}$  может быть определена согласно [104] как:

$$\sigma_{NA}(z) = \frac{dS(z)}{dz} \sqrt{\frac{2 \int_0^{A_0} x^2 T(z, x) dx}{A_y(z)}} \quad (3.34),$$

где  $T(z, x) = \exp \left\{ - \int_0^z \frac{\mu(4S(z)x^2 + bA_0)}{2A_0[A(z)\kappa + b + c]} dz \right\}$  и дробь под интегралом является отношением длины пути луча в материале преломляющего элемента к длине преломляющего элемента.

Численный расчёт показывает, что задержка по фазе на длине линзы в зависимости от апертуры формируется иначе, чем в тонкой линзе. Для адиабатической линзы рабочий отрезок близок к нулю, поэтому опережение волны по фазе в разных сечениях вдоль почти всей длины адиабатической линзы (относительно фазы волны на оптической оси) компенсируется её задержкой вблизи фокуса, на сужающейся части линзы. В результате, волновой фронт в фокус приходит с одной фазой, поэтому ожидается, что размер фокуса подчиняется соотношению Рэлея.

Как следует из (3.33) и (3.34), числовая апертура существенно подавляется вследствие большого поглощения в материале линзы квантов с низкой энергией, как показано на рисунке 3-46. Однако степень подавления уменьшается с увеличением энергия квантов вследствие возрастающего пропускания материала.

Во-вторых, на величину числовой апертуры в большей мере влияет величина декремента показателя преломления материала, чем коэффициент поглощения.

Следует также отметить, что максимальное значение числовой апертуры близко к значению угла полного внутреннего отражения, но не превышает его (см. рисунок 3-46) за исключением материалов с меньшим, чем у полимеров коэффициентом поглощения излучения, например, бериллия, как отмечалось в работе [35].

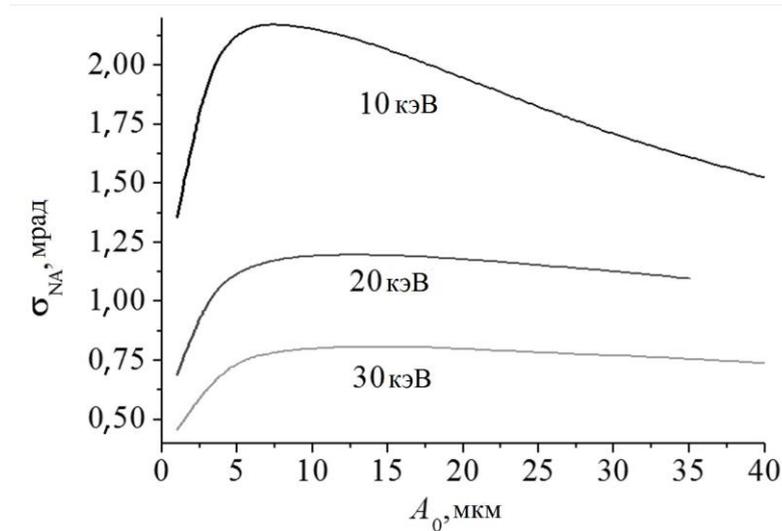


Рисунок 3-46. Расчётная числовая апертура для различных энергий квантов и  $k=4$  в зависимости от величины полуапертуры линзы. Для сравнения, критический угол для полимерного материала составляет 2,36; 1,18; и 0,787 мрад для энергий квантов 10 кэВ, 20 кэВ и 30 кэВ, соответственно.

В-третьих, для маленькой геометрической апертуры характерна значительная числовая апертура (см. рисунок 3-47). Однако большой входной геометрической апертуре ( $2A_0$ ) соответствует длинная линза, пропускание которой меньше, чем линзы с маленькой апертурой, что, в свою очередь, ограничивает дальнейшее увеличение числовой апертуры (см. рисунок 3-47 и 3-48).

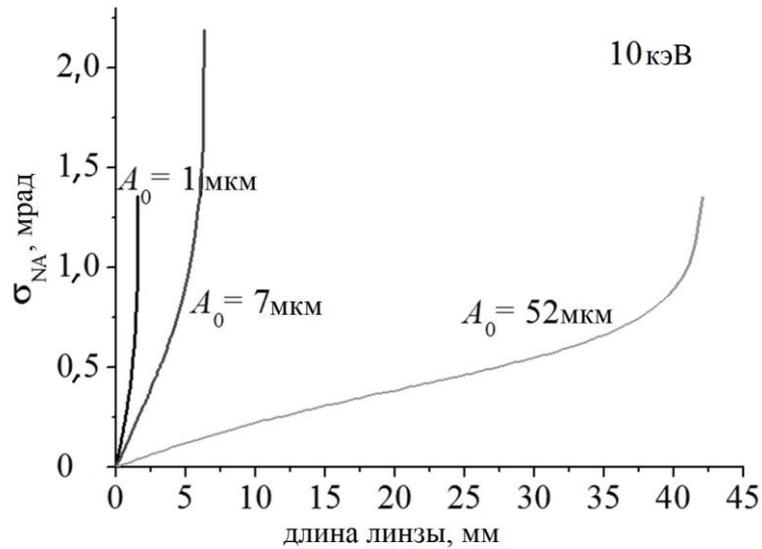


Рисунок 3-47. Рассчитанная функция числовой апертуры в зависимости от длины линзы для энергии фотонов 10 кэВ,  $\kappa=4$ , и различной полуапертуры  $A_0$ .

Однако, малоапертурные линзы обеспечивают малый поток фотонов и для анализа удобнее охарактеризовать линзу посредством её акцептанса  $\epsilon = A_3 \times \sigma_{NA}$ . Поведение функции  $\epsilon$  относительно составляющих её сомножителей показано на рисунке 3-48. Эта функция медленно стремится к пределу с увеличением входной

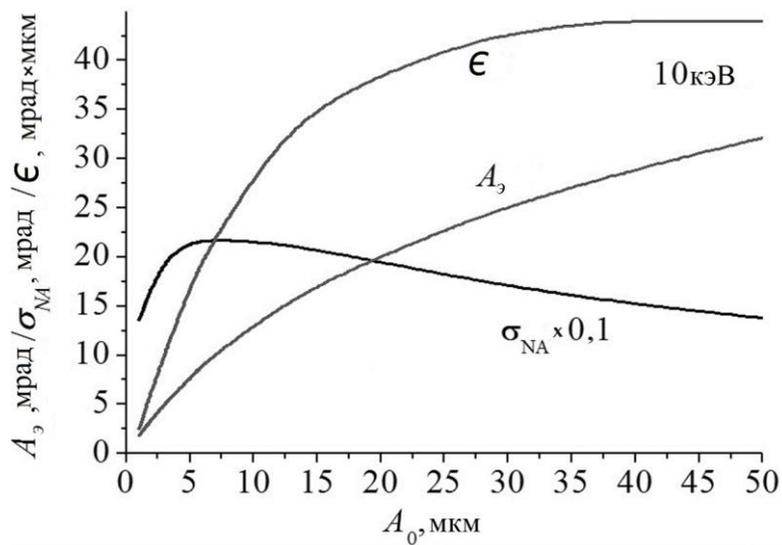


Рисунок 3-48. Расчётная числовая апертура, эффективная апертура и акцептанс для энергии квантов 10 кэВ,  $\kappa=4$  и различной величины полуапертуры линзы  $A_0$  и соответствующей длины линзы.

апертуры. Значение  $\varepsilon$ , соответствующее 90% её максимального значения может быть использовано для практических целей. Как показано на рисунке 3-48, оптимальное значение  $\varepsilon$  не лежит в области больших значений  $A_0$ , как это имеет место для эффективной апертуры  $A_3$ .

Вследствие непостоянной величины радиуса кривизны структур, фокусное расстояние  $F$  для линзы с адиабатическим сужением может характеризоваться количеством структур или, другими словами, длиной линзы  $z_l$ . Его можно представить через производную пропагатора (уравнение 3.24), тогда:

$$F(z_\lambda) = \frac{A_3(z_\lambda)}{\sigma_{NA}(z_\lambda)} \quad (3.35)$$

Фокусное расстояние преломляющей линзы с адиабатическим сужением профиля, как и ожидалось, короче, чем у самоизображающей линзы с постоянной апертурой, показано на рисунке 3-49. Наибольшая относительная разница наблюдается для малых энергий квантов потому, что адиабатическая линза для малых энергий относительно короткая и фокусирует на существенно меньших расстояниях. Для больших энергий квантов относительная разница в фокусном расстоянии уменьшается, потому что входная апертура обеих линз становится меньше, что не обеспечивает существенного выигрыша для линзы на участке её адиабатического сужения.

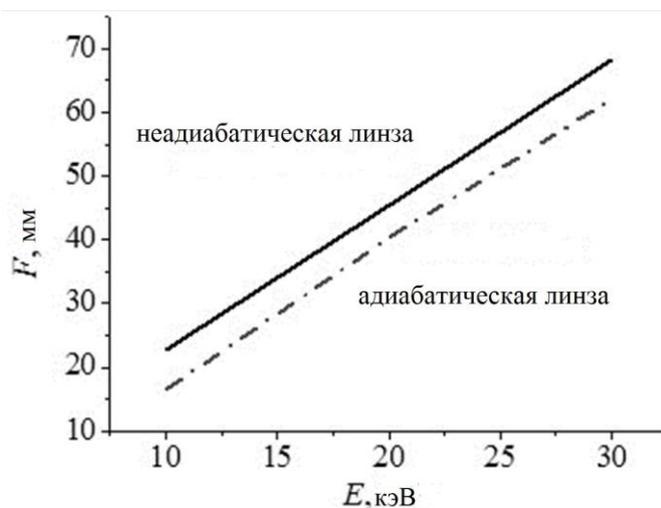
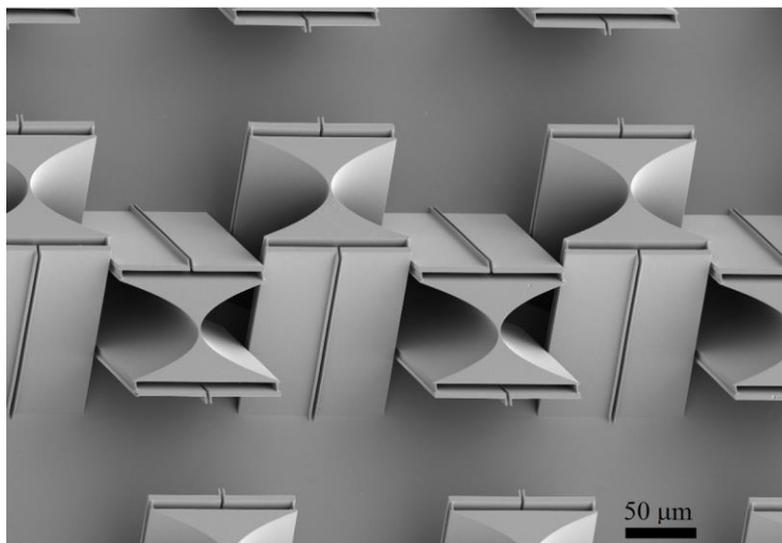
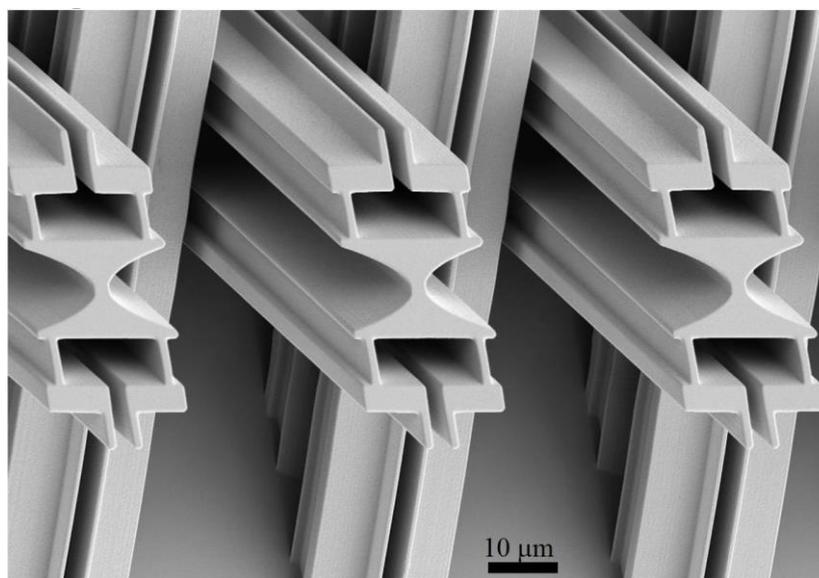


Рисунок 3-49. Расчётное фокусное расстояние для адиабатической линзы и самоизображающей линзы с постоянным радиусом кривизны как функция энергии квантов, рассчитанная для материала SU-8.

На основе представленной модели рентгеновские линзы с адиабатическим сужением были сформированы для энергии квантов 18,6 кэВ и изготовлены в слое резиста SU8 непосредственным переносом изображения с промежуточной рентгеновской маски в слой резиста на станции литографии LITHO-I(ANKA), охарактеризованной в работе [129], и показаны на рисунке 3-50. Геометрическая



а)



б)

Рисунок 3-50. РЭМ-фотография рентгеновских преломляющих полимерных 2D линз с адиабатическим сужением. Микроструктуры высотой 120 мкм и аспектным отношением до 12. Преломляющие структуры: а) у входа в линзу; б) на выходе из линзы,  $b = 2$  мкм;  $c = 2$  мкм;  $k=4$ . Шероховатость боковых стенок не более 10 нм (r.m.s.).

апертура непрерывно уменьшается вдоль оптической оси линзы от 70 мкм на входе до 8,75 мкм – на выходе. Для механической стабилизации микроструктур в дизайн введены поддерживающие балки, посредством которых увеличена контактная поверхность между микроструктурой и подложкой. Ожидаемое фокусное расстояние 33,3 мм, по сравнению с фокусным расстоянием длинной линзы 40,1 мм, что соответствует расчётному размеру фокуса 22 нм, с учётом степени монохроматичности пучка СИ.

### 3.4.2. Измерение размера фокуса

Размер фокуса линзы исследовали на станции P05 источника СИ PETRA-III при энергии 18,6 кэВ с монохроматизацией  $\Delta E/E = 2 \times 10^{-4}$ . Источник излучения обеспечивает размер области когерентности в вертикальном направлении в плоскости входа в линзу ок. 65 мкм, что близко к величине её геометрической апертуры (70 мкм).

Чтобы избежать столкновения с тест-объектом по причине короткого рабочего отрезка, структуры при выходе из линзы на участке длиной 2 мм были удалены, в результате ожидаемый размера фокуса увеличился с 22 нм до 31 нм, а оптимальный рабочий отрезок составил 2 мм. Отъюстированные в рентгеновском луче линзы с адиабатическим сужением показаны на рисунке 3-51. (Все линзы различаются друг от друга величиной коррекции параболического профиля, составляющей 100 нм).

Микроструктуру из золота толщиной около 70 нм как тест-объект перемещали поперек сфокусированного луча и регистрировали рентгенофлуоресценцию на линиях  $L_\alpha$  and  $L_\beta$  возбуждения золота. Измеренная зависимость интенсивности флуоресцентного сигнала от положения края тестовой структуры приведена на рисунке 3-52.

Минимальный измеренный размер фокуса составил  $67 \pm 3$  нм для обеих координатных осей. Различие между теорией и экспериментом может быть

объяснено неоптимальным выбором линзы, так как не все они из изготовленного массива (см. рисунок 3-51) были исследованы.



Рисунок 3-51. Изображение на CCD камере преломляющих линз с адиабатическим сужением, отъюстированных параллельно лучу СИ при энергии квантов 18,6 кэВ на станции P05(PETRA-III).

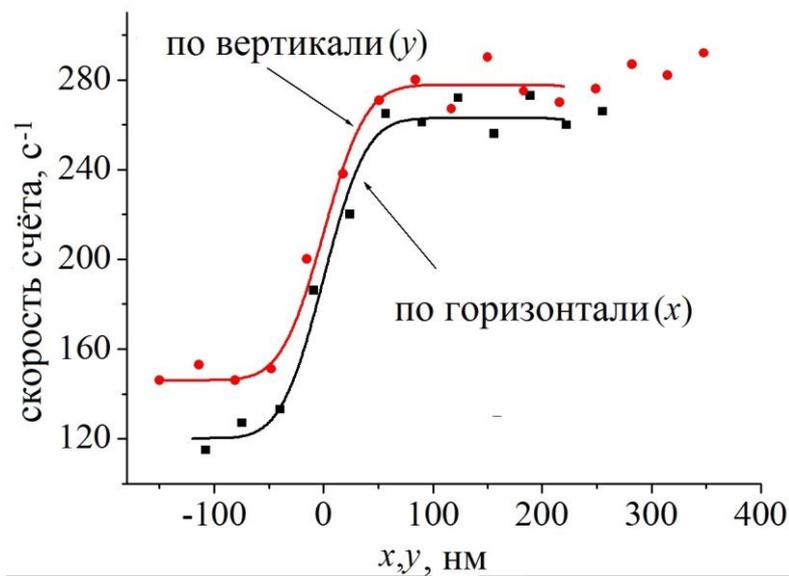


Рисунок 3-52. Измеренный сигнал рентгеновской флуоресценции от золотого тест-объекта в фокусной плоскости при энергии квантов 18,6 кэВ. Кривые отклика сдвинуты друг относительно друга по вертикали вследствие различной толщины вертикальных и горизонтальных линий на тест-объекте.

С другой стороны, несмотря на то, что в узкой части линзы сконцентрирован большой поток энергии рентгеновского излучения, за время эксперимента не было обнаружено каких-либо заметных радиационных повреждений в активной области линзы.

Поскольку фокусная длина линзы с адиабатическим сужением находится, главным образом, в пределах самой линзы, трудно представить преломляющую линзу, составленную из двух ортогональных линейных линз с одинаковым сечением, как обсуждалось в работе [130]. Однако, известно иное приближение к решению проблемы, когда апертура линзы меняется ступенчато, укоротив тем самым, однако не оптимально, фокусное расстояние, но незначительно уменьшив потери при переходе от одной апертуры к другой, как доложено в работе [131].

Напротив, преломляющая линза с адиабатическим сужением может быть легко сформирована посредством двухкратного облучения в процессе глубокой рентгенолитографии. Также следует отметить, что линза не имеет тонких элементов в виде внешних зон Френеля, качество которых существенно влияет на размер фокусного пятна, как это наблюдается для зонной пластинки или многослойной Лауэ-линзы.

### **3.5. Выводы к главе 3**

Разработан принцип формирования планарных 2D рентгеновских линз путём объединения двух линейных линз с наклонными структурами и критерии на формирование элементов её дизайна такие, как количество фокусирующих структур и взаимный угол наклона структур линейных линз. На базе метода переноса изображения в глубокой рентгенолитографии разработаны и изготовлены преломляющие полимерные линзы с геометрической апертурой до 0,8 мм. При тестировании качества линз в оригинальном эксперименте была установлена степень влияния мощности излучения на величину тепловых искажений геометрии, что открывает возможность определять температуру мембраны рентгеновской маски в процессе экспонирования.

Тонкая линза характеризуется наименьшим акцептансом среди исследуемых типов линз. С помощью разработанных и изготовленных на базе метода глубокой рентгенолитографии преломляющих рентгеновских полимерных тонких 2D-линз, характеризуемых фокусом размером ок. 300 нм при энергии квантов 28 кэВ впервые в мире был достигнут абсолютный предел обнаружения примесей в тестовом образце в количестве менее 10 аттограмм.

Длинная линза характеризуется бóльшим, чем у тонкой линзы, акцептансом. Впервые разработаны длинные рентгеновские преломляющие 2D-линзы из материала SU-8 и исследованы их оптические характеристики. Теоретический предел таких линз, рассчитанный с помощью интеграла Кирхгоффа, достигает 40 нм для энергий квантов свыше 10 кэВ.

Короткое фокусное расстояние длинной преломляющей линзы по сравнению с длинным фокусным расстоянием короткой линзы позволяет существенно уменьшить вклад в фокус проекции источника излучения. Для измерения размера фокуса линзы при частично когерентном освещении был применён голомографический метод. Достигнутый размер фокуса 80 нм при энергии квантов 22 кэВ обнаружил хорошее согласие с расчётом. При картографировании с энергией квантов 22 кэВ золотые наносферы диаметром 60-80 нм были детектированы индивидуально.

Экспериментально показано преимущество преломляющих линз перед зеркалами, зонными пластинками и многослойными Лауэ-линзами в режиме рентгеновской микроскопии сфокусированным пучком в условиях, когда размер источника излучения значителен и даёт существенный вклад в размер фокуса.

В условиях микроскопии по большому полю показано экспериментально, что основные различия в схемах с конденсором и без конденсора состоят в использовании сходящегося пучка некогерентного излучения и параллельного пучка когерентного излучения, соответственно, что и обуславливает пространственное разрешение обоих методов. Измеренная чувствительность при определении толщины объекта в схеме с конденсором, благодаря преломляющей

оптике, позволяющей регистрировать фазовый контраст объекта, достигает для органических объектов величины 200 нм при энергии квантов 14 кэВ.

С целью увеличения апертуры рентгеновского микроскопа разработан, изготовлен и исследован многопольный рентгеновский микроскоп на базе двухмерных массивов микроструктур, выступающих в роли мультиконденсорной и мультиобъектной полимерных преломляющих мультилинз. На детекторе микроскопа одновременно изображается информация от нескольких полей зрения. При этом достигнуто пространственное разрешение в каждом поле около 190 нм при энергии квантов 14 кэВ.

По пути дальнейшего увеличения акцептанса линзы и, соответственно, уменьшения размера фокуса была разработана и исследована линза с адиабатическим сужением апертуры. На базе предложенной математической модели исследованы оптические свойства планарной преломляющей линзы с адиабатическим сужением, которая обеспечивает дальнейшее сокращение фокусного расстояния относительно длинной линзы и, благодаря этому, размера фокуса. Её числовая апертура может быть увеличена до нескольких миллирадиан. В результате экспериментального исследования изготовленных методом глубокой рентгенолитографии линз размер фокуса составил 67 нм при энергии 18,6 кэВ, что демонстрирует большой потенциал для концентрации квантов высоких энергий в фокус с размерами в десятки нанометров.

Показано экспериментально, что разработанный дизайн преломляющих линз не ограничен в смысле вариации радиуса кривизны и количества преломляющих элементов, позволяя быструю перестройку фактора увеличения путём частичного удаления последних. В дальнейшем, низкое поглощение излучения в полимерном материале минимизирует потери интенсивности, обеспечивая использование линз не только на источниках излучения высокой яркости, но и на источниках с низкой интенсивностью потока фотонов.

На базе 2-х преломляющих линз разработан, изготовлен и испытан рентгеновский телескоп, обеспечивающий расходимость излучения менее 0,5 мкрад и выигрыш в плотности потока квантов около 10.

## Глава 4. КИНОФОРМНАЯ ЛИНЗА

### 4.1. Математическая модель линзы

Желая уменьшить влияние поглощения неактивного материала преломляющей линзы, где активной является лишь преломляющая рентгеновский луч боковая поверхность микроструктур, изогнутая по параболическому закону, были предложены рентгеновские линзы с киноформным профилем (см. рисунок 4-1). При этом пассивный материал удалён из структуры с параболическим профилем (см. Главу 3) таким образом, чтобы профиль оставшегося материала не изменял фазовое соотношение прошедшей сквозь линзу плоской волны относительно исходной геометрии до удаления материала, как показано в работе [25]. Т.о. максимальная длина оставшегося материала  $L_{\pi} = \frac{\lambda}{2\delta}$  в сегменте соответствует изменению фазы волны на  $180^{\circ}$ , как обусловлено в работах [132, 133]. В результате, оставшемуся материалу отвечает лишь декремент фазы распространяющейся вдоль линзы монохроматической волны длиной  $\lambda$ .

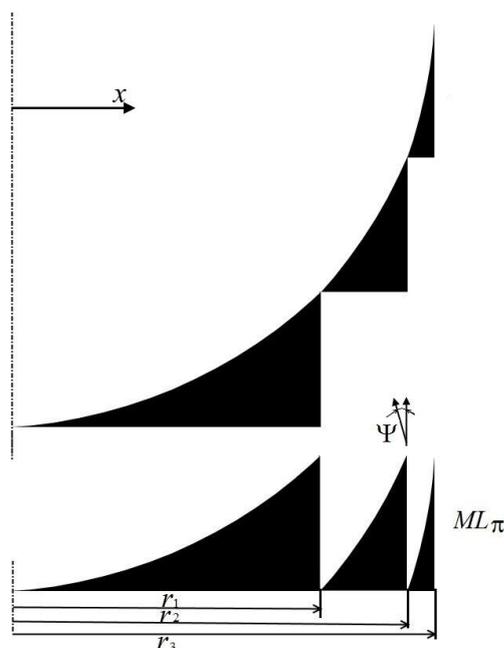


Рисунок 4-1. Схематическое изображение киноформного профиля, состоящего из трёх сегментов.

Конструктивно более просто выполнить профиль с бóльшим набегом фазы, чем  $L_\pi$ , а именно  $ML_\pi$ , где  $M$  – чётное число. Если пренебречь искривлением волнового фронта на краях сегментов (приближение геометрической оптики), то для линзы, фокусирующей в одной плоскости, геометрический профиль  $i$ -й преломляющей поверхности  $Y_i$  вычисляется по формуле:

$$Y_i(x) = \left[ \frac{L_\pi x^2}{F_i \lambda} - ML_\pi \operatorname{int} \left( \frac{x^2}{MF_i \lambda} \right) \right] \quad (4.1),$$

полученной в работе [26]. Здесь  $x$  – координата в плоскости, в которой линза фокусирует, перпендикулярной к оптической оси, функция  $\operatorname{int}(z)$  – целое число от аргумента  $z$ ,  $F_i$ - фокусное расстояние для  $i$ -й преломляющей поверхности. Конструктивно такой профиль трудно реализуем из-за близкого расположения сегментов, которые, однако, могут быть рассредоточены путём перемещения чётных сегментов под ось  $x$ . Формальный вид нового профиля:

$$Y_i(x) = (-1)^{\operatorname{int} \left( \frac{x^2}{MF_i \lambda} \right)} \left[ \frac{L_\pi x^2}{F_i \lambda} - ML_\pi \operatorname{int} \left( \frac{x^2}{MF_i \lambda} \right) \right] \quad (4.2),$$

составляющего вдоль оптической оси длину  $2ML_\pi$ . Однако, как показали Огнев [28] и Ян [29], анализируя с использованием динамической модели рассеяние излучения киноформным профилем, плоский фронт рентгеновской монохроматической волны, проходя сквозь линзу с киноформным профилем, испытывает искривление вследствие дифракции, вызванной резкими скачками функции (4.2). Однако возмущением волнового фронта волны можно пренебречь, если ширина сегментов велика настолько, что:

$$\sqrt{2\lambda ML_\pi} \ll \sqrt{\lambda F_i} (\sqrt{n+1} - \sqrt{n}) \quad (4.3),$$

где  $n$  – номер последнего сегмента. Тогда локальное пропускание излучения структурой с киноформным профилем:

$$T(x) = \exp[-\mu Y(x)] \quad (4.4)$$

Для линзы с широкой апертурой  $n \gg 1$  ширина зон  $\sqrt{\frac{F_i \lambda}{4n}}$  уменьшается с увеличением номера сегмента  $n$ . Во-вторых, с ростом  $n$  увеличивается угол между преломляющей боковой стенкой сегмента и оптической осью, а с ним увеличивается и угол  $\Psi_{i,n} \approx 2\delta L_x \sqrt{\frac{n}{\lambda F_i}}$  - отклонение (см.рисунок 4-1) от направления первоначального распространения. В результате профиль каждой последующей ветки линзы должен отличаться от предыдущего, а распространение волнового фронта может быть описано посредством мультипропагатора, представляющего собой сумму суб-пропагаторов, один из которых отвечает за искривление волнового фронта в границах одной зоны, а другой - за искривление волнового фронта от зоны к зоне.

Для случая тонкой линзы, когда её длиной можно пренебречь по сравнению с фокусным расстоянием, а также можно пренебречь абсолютными изменениями геометрии сегментов, размеры всех сегментов и фокусное расстояние каждой структуры можно положить одинаковыми и оценить пропускание линзы, интегрируя по оси  $x$  пропускание профиля (4.4) и суммируя по количеству структур  $i$ , как это сделано в работе [134] с соавторами для топологии, приведённой на рисунке 4-2 и воспроизведённой в дальнейшем в полимерном материале и металле для последующего изучения оптических свойств.

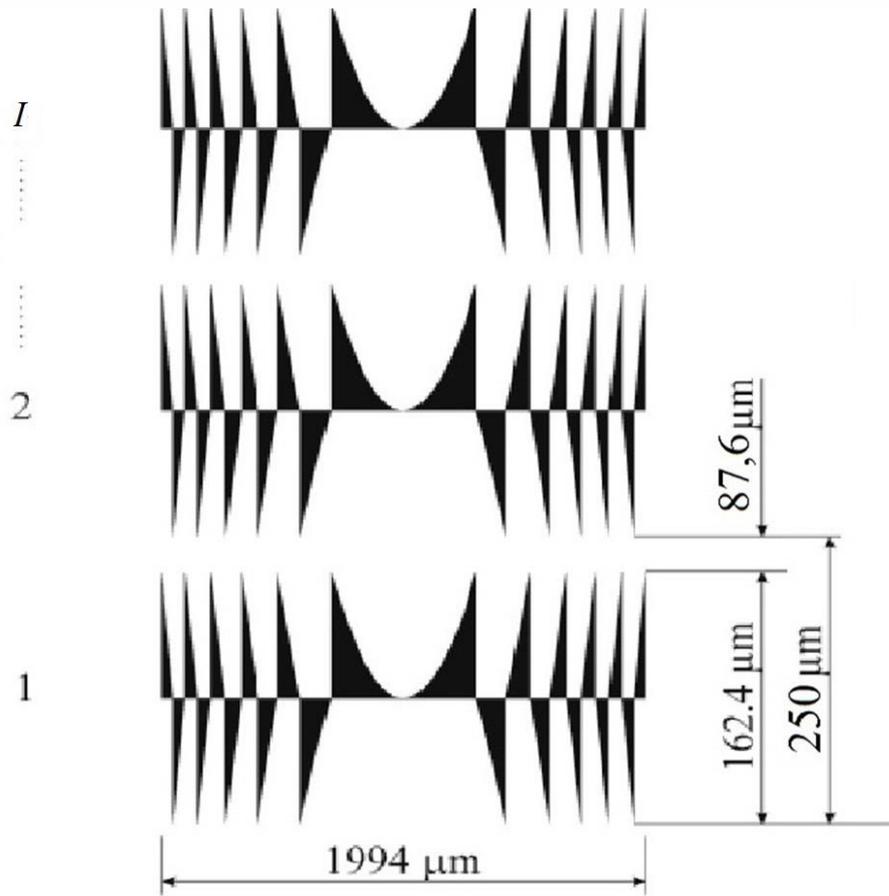


Рисунок 4-2. Схематическое изображение средней части дизайна линзы с киноформным преломляющим профилем.

В результате подстановки (4.2) в (4.4) и интегрировании по переменной  $x$  пропускание линзы приобретает вид:

$$T = \sqrt{\frac{\pi}{4Nt}} \sum_{n=0}^N \exp(nt) \left\{ \operatorname{erf} \left[ \sqrt{t(n+1)} \right] - \operatorname{erf} \left( \sqrt{tn} \right) \right\} \quad (4.5)$$

где  $t = IM\mu L_{\pi}$  - логарифмический декремент ослабления излучения на длине оптического пути, равном суммарной длине веток линзы,  $2N$  - количество сегментов,  $I$  - количество веток.

На рисунке 4-3 показана детально одна половина ветки линзы, представленной на рисунке 4-2. Хорошо видно, что ширина сегментов постепенно уменьшается, в частности, от 63 мкм у оптической оси до 2 мкм на краю профиля. Поэтому стремление увеличить апертуру рентгеновской линзы с киноформным

профилем наталкивается на проблему воспроизведения тонких сегментов, соблюдая одновременно и высокие требования к обработке боковой поверхности структур.

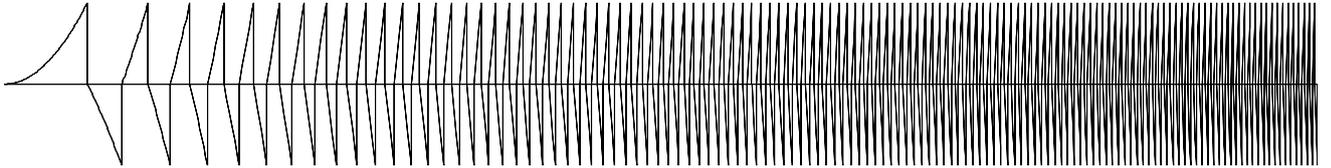


Рисунок 4-3. Схематическое изображение киноформного профиля одной половины ветки линзы, приведённой на рисунке 4-2, и состоящего из 250 сегментов.

Математически вершины сегментов сужаются до нуля и являются проблемными при воспроизведении для всех известных на сегодняшний день технологических подходов, каждый из которых характеризуется своим разрешением  $\Lambda$ . Поэтому в последующем расчёте вклад от сегмента, ширина основания которого меньше  $\Lambda$ , принят равным нулю (см. рисунок 4-4) в работе [135]. Используя определение киноформного профиля посредством уравнения (4.2), номер такого сегмента может быть определён посредством равенства:

$$N_{\varnothing} = M(R_F / \Lambda)^2 / 4 \quad (4.6)$$

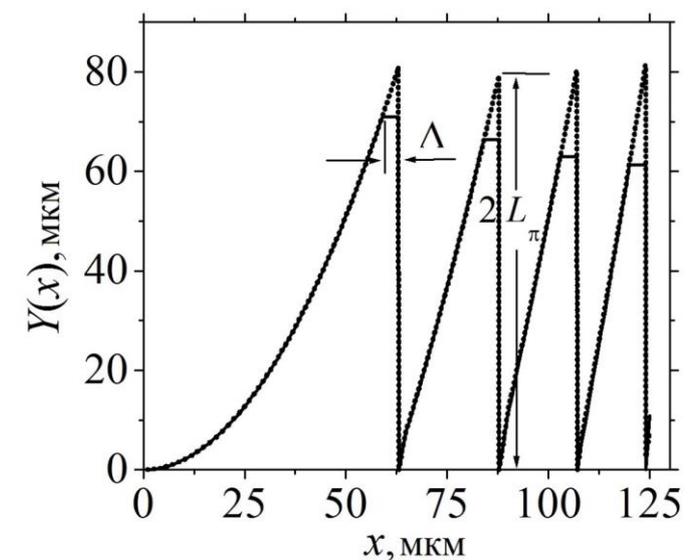


Рисунок 4-4. Функция киноформа с учётом величины технологического разрешения  $\Lambda$ .

Тогда вклад в фокус будет давать только часть апертуры, в которой этот сегмент является последним. Тогда величину актиничной части апертуры  $A_f$  можно определить как сумму проекционных длин  $N$  профилей на ось апертуры  $x$ :

$$A_f = R_F \sqrt{MN} - \Lambda N \quad (4.7)$$

С учётом определений (4.6) и (4.7) максимальная ширина апертуры киноформной линзы  $A_f$  обратно пропорциональна технологическому разрешению  $\Lambda$ . Такая зависимость проиллюстрирована на рисунке 4-5 для длины волны характеристической линии молибденового анода ( $0,71 \text{ \AA}$ ).

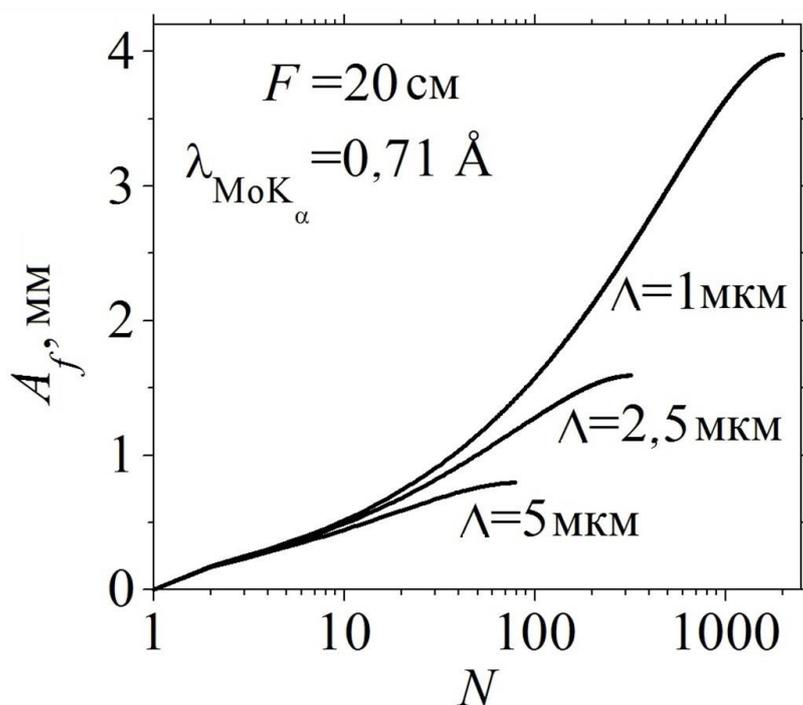


Рисунок 4-5. Расчётная величина геометрической апертуры киноформной линзы в зависимости от количества сегментов  $N$  и величины технологического разрешения  $\Lambda$ .

Таким образом, уменьшение величины  $\Lambda$  благодаря использованию точных методов переноса изображения, к которым относят глубокую рентгенолитографию, позволило бы увеличить размер апертуры, который напрямую влияет на рентгенооптические свойства линзы.

## 4.2. Исследование процесса формирования линз

### 4.2.1. Линзы из ПММА

На базе охарактеризованной выше топологии киноформа методом глубокой рентгенолитографии сформированы киноформные линзы в полимерной матрице полиметилметакрилата. На рисунке 4-6 представлен фрагмент такой линзы с минимальной для данной топологии шириной сегментов около 1 мкм при высоте сегментов около 200 мкм. Тем не менее, указывается, например, в работе [100], что стойкость этого материала к воздействию рентгеновского излучения относительно низка, что критично при использовании его для формирования рентгеновских линз. Ниже перечислены проблемы, которые ещё требуют своего решения при формировании структур с киноформным профилем.

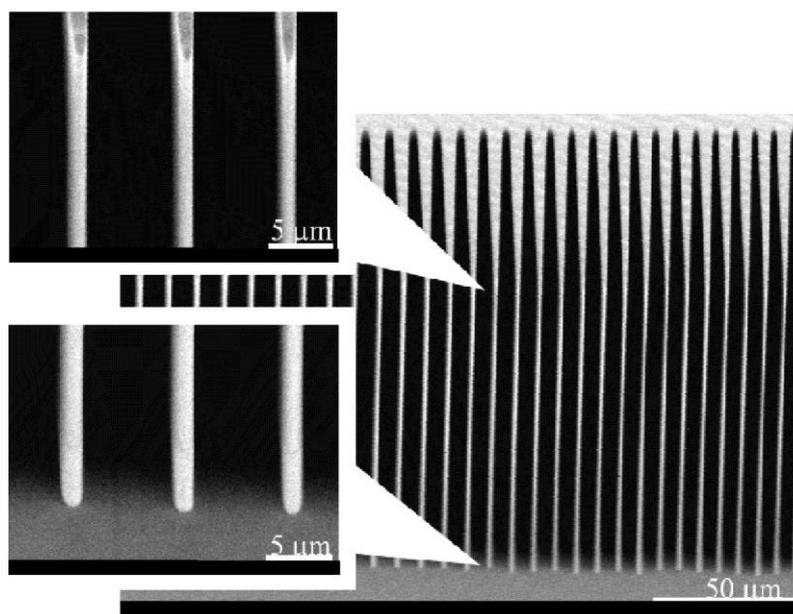


Рисунок 4-6. РЭМ-изображение фрагмента рентгеновской линзы с киноформным профилем в толщине слоя ПММА - 211 мкм. Величина клина боковых стенок 0,05мкм/211мкм. Шероховатость боковых стенок не более 7 нм (r.m.s.).

При поэтапной обработке, выполненной в ПММА топологии согласно рентгенолитографическому маршруту, размеры заданных ЭВМ исходных элементов постепенно меняются, а углы топологии скругляются. Причин этих изменений несколько: это рассеяние электронов в слое резиста и обратное рассеяние электронов из подложки, дифракция и рассеяние прямых

рентгеновских лучей при проекционной передаче размера, а также рентгенолюминесценция из мембраны маски. Причём, доза вторичного излучения существенно зависит от геометрии и размера облучённой области, а также её окружения, как указывалось в Главе 1. С другой стороны, материал ПММА характеризуется непрерывным зависимостью скорости растворения при низкой контрастности, что является критичным при использовании рентгеновских масок с низким контрастом. В-третьих, диффузия воды в приповерхностный слой способствует набуханию материала и увеличению размеров элементов топологии. В-четвёртых, при формировании тонких и высоких сегментов их механическая прочность недостаточна, чтобы противостоять капиллярным силам и сегменты слипаются на стадии промывки от растворителя. Поэтому параллельно с ПММА изучалась возможность перенесения топологии в другой тип рентгеночувствительного резиста, а именно SU-8.

#### 4.2.2. SU-8-линзы и их исследование

На базе охарактеризованной выше топологии по разработанной в Главе 1 методике методом глубокой рентгенолитографии сформированы линзы с киноформным профилем в полимере фоторезиста SU-8. Фрагмент полученной рентгеновской линзы показан на рисунке 4-7 и рисунке 4-8. Радиус закруглений заострённой части сегментов менее 0,1 мкм благодаря более высокому контрасту резиста по сравнению с ПММА и нулевой растворимости при дозах выше пороговой.

Рентгеновские линзы, сформированные в слое SU-8, имеют лучшую адгезию к поверхности кремниевой подложки, нежели ПММА. В то же время для SU-8 характерно наличие на верхней плоскости линз нерастворимой плёнки, вызванное облучением фотоэлектронами и рентгенофлуоресценцией из мембраны маски. Эта плёнка фиксирует относительное положение сегментов, являясь частью одной с ними полимерной сети, как описано в подразделе 1.2. Шероховатость боковой поверхности сегментов не превышает 5 нм.

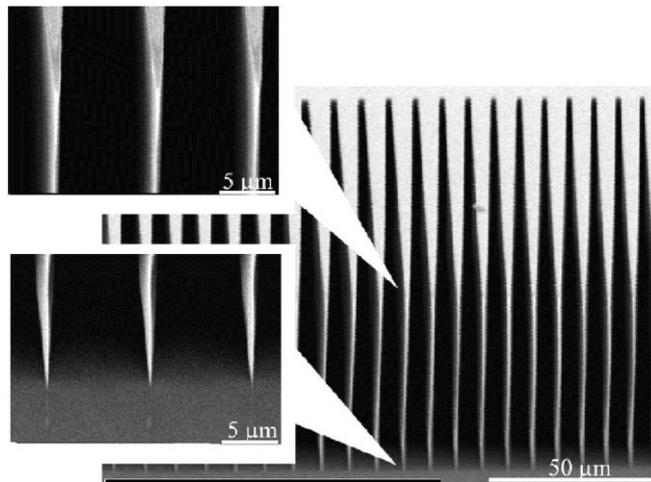
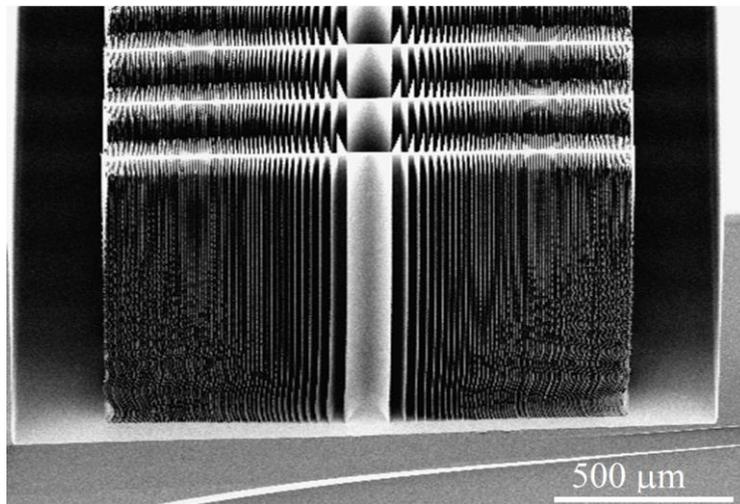
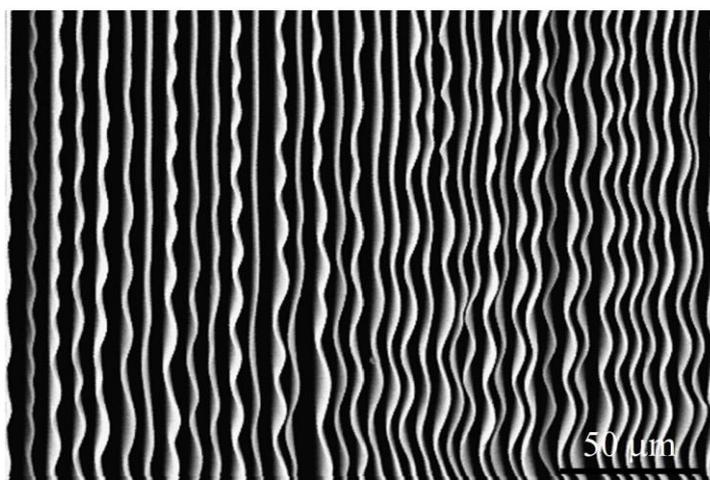


Рисунок 4-7. РЭМ- изображение фрагмента рентгеновской линзы с киноформным профилем в слое SU-8 толщиной 100 мкм.



а)



б)

Рисунок 4-8. РЭМ-изображение киноформной линзы в слое SU-8 толщиной 990 мкм: а) крайние ветки; б) вид на окончание сегментов на расстоянии около 600 мкм от оптической оси.

Исследования линз проводились на различных источниках излучения, в том числе на станции BM-05 (ESRF), приспособленной для тестирования элементов рентгеновской оптики, где расстояние от источника излучения до детектора составляет 55 метров. Большая оптическая скамья (см. рисунок 4-9) позволяет варьировать расстояние от линзы до детектора в широком диапазоне, что способствует возможности исследовать линзу при различной энергии фотонов.

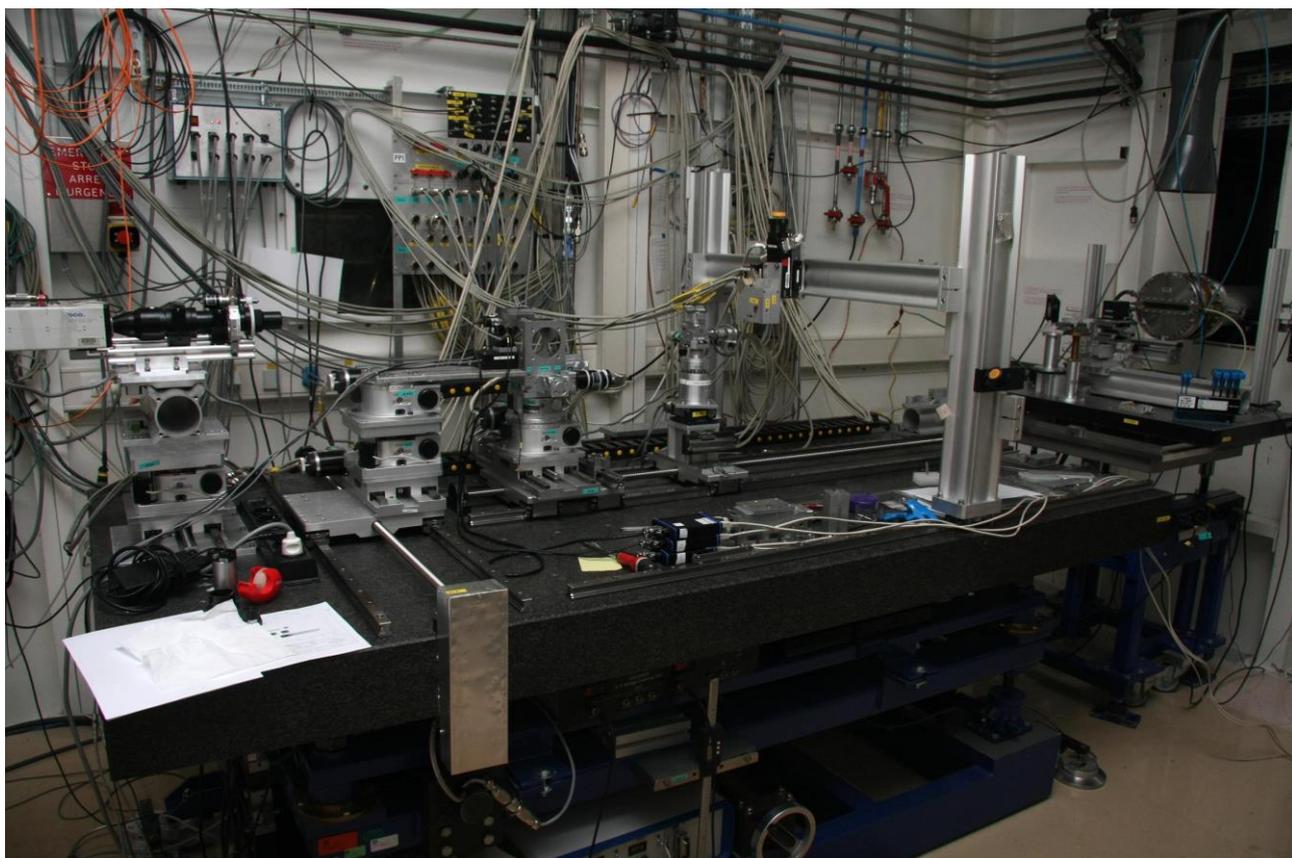


Рисунок 4-9. Оптическая скамья на станции BM-05, оснащённая моторизованными трансляторами в 3 плоскостях, перпендикулярных оси пучка СИ, для вариации положения линзы, объекта и детектора.

Линза, выполненная в слое SU-8 толщиной 990 мкм, содержит 140 преломляющих веток. Измеренное фокусное расстояние составило 199 мм и 316 мм при энергии 17,45 кэВ, а также при энергии 22 кэВ (см. рисунок 4-10). Для сравнения расчётное фокусное расстояние 201 мм и 318 мм, соответственно. При выигрыше в интенсивности, достигающем величины 20 размер фокуса составил около 2 мкм (см. рисунок 4-10а).

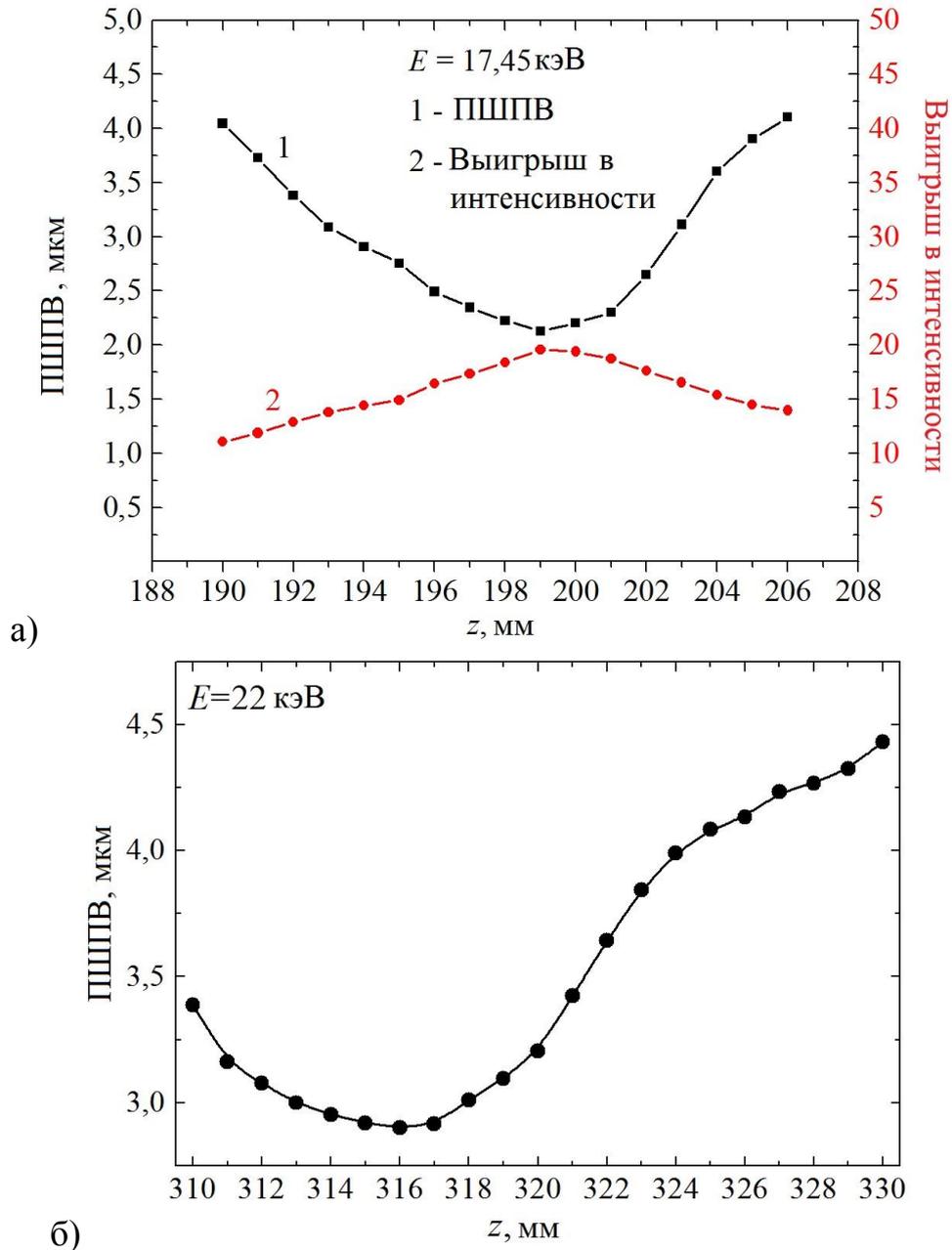


Рисунок 4-10. Измеренный выигрыш в интенсивности в фокусе киноформной линзы в зависимости от расстояния линза-детектор при энергии фотонов: а) 17,45 кэВ; б) 22 кэВ.

В то же время, пологий максимум интенсивности в фокусе при вариации энергии квантов, изображённый на рисунке 4-11, указывает на то, что часть энергии не достигает фокуса, вероятно, за счёт рассеяния. А в фокус попадает поток квантов лишь из центральной части линзы: проверка настоящей гипотезы потребовала дополнительного изучения.

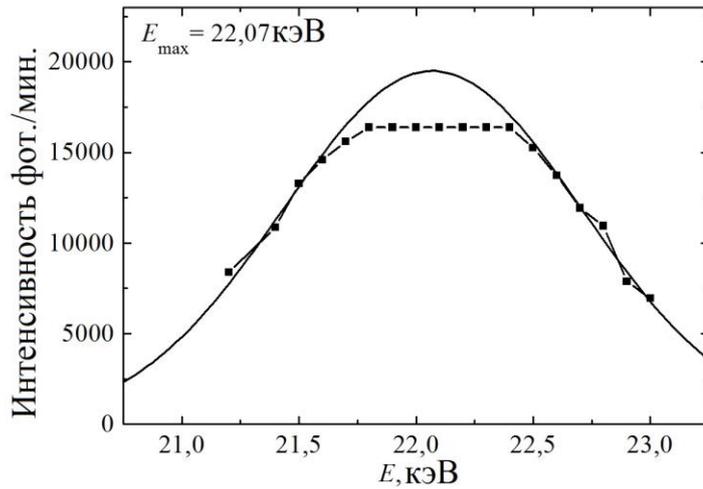


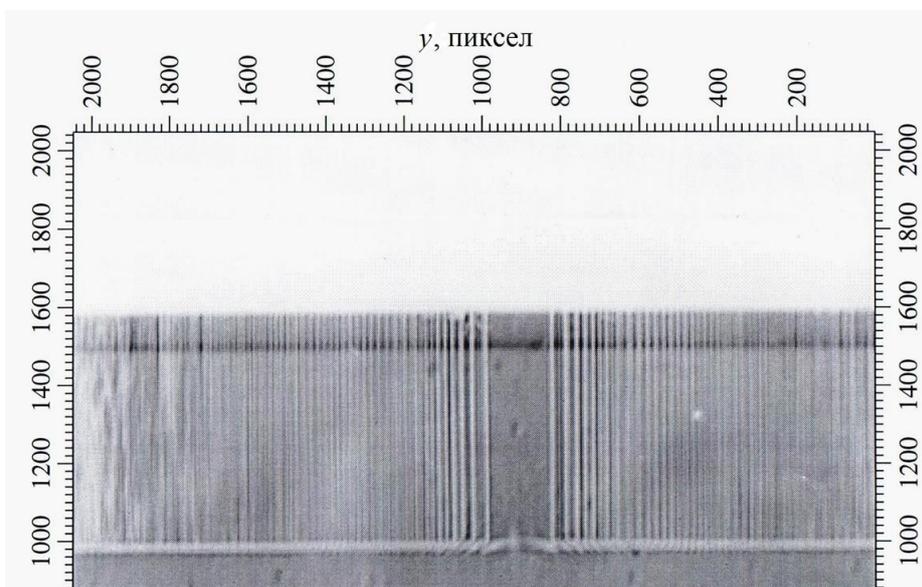
Рисунок 4-11. Измеренная интенсивность в фокусе на расстоянии 320 мм от киноформной линзы в зависимости от энергии фотонов (точки) и её интерполяционная кривая в отсутствии рассеяния.

Вклад отдельных участков апертуры линзы в интенсивность в фокусе изучался методом радиографии. Чтобы получить упрощенное представление о распространении рентгеновской волны и минимизировать ошибки, вызванные искривлением волнового фронта в линзе, количество веток было уменьшено до  $N = 5$ . При этом фокусное расстояние линзы составляло 5,6 м при энергии 20 кэВ. При этом пространственное разрешение рентгеновского детектора позволяет разрешить отдельные сегменты вплоть до последнего сегмента.

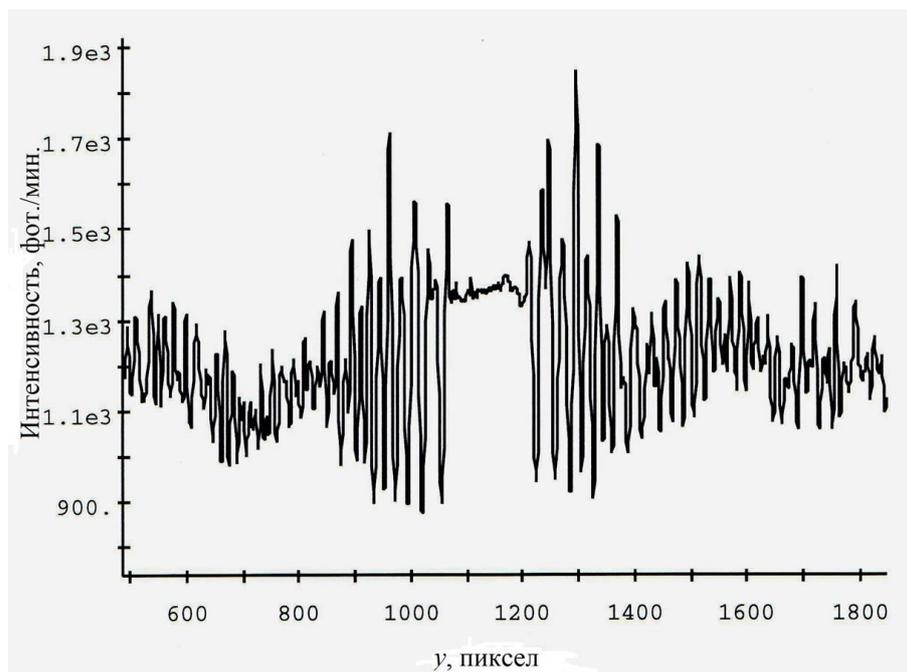
Как видно из рисунка 4-12а, нерегулярность структуры киноформного профиля наблюдается на расстоянии приблизительно 450 мкм от оптической оси. Интенсивность прошедшего излучения падает немонотонно, заметно уменьшаясь к одиннадцатому-пятнадцатому сегменту (см. рисунок 4-12б).

Для более детального представления о локальном пропускании излучения линзу перемещали в пучке СИ, диафрагмированном горизонтальной щелью шириной 150 мкм. Распределение освещённости на детекторе при различном положении щели относительно апертуры линзы показано на рисунке 4-13. Отчётливо видно, что за исключением центральной области, ограниченной координатами 600 мкм и 800 мкм, распределение освещённости не соответствует строго функции пропускания данного участка линзы. Причём, ширина

прошедшего сквозь линзу луча больше, чем ширина первичного луча вследствие рассеяния излучения на элементах тонкой структуры киноформного профиля.

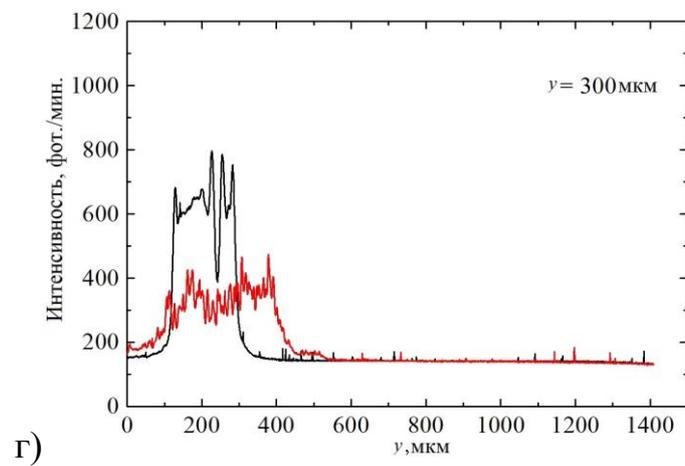
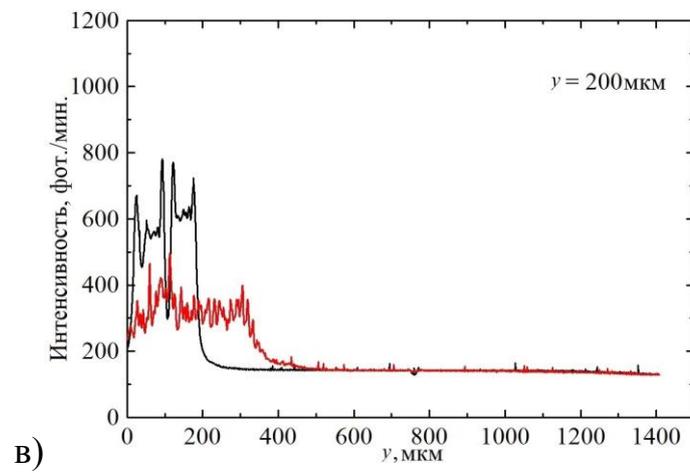
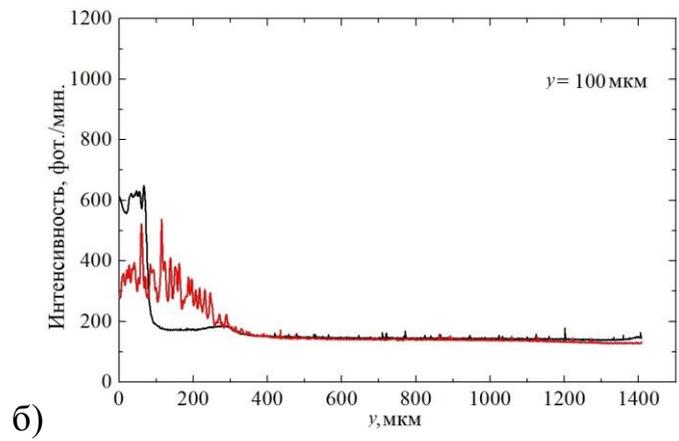
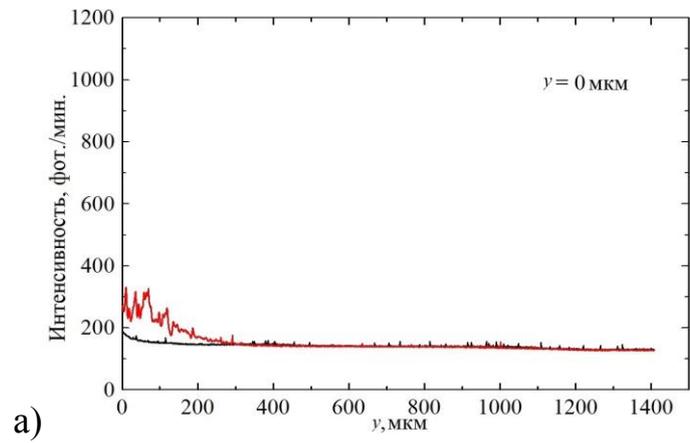


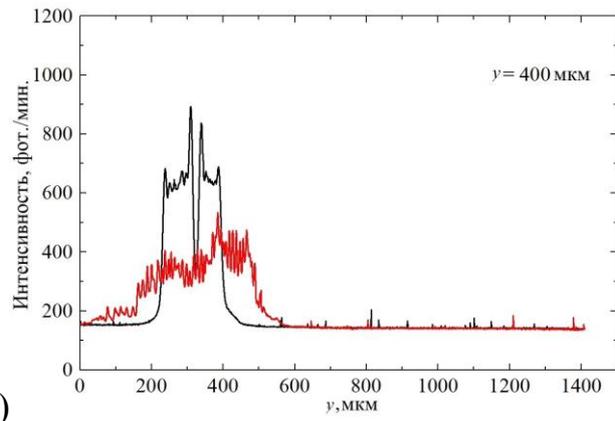
а)



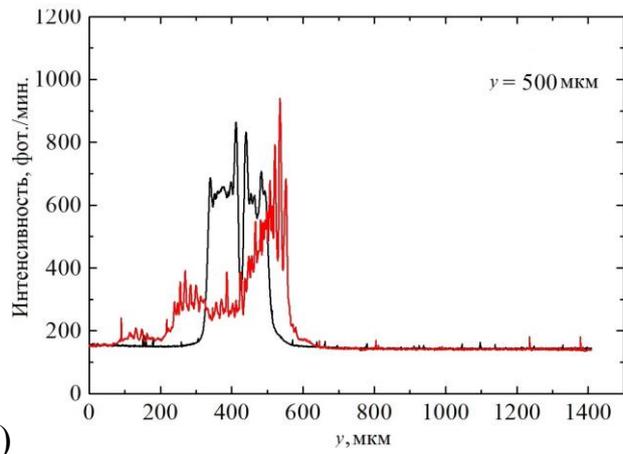
б)

Рисунок 4-12. Изображение киноформной линзы, составленной из пяти веток, в радиографической моде при энергии квантов 20 кэВ на расстоянии 1200 мм от детектора. Станция BM-05 (ESRF). 1 пиксел = 0,85 мкм. Длительность экспозиции 1 минута. Параметры киноформного профиля указаны в тексте.

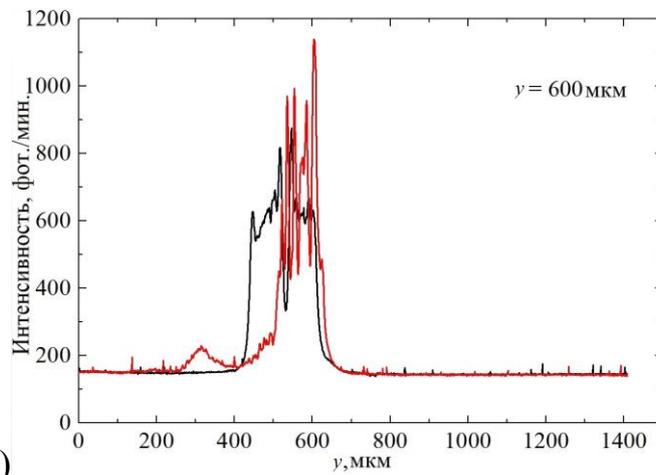




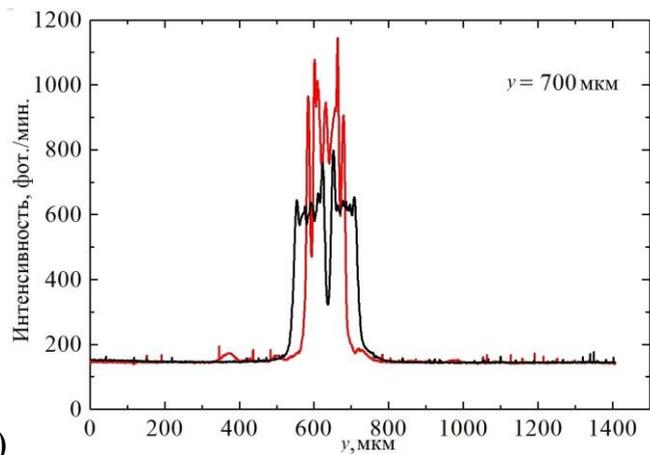
Д)



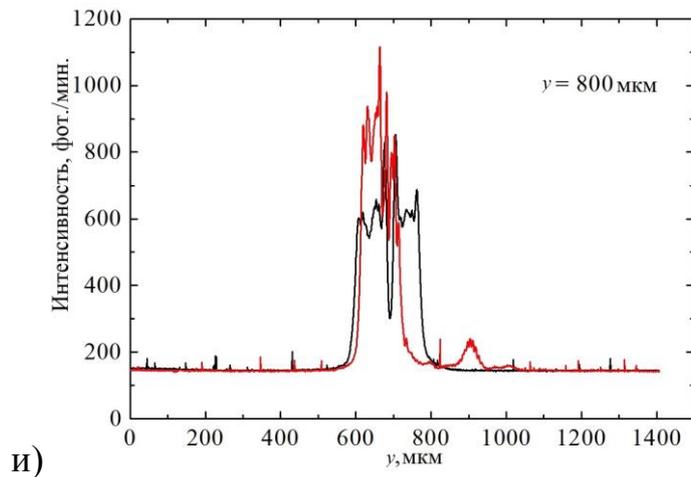
е)



ж)



з)



и)

Рисунок 4-13. Измеренное распределение интенсивности за киноформной линзой, состоящей из четырёх веток, в зависимости от положения щели шириной 150 мкм: а) 0 мкм; б) 100 мкм; в) 200 мкм; г) 300 мкм; д) 400 мкм; е) 500 мкм; ж) 600 мкм; з) 700 мкм; и) 800 мкм. Чёрная линия – распределение освещённости в падающем пучке СИ, красная линия – распределение освещённости в прошедшем пучке СИ.

Возможными причинами рассеяния излучения являются отклонение в процессе изготовления размера и формы сегментов от заданной: особенно это важно при выполнении острого угла при вершине сегмента, как показано на рисунке 4-8, а также отклонение сегментов от заданного положения.

Как видно из рисунка 4-13, пучок СИ в диапазоне между 550 мкм и 950 мкм концентрируется линзой, что соответствует приблизительно  $n = \pm 20$ , ширине основания сегмента около 7 мкм и длине сегмента около 80 мкм. Действительно, сегменты в пределах апертуры  $\pm 200$  мкм, как следует из изображения на рисунке 4-8а, демонстрируют незначительное отклонение от вертикального положения.

### 4.2.3. Никелевые линзы

На базе охарактеризованной выше топологии по разработанной методике методом глубокой рентгенолитографии формировались рентгеновские линзы с киноформным профилем в слое металлического никеля. Поскольку никель при гальваническом осаждении повторяет форму полимерной матрицы, то размеры

сегментов воспроизведены с точностью не хуже 0,1 мкм при шероховатости боковой стенки около 5 нм (см. рисунок 4-14).

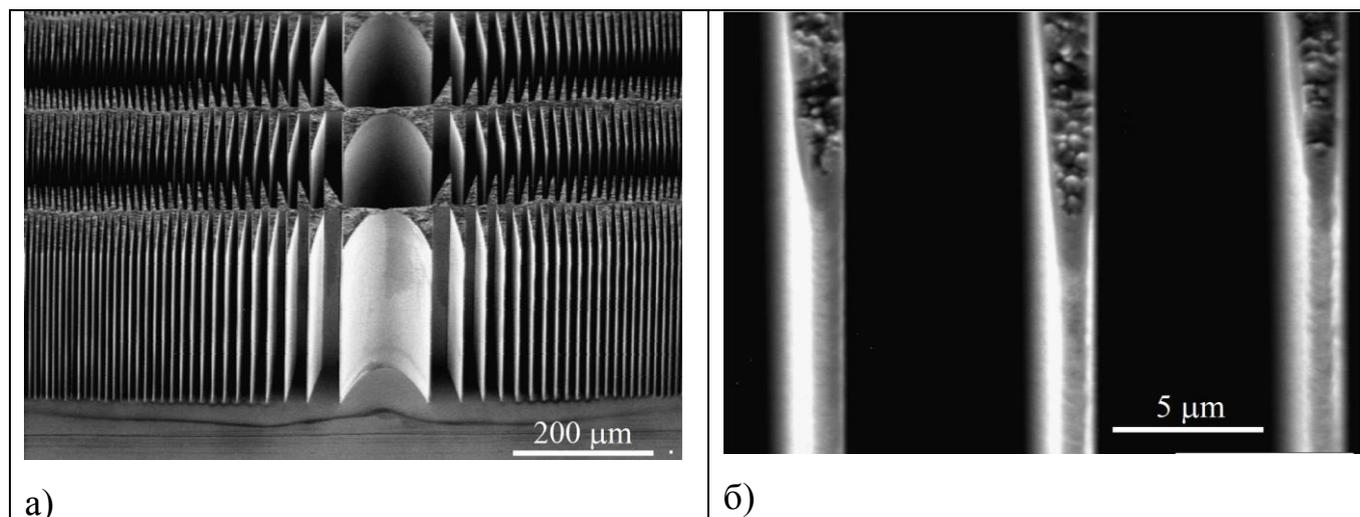


Рисунок 4-14. РЭМ-изображение линзы с киноформным профилем в слое никеля толщиной 320 мкм: а) три крайних ветки; б) концы трёх соседних сегментов. Угол зрения 45°.

Оптические свойства сформированной никелевой линзы с киноформным профилем были изучены при энергии фотонов 212 кэВ на станции ID-15A(ESRF), как получено с соавторами в работе [136]. Выбор энергии фотонов базируется на условиях соблюдения требуемого набега фазы и обеспечения максимального пропускания рентгеновских лучей в элементах линзы.

Линзу ориентировали вертикально в пучке СИ, как показано на рисунке 4-15, поскольку вертикальный размер источника излучения (23 мкм) при удалении от линзы на расстояние 62 м обеспечивает проекционный размер в фокусной плоскости  $0,37 \times 10^{-6} F$  мкм (здесь  $F$  – фокусное расстояние). В качестве детектора использовалась CCD-камера с эффективным размером пиксела 0,75 мкм.

С целью определения фокусного расстояния измеряли интенсивность потока фотонов в фокусе и размер фокуса в зависимости от расстояния от линзы до детектора. Принимая измеренное расстояние  $4600 \pm 100$  мм за оптимальное, как следует из рисунка 4-16, фокусное расстояние, с учётом расходимости луча СИ составляет  $4282 \pm 93$  мм при ожидаемом значении 4507 мм. Отклонение измеренной фокусной длины от ожидаемой можно объяснить уходом топологических размеров, особенно на этапе формирования матрицы в ПММА

перед последующим гальваническим осаждением никеля: при проявлении глубоких структур их латеральный размер увеличился на  $\sim 2,25$  мкм по причине



Рисунок 4-15. Ориентированная вертикально никелевая линза с киноформным профилем, смонтированная на моторизованном столике на станции ID-15A(ESRF).

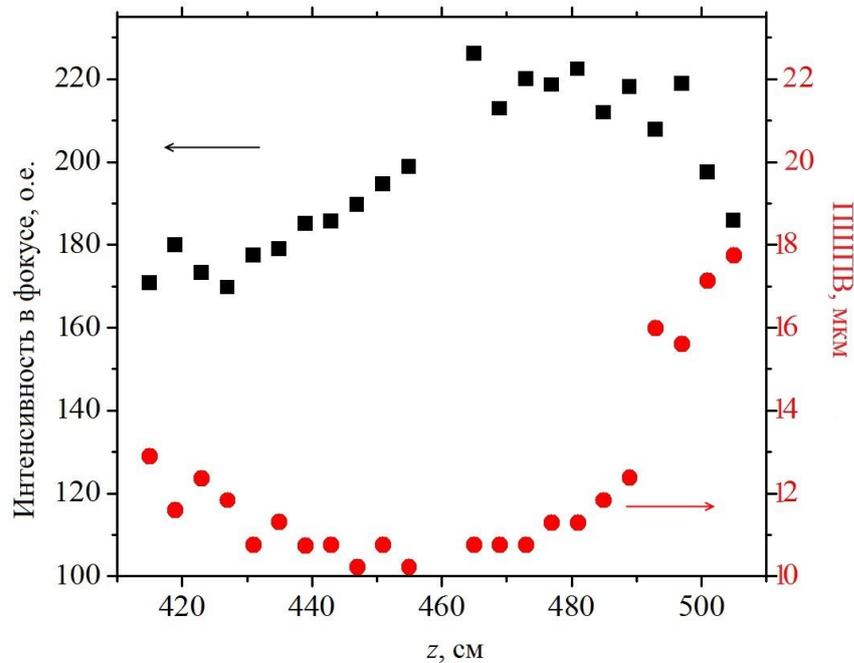


Рисунок 4-16. Измеренный размер фокуса (ПШПВ) и интенсивность в фокусе в зависимости от расстояния от линзы до детектора при энергии фотонов 212 кэВ.

рассеяния рентгеновского излучения в слое ПММА, как показано в исследовании [134]. Это ведёт к соответственному уменьшению радиуса кривизны преломляющего профиля. Принимая во внимание фактический радиус кривизны киноформа (ок. 46,75 мкм) реальное фокусное расстояние можно ожидать  $4300 \pm 95$  мм, что хорошо совпадает с измеренным.

Вследствие высокой энергии квантов ожидалось, что область рассеяния энергии в чувствительном слое детектора будет сравнимой с шириной фокуса. Поэтому для получения более точного результата размер фокуса был измерен посредством высокоразрешающей рентгеновской плёнки Kodak SO 343, почернение чувствительного эмульсионного слоя на которой идентифицировалось как фокус (см. рисунок 4-17).

Ширина на половине высоты интенсивности почернения составила  $10 \pm 1$  мкм (кривая 1 на рисунке 4-17). Результаты измерений были преобразованы в распределение дозы на основе логарифмической зависимости интенсивности почернения плёнки от дозы, приведённой на сайте компании Кодак [137]. Ширина распределения дозы в слое эмульсии составила величину  $6 \pm 0,6$  мкм (кривая 2 на рисунке 4-17). Истинный размер фокусного пятна рассчитан на основании распределения дозы, используя модель многократного рассеянии фотоэлектронов под различными углами, опубликованную в работе [138]. Углы рассеяния вторичных электронов определяли согласно результатам работы [139]. С учётом толщины эмульсионного слоя (6 мкм) и майларовой основы (200 мкм) собственное пространственное разрешение рентгеновской плёнки составило 5,1 мкм. В то же время, проекционный размер источника СИ на детекторе составляет 1,7 мкм, а дифракционный предел линзы - 0,05 мкм. Таким образом, собственное разрешение плёнки даёт наибольший вклад в размер фокуса, расчётная величина которого таким образом составляет  $5,4 \pm 0,5$  мкм (кривая 3 на рисунке 4-17) при длине фокусной линии 320 мкм. Следует заметить, что распределение интенсивности вдоль фокусной линии равномерное.

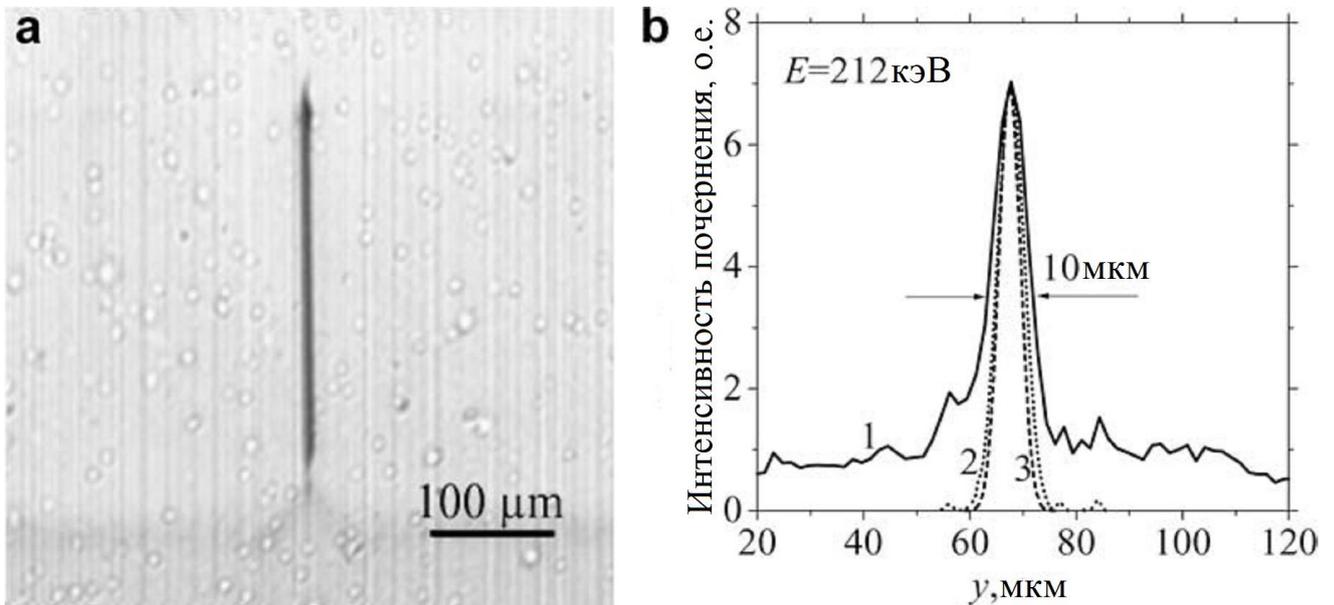


Рисунок 4-17. Микрофотография линейного фокуса при энергии квантов 212 кэВ (а) и распределение (б): 1 – измеренного почернения рентгеновской плёнки (ПШПВ= $10 \pm 1$  мкм); 2 – дозы поглощённого излучения, рассчитанное из кривой (1) с учётом контрастной кривой плёнки, (ПШПВ= $6$  мкм); 3 – дозы поглощённого излучения, рассчитанное без учёта диссипации энергии (ПШПВ= $5,4 \pm 0,5$  мкм), принимая во внимание размер источника и дифракционный предел линзы, как сообщалось в работе [140].

Измеренная интенсивность почернения эмульсии составила величину  $7 \pm 1$ , что, принимая во внимание логарифмическую зависимость степени почернения плёнки от дозы, позволяет оценить выигрыш в интенсивности в фокусе линзы, достигающий величины  $20 \pm 3$  при ожидаемом значении 33 для фокуса шириной 5,4 мкм.

Следует отметить, что нефокусированное, но рассеянное линзой излучение вызвало потемнение рентгеновской плёнки на расстоянии около 300 мкм от оптической оси, контрастирующее с областью в пределах 300 мкм вокруг оптической оси, где уровень рассеяния невелик. Поэтому можно полагать, что центральная область линзы фокусирует излучение с близкой к ожидаемой эффективностью.

### 4.3. Выводы к главе 4

На модельных объектах изучено увеличение акцептанса преломляющей линзы путём удаления пассивного материала и объединения преломляющих участков в т.н. киноформный профиль и расширения геометрической апертуры за счёт добавления всё более узких периферийных зон. В Главе 4 дан анализ влияния точности изготовления киноформного профиля на величину эффективной апертуры. В частности, ожидается уменьшение функциональной апертуры в четыре раза при ухудшении точности передачи размеров от 1 до 5 мкм.

Измеренное фокусное расстояние для полимерных линз из резиста SU-8 хорошо согласуется с расчётным. Измеренный размер фокуса изготовленных рентгеновских полимерных линз ограничивается диапазоном 2-3 мкм вследствие недостаточной точности при воспроизведении преломляющих элементов профиля. Выигрыш в интенсивности составил величину в диапазоне от 20 до 30, что не превышает 70% от ожидаемой величины.

Измерения в радиографической моде пропускания линз позволили определить, что геометрический размер функциональной апертуры не превышает 400 мкм, по сравнению с топологической апертурой 2000 мкм. С помощью оригинального метода диагностирования тонким пучком было установлено, что в линзе происходит рассеяние излучения и перекачка энергии из облучаемых зон в соседние зоны со всё более возрастающей эффективностью при уменьшении размера зон, начиная с зоны, ширина которой около 7 мкм. Этот эффект не позволил уменьшить размер фокуса и увеличить эффективную апертуру до теоретических значений.

С помощью никелевой преломляющей киноформной линзы был впервые в мире сфокусирован луч с энергией более 200 (212) кэВ в фокус около 5 мкм, размер которого в большей степени определяется пространственным разрешением детектора. В линзе из никеля также установлена часть функционально способной апертуры, (около 600 мкм), вследствие чего выигрыш в интенсивности в фокусе линзы составил величину ~20.

## Глава 5. МОЗАИЧНАЯ ЛИНЗА

### 5.1. Одномерная модель

В рамках минимизации поглощения излучения в линзе, с целью одновременно увеличить её эффективную и числовую апертуру, в Главе 4 была рассмотрена преломляющая линза с рассредоточением преломляющих элементов по правилу Френеля, где непрерывная функция преломляющего параболического профиля преобразована в кусочно-непрерывную после удаления пассивного материала, т.н. киноформная линза, свойства которой описаны в работах [26,134,141]. Однако, непрерывность волнового фронта приводит к сглаживанию функции пропегатора на участках разрыва, в то же время концевые участки сегментов рассеивают излучение, в результате эффективная и числовая апертура линзы меньше, чем предсказывает модель геометрической оптики, и ограничивается возможность уменьшения фокуса, как отмечено в работе [29]. Поэтому рекомендовано в известный киноформный профиль добавить корректирующие волновой фронт элементы [29]. Однако, искажение волнового фронта значительно меньше в случае зон большего размера, чем этого требует принцип действия киноформного профиля. Во-вторых, угол преломления зависит от кривизны профиля, трудно воспроизводимого на практике с необходимой точностью для сегментов с большим номером. В-третьих, иглоподобный киноформный профиль механически нестабилен и искривление тонких концов сегментов вызывает рассеяние рентгеновских лучей, как указывалось в работе [142]. С другой стороны, призмоподобные микроструктуры предложенного с соавторами в настоящей Главе мозаичного дизайна также могут быть упорядочены с высокой степенью симметрии, в соответствии с законом распространения излучения в линзе [143].

Как уже отмечалось в Главе 1, для каждого материала, из которого изготавливаются линзы, разработан свой специфический метод и технология формирования, удовлетворяющие требованию минимизации поглощения и

точности передачи преломляющего профиля. Однако точность изготовления в большинстве случаев не соответствует требованиям рентгеновской оптики. Недостатки технологии в виде остатков материала [144] и неточности воспроизведения профиля приводят к тому, что изготовленные линзы не показывают ожидаемого большого выигрыша в интенсивности, см., например, [145], однако дизайн преломляющих микроструктур, предложенный в настоящей главе, может быть воспроизведён без вышеуказанных недостатков.

### **5.1.1. Тонкая линза**

#### **5.1.1.1. Теоретическое построение**

В работе [89] было показано, что пространственное разрешение, обеспечиваемое линзой, обратно пропорционально её числовой апертуре. В случае рентгеновской преломляющей линзы её числовая апертура ограничена не только малым декрементом показателя преломления, но и высокими значениями коэффициента поглощения излучения в материале. В целях уменьшения влияния поглощения, оптически пассивный материал может быть удален по определённому правилу, сохранив лишь преломляющую поверхность с поддерживающим её тонким слоем материала. Это правило может быть использовано при разработке большеапертурных 1D и 2D линз.

##### **5.1.1.1.1. Геометрическая модель 1D мозаичной линзы**

Принцип разработанной рентгеновской мозаичной линзы, предложенной в работе [102] с фокусом в форме линии, базируется на преломлении излучения микроструктурами в форме отдельно стоящих призм с треугольным поперечным сечением (рисунок 5-1), т.е. прямыми треугольными призмами. Микроструктуры распределены в порядке, напоминающем волновую структуру и в то же время мозаику, с обязательным зазором между соседними структурами. Функционально, функция пропагатора такой линзы состоит из двух компонент,

обеспечивающих доставку рентгеновского луча в фокус: в каждом ряду структуры упорядочены, а ряды (или мысленное их продолжение) с постепенным уменьшением размеров сходятся в общем фокусе. Физически, структуры каждого ряда концентрируют рентгеновский луч посредством оптимизированного параболического преломляющего профиля. При этом сферические aberrации минимизированы.

Поскольку поперечный размер рентгеновского луча существенно меньше, чем фокусное расстояние вследствие очень маленького значения декремента показателя преломления, в рассмотрении использовано параксиальное приближение при описании рентгеновского пропегатора. Активный профиль преломляющих элементов и положение каждого ряда в линзе задаются законом преломления Снеллиуса.

Основная идея мозаичной линзы может быть продемонстрирована посредством эволюции преломляющего элемента от классической до мозаичной линзы, как показано на рисунке 5-1. Высота  $h$  треугольников может быть рассмотрена как элементарная апертура каждого ряда после удаления пассивного материала.

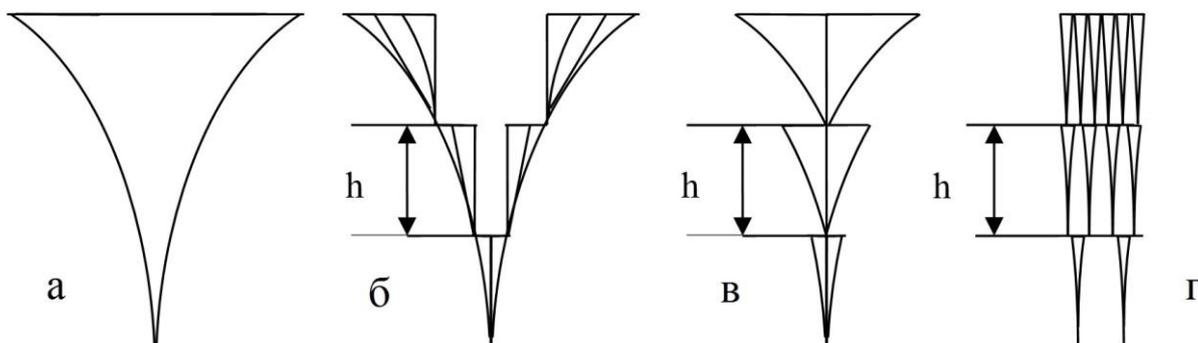


Рисунок 5-1. Эволюция преломляющего элемента непрерывной параболической линзы, имеющая результатом отдельные преломляющие элементы с уменьшенным количеством пассивного материала.

По сравнению с моделью многослойной Лауэ-линзы, структура которой задана в одной плоскости и медленно меняется в толщину линзы (см. например

[146]), в данном случае преломляющие элементы присутствуют во многих оптических плоскостях, параллельных друг другу, перпендикулярных оптической оси линзы и сохраняющих симметрию относительно оптической оси. В каждой плоскости сосредоточено определённое (неодинаковое) количество преломляющих элементов, изменяющих состояние электрического поля рентгеновской волны.

По аналогии с моделью Такаги-Топина [147], известной из кристаллографии, и базируясь на схожести дифракции рентгеновских лучей между сетью мозаичной линзы и монокристаллом, скалярное уравнение, описывающее изменение электрического поля  $\mathbf{E}(\mathbf{r})$  монохроматической волны в линзе имеет следующий вид:

$$\Delta \mathbf{E}(\mathbf{r}) + k^2 [1 + \chi(\mathbf{r})] \mathbf{E}(\mathbf{r}) = 0 \quad (5.1)$$

здесь  $k$ -волновой вектор;  $k = 2\pi/\lambda$ ;  $\chi(r)$  – функция электрической восприимчивости преломляющей линзы. Определяя электрическую восприимчивость каждого преломляющего элемента как  $\chi^0$ , зависящую от свойств преломляющей среды, функция  $\chi(r)$  может быть представлена рядом Фурье в предположении, что размер преломляющих элементов и их расположение в линзе подчиняются адиабатическому сужению линзы поперёк её оптической оси в направлении распространения волны рентгеновского излучения, как предложено в [148].

Аналитическое решение уравнения (5.1) для такого вида функции восприимчивости  $\chi(r)$  представляется довольно сложным без привлечения приближения на базе малости, например, декремента показателя преломления. Численное же решение без потери точности ожидается слишком продолжительным вследствие большого числа преобразующих электрическую волну плоскостей (преобразований Фурье) в связи с тем, что апертура данной линзы ожидается большой по сравнению с размером элемента интегрирования, размер которого должен быть в несколько раз меньше фокуса линзы.

### 5.1.1.1.2. Полуadiaбатическое приближение

Во-первых, вследствие малого значения декремента показателя преломления  $\delta$  в модели принято, что функция пропагатора меняется медленно вдоль оптической оси линзы  $z$ . Высота треугольника  $h$  в сечении призм изменяется, как показано на рисунке 5-2, причём это изменение много меньше, чем  $h$ . Тем не менее, в вычислениях  $h$  будет считаться постоянной величиной, равной при входе в линзу  $h(0)$  вдоль всей оптической оси линзы, как это имеет место в приближении тонкой линзы [20]. Тогда каждая микроструктура (см. рисунок 5-1г) может быть рассмотрена в виде, представленном на рисунке 5-3 и позиционирована в линзе так, как это показано на рисунке 5-4.

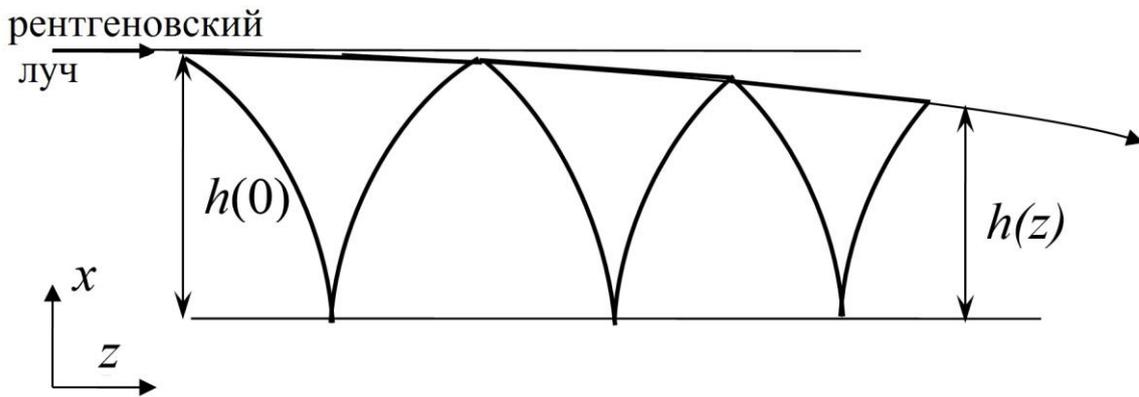


Рисунок 5-2. Ход луча поперек преломляющих элементов, уменьшающихся в размерах вдоль оптической оси линзы.

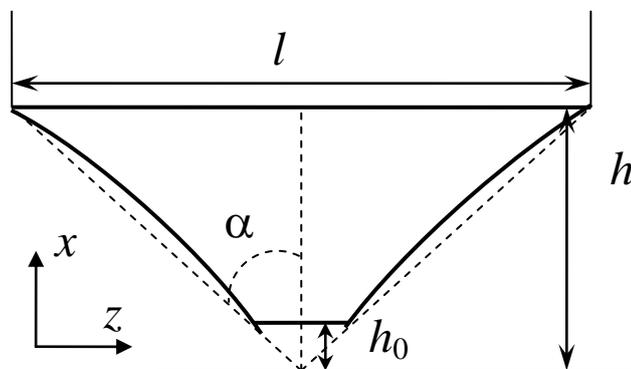


Рисунок 5-3. Сечение преломляющего элемента мозаичной линзы.

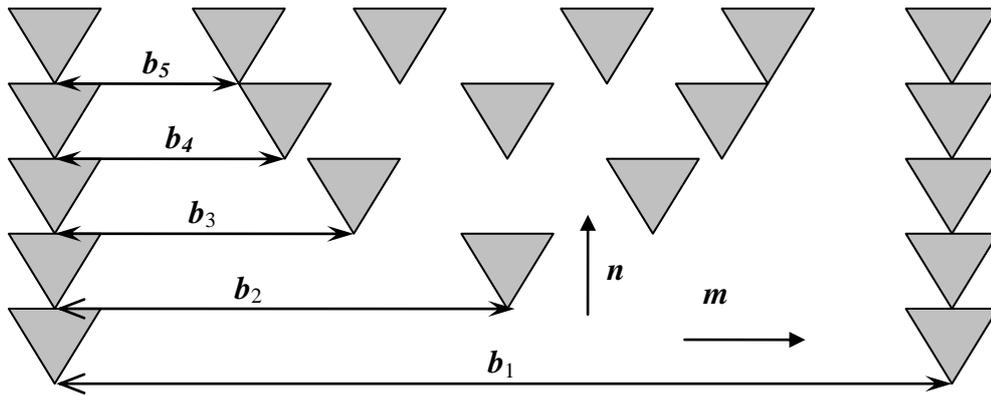


Рисунок 5-4. Фрагмент линзы, демонстрирующий мозаичную расстановку преломляющих элементов, причём  $n$ -й ряд содержит  $n \times m$  элементов. Адиабатическое сужение апертуры не показано.

Для когерентной и слабо дифрагирующей волны ( $\sqrt{\lambda F} \ll h$  и отсутствии отражённой от боковых стенок волны) размер фокуса на фокусном расстоянии  $F$

$$F = h/2\delta m \tan \alpha \quad (5.2)$$

за линзой может быть рассчитан, принимая во внимание величину декремента задержки фазы в материале преломляющего элемента, пропорциональную декременту показателя преломления  $\delta$  и удалённость от оптической оси  $x + nh$ .

Для  $n$ -го ряда элементов декремент фазы имеет вид:

$$-\frac{4\pi i}{\lambda} (x + nh) nm \delta \tan \alpha - \frac{4\pi i}{\lambda} \frac{\delta nm (x - h)^2}{2R} + \frac{2\pi i}{\lambda} \frac{(x - y)^2}{2F} \quad (5.3),$$

где  $n$  - номер ряда,  $m$  - количество элементов в первом ряду,  $\lambda$  - длина волны,  $\beta$  - коэффициент поглощения,  $y$  - расстояние от оптической оси в фокусной плоскости.

Первое слагаемое в (5.3) описывает свободный промежуток между элементами. Второе - набег фазы на  $m \times n$  преломляющих элементах. Оно представляет собой коррекцию фазы, которая возникает на вогнутой поверхности треугольного в сечении элемента. Третье - набег фазы в свободном пространстве между линзой и фокусной плоскостью. Радиус кривизны  $R$  в (5.3) может быть определён посредством равенства  $F = R/2nm\delta$ .

Набег фазы в  $n$ -м ряду должен составлять целое число длин волн, а именно  $\frac{n^2 h^2}{2F} \frac{2\pi i}{\lambda} + \varphi_n = 2\pi i j$ , где  $j$  - целое,  $i = \sqrt{-1}$  и  $\varphi_n$  - компенсация набег фазы в  $n$ -м ряду за счёт фазосдвигающей пластинки, толщина которой  $t_n \leq \frac{\lambda}{\delta}$  много меньше, чем толщина материала, который был удалён, как показано на рисунке 5-1б. Результирующая задержка по фазе в (5.3) равна  $\frac{2\pi i x y}{F\lambda}$  - после отбрасывания чётного члена, содержащего множитель  $y^2$ .

Величина напряжённости электрического поля в фокусе может быть представлена суперпозицией электрических полей от каждого из  $N$  рядов линзы, сумма которых представляет мультипропагатор. Линейная компонента треугольного профиля при этом даёт вклад в мультипропагатор в пределах всей апертуры линзы, причём вклад квадратичного члена профиля одинаков во всех рядах. Для большого количества рядов разницей во вкладе в поглощение квадратичного и линейного членов можно пренебречь по сравнению с поглощением, определяемым линейным членом. Это допущение позволяет оставить только линейную компоненту в показателе степени экспоненты, т.е.:

$$E(y) = \sum_n \int_h E_0 e^{-\frac{2\pi i x y}{F\lambda} - \mu m x \tan \alpha} dx \quad (5.4)$$

В скалярном приближении интегрирование величины напряжённости в пределах высоты треугольников  $h$  каждого ряда, опуская постоянный множитель, даёт для распределения напряжённости электрического поля в фокусе:

$$E(y) = \sum_{n=1}^N e^{-knhy/F} \times \left\langle e^{ks\delta/\sin \alpha} \right\rangle^{mn} \times \frac{e^{-kh_0y/F - mh_0n\mu \tan \alpha} - e^{-khy/F - mhn\mu \tan \alpha}}{-ky/F - mn\mu \tan \alpha} \quad (5.5)$$

с учётом ослабления излучения, прошедшего сквозь  $m \times n$  границ раздела с некоррелированной шероховатостью, описываемой  $s$ -параметром, характеризующим плотность вероятности, распределённую по закону Гаусса [89]; а  $k = 2\pi/\lambda$  - волновое число.

Суммируя по  $n$  рядам и принимая во внимание преобразование для конечной суммы (см. [149])  $\sum_{n=1}^N \frac{x^n}{n} = -\ln(1-x) - x^{N+1} \int_0^1 t^N (1-x+xt)^{-N-1} dt$ , равенство (5.5) может

быть переписано в виде:

$$E(y) = \left[ -\ln \left( \frac{h_0 m \tan \alpha + khy/F}{hm \tan \alpha + khy/F} \right) - E_1(N, y) + E_2(N, y) \right] / m\mu \tan \alpha \quad (5.6)$$

где

$$E_1(N, y) = e^{-h_0 m \mu (N+1) \tan \alpha - khy(N+1)/F} \int_0^1 \frac{t^N dt}{h_0 m \mu \tan \alpha + khy/F + (1 - h_0 m \mu \tan \alpha - khy/F)t} \text{ и}$$

$$E_2(N, y) = e^{-hm \mu (N+1) \tan \alpha - khy(N+1)/F} \int_0^1 \frac{t^N dt}{hm \mu \tan \alpha + khy/F + (1 - hm \mu \tan \alpha - khy/F)t}$$

Первый член в (5.6) описывает распределение напряжённости электрического поля в точке фокуса для случая, когда количество рядов  $N \rightarrow \infty$ .

Тогда размер фокусного пятна, определяемый как дисперсия распределения напряжённости электрического поля  $E(y)E^*(y)$  в плоскости фокуса, можно найти с помощью определения [104], как:

$$\Delta = \frac{\int_0^{y_1} E(y)E^*(y)y^2 dy}{\int_0^{y_1} E(y)E^*(y)dy} \quad (5.7),$$

где  $y_1$  – координата первого минимума функции  $E(y)$ . Учитывая, что  $N$  ограничено на практике, ширина распределения (5.7) может быть приближённо выражена как:

$$\Delta \approx \frac{0,53F\lambda}{\pi Nh} \left\{ 1 + 0,1Nm \sqrt{\left[ h\mu \tan \alpha + \left( \frac{2\pi\delta\sigma}{\lambda \tan \alpha} \right)^2 \right] \cdot \left[ h_0\mu \tan \alpha + \left( \frac{2\pi\delta\sigma}{\lambda \tan \alpha} \right)^2 \right]} \right\} \quad (5.8),$$

где  $\sigma$  дисперсия высот шероховатостей боковой поверхности микроструктур, а  $\mu$  линейный коэффициент ослабления материала линзы ( $\mu = 4\pi\beta/\lambda$ ).

Первый член в (5.8) – размер фокуса Рэлея в условиях дифракции в отсутствии поглощения [86], что совпадает с размером фокуса, определяемым в

оптике видимого света без учёта шероховатости преломляющей поверхности. Второй член в (5.8), содержащий геометрию структур, поглощение материала и шероховатость боковой стенки, относительно мал для выбранной технологии и диапазона энергий квантов, однако ширина распределения  $\Delta$  возрастает квадратично с увеличением шероховатости  $\sigma$  при условии что

$$\left(\frac{2\pi\delta\sigma}{\lambda \tan \alpha}\right)^2 \ll h\mu \tan \alpha.$$

В полуadiaбатическом приближении апертура уменьшается в направлении выхода из линзы вследствие уменьшения параметра  $h$ . А именно, размер апертуры на входе в линзу  $Nh$  уменьшается до размера  $(N - \Delta N)h$  на выходе из линзы. Тем не менее, можно записать, что  $(N - \Delta N)h \approx Nh$  если  $N \gg \Delta N$  и  $b_N \equiv 0$ , когда последний ряд имеет номер  $N$ . Это даёт:

$$Nm = \frac{\sqrt{\Delta N}}{\tan \alpha \sqrt{2\delta}} \quad (5.9)$$

Подставив  $N$  и  $m$  из (5.2) и (5.9) соответственно в (5.8) может быть рассчитана ширина на полувысоте  $\Delta_{1/2}$  распределения интенсивности в фокусе:

$$\Delta_{1/2} \approx \frac{0,4\lambda}{\sqrt{2\Delta N\delta}} \left\{ 1 + \frac{0,1}{\tan \alpha} \sqrt{\left[ \left[ h\mu \tan \alpha + \left(\frac{2\pi\delta\sigma}{\lambda \tan \alpha}\right)^2 \right] \cdot \left[ h_0\mu \tan \alpha + \left(\frac{2\pi\delta\sigma}{\lambda \tan \alpha}\right)^2 \right] \right] / 2\delta} \right\} \quad (5.10)$$

где первый член аналогичен тому, что обсуждался ранее в работе [150] для случая  $\Delta N = 1$ .

Этот минимальный размер фокуса увеличивается в реальных условиях процесса формирования линзы, как показано на рисунке 5-5, принимая во внимание типичную шероховатость боковых стенок около 10 нм и скругление вершины  $h_0$  около 0,5 мкм. С другой стороны, ограничение апертуры линзы, определённое равенством (5.9), уже выразится в увеличении размера фокуса относительно минимально возможного.

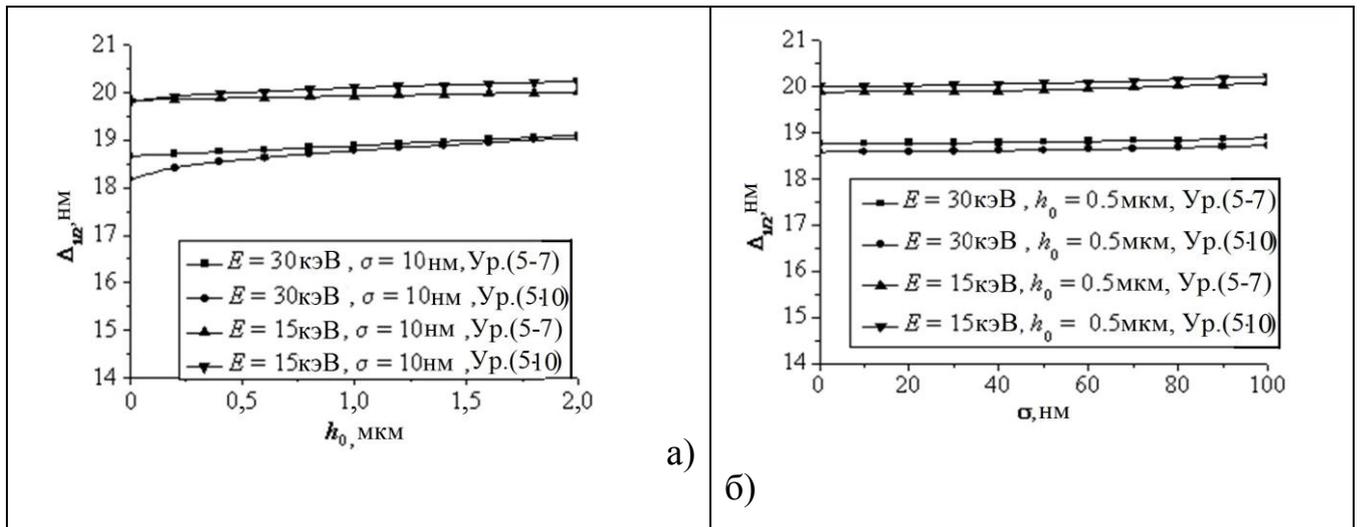


Рисунок 5-5. Рассчитанный размер фокуса для различной точности исполнения треугольного сечения призм  $h_0$  (а) и шероховатости боковых стенок  $\sigma$  (б) для  $h = 15$  мкм и фокусного расстояния  $F = 100$  мм.

Для сравнения, размер фокуса линзы с непрерывным параболическим профилем, рассчитанный для того же фокусного расстояния составляет  $\Delta_{1/2} = 59$  нм и  $\Delta_{1/2} = 29$  нм для энергии фотонов 15 кэВ и 30 кэВ, соответственно.

### 5.1.1.2. Изучение принципа формирования планарных полимерных мозаичных линз

На базе предложенной выше модели разработан общий принцип формирования преломляющих мозаичных рентгеновских линз для энергий квантов от 1 до 1000 кэВ, с учётом ограниченных размеров рабочей области рентгеновской маски (60 мм).

В соответствии с разработанной моделью размеры величин  $l$  и  $h$  микроструктур непрерывно уменьшаются, как показано на рисунке 5-2, начиная со значений при входе в линзу. Геометрические параметры изготовленных линз представлены в таблице 5.1: каждая линза рассчитана на одну энергию квантов, которая является характеристикой линзы.

Призмы с боковой поверхностью, искривлённой по параболическому закону, как элементы линзы, преломляющие рентгеновское излучение, изображены на

рисунке 5-6, а их расположение в пределах апертуры линзы показано на рисунке 5-7.

Таблица 5.1. - Характеристики дизайна мозаичных линз, рассчитанных на соответствующую энергию квантов.

в микрометрах

Энергия фотонов кэВ	Фокусное расстояние, см	$h$	$l$	$m$	$N$	Количество преломляющих структур	Апертура геометрическая	Расчётное пропускание
20	20	15	26	54	43	102168	1290	0,40
15,8	52	12	31	8	242	470448	5820	0,29
15,8 *	52	12	31	8	121	118096	2904	0,44
25	100	20	41	22	33	24684	1320	0,62

-----  
\*Фотография линзы представлена на рисунке 5-7

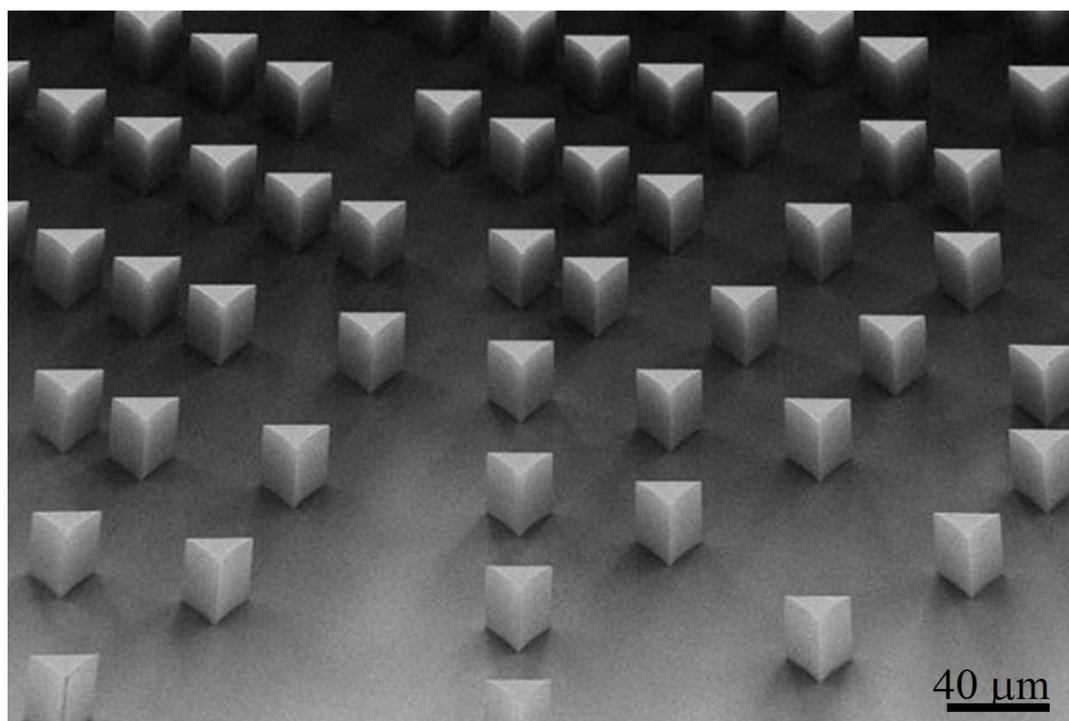


Рисунок 5-6. Электронно-микроскопическое изображение участка мозаичной линзы с преломляющими микроструктурами высотой 100 мкм, изготовленными из фоторезиста SU-8.

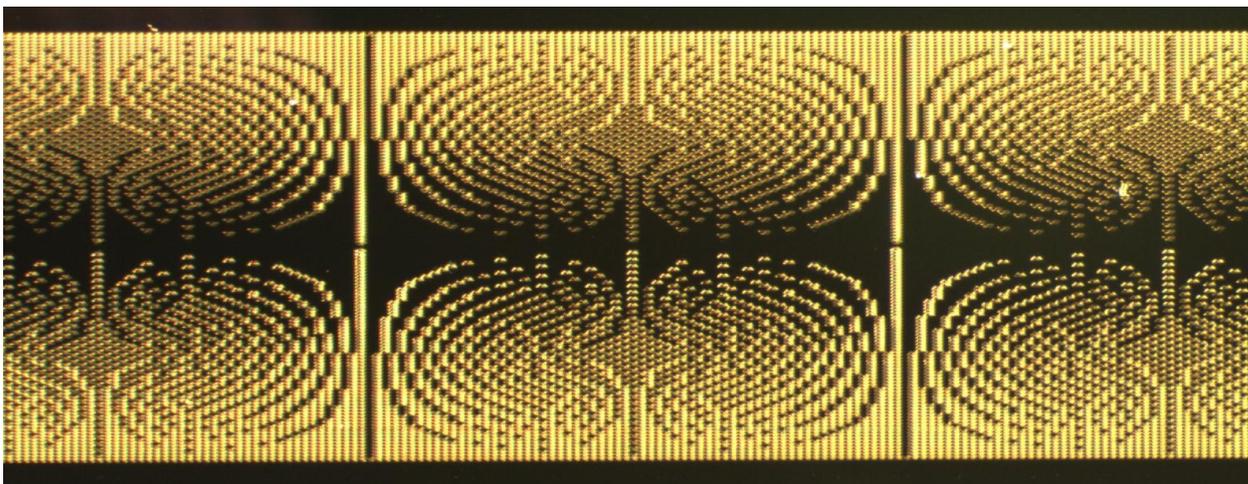


Рисунок 5-7. Фрагмент планарной мозаичной преломляющей рентгеновской линзы, содержащей преломляющие элементы, выполненные из материала SU-8 и рассчитанной на энергию 15,8 кэВ и фокусное расстояние 52 см. Апертура 2,9 мм, длина линзы 30 мм.

Мозаичные линзы были сформированы (на базе описанного в Главе 1 и работах [107, 133] метода глубокой рентгенолитографии) в слое резиста SU-8 толщиной 100 мкм на станции LITHO-I (АНКА). Высота микроструктур может быть относительно легко увеличена путём увеличения исходной толщины слоя резиста и использованием более жёсткого излучения, предоставляемого станциями LITHO-II или LITHO-III (АНКА) [107].

### 5.1.1.3. Тестирование линз

Некоторые оптические параметры мозаичных линз были измерены на станции FLUO (АНКА). Длина поперечной когерентности излучения актуального диапазона энергий на станции - менее 1 мкм, что намного меньше, чем высота треугольного сечения призматических микроструктур (см. Таблицу 5.1) поэтому излучение можно рассматривать как некогерентное.

Станция оснащена монохроматором на базе многослойных зеркал, обеспечивающим монохроматичность пучка рентгеновского излучения  $\Delta E/E=1,4 \times 10^{-2}$ . Рентгеновский детектор состоит из чувствительного элемента - YAG(Ce) кристалла - толщиной около 12 мкм, флуоресцирующего под действием рентгеновского излучения в УФ диапазоне спектра. Флуоресцентные кванты

отклоняются блоком зеркала (марки Linos Microbank) на 90 градусов на фоточувствительную матрицу Pixelfly QE ICX285AL. Эффективное пространственное разрешение детектора составляет  $0,53 \times 0,53$  мкм на пиксел.

### 5.1.1.3.1. Пропускание излучения линзой

На станции FLUO изучались оптические свойства линзы, разработанной для энергии квантов 15,8 кэВ с количеством рядов 484 ( $2N$ ) (см.Таблицу 5.1). Поскольку вертикальный размер пучка рентгеновского излучения при указанной выше энергии достигает около 1,5 мм в точке измерения, что существенно меньше ширины геометрической апертуры линзы, подложка с линзой была установлена вертикально, и в вертикальном направлении синхронно с детектором проводилось сканирование относительно рентгеновского луча шириной 100 мкм (по вертикали), ограничиваемого щелью, расположенной непосредственно перед линзой (по ходу луча СИ). Измеренная интенсивность излучения в фокусе линзы показана на рисунке 5-8.

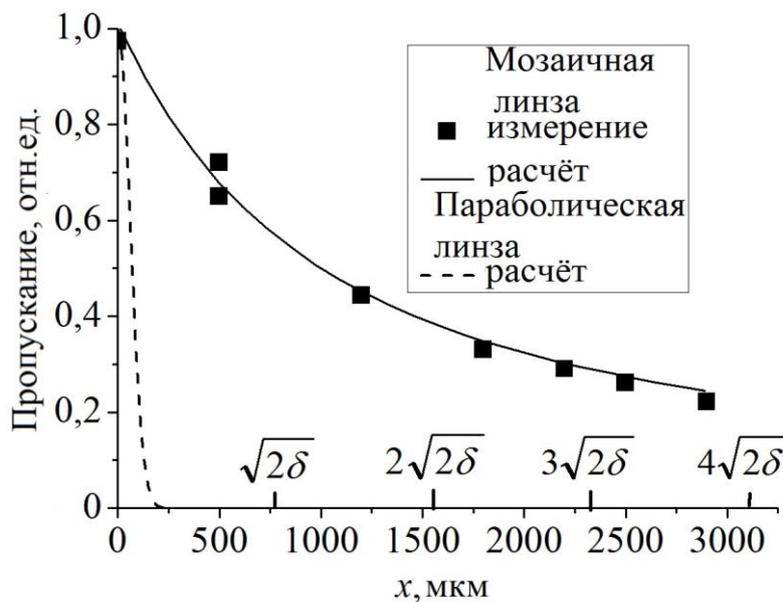


Рисунок 5-8. Нормированный поток фотонов в фокусе мозаичной линзы на расстоянии 520 мм за линзой в зависимости от расстояния щели от оптической оси линзы. Энергия квантов 15,8 кэВ.

На рисунке 5-8 также приведена расчётная зависимость пропускания линзы как функция расстояния от оптической оси. Экспериментальные данные, представленные также на рисунке 5-8 находятся в хорошем согласии с расчётом, сделанным с учётом шероховатости боковой стенки микроструктур 20 нм. Следует отметить что, когда через щель освещается край линзы (на расстоянии 2,9 мм от оптической оси) поток фотонов сквозь неё достигает ~20% от потока в центральной её части.

Для оценки влияния параметров топологии на пропускание линзы параболический профиль, чей вклад в общее пропускание уменьшается от ряда к ряду, заменили кусочно-линейным с постоянной по всей линзе высотой треугольника в сечении призм и равной  $h$ , как это сделано в подразделе 5.1.1.1.2. Локальную величину пропускания излучения можно оценить посредством:

$$T_n = \frac{1}{h} \int_0^h \exp[-2\mu m n x \tan \alpha] dx \quad (5.11)$$

как функцию (дискретную) расстояния от оптической оси, связанного соотношением  $x = nh$ . Суммируя величину, определяемую выражением (5.11), по  $N$  рядам можно вычислить эффективную апертуру  $A_N$  как:

$$A_N = 2h \sum_{n=1}^N T_n \quad (5.12),$$

что после интегрирования в (5.11) даёт:

$$A_N = 2 \sum_{n=1}^N \frac{1 - \exp(-2\mu m n h \tan \alpha)}{2\mu m n \tan \alpha} \quad (5.13)$$

На рисунке 5-9 представлена рассчитанная с помощью формулы (5.13) эффективная апертура линз с мозаичным распределением преломляющих элементов, выполненных из материалов с различным атомным номером. Для расчёта принято фокусное расстояние 1 м и длина линз 60 мм.

Из рисунка 5-9 видно, что максимальная величина эффективной апертуры может быть достигнута с использованием лёгких материалов и, поскольку

поглощение минимизировано конструктивно, меньших по размеру преломляющих структур, количество которых соответственно увеличено.

Однако такое представление наталкивается на практическое ограничение, выражающееся в длине линзы, которая становится особенно критичной при высоких энергиях квантов, когда декремент показателя преломления существенно меньше и снижение фокусирующей силы могло бы быть компенсировано за счёт увеличения количества преломляющих элементов.

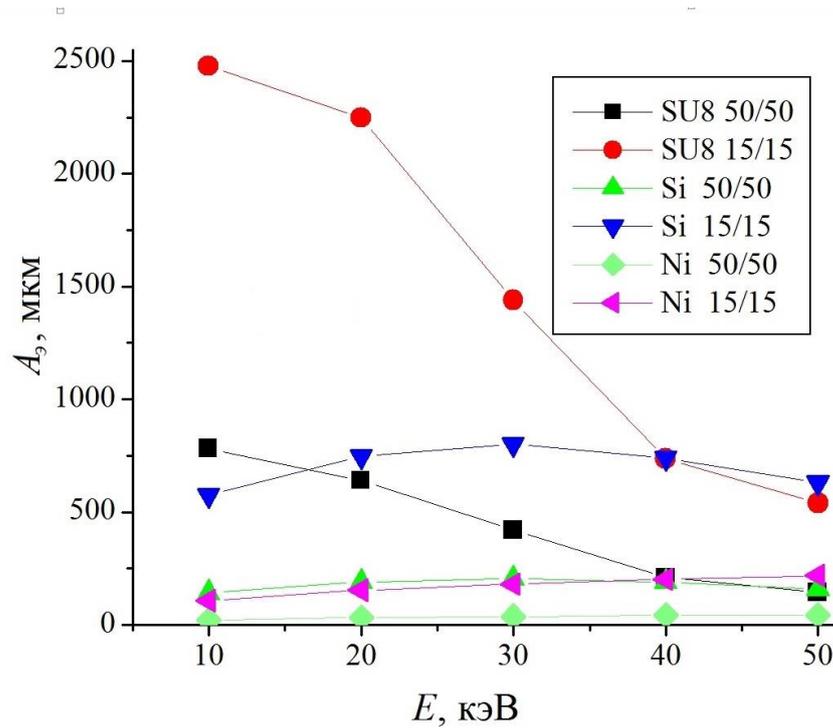


Рисунок 5-9. Расчётные значения эффективной апертуры линз с мозаичной расстановкой преломляющих элементов, выполненных из полимера SU8, кремния и никеля с геометрическими размерами треугольного сечения: 15( $\ell$ )/15( $h$ ) и 50( $\ell$ )/50( $h$ ) (параметры определены на рисунке 5-3).

Для материалов со средним значением атомного номера фотоэлектрическое поглощение ещё существенно в указанном диапазоне энергий квантов и ограничивает эффективную апертуру. Суммирование в формуле (5.13) для случая

$\mu_r N h > 0.6$  может быть проведено с помощью преобразования  $\sum_1^N \frac{1}{n} \approx \ln N + \gamma$  см.,

например, [151] для  $N \gg 1$  и преобразования, полученного в работе [49]

$$\sum_1^N \frac{\exp(-an)}{n} \approx \ln[1 - \exp(-a)] + 0.925 \exp[-a(N+1)] \ln \left[ \frac{a(N+1)+1}{a(N+1)} \right] \text{ для } a > 0,6, \text{ тогда}$$

величина эффективной апертуры приобретает вид:

$$A_N \approx 2 \left\{ \frac{\ln N + \gamma}{\mu_r} + \frac{\ln[1 - \exp(-\mu_r h)] + 0,925 \exp[-\mu_r h(N+1)] \ln \left[ \frac{\mu_r h(N+1)+1}{\mu_r h(N+1)} \right]}{\mu_r} \right\} \quad (5.14)$$

где  $\mu_r = 2\mu m \tan \alpha$ ,  $\gamma$  - постоянная Эйлера-Машерони.

Как видно из (5.14),  $A_N$  неограниченно увеличивается с ростом  $N$  почти по логарифмическому закону (поскольку преобладает вклад первого слагаемого в (5.14)). В частности, если вклад в интенсивность в фокусе периферийных рядов мал ( $\mu_r hN \gg 1$ ), эффективная апертура такой линзы может быть рассчитана посредством:

$$A_N = \frac{2F\delta}{h\mu} \ln \frac{e^\gamma N\mu h^2}{F\delta} \quad (5.15)$$

здесь  $e$  – основание натурального логарифма.

Однако, при слабом поглощении и малом количестве рядов ( $\mu_r hN < 0.6$ ) эффективная апертура  $A_N$  увеличивается с ростом  $N$  почти линейно по  $h$ :

$$A_N = 2Nmhtan\alpha \left[ 1 - \frac{\mu_r hN}{4} \right] \quad (5.16)$$

Как следует из (5.14), эффективная апертура мозаичной линзы слабее ограничена величиной поглощения, чем линза с непрерывным параболическим профилем, и может быть увеличена путём уменьшения параметров  $h$ ,  $h_0$ , and  $b_n$ , что требует соответствующей точности изготовления.

В сравнении с преломляющей линзой с непрерывным параболическим профилем и ограниченной величиной апертуры, с ростом геометрической апертуры мозаичной линзы непрерывно увеличивается её числовая апертура, что можно проследить, используя определение критического угла  $\theta_c = \sqrt{2\delta}$  [86, 150]. Так, числовая апертура линзы с непрерывным параболическим профилем много

меньше, чем угол  $\theta_c$  вследствие низкого пропускания на периферии, как показано на рисунке 5-8. Но числовая апертура становится сравнима с углом  $\theta_c$ , (см. рисунок 5-8), если пассивный материал удалён. Для вышеназванных условий критический угол  $\theta_c = 1,49$  мрад, что соответствует расстоянию от оптической оси 776 мкм ( $N = 61$ ). В данном случае адиабатическое сужение составляет 48 мкм (т.е.  $\Delta N = 4, b_N \neq 0$ ) на выходе линзы.

Более того, предложенный принцип размещения микроструктур легко позволяет дальнейшее увеличение апертуры (свыше 6 мм), что, правда, требует соответствующей ширины рентгеновского пучка.

### 5.1.1.3.2. Фокусное расстояние

Поскольку мозаичная линза является системой элементов с преломляющим профилем в виде кусочно – непрерывной параболической функции, представляет интерес выяснить, подчиняется ли её фокусное расстояние закону, установленному для линзы с непрерывным параболическим профилем (2.7).

Для исследования позиционировали на фиксированном расстоянии от линзы щель шириной, равной ожидаемому размеру фокуса. Энергию квантов, прошедших сквозь щель и упруго рассеянных металлической фольгой (из индия или серебра), анализировали с помощью энергодисперсионного детектора Vortex. На рисунке 5-10 показан спектр упруго рассеянных от металлической фольги квантов для различных расстояний диафрагмы от мозаичной линзы. Поскольку при упругом рассеянии спектр излучения не изменяется, пик рассеяния отвечает энергии фотонов, отфильтрованных диафрагмой. Энергии фотонов в диапазоне от 12 до 20 кэВ отвечала вариация расстояний от 285 мм до 925 мм.

На вставке к рисунку 5-10 показана измеренная в пике энергия отфильтрованных диафрагмой квантов как функция расстояния от линзы вдоль оптической оси. Интерполяция осуществлялась квадратичной зависимостью в виде:  $F[мм] = 2,08 \times 10^{-6} E[эВ]^2$  - как это следует из закона преломления, поскольку

$F \propto \delta^1$  а  $\delta \propto E^{-2}$ , где -  $E$  энергия квантов. Из рисунка 5-10 видно хорошее согласие выше представленной зависимости с экспериментом, чего и следовало ожидать, поскольку параболическая функция кривизны кусочно-формных элементов задаёт фокусное расстояние.

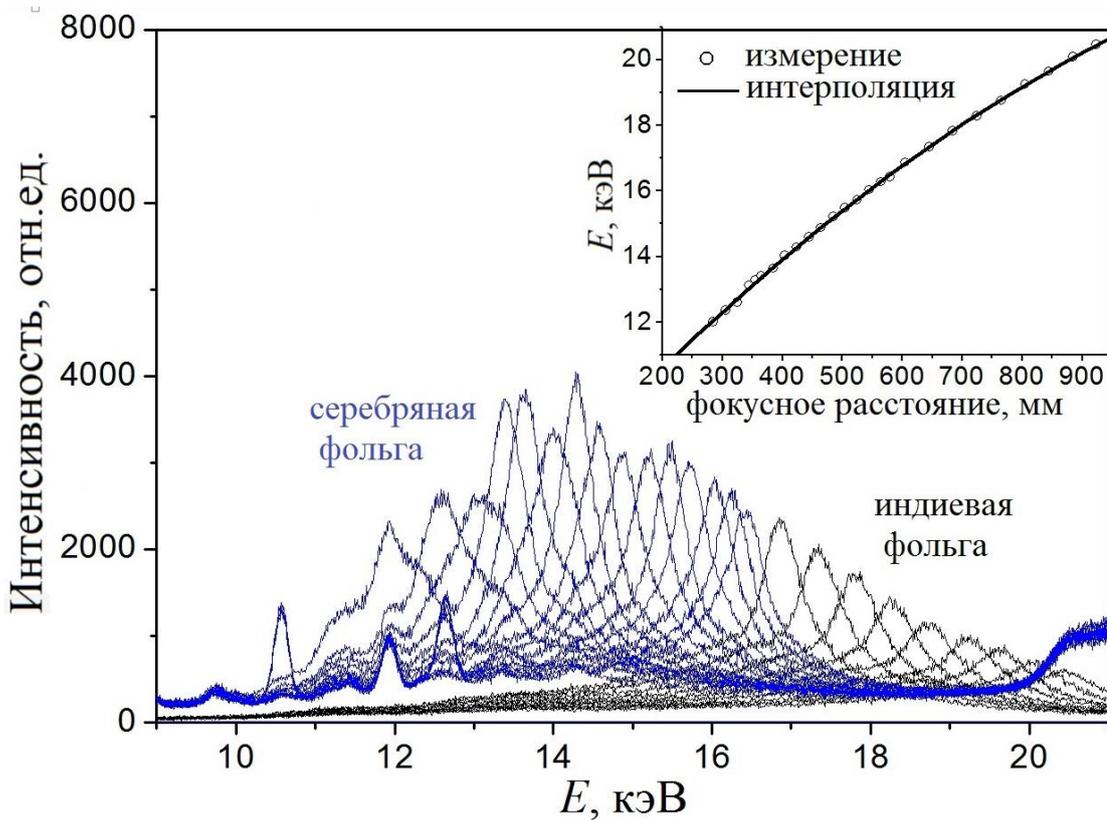


Рисунок 5-10. Измеренный поток упруго рассеянных рентгеновских квантов от металлической (серебряной и индиевой) фольги на энергодисперсионном детекторе в конфигурации: белый пучок, мозаичная линза, диафрагма диаметром 20 мкм, рассеиватель. Расстояние от диафрагмы до линзы переменное. На вставке показана зависимость энергии квантов от расстояния «линза-диафрагма», соответствующая максимальному потоку фотонов. Зависимость аппроксимирована кривой второго порядка от энергии (см.в тексте).

### 5.1.1.3.3. Размер фокуса

Линза, оптимизированная для энергии квантов 15,8 кэВ с количеством рядов  $N=121$  (см. Таблицу 5.1), облучалась сквозь горизонтально ориентированную щель, совмещённую с оптической осью линзы. Ширина щели варьировалась от 50

мкм до 2500 мкм. Измерение распределения интенсивности осуществляли CCD камерой, установленной на фокусном расстоянии, удалённом от линзы на 520 мм. Измеренное распределение интенсивности для различной ширины щели показано на рисунке 5-11: измеренный размер фокуса увеличивается от  $7,7 \pm 0,5$  мкм (теоретическое значение 7,7 мкм) для случая облучения только центральной части, до величины  $8,6 \pm 0,5$  мкм при освещении апертуры 1500 мкм. Увеличение размера фокуса связано с рассеянием рентгеновских лучей на боковых стенках микроструктур вследствие недостаточной степени монохроматизации излучения.

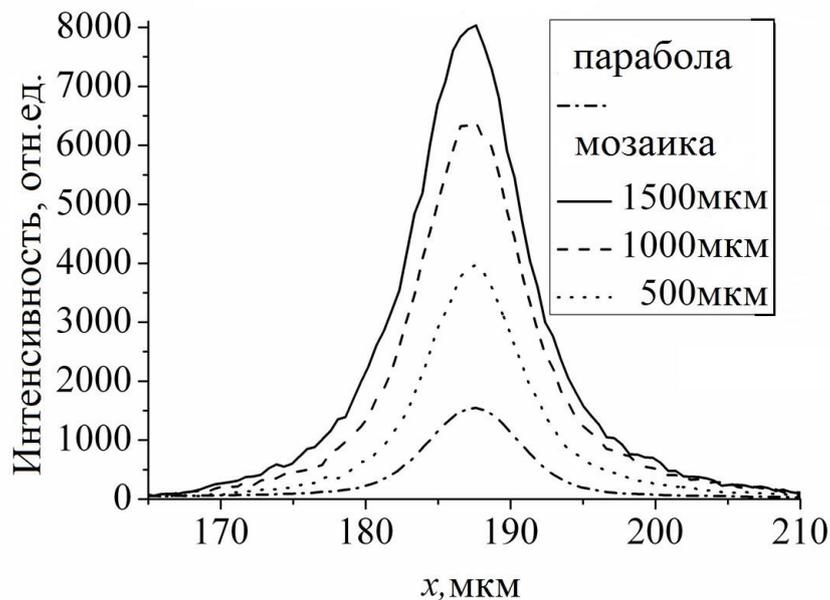


Рисунок 5-11. Измеренное распределение интенсивности на детекторе в фокусе 1D мозаичной линзы при различной ширине входной щели и расчётное распределение после линзы с непрерывным параболическим профилем. Энергия квантов  $E=15,8$  кэВ, фокусное расстояние  $F=52$  см.

#### 5.1.1.4. Линзы из мультиматериала

Как следует из (5.14), величина апертуры мозаичной линзы в большей степени определяется величиной декремента показателя преломления, поэтому в качестве дальнейшего шага по увеличению апертуры и, соответственно, выигрыша в интенсивности можно применить несколько материалов с разным значением

декремента показателя преломления. В частности, вблизи оптической оси, где небольшие углы преломления, достаточно использовать материал, характеризуемый малой величиной  $\delta$ . А на периферии целесообразнее материал, характеризуемый большой величиной  $\delta$ : апертура никелевых линз увеличивается с ростом энергии квантов, как показано на рисунке 5-9.

Использование нескольких материалов также обеспечено принципом формирования мозаичных линз, где микроструктуры располагаются на некотором расстоянии друг от друга, как показано на рисунке 5-6, и могут быть выполнены независимо. В частности, микроструктуры во внешних рядах линзы могут быть выполнены из никеля, например, методом гальванического осаждения, а внутренние ряды линзы заключают в себе микроструктуры из полимерного материала, как показано на рисунке 5-12.

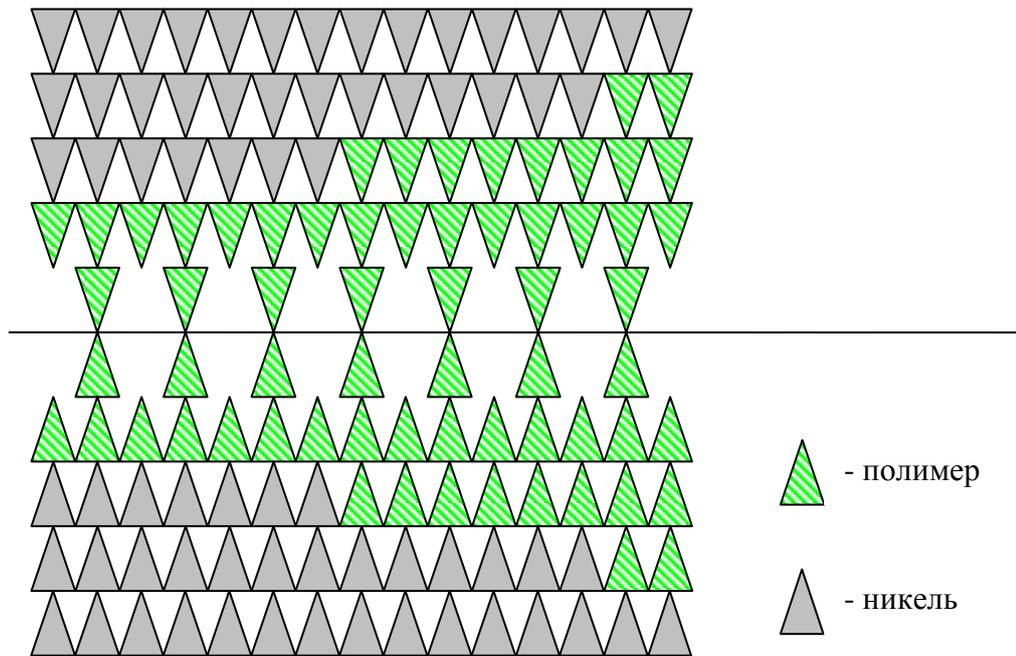


Рисунок 5-12. Эскиз мозаичной линзы, выполненной из материалов с различным декрементом показателя преломления.

Полимерные структуры также обеспечивают более высокое пропускание в центральной части линзы, однако, на некотором расстоянии от оптической оси становится недостаточным количества полимерных микроструктур (в пределах рабочей области) для отклонения суб-лучей в направлении фокуса (см. рисунок 5-12). С данного ряда полимерные микроструктуры постепенно заменяются на

микроструктуры из материала с большим декрементом показателя преломления (например, никеля) пока все полимерные структуры не будут заменены, как показано на рисунке 5-12.

Для более тяжёлого материала на периферии прирост эффективной апертуры от ряда к ряду заметно уменьшается, как это видно из рисунка 5-13. Тем не менее, суммарная эффективная апертура линзы, состоящей из двух различных материалов, заметно больше, чем линзы состоящей из каждого из этих материалов в отдельности: только полимерной, ограниченной невысоким декрементом показателя преломления или только никелевой, эффективная апертура которой ограничена поглощением.

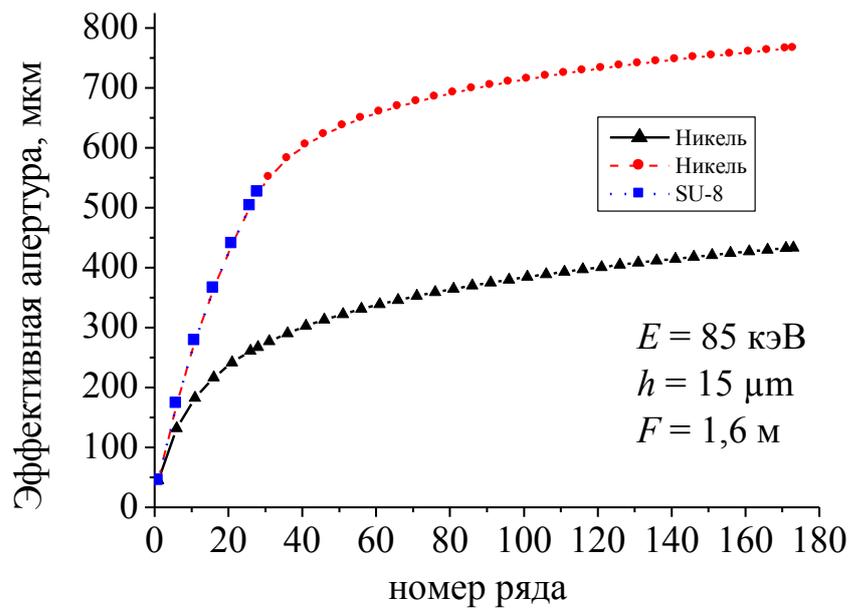


Рисунок 5-13. Расчётная эффективная апертура мозаичной линзы, состоящей из двух материалов - SU-8 и никеля. Энергия фотонов 85 кэВ, высота треугольника в сечении микропризм 15 мкм, фокусное расстояние 1,6 м. Длина линзы 100 мм.

Следует отметить, что линза, рассчитанная в соответствии с параметрами, приведёнными на рисунке 5-12, рассматривается как фокусирующий элемент для станции «Микроскопия и люминесценция» на канале №8 вывода СИ из накопителя ВЭПП-4. Благодаря относительно короткому фокусному расстоянию такой линзы (1,6 м) размер фокуса при энергии фотонов 85 кэВ, ограниченный

проекцией размера электронного пучка в накопителе, может достигать 13 мкм в вертикально плоскости. С целью получения 2D-фокуса вторая аналогично сформированная линейная линза может быть установлена ортогонально первой. Ожидаемый выигрыш в интенсивности в фокусе – около 600.

Для формирования линз из различных материалов необходимо разработать технологию сопряжения материалов – вспомогательных при формировании преломляющих структур. В частности, потребуются лучшее изучение физико-химических свойств рентгеновских резистов, как например SU-8 и ПММА.

Под этим углом зрения интересно рассмотреть линзу для фокусировки гамма-излучения с энергией 1 МэВ. Ясно, что величина коэффициента поглощения играет в данном случае несущественную роль, равно как и полимерный материал имеет в данном случае недостаточно высокий декремент показателя преломления. Однако преломляющие элементы из никеля позволят обеспечить необходимый угол отклонения рентгеновского луча вплоть до седьмого ряда, как видно из рисунка 5-14. Для дальнейшего увеличения апертуры

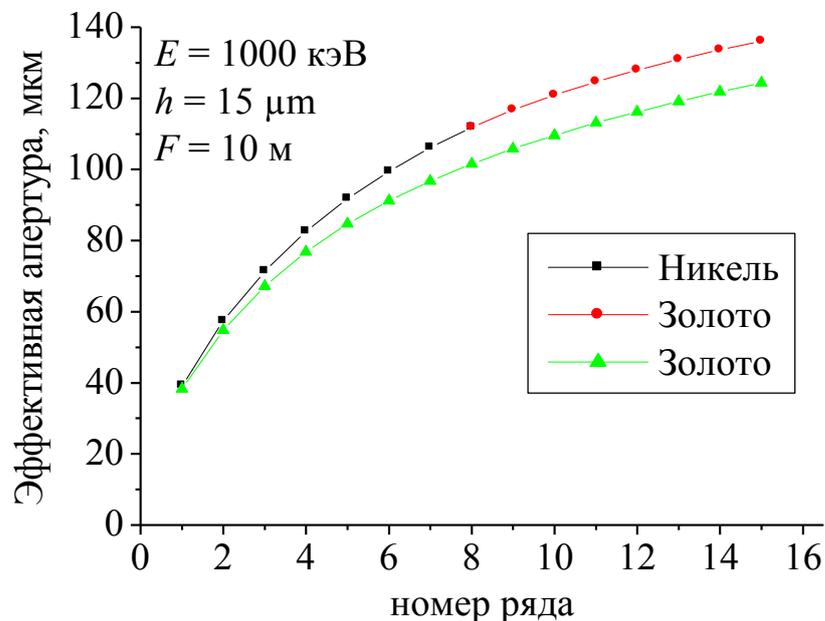


Рисунок 5-14. Расчётная эффективная апертура мозаичной линзы, состоящей из преломляющих элементов, выполненных из различных материалов – золота и никеля в сравнении с линзой, выполненной только из одного материала - золота. Энергия фотонов 1 МэВ. Высота треугольника в сечении микропризм 15 мкм, фокусное расстояние 10 м. Длина линзы 100 мм.

следует использовать более тяжёлый материал, например, золото, декремент показателя преломления которого приблизительно в 2 раза больше, чем у никеля. Так же, как и в случае полимер-никелевой линзы, эффективная апертура линзы, сформированной из комбинации материалов никель-золото превышает таковую, характерную только для одного из материалов, как видно из рисунка 5-14.

Следует отметить, что для формирования линзы, состоящей из двух металлов - никеля и золота, может потребоваться только одна операция облучения технологического (рентгеновского) резиста сквозь рентгеновскую маску - для формирования гальванической матрицы. После проявления скрытого изображения материалы никель и золото могут быть осаждены гальванически, последовательно.

### 5.1.2. Двумерная мозаичная линза

Двумерная модель линзы с мозаичным расположением преломляющих элементов основана на использовании принципа построения рентгеновской преломляющей 2D линзы, предложенного в работе [110], и состоит из двух аналогичных 1D линз с мозаичной упорядоченностью. Структуры, входящие в них, наклонены на  $+45^\circ$  и  $-45^\circ$  к поверхности подложки с результирующим углом  $90^\circ$  между собой.

#### 5.1.2.1. Математическая модель

Согласно одномерной модели, построенной в рамках геометрической оптики, функция распространения излучения в мозаичной линзе, состоящей из  $2N$  рядов (с учётом симметрии линзы), представляет собой для плоской волны систему парциальных пропагаторов. Поэтому величина эффективной апертуры может быть рассчитана посредством суммы парциальных пропагаторов, как это сделано в работе [152]:

$$T = 2 \sum_{n=0}^N T_n \quad (5-17)$$

где величина каждого из них  $T_n$ :

$$T_n = \int_0^h \exp[-2\mu M n f(x)] dx, \quad (5-18)$$

и  $f(x)=x^2/2R$  – функция, описывающая профиль преломляющей поверхности,  $R$  – радиус кривизны профиля. Рассчитанный акцептанс (по формуле 2.15) для параболической линзы с непрерывным профилем и мозаичной линзы в случае фокусного расстояния 1 м приведён на рисунке 5-15. Для случая мозаичной линзы параметр  $h$  выбран равным 15 мкм.

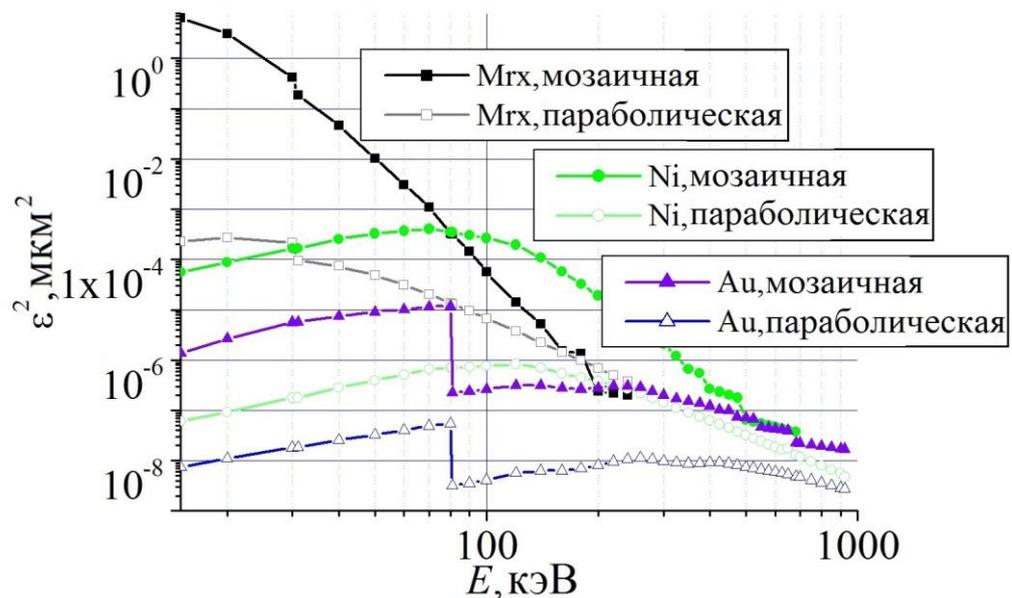


Рисунок 5-15. Расчётный акцептанс для 2D-линз с непрерывным параболическим и мозаичным профилем, изготовленных из полимера мгх, никеля и золота, в зависимости от энергии квантов.

Как показано на рисунке 5-15, акцептанс мозаичной линзы во много раз превышает акцептанс линзы с непрерывным параболическим профилем при низких энергиях. Однако разница между ними уменьшается с увеличением энергии вследствие уменьшения декремента показателя преломления  $\delta$ .

Также видно из рисунка 5-15, что преломляющие линзы с мозаичным упорядочением, изготовленные из тяжёлых металлов более эффективны в области больших энергий, что определяется более высоким значением декремента показателя преломления указанных материалов, обеспечивающего большую

апертуру, несмотря на высокое значение коэффициента поглощения. Это позволит фокусировать кванты с энергией до нескольких сотен кэВ.

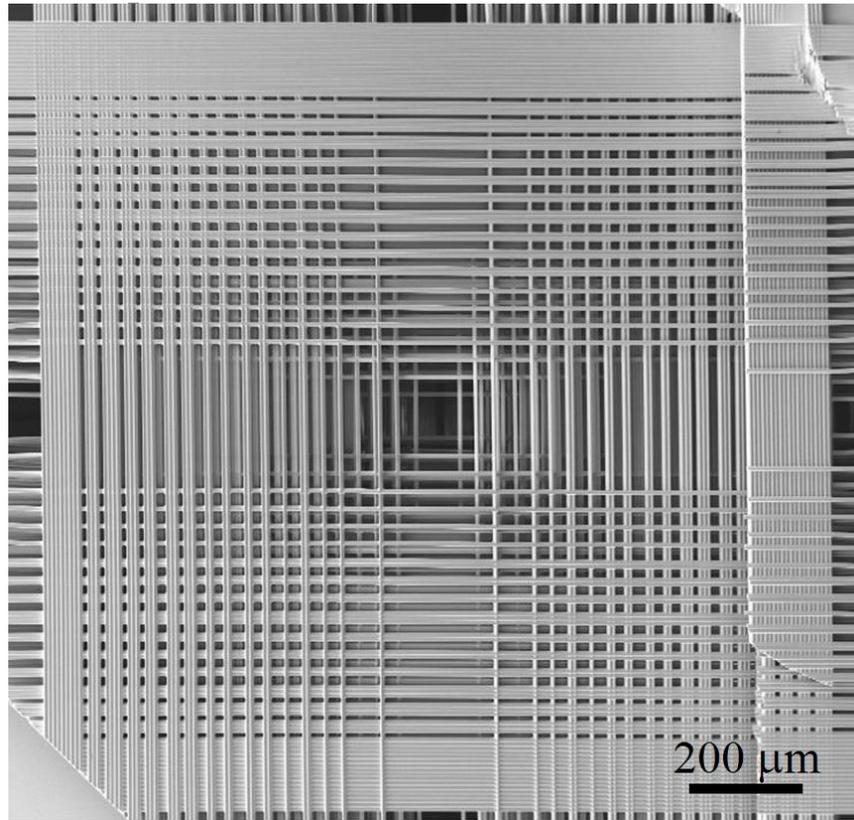
### 5.1.2.2. Исследование мозаичных 2D линз

На рисунке 5-16 представлена рентгеновская преломляющая 2D линза, изготовленная в соответствии с описанными в Главе 1 принципами формирования ультравысоких структур со сверхбольшим аспектным отношением. На рисунке видно, что промежутки между преломляющими элементами с треугольным поперечным сечением свободны от остатков резиста. Подобные линзы с геометрической апертурой ок.  $1,5 \times 1,5$  мм выполнены для различных энергий квантов: их параметры приведены в Таблице 5.2, взятой из работы [152].

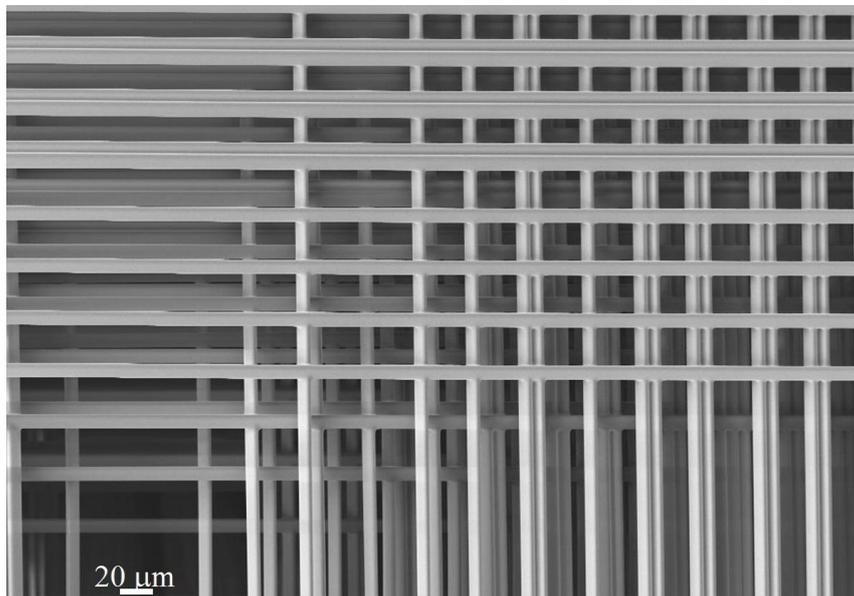
Таблица 5.2. Параметры 2D линз с мозаичной упорядоченностью преломляющих элементов.

Энергия квантов, кэВ	Высота треугольника $h$	в микрометрах	
		Эффективная апертура в дизайне	Эффективная апертура измеренная
12	40	1000 × 1000	616 × 616
24	20	1260 × 1260	242 × 363
48	8	1180 × 1180	473 × 489

Оптические свойства разработанных и изготовленных полимерных линз изучались на станции XU13 источника СИ Spring-8. Фокусное расстояние линз - 1,7 м. Выигрыш в фокусе достиг величины 176 при размере фокуса  $46 \pm 2 \times 46 \pm 2$  мкм, что соответствует эффективной апертуре  $616 \text{ мкм} \times 616 \text{ мкм}$ , составляющей приблизительно 70 % от ожидаемой величины. Настоящая разница объясняется технологической ошибкой при изготовлении рентгеновской рабочей маски и



а)



б)

Рисунок 5-16. Электронно-микроскопическая фотография преломляющей рентгеновской 2D-линзы высотой 2 мм с высотой треугольного сечения  $h = 8$  мкм. Аспектное отношение около 380. Материал: полимер Mrx5250PXP. а) вид на одно из сечений линзы; б) фрагмент сечения.

устранима при воспроизведении условий изготовления. Замечено, что при переносе изображения мозаичной топологии методом глубокой рентгенолитографии в толстый слой резиста наблюдался низкий уровень рассеянного фона, вызванного облучением первичным пучком СИ.

Следует отметить, что в целях получения относительно большого фокусного пятна (около  $50 \times 50$  мкм) в топологию линз не были введены элементы фазовой коррекция волнового фронта. С учётом фазовых корректирующих пластинок расчётный размер фокусного пятна достигает 55 нм (выигрыш в интенсивности в фокусе до  $4,8 \times 10^8$ ) при условии плоского фронта падающей волны.

В результате тестирования линз было подтверждено, что рентгеновский луч может быть сконцентрирован 2D-мозаичной линзой в фокусное пятно гауссовой формы. Однако линзы, имеющие меньший параметр  $h$  демонстрируют большее отклонение от расчёта вследствие недостаточной точности углового позиционирования (хуже 2 мрад) маски и кассеты с исходным толстым слоем резиста в камере рентгенолитографической установки. В результате, массивы микропризм располагаются в плоскостях непараллельных друг другу, и происходит взаимное проникновение микропризм, вследствие чего участки преломляющих граней призм не воспроизводятся. Однако технологические возможности метода не исчерпаны и позволяют дальнейшее увеличение числовой апертуры благодаря повышению точности позиционирования и механической стабилизации микропризм линз путём формирования поддерживающего суб-слоя (см. подраздел 1.2).

На рисунке 5-17 изображена полимерная преломляющая рентгеновская линза, изготовленная в толщине слоя резиста около 4 мкм, что соответствует аспектному отношению микропризм около 570 (так как длина призм около 5,7 мкм), а геометрическая апертура в  $\sim 280$  раз по площади превышает апертуру преломляющих линз (также показана на рисунке 5-17), изготовленных на базе непрерывного параболического профиля.

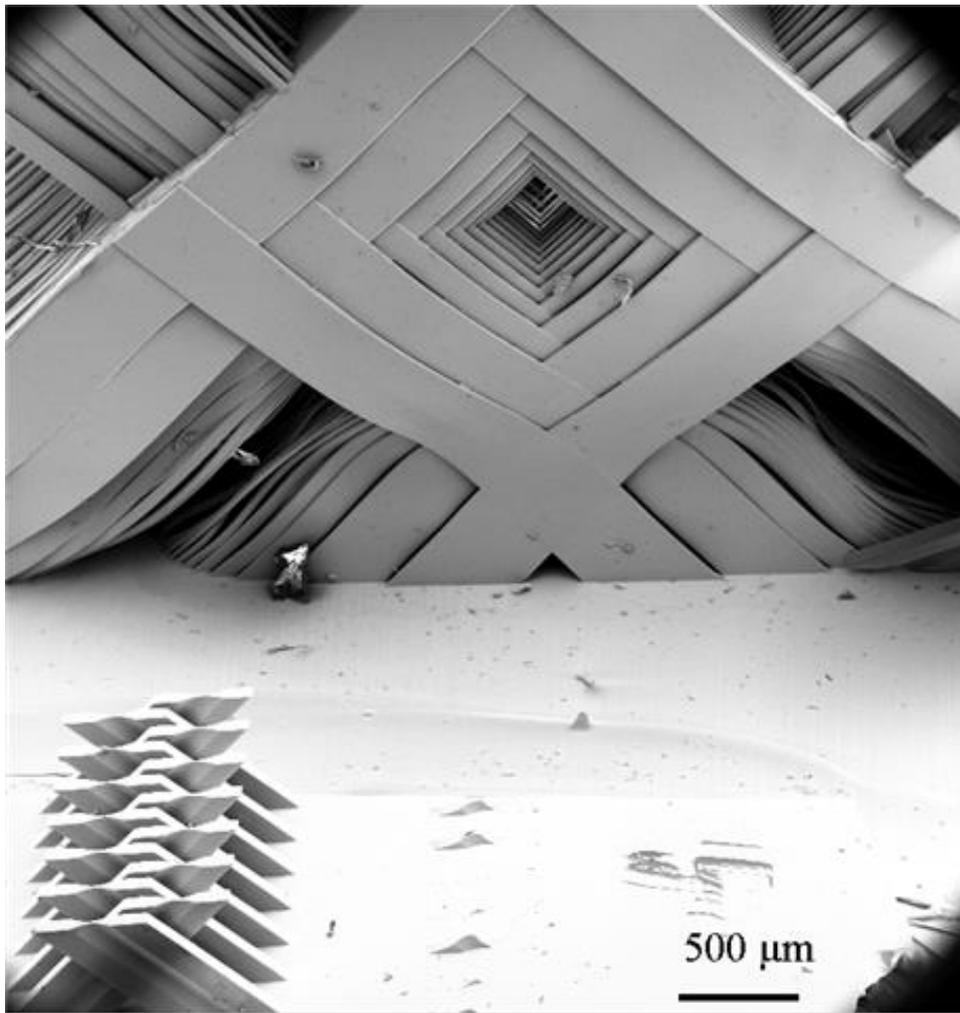


Рисунок 5-17. Электронно-микроскопическая фотография преломляющей полимерной рентгеновской 2D-линзы с мозаичным упорядочением преломляющих элементов в сравнении с преломляющей 2D-линзой с непрерывным параболическим профилем [110].

### 5.1.2.3. Исследование 2D линз с цилиндрической симметрией

Поскольку метод рентгенолитографии ещё недостаточно развит, чтобы обеспечить формирование преломляющей 2D линзы с симметрией вращения относительно оптической оси, была разработана модификация такой линзы, реализуемая путём включения в производственную линейку фотолитографического метода формирования преломляющих микроструктур. Особенностью такой технологии является применение послойной намотки интегрированного в тонкую полиимидную плёнку массива микроканалов,

выполняющего функцию преломляющей структуры для рентгеновского луча, как показано на рисунке 5-18.

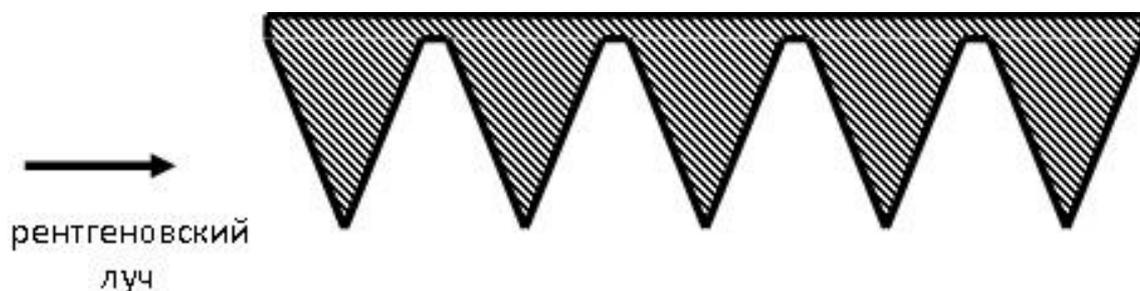


Рисунок 5-18. Сечение фрагмента полимерной преломляющей структуры.

Микроканавки, изготавливаемые методом фотолитографии и селективного травления кремния, используются на следующей операции как матрица для формирования преломляющей структуры в слое полиимида. Боковые стенки канавок соответствуют плоскостям кристаллической решётки кремния, а угол между кристаллическими плоскостями при вершине составляет  $70,52^\circ$ . Шаг микроканавок, их глубина и скважность задаются посредством топологии фотошаблона. Типичные её размеры: расстояние между канавками 3 мкм, а шаг периодичности 15 мкм, что обеспечивает глубину канавок около 8,5 мкм.

Полимеризованная полиимидная плёнка, несущая на своей внешней стороне матрицу из микроканавок, наматывается на металлический стержень диаметром 125 мкм, который придаёт в итоге линзе квазицилиндрическую симметрию, как схематично изображено на рисунке 5-19.

Детальное описание метода формирования такой линзы, особенности её юстировки и результаты тестирования на синхротронном излучении дано в соавторстве в работах [153, 154], а на рентгеновской трубке – в работах [155, 156].

Система крепления в намоточном станке, поддерживающая линзу «на плаву», обеспечивает её намотку без ограничения внешнего диаметра, который может достигать нескольких миллиметров.

Однако вклад в интенсивность в фокусе у такой линзы с цилиндрической симметрией резко падает к периферии: линза является длинной, и изменяющееся

вдоль её оптической оси поперечное распределение функции пропатора не адаптировано к взаимно параллельной укладке слоёв, как показано на рисунке 5-20. Из рисунка 5-20 видно, что попадающий в апертуру на расстоянии от оптической оси 620 мкм и более луч рассеивается, не попадая в фокус. В результате эффективная апертура такой линзы меньше, чем может обеспечить линза с полуадиабатическим сужением, как показано на рисунке 5-21.

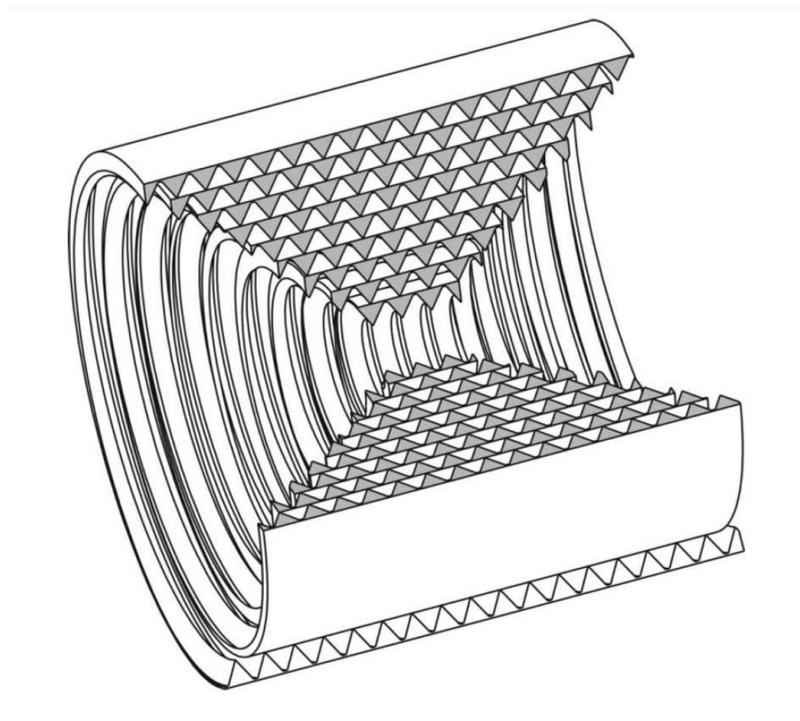


Рисунок 5-19. Схематическое изображение линзы с цилиндрической симметрией. Цилиндрический стержень, служащий основанием для намотки, не показан.

Достигнутые с помощью вышеописанной линзы результаты при фокусировке жёсткого рентгеновского излучения следующие:

- для синхротронного излучения (обладающего высокой природной коллимацией) на станции ТОРО-ТОМО (АНКА) размер фокуса составил 13 мкм по вертикали и 17 мкм по горизонтали (расчётные значения 0,9 мкм и 3,5 мкм, соответственно) при энергии 9,9 кэВ и фокусном расстоянии 130 мм. При этом выигрыш в интенсивности в фокусе линзы достигал значения 60;
- для рентгеновской трубки с энергией квантов 8,04 кэВ размер фокуса составил  $100 \times 140$  мкм при выигрыше в интенсивности около четырёх.

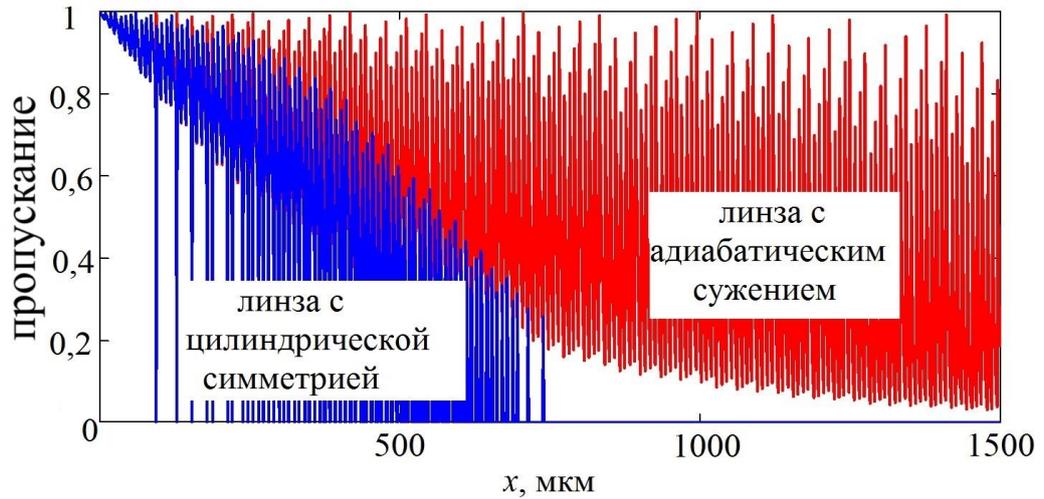


Рисунок 5-20. Расчётное значение пропускания линзы в форме прямого цилиндра (голубым цветом) и с полуадиабатическим сужением (красным цветом) на различных расстояниях от оптической оси.

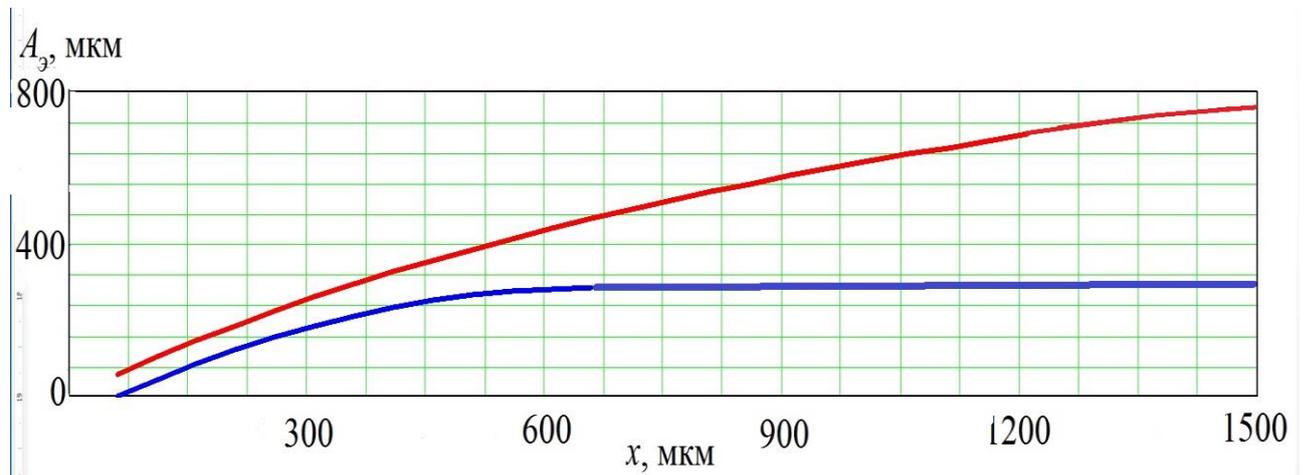


Рисунок 5-21. Расчётная эффективная апертура линзы с полуадиабатическим сужением (верхняя кривая) и эффективная апертура линзы в форме прямого цилиндра (нижняя кривая) в зависимости от диаметра линзы. Энергия квантов 15,8 кэВ, фокусное расстояние 52 см.

Излучение рентгеновской трубки характеризуется большим углом расходимости, чем поперечное распределение функции пропатора в линзе. В результате малая доля излучения проходит линзу насквозь и попадает в фокус, имеющий вдобавок существенно больший размер по сравнению с фокусом, получаемым в случае использования синхротронного излучения.

Также следует отметить, что при изготовлении линз с цилиндрической симметрией не учитывалось изменение размеров треугольного сечения призм. В-третьих, плёночная основа, в которой создан массив канавок, перекрывает часть

апертуры, поглощая излучение, а также рассеивая его часть. В-четвёртых, при послойной намотке частицы полимера или пыли вызывают искривление витков линзы, приводя, тем самым, к уменьшению её пропускания.

Однако, можно указать пути решения проблемы снижения пропускания линз с цилиндрической симметрией путём отработки технологии формирования таковых с полуадиабатическим сужением. Для этого на фотолитографической маске следует учесть непрерывное изменение вдоль оптической оси линзы ширины шин, отвечающей за величину основания треугольного сечения призм. Во-вторых, следует обеспечить непрерывное изменение толщины полимерного носителя вдоль оптической оси линзы путём, например, наклона кремниевой подложки с травлёной матрицей микроканалов на этапе полимеризации раствора полиимидного форполимера.

Вследствие недостаточно развитого метода формирования и технологических ограничений существующего метода описанные выше линзы в форме прямого цилиндра могут быть применены в качестве конденсора в приближении тонкой линзы, характеризуемой большим фокусным расстоянием.

## **5.2. Мозаичная линза с адиабатическим сужением**

С целью уменьшения фокусного расстояния и, тем самым, уменьшения фокуса и дальнейшего повышения акцептанса в области жёсткого рентгеновского излучения была предложена линза с уменьшением в размерах каждого преломляющего треугольного элемента и, соответственно, апертуры всей линзы по адиабатическому принципу: в соответствии с изменением плотности энергии вблизи геометрической оси каждого ряда преломляющих элементов, и, одновременно, вблизи оптической оси всей линзы. С этой целью предпринята попытка модификации мозаичной линзы, рассматриваемой в приближении геометрической оптики.

### 5.2.1. Математическая модель мозаичной адиабатической преломляющей 1D линзы

Принцип построения линзы состоит в следующем. Предложенная ранее рентгеновская мозаичная линза [102] содержит отдельные элементы с треугольным сечением (см. рисунок 5-18), отделённые друг от друга промежутками. Элементы расположены в почти регулярном порядке, напоминающем мозаику. Функционально массив элементов представляет собой два фокусирующих субмассива: элементы одного субмассива, упорядоченные в ряды, расположены в соответствии с условиями распространения излучения в линзе, а каждый ряд направляет один рентгеновский суб-луч в общий фокус линзы. В то же время, элементы другого субмассива, рассредоточенные в тех же рядах, концентрируют суб-лучи благодаря искривлённой по параболическому закону боковой поверхности к оптической оси каждого ряда. При этом сферические aberrации подавляются. Профиль и положение элементов в каждом ряду отвечает закону преломления Снеллиуса для фиксированной энергии квантов.

В приближении геометрической оптики принято, что ширина преломляющих элементов достаточно велика, чтобы искривление волнового фронта на краях структур, которое описал X.Yan в работе [29], внесло заметный вклад в распределение интенсивности в фокусе линзы.

После удаления пассивного (поглощающего) материала из элементов линзы с непрерывным параболическим преломляющим профилем и преобразования, как показано на рисунке 5-18, геометрический размер апертуры каждого ряда приобретает величину  $\Delta x$ . Непрерывная переменная  $x$  пробегает все значения в пределах апертуры, т.е.  $0 \leq x \leq \Delta x$ . Длина траектории  $l$  поперёк элемента с параболическим профилем, находящейся в  $n$ -м ряду, вычисляется по формуле (см. рисунок 5-18а):

$$l_n(x) = \frac{[x + (n-1)\Delta x]^2}{2R} = \frac{x^2 + 2(n-1)x \cdot \Delta x + (n-1)^2 \Delta x^2}{2R} \quad (5.19),$$

где последнее слагаемое описывает вклад пассивного материала линзы, удалённого, как показано на рисунке 5-18б:

$$\Delta l_n = \frac{(n-1)^2 \Delta x^2}{2R} \quad (5.20)$$

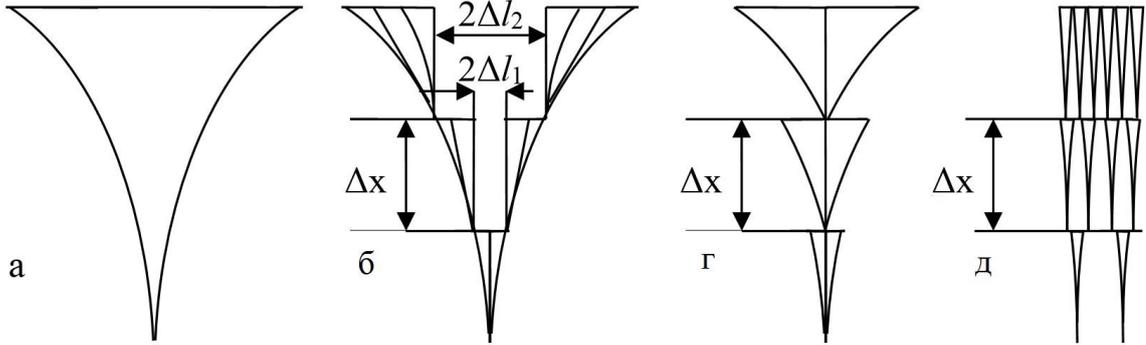


Рисунок 5-18. Преобразование элемента с параболическим профилем в отдельные элементы путём уменьшения толщины неактивного материала.

После удаления пассивного материала из элемента с непрерывным параболическим профилем в каждом ряду посредством вычитания величины (5.20) из суммы (5.19), можно вычислить длину дуги на рисунке 5-19 при непрерывно изменяющейся апертуре  $A$ , записав:

$$\Delta l_A = \frac{A^2}{2R} - \frac{\left[ \left( \frac{a_0}{\Delta x_0} - 1 \right) \Delta x_0 \cdot \frac{A}{a_0} \right]^2}{2R} = \frac{A^2 \left[ 2 \frac{\Delta x_0}{a_0} - \left( \frac{\Delta x_0}{a_0} \right)^2 \right]}{2R} \quad (5.21)$$

где обозначены  $A(0) = a_0$  и  $\Delta x(0) = \Delta x_0$  на входе в линзу, и  $\frac{a_0}{\Delta x_0} = \frac{A(z)}{\Delta x(z)} = const$  в направлении распространения рентгеновского луча  $z$ , как будет показано ниже.

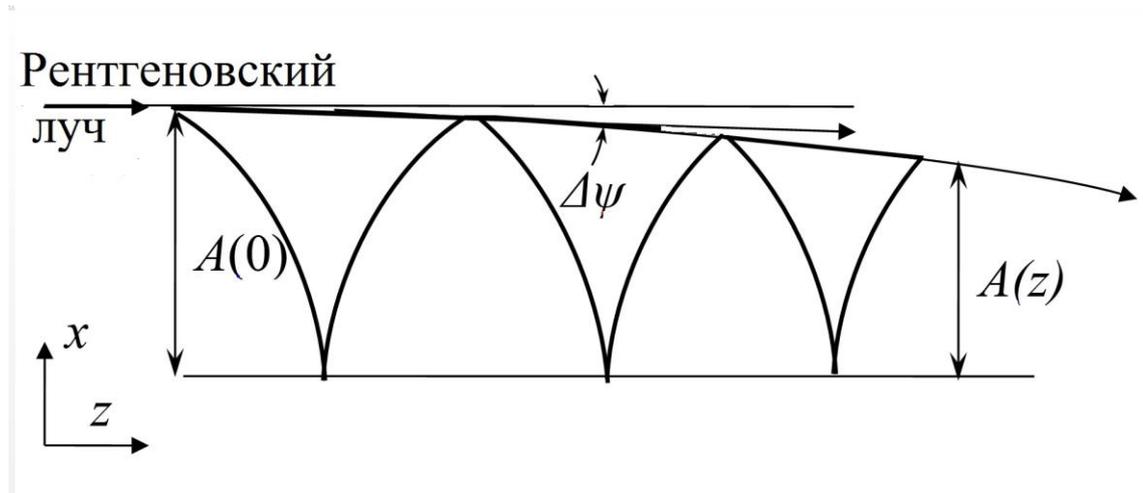


Рисунок 5-19. Преломляющие элементы, адаптированные к адиабатически меняющейся апертуре мозаичной линзы. Показан крайний рентгеновский луч, который преломляется на боковых поверхностях треугольных элементов.

В параксиальном приближении вследствие малого декремента показателя преломления (между  $10^{-4}$  и  $10^{-8}$ ), угол отклонения  $\Delta\psi$  луча, отнесённый к элементу длины линзы, равному размеру основания треугольника, (см. рисунок 5-19) даётся формулой:

$$\Delta\psi \approx -2\delta \frac{A}{R} - \frac{\delta^2}{2} \cdot \left(\frac{A}{R}\right)^3 \quad (5.22)$$

Конструктивно, микроструктуры с треугольным сечением могут быть слегка развёрнуты так, чтобы высота треугольника была всегда перпендикулярна к направлению проходящего на преломляющий элемент рентгеновского луча.

Поскольку дифференциал угла относительно направления распространения волны имеет вид  $d\psi = \frac{\Delta\psi}{\Delta z} dz$  и, принимая во внимание разложение (5.22), суммарный угол отклонения траектории луча от первоначального направления распространения в зависимости от координаты  $z$  (точка  $z = 0$  принята за начало линзы) для крайнего ряда линзы:

$$\psi(z) = \int_0^z \frac{2\delta \left[ 1 + \frac{\delta}{4} \left( \frac{A(z)}{R(z)} \right)^2 \right]}{A(z) \left[ 2 \frac{\Delta x_0}{a_0} - \left( \frac{\Delta x_0}{a_0} \right)^2 \right]} \cdot dz \quad (5.23)$$

Здесь  $\Delta l$  из уравнения (5.21) переопределено через  $\Delta z$ . Тогда полное смещение крайнего луча в линзе поперёк оптической оси в зависимости от координаты  $z$  приобретает вид:

$$A(0) - \int_0^z dz \int_0^z \frac{2\delta_1 \cdot dz}{A(z) \cdot \chi} = A(z) \quad (5.24)$$

где  $\chi = \left[ 2 \frac{\Delta x_0}{a_0} - \left( \frac{\Delta x_0}{a_0} \right)^2 \right]$  и  $\delta_1 = 2\delta \left[ 1 + \frac{\delta}{4} \left( \frac{A(z)}{R(z)} \right)^2 \right]$  - постоянные величины.

Отношение  $\frac{A(z)}{R(z)}$  также может быть определено как постоянная топологии, не зависящая от координаты  $z$ .

После двукратного дифференцирования уравнение (5.24) приобретает вид:

$$\frac{d^2 A(z)}{dz^2} = - \frac{2\delta_1}{A(z)\chi} \quad (5.25),$$

Общее решение уравнения (5.25) может быть представлено как  $A(z) = A(0) - \sum_n c_n z^n$ . Подставляя представление общего решения  $A(z)$  в (5.25) и приравнявая коэффициенты при равных степенях  $z$ , можно найти изменение апертуры и коэффициенты при степенях  $z$ :

$$A(z) = a_0 \left[ 1 - \sum_{k=1}^{\infty} c_k \left( \frac{\delta_1}{\chi} \right)^k \left( \frac{z}{a_0} \right)^{2k} \right] \quad (5.26),$$

$$\text{где } c_k = \frac{\sum_{l=1}^{k-1} 2l(2l-1)c_l c_{k-l}}{2k(2k-1)} \text{ и } c_1 = 1 \quad (5.27)$$

Тогда максимальная длина линзы  $L$  от первой микроструктуры до фокуса, определяемого как  $A(L)=0$ , следующая:

$$L \approx \frac{0,9a_0}{\sqrt{\delta_1/\chi}} \quad (5.28)$$

В общем случае сумма в уравнении (5.26) неограниченно возрастает при приближении к фокусу, поскольку знаменатель  $A(z)$  в (5.25) приравнивается к нулю в фокусе, т.е. последний преломляющий элемент становится бесконечно малым.

В параксиальном приближении можно ограничить длину линзы, когда преломляющая микроструктура, которой соответствует высота минимального треугольника  $\Delta x_{\min}$ , ещё технически воспроизводима, оставив в ряду лишь  $K$  слагаемых, задающих точность расчёта ряда (5.26). Высота треугольного сечения  $\Delta x(z)$  меняется аналогично, если в (5.26) величину  $A(z)$  заменить на  $\Delta x(z)$ , как было оговорено ранее.

В качестве примера на рисунке 5-20 показаны отдельные микроструктуры (представляющие преломляющие элементы двух субмассивов) мозаичной полимерной линзы с параболическим и линейным профилем, выполненные методом глубокой рентгенолитографии в устойчивом к ионизирующему излучению материале SU-8.

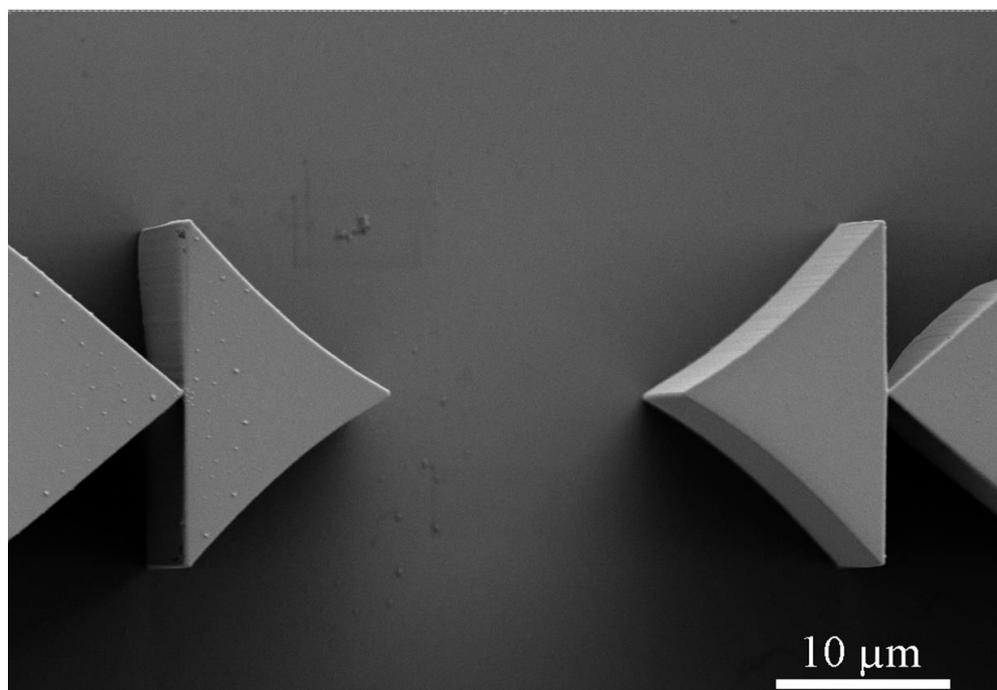


Рисунок 5-20. Электронно-микроскопическое изображение микроструктур преломляющей рентгеновской линзы с адиабатическим сужением. Микроструктуры высотой 120 мкм имеют высоту 15 мкм в треугольном сечении.

Если потребовать постоянства размеров в сечении призм вдоль оптической оси линзы, то условие для апертуры каждого ряда (уравнение 5.24) сведётся к следующему:

$$A(0) - \int_0^z dz \int_0^z \frac{d\psi \cdot dz}{a_0} = A(z) \quad (5.29)$$

Характеризация распространения волны, подчиняющейся условию (5.29), подробно дана в [105] для т.н. непрерывно преломляющей линзы. Общее решение уравнения (5.29) есть:

$$A(z) = a_0 \cos\left(\sqrt{\delta} \frac{z}{a_0}\right) \quad (5.30)$$

Это периодическая функция в отличие от функции, описываемой суммой (5.26). Из (5.30) следует минимальная длина непрерывно преломляющей линзы [105]:

$$L_{sil} = \frac{\pi a_0}{2\sqrt{\delta}} \quad (5.31),$$

которая больше, чем длина линзы с адиабатическим сжатием (см. 5.28) потому, что, как правило,  $\chi \ll 1$ .

### 5.2.2. Оптические характеристики линзы с упорядочением по правилу мозаики адиабатически меняющихся в размере преломляющих элементов

В приближении геометрической оптики величину пропускания излучения  $T$  адиабатической линзой с мозаичным упорядочением элементов можно определить как  $T = \frac{A_3}{2a_0}$ . Если входная апертура  $A(z)$  и апертура каждого ряда

$\Delta x(z)$  уменьшаются по адиабатическому закону с ростом  $z$ , эффективную апертуру  $A_3$  массива преломляющих элементов линзы можно вычислить, используя

парциальные пропускания каждого ряда. После суммирования по количеству рядов в линзе, равному отношению  $a_0/\Delta x_0$ , эффективная апертура:

$$A_s(z) = 2 \int_0^{\Delta x(z)} \sum_n^{a_0/\Delta x_0} t_n(x, z) dx = 2 \int_0^{\Delta x(z)} t(x, z) dx \quad (5.32)$$

где  $t(x, z)$  парциальное пропускание на участке от начала линзы до координаты  $z$ :

$$t(x, z) = \exp\left[-\frac{\mu x^2 z}{a_0^2}\right] \frac{1 - \exp\left[-\frac{2\mu x z}{a_0}\right]}{1 - \exp\left(-\frac{2\mu x \cdot \Delta x_0 z}{a_0^2}\right)},$$
 а парциальное пропускание  $n$ -го ряда

$$t_n(x, z) = \exp\left[-\frac{\mu z}{a_0^2}(x^2 + 2nx\Delta x)\right]$$

Из определения (5.32) и вида подынтегральной функции следует, что эффективная апертура  $A_s(z)$  увеличивается неограниченно с увеличением геометрической апертуры, а при разработке фокусирующей оптики желательно получить максимальный эффект на минимальной длине линзы. Поэтому оптимальная эффективная апертура может быть оценена путём анализа приращения парциального пропускания  $t(x, z)$ . Например, уменьшение пропускания линзы на 10% от максимального наблюдается при величине входной апертуры каждого ряда  $\Delta x_0 = \sqrt[3]{107\delta a_0/\mu^2}$ .

Числовая апертура  $NA$  в некотором сечении на расстоянии  $z$  от входа в линзу может быть определена как  $NA = \sin \theta$ , где  $tg \theta = \frac{dP(z)}{dz} = t[x(z), z] \frac{d[\Delta x(z)]}{dz} + \int_0^{\Delta x(z)} \frac{\partial t(x, z)}{\partial z} dx$ . Если опустить второе слагаемое, которое описывает потери излучения за счёт фотоэлектрического поглощения и существенно меньше первого слагаемого, тангента углового акцептанса:

$$\tan \theta(z) = \frac{2\Delta x_0}{z} \sqrt{\frac{\delta_1}{\chi}} \exp\left[-\frac{0.9\mu \cdot \Delta x_0^2 r}{a_0 \sqrt{\delta_1/\chi}}\right] \frac{1 - \exp\left[-\frac{1.8\mu r \Delta x_0}{\sqrt{\delta_1/\chi}}\right]}{1 - \exp\left(-\frac{1.8\mu r \cdot \Delta x_0^2}{a_0 \sqrt{\delta_1/\chi}}\right)} \sum_{k=1}^K c_k k (0.9r)^{2k} \quad (5.33)$$

где  $r = z/L_{lens}$  и  $\Delta x_0 = \Delta x(z=0)$ .

Принимая во внимание согласно [35] критерий Рэлея, размер фокуса  $D$ , ограниченный дифракцией рентгеновских лучей, согласно (5.33) составил  $28,6\text{Å}$ , что близко к  $22,1\text{Å}$  - результату, полученному численно Шроером в работе [35] для адиабатической линзы с киноформным профилем. Некоторое превышение можно объяснить неоптимальным выбором величины входной суб-апертуры  $\Delta x_0$ , обеспечивающей пропускание излучения на 10% меньше максимально возможного.

На базе технологии рентгенолитографии [62] массив микроструктур с реалистичными геометрическими размерами может быть реализован, как показано на рисунке 5-20. При этом размер фокуса, рассчитанный с учётом вышеназванной технологии для различных материалов, представлен на рисунке 5-21. Основываясь на том факте, что влияние фотоэлектрического поглощения на

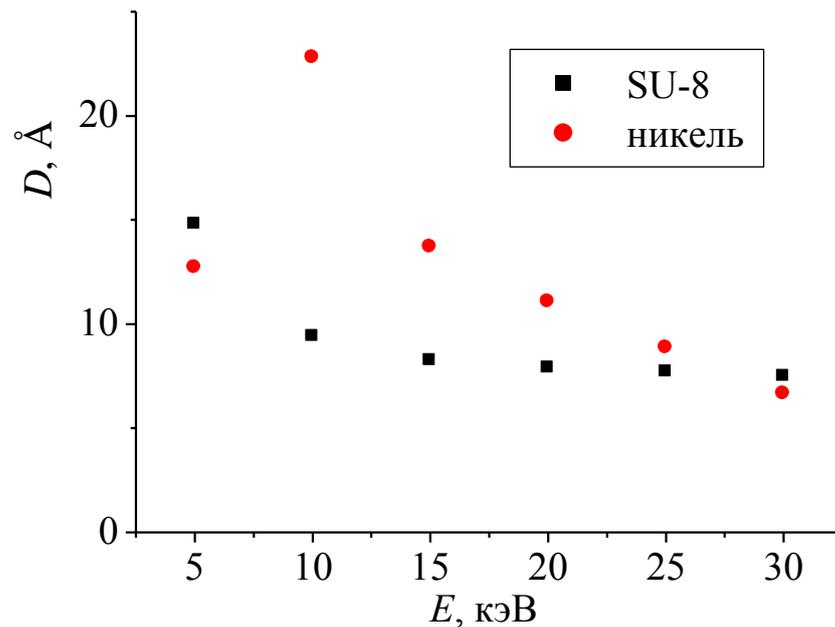


Рисунок 5-21. Расчётный размер фокуса в зависимости от энергии фотонов для мозаичной линзы с адиабатическим сужением, выполненной из никеля и полимерного материала SU-8.

выигрыш интенсивности в фокусе линзы уменьшается при переходе от непрерывного параболического профиля к кусочно-непрерывному - мозаичному,

декремент показателя преломления приобретает большее влияние на эффективную апертуру линзы и её числовую апертуру. Числовая апертура такой линзы больше, чем числовая апертура линзы, ограниченной поглощением в материале, что позволяет отодвинуть величину дифракционного предела в сторону уменьшения.

Следует отметить, что здесь, как и ранее, не учитывались вторичные эффекты - рассеяние рентгеновского излучения в материале линзы и рентгенофлуоресценция материала линзы, которые создадут пьедестал в распределении интенсивности потока квантов в фокусе линзы.

Выигрыш  $G$  в фокусе, определяемый как  $G = A_s/D$ , существенно возрастает вследствие уменьшения размера фокуса. Например, при входной апертуре линзы в 20 мм можно ожидать выигрыш в фокусе до  $10^7$  для линз, выполненных из полимерного материала SU8 и никеля в вышеуказанном интервале энергий квантов.

### 5.3. Монохроматизация рентгеновского излучения

#### 5.3.1. Предварительные замечания

Преломляющие рентгеновские линзы избирательно фокусируют рентгеновское излучение по отношению к энергии квантов вследствие энергетической зависимости декремента показателя преломления материала. В результате в фокус попадает, в основном, излучение из определённого диапазона энергий, кванты же с другими энергиями фокусируются либо до расчётной фокусной плоскости, либо позади неё, поэтому их количество в актуальном фокусе не велико.

Действительно, поперечное смещение рентгеновского луча, прошедшего сквозь  $m \times n$  призм, где  $n$  – номер ряда,  $m$  – количество призм в первом ряду:

$$2nm\delta(\lambda_d)F\text{tg } \alpha = hn \quad (5.34)$$

здесь  $\lambda_d$  - длина волны, на которую рассчитана линза и которой соответствует фокусное расстояние  $F$ . При отклонении от  $\lambda_d$  на  $\Delta\lambda$  декремент показателя

преломления  $\delta(\lambda_d + \Delta\lambda) = \delta(\lambda_d) + \frac{d\delta(\lambda)}{d\lambda} \Delta\lambda$ . Подставляя данное разложение, а также определение (5.2) в (5.34) и, учитывая, что вдали от краёв поглощения материала зависимость декремента показателя преломления от длины волны:  $\delta(\lambda) \propto \lambda^2$ , спектральную ширину полосы излучения, приходящего в фокус размером  $h$ , можно вычислить как:

$$\Delta\lambda = \frac{\lambda_d}{2n} \quad (5.35)$$

Таким образом, с ростом номера ряда спектральная полоса сужается, и для освещения фокуса излучением желаемого диапазона длин волн достаточно геометрически (с помощью щели) выделить требуемый участок апертуры линзы.

### 5.3.2. Экспериментальное исследование монохроматизации

Монохроматизацию рентгеновских лучей изучали вблизи энергии квантов 15,8 кэВ, на которую была рассчитана полимерная мозаичная рентгеновская линза, как описано в работе [143]. Геометрическая апертура линзы имеет величину 2,9 мм (см. Таблицу 5.1).

Схема собранного на её базе монохроматора представлена на рисунке 5-22. Линза ориентирована в вертикальной плоскости и облучается через щель шириной 100 мкм по горизонтали и 2 мм по вертикали. На линзу из поворотного магнита источника СИ АНКА падал пучок излучения с характеристической энергией 6,25 кэВ, причём мягкая часть спектра подавлялась алюминиевым фильтром (так как в противном случае была бы поглощена линзой), уменьшая тем самым тепловую нагрузку на линзу.

Энергетическое разрешение исследуемого монохроматора изучено путём варьирования величины выходной диафрагмы от 20 до 100 мкм, а также ширины бимстопа, блокирующего центральную часть луча, путём вариации диаметра вольфрамовой проволоочки.

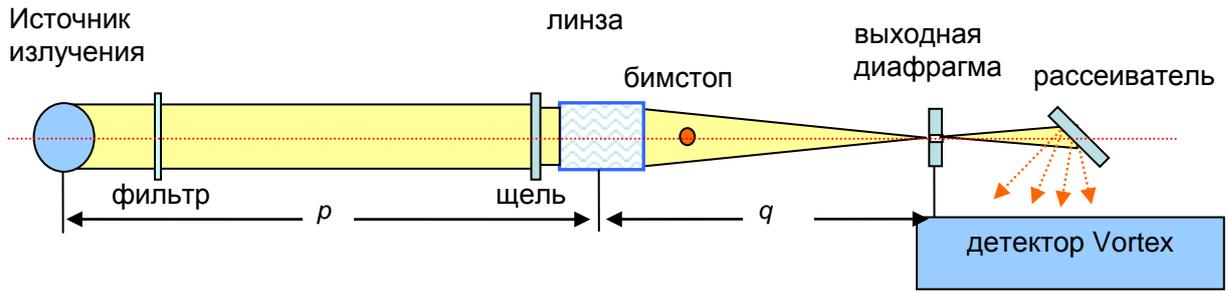


Рисунок 5-22. Схема рентгеновского монохроматора на базе преломляющей линзы, собранного на станции FLUO(АНКА). Для  $p=12$  м рабочий отрезок  $q = 550$  мм. Линза фокусирует луч СИ в вертикальной плоскости. Фильтр: 500 мкм бериллия и 250 мкм алюминия.

Диапазон энергий принимаемых квантов измеряли либо с помощью энергодисперсионного детектора либо с помощью монохроматора и PIN - диода. С целью защиты энергодисперсионного детектора от попадания прямого пучка СИ, анализировалось излучение, рассеянное металлической фольгой, поток фотонов на которую был селектирован с помощью диафрагмы. В качестве рассеивателя использованы фольги из серебра и индия, спектры которых содержат главным образом компоненту упругого рассеяния, а линии флуоресценции с  $K$  и  $L$  орбит лежат вне актуального энергетического диапазона. Энергетические спектры, содержащие рассеянную и флуоресцентную компоненты, записывали посредством энергодисперсионного кремниевого дрейфового диодного детектора Vortex. Энергетическое разрешение детектора составило 205 эВ при энергии фотонов 15,8 кэВ.

На рисунке 5-23 приведёно спектральное распределение рассеянного излучения, включая пик упругого рассеяния при энергии падающих квантов 15,7 кэВ от индиевой фольги, измеренный после диафрагмы размером 20 мкм и бимстопа различной ширины, а также в отсутствии бимстопа в условиях облучения мозаичной линзы «белым» пучком СИ. Энергетическое разрешение для каждого случая представлено в Таблице 5.3.

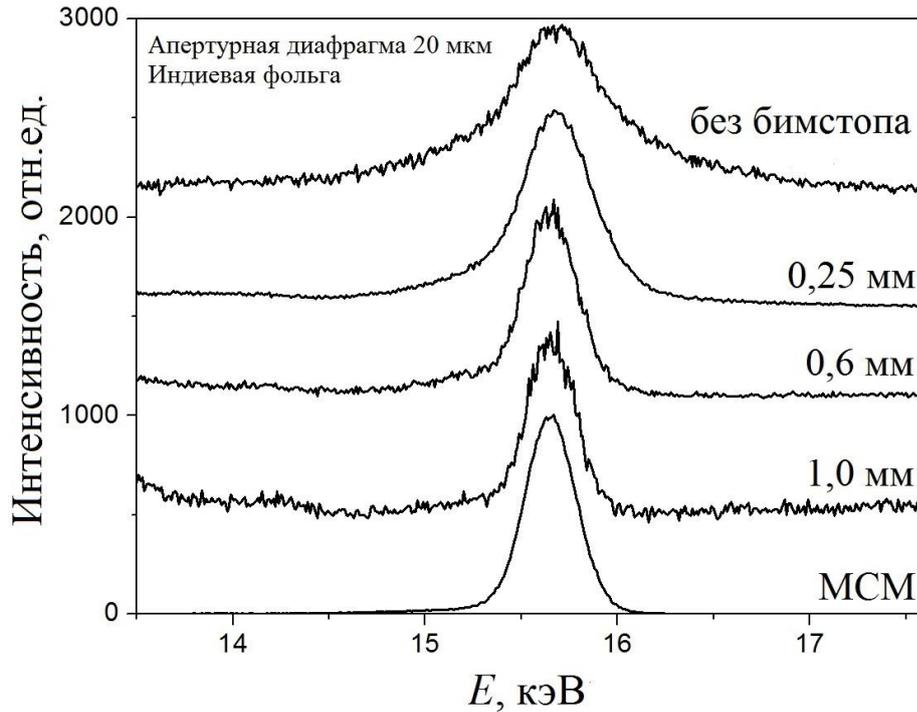


Рисунок 5-23. Спектральная зависимость интенсивности рассеяния от индиевой фольги, измеренная энергодисперсионным детектором в конфигурации: белый пучок, мозаичная линза, бимстоп диаметром 250, 600 и 1000 мкм, а также без бимстопа, диафрагма диаметром 20 мкм, рассеиватель. Приведён также спектральный поток квантов после монохроматора, изготовленного на базе многослойных зеркал (МСМ). Результаты нормированы на максимум. Ширина измеренных спектральных распределений представлена в Таблице 5.3.

Таблица 5.3 - Измеренная ширина полосы излучения после линзы, бимстопа и диафрагмы, а также монохроматора на базе двух многослойных зеркал.

Диаметр проволочки, мкм	Ширина энергетического распределения на рисунке 5-23, эВ	Ширина энергетического распределения с учётом условий эксперимента, эВ	Теоретическая ширина энергетического разрешения, эВ
0	626	591	1054
250	418	372	399
600	319	244	266
1000	288	202	205
Монохрома тор	309	230	221

Таким образом, оптимизированная ширина полосы 1,8% для монохроматора на основе мозаичной линзы близка к ширине полосы (2%) стандартного монохроматора на базе многослойных зеркал.

Оценки ширины энергетической полосы линии с использованием формулы (5.35) при ширине щели 20 мкм близки к экспериментальным значениям (см. Таблицу 5.3) за исключением случая без бимстопа вследствие существенно неоднородного распределения освещённости на входе в линзу. Найденная из эксперимента величина  $\Delta E/E = 1,41 \times 10^{-2}$  для многослойного монохроматора соответствует его паспортной величине  $1,4 \times 10^{-2}$ .

По результатам исследования монохроматора можно сделать следующие выводы [143]:

- благодаря относительно большой числовой апертуре линза обладает меньшей глубиной резкости, поэтому энергия квантов, рассеянных за линзой вблизи оптической оси зависит в основном от координаты вдоль оптической оси, формируя более узкую ширину полосы при введении в пучок апертурной диафрагмы. Таким образом, в целях получения монохроматического пучка предпочтительны линзы с увеличенной апертурой, что подтверждается равенством (5.35);

- монохроматический пучок после монохроматора, реализованного на базе преломляющих линз, может быть использован для различного типа экспериментов, в которых объекты предпочтительно располагать на оптической оси пучка. Можно отказаться от апертурной диафрагмы, если объект по размеру меньше фокуса, либо в эксперименте используется детектор с пространственным разрешением;

- может быть интересным приложение вышеуказанного монохроматора, если требуется большой поток квантов и подстраиваемая ширина полосы. Тогда за диафрагмой можно наблюдать эффект от воздействия на объект квантов различных энергий. Причём кванты более высокой энергии являются возбуждающими, а кванты более низкой энергии – детектирующими, например, в случае исследования состояния более высоких уровней атома после Оже-эффекта;

- поскольку монохроматизация в данном случае базируется на преломлении рентгеновских лучей, отсутствуют более высокие порядки энергий, которые возникают в периодическом монохроматоре, поэтому не требуются дополнительные устройства для их подавления;

- по сравнению с монохроматором на кристаллах, где ширина полосы фиксирована, а также присутствуют особенности отражения вблизи краёв поглощения, монохроматор на полимерных преломляющих линзах позволяет увеличить энергетическую ширину полосы практически в любом энергетическом интервале, поскольку края поглощения атомов органических соединений лежат вдали широко используемого диапазона энергий;

- следуя по пути дальнейшей модернизации, линза может быть оснащена набором варьируемых щелей и бимстопов, размещаемых на различных расстояниях от линзы и обеспечивающих выделение различных энергий из спектра;

- монохроматор на базе преломляющих линз может быть модифицирован в дальнейшем заменой 1D-линзы на 2D-линзу, описанную в работе [152]. Это обеспечит большой поток фотонов в фокусе;

- важным приложением монохроматора на базе преломляющих линз является рентгеновская микрофлуоресценция и микроскопия в жёстком рентгеновском диапазоне – техники, для которых предпочтительно иметь сходящийся рентгеновский луч;

- повышение энергии монохроматора до 100 кэВ и более может быть реализовано с использованием линз, изготовленных из материалов с более высоким декрементом показателя преломления, таких как никель или золото [157].

### 5.3.3. Модель полихромной линзы

При облучении преломляющей линзы плоской волной с широким спектром в фокус попадает всё меньше квантов с периферии вследствие увеличения дисперсии к краям линзы согласно (5.35). С учётом пропускания излучения  $n$ -м

рядом согласно (5.11), спектральный поток в фокус квантов, прошедших сквозь  $n$ -й ряд линзы:

$$P_n(\lambda) \propto \lambda_d \frac{1 - \exp(-2\mu n m h \tan \alpha)}{2\mu n^2 m \tan \alpha} \quad (5.36)$$

Для повышения мощности излучения, попадающего в фокус линзы, предлагается оптимизация количества преломляющих элементов в каждом ряду, корректирующая падение спектрального пропускания линзы к периферии. Также следует учесть, что на входной апертуре линзы спектральная освещённость может быть неоднородна, что характерно для синхротронного излучения.

Действительно, пространственно-энергетическое распределение СИ в вертикальной плоскости  $I(\lambda, \psi)$  имеет явно выраженный максимум, и спектр излучения варьируется в зависимости от координаты  $y$  по вертикали: здесь  $\lambda$  – длина волны, а  $\psi$  – угол в вертикальной плоскости [158].

Поскольку фокусное расстояние  $F$  для  $n$ -го ряда в приближении тонкой линзы:

$$F = \frac{\sum_n h_n}{2N_n \delta(\lambda_{\max, \psi_n}) \operatorname{tg}(\alpha_n)} \quad (5.37),$$

является постоянной величиной, следует согласовать величину декремента показателя преломления и геометрические параметры линзы. Здесь учтено, что  $n$ -

й ряд линзы виден из источника излучения под углом  $\psi_n = \frac{\sum_n h_n}{L}$  (как показано на рисунке 5-24),  $h_n$  – высота треугольника в сечении призм  $n$ -го ряда,  $\delta[\lambda_{\max}(\psi_n)]$  – декремент показателя преломления для длины волны, соответствующей максимуму спектральной освещённости при входе в линзу или поглощённого в детекторе (за линзой) излучения, приходящегося на  $n$ -й ряд линзы;  $\alpha_n$  – половинный угол при вершине в сечении треугольных призм (см. рисунок 5-3).

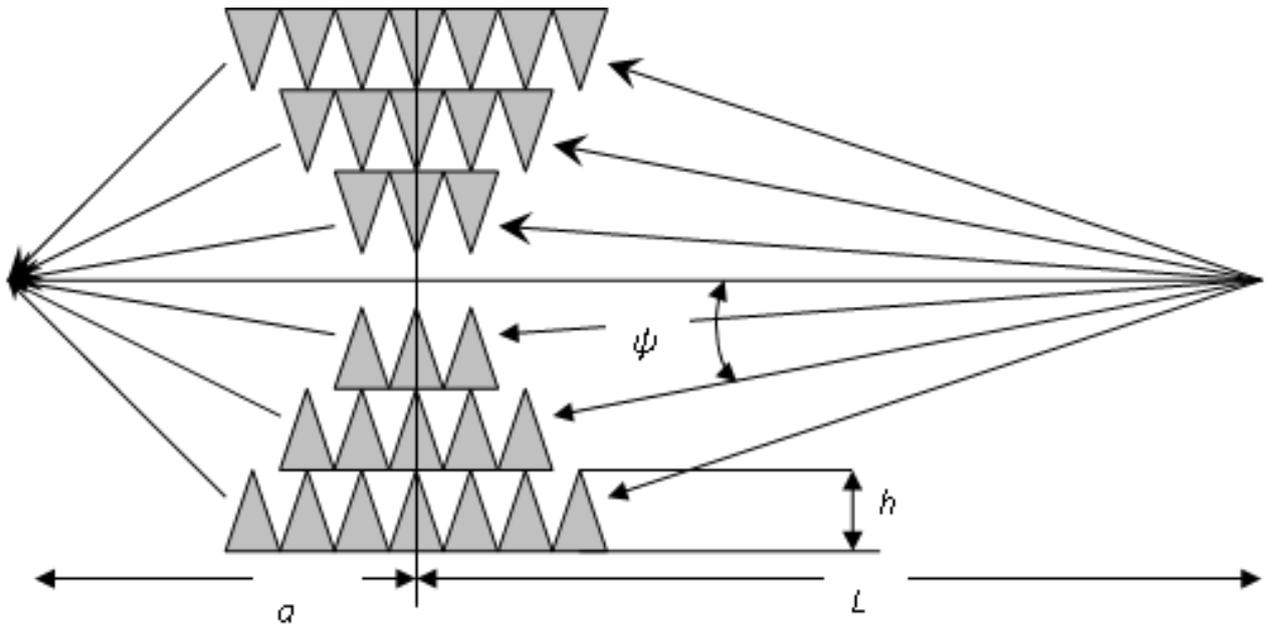


Рисунок 5-24. Схема полихромной преломляющей линзы с мозаичным упорядочением преломляющих элементов. Источник излучения – справа.

Длина волны  $\lambda_{\max}$  для каждого ряда линзы должна отвечать условию:

$$\frac{ds_n[\lambda_{\max}(\psi_n)]}{d\lambda} = 0 \quad (5.38)$$

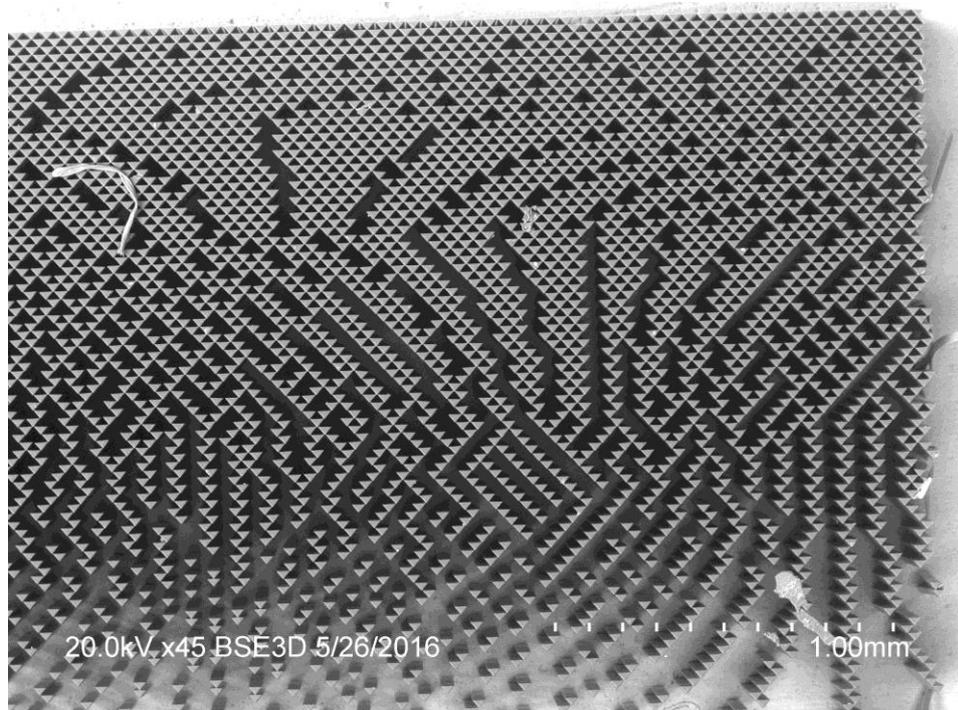
где поток излучения, приходящий в фокус из  $n$ -го ряда 1D-линзы:

$$s_n(\lambda) = \int_0^h dx I \left( \lambda, \sum h_n / L \right) \times \exp \left\{ -2x\mu N_n \operatorname{tg}(\varphi_n / 2) + \frac{[(h_0 / 2)^2 - (x - h_0 / 2)^2]}{F\delta(\lambda)} \right\} \times \exp \left[ -\mu_\phi(\lambda) d_\phi \right]^n \times \{ 1 - \exp \left[ -\mu_d(\lambda) d_d \right] \} \quad (5.39)$$

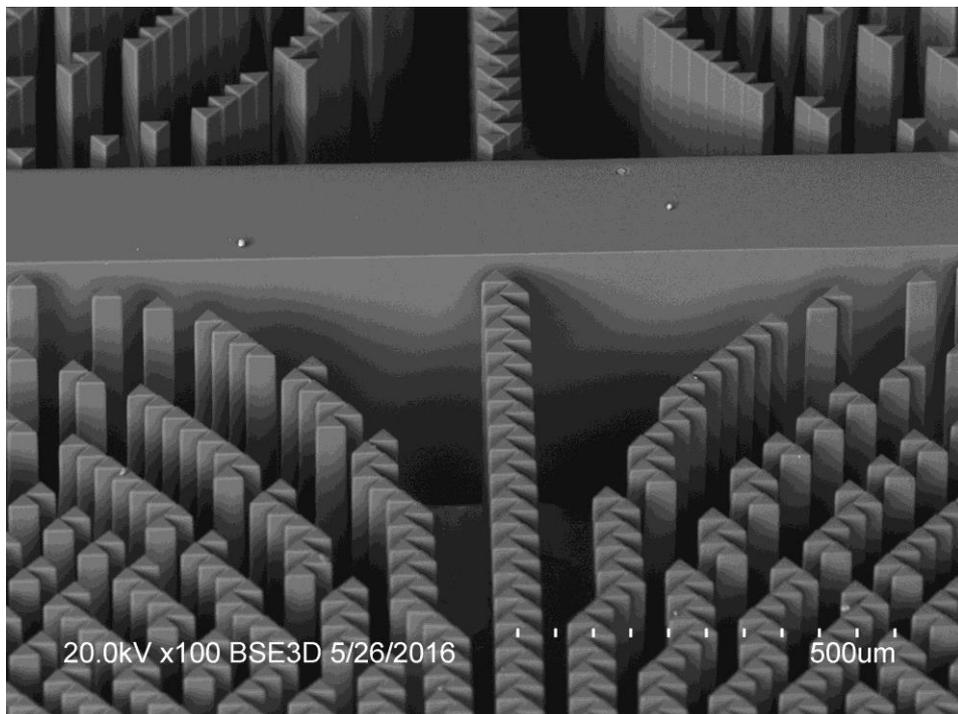
Здесь  $\mu_\phi(\lambda)$ ,  $d_\phi$ ,  $\mu_d(\lambda)$ ,  $d_d$  - коэффициент ослабления излучения фильтрами и чувствительным слоем детектора, а также толщина фильтров(окон) и чувствительного слоя детектора, соответственно.

Полихромная линза для фокусировки пучка рентгеновского излучения предложена в работе [159] для фокусировки СИ с «белым» спектром. В отличие от ранее описанной линзы с мозаичным упорядочением преломляющих элементов, в настоящей линзе геометрические параметры преломляющих структур и их количество варьируются от ряда к ряду. Спектр падающего на линзу излучения формируется с помощью бериллиевых окон общей толщиной 5800 мкм и алюминиевого фильтра толщиной 2000 мкм, подавляющих излучение с энергией квантов менее 20 кэВ, которые не дадут вклад в полезный сигнал. Для

повышения освещённости в фокусе в конструкцию линзы введён центральный нулевой ряд, не содержащий призм. Такая полихромная линза для фокусировки излучения на станции для исследования экстремального состояния вещества на источнике СИ ВЭПП-4 показана на рисунке 5-25.



а)



б)

Рисунок 5-25. Электронно-микроскопическая фотография фрагмента полихромной линзы: а) вид сверху; б) вид сбоку. Высота структур 1000 мкм.

На базе системы уравнений (5.37-5.39) и, принимая во внимание толщину кремниевого детектора 10 мм, рассчитаны геометрические параметры элементов линзы. При этом количество преломляющих элементов в каждом ряду оказалось меньше, чем без учёта спектрально-углового распределения, поскольку максимум спектра на периферии линзы смещается в сторону меньших энергий квантов.

На рисунке 5-26 представлен расчётный спектр пропускания линзы без оптимизации (см. раздел 5.1) и с оптимизацией. Небольшая разница между спектрами объясняется относительно высоким пропусканием преломляющих элементов при столь высокой энергии квантов, поэтому приращение спектральной мощности наблюдается именно на периферии линзы, где энергии квантов ниже но больше количество преломляющих элементов, как показано на рисунке 5-27.

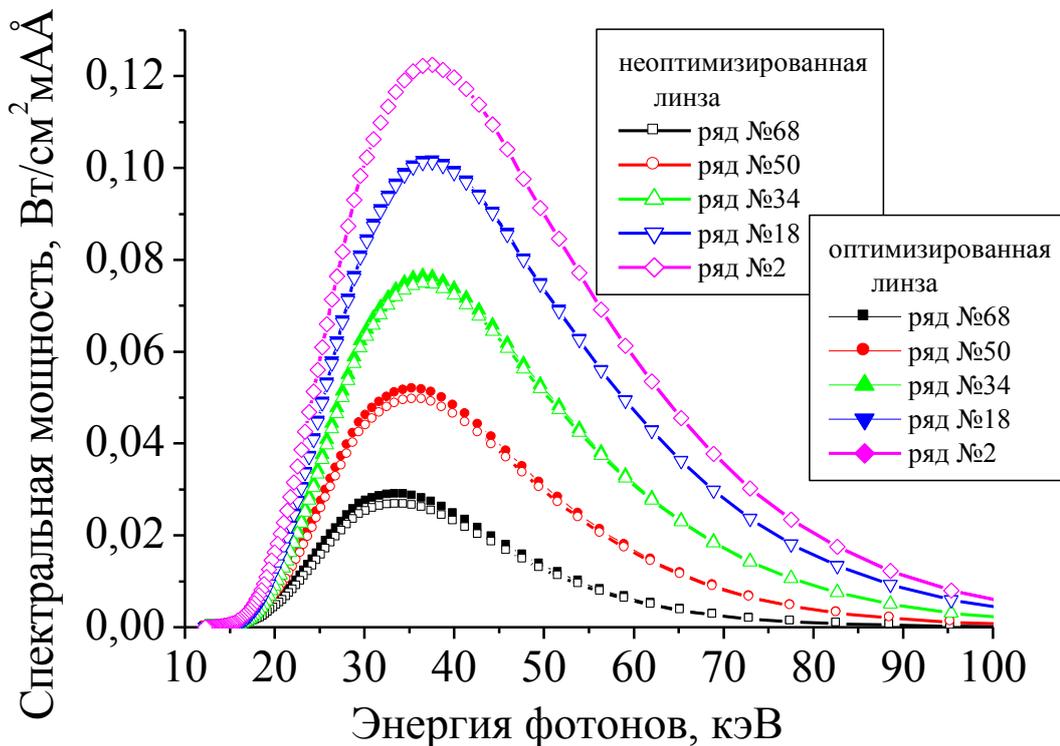


Рисунок 5-26. Рассчитанная для станции «Экстремальное состояние вещества, установленной на канале №8 источника СИ ВЭПП-4, спектральная освещённость на детекторе для линзы без оптимизации и с оптимизацией количества преломляющих элементов.

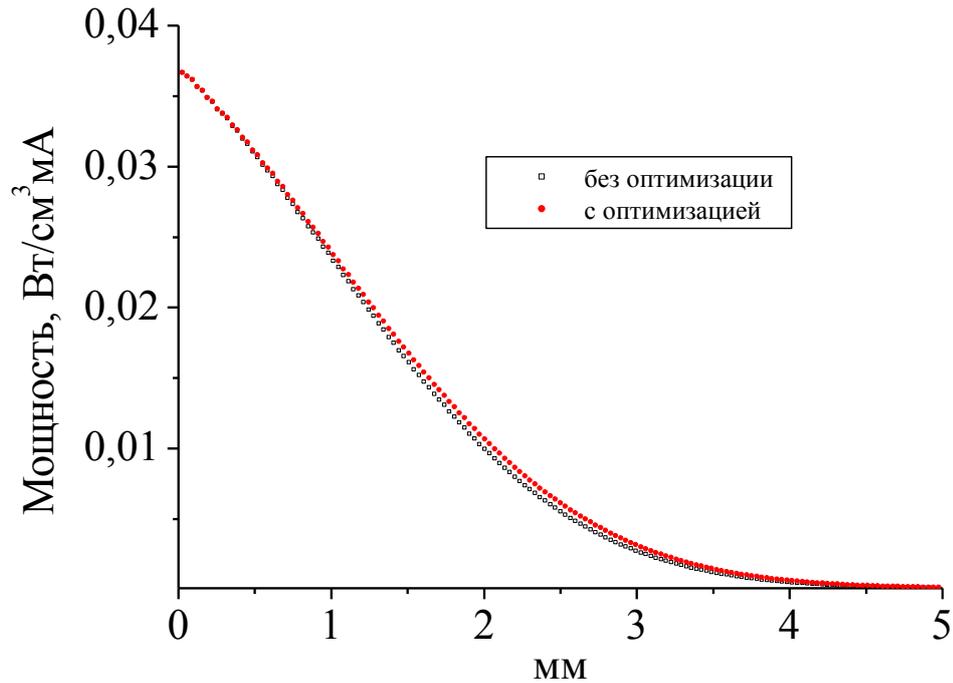


Рисунок 5-27. Расчётное распределение в вертикальной плоскости поглощённой в детекторе мощности излучения после линзы без оптимизации и с оптимизацией количества преломляющих элементов.

Из рисунка 5-27 видно, что спектр излучения меняется мало с изменением азимутального угла. Поскольку количество преломляющих элементов невелико, выигрыш в интенсивности от оптимизации количества микропризм в данном случае незначительный. Однако, в диапазоне энергий квантов в несколько килоэлектронвольт, где сечение фотоэлектрического поглощения значительно больше, выигрыш от оптимизации количества элементов может стать более существенным.

Описываемый в подразделе 5.3.1. принцип монохроматизации основан на дисперсии излучения широкого спектра и сепарации узкого луча с актуальной энергией квантов диафрагмой, находящейся за линзой. При этом излучение с другими энергиями квантов распределено в более широкой области, в соответствии с большей (или меньшей) величиной дисперсией для других энергий квантов согласно (5.35). Рассчитанное на базе данного принципа распределение мощности излучения в плоскости объекта вблизи оптической оси

для разработанной полихромной линзы с учётом хроматизма декремента показателя преломления в актуальной области энергий квантов приведено на рисунке 5-28. Как видно из рисунка 5-28, дисперсия излучения, прошедшего сквозь ряды с малым  $n$ , минимальна, поэтому максимум интенсивности прошедшего сквозь линзу излучения сконцентрирован вблизи фокуса. Благодаря этому в узкой области в окрестности фокуса может быть достигнут значительный выигрыш. (На рисунке 5-28 не показано распределение излучения для  $n = 0$ ). Какая часть излучения сконцентрирована вблизи фокуса можно определить с помощью графического представления, приведённого на рисунке 5-29, где показана расчётная зависимость мощности излучения в околофокусной области шириной  $w$ , симметрично расположенной относительно оптической оси. Например, в области  $w$  шириной 200 мкм сконцентрировано около 25% всей мощности излучения, что в 3 раза превышает мощность падающего на этот участок первичного пучка СИ.

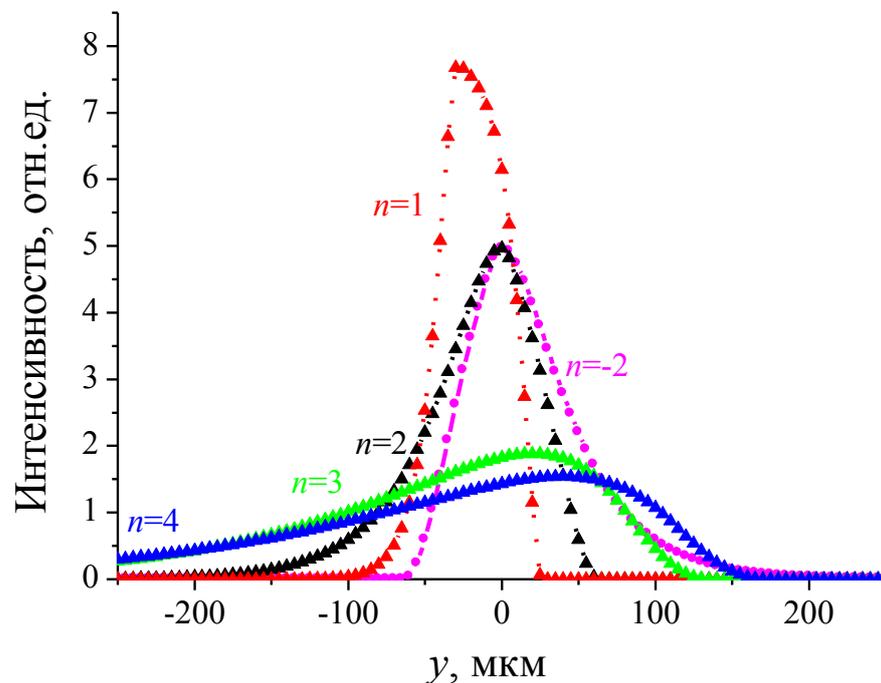


Рисунок 5-28. Распределение мощности СИ за полихромной линзой вблизи фокуса. Центр тяжести распределения интенсивности суб-лучей после рядов с  $n=1$  до  $n=4$  лежит по одну сторону от оптической оси, а для  $n=-1$  - по другую сторону оптической оси, проходящей через координату  $y=0$ .

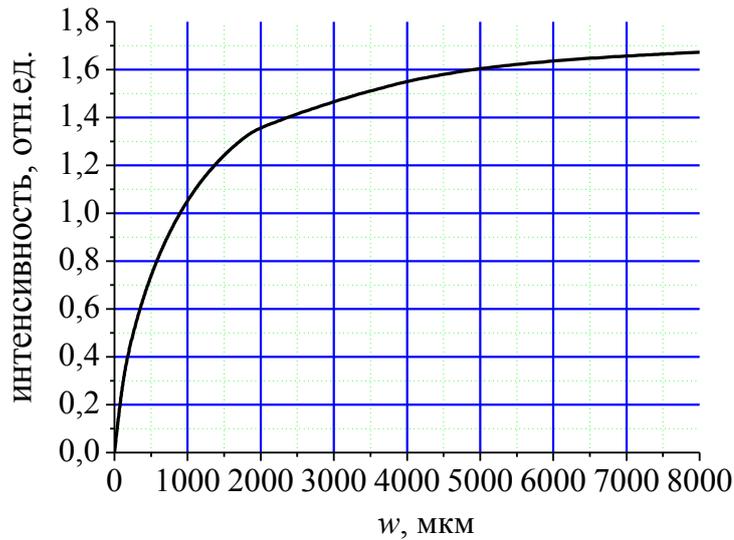


Рисунок 5-29. Мощность излучения за линзой в плоскости объекта вблизи оптической оси в горизонтально ориентированной полосе шириной  $w$ .

Вклад в фокус излучения, прошедшего сквозь периферийные ряды, даёт увеличение выигрыша в интенсивности в фокусе. В то же время, поскольку дисперсия квантов низких энергий выше, чем высоких энергий, это позволяет отстроиться от первых, используя относительно узкую щель, как показано расчётом (см. рисунок 5-30) и продемонстрировано экспериментально в подразделе 5.3.2.

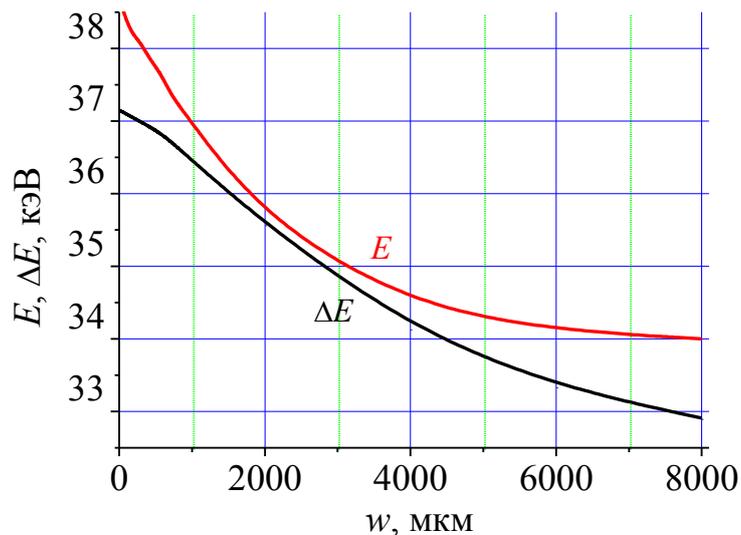


Рисунок 5-30. Расчётная средняя энергия квантов и ширина энергетической полосы в плоскости объекта в окрестности оптической оси в полосе шириной  $w$  по вертикали на канале №8 источника СИ ВЭПП-4.

Таким образом, несмотря на хроматизм декремента показателя преломления, преломляющая рентгеновская оптика с кривизной преломляющих элементов, выполненной по параболическому закону, демонстрирует способность концентрировать полихроматическое излучение в фокусе, причём пятимиллиметровая геометрическая апертура разработанной линзы перекрывает весь пучок СИ (в диапазоне актуальных энергий квантов) по вертикали. Поэтому полихромная рентгеновская оптика представляет практический интерес и может быть востребована, поскольку источники рентгеновского синхротронного излучения, как и рентгеновские трубки генерируют рентгеновское излучение в широком энергетическом диапазоне.

#### 5.4. Выводы к Главе 5

В целях повышения акцептанса предложена преломляющая линза с минимизированным поглощением, формируемая путём удаления пассивного материала и упорядочения отдельно стоящих преломляющих элементов в ряды с различным интервалом, обеспечивающим необходимое количество элементов на длине линзы, напоминая своим оранментом мозаику. Проведено математическое моделирование предложенной линзы в геометрии, которая адаптирована к функции распространения излучения в линзе, т.н. полуadiaбатическое приближение. Как следует из математической модели, при пренебрежении вкладом в интенсивность в фокусе периферийных рядов, эффективная апертура линзы зависит от количества рядов, в которые сгруппированы преломляющие элементы, по логарифмическому закону.

Найдено аналитически, что размер фокуса мозаичной линзы формируется из двух слагаемых: одно из них является результатом интерференции когерентного, преломлённого без поглощения линзой излучения, возникновение второго слагаемого – следствие сужения преломляющих элементов и рассеяния излучения

шероховатой преломляющей боковой поверхностью. Вторая компонента может быть минимизирована усовершенствованием технологии.

Расчёты показывают, что благодаря увеличению акцептанса линза, где преломляющие элементы упорядочены в большое количество рядов, может собирать рентгеновские лучи в фокус размером в несколько нанометров. Чтобы компенсировать набег фазы в каждом ряду, возникающий после удаления пассивного материала, в каждый ряд линзы должны быть введены компенсирующие элементы таким образом, чтобы результирующий фазовый декремент остался эквивалентным исходному непрерывному параболическому профилю.

Экспериментально продемонстрировано, что поглощение материала не играет такой важной роли при увеличении размера апертуры, как это имеет место для линз с непрерывным параболическим профилем, что позволяет уменьшить величину дифракционного предела. Характерно, что угловой акцептанс мозаичной линзы может в несколько раз превышать угол полного внутреннего отражения, определённый для материала линзы.

Подтверждено экспериментально, что фокусное расстояние изменяется с энергией по параболическому закону аналогично тому, как это имеет место для линзы с непрерывным параболическим профилем.

Расчёты показывают, что акцептанс полимерных 2-D линз может в тысячи раз превышать акцептанс линз с непрерывным параболическим профилем. Экспериментально достигнута величина эффективной апертуры свыше  $600 \times 600$  мкм и выигрыш в фокусе 176 при размере фокуса  $46 \times 46$  мкм для энергии квантов 12 кэВ, причём распределение интенсивности в фокусе имеет вид функции Гаусса.

Для увеличения акцептанса линзы с мозаичной компоновкой при энергиях квантов более 70 кэВ предложено формировать преломляющие элементы из лёгких материалов для размещения их в средней части линзы, а из средних и тяжёлых материалов, размещая их на периферии.

Дальнейший прогресс в направлении увеличения акцептанса предлагается осуществить посредством увеличения числовой апертуры мозаичной линзы. Это предложение можно реализовать путём адиабатического сжатия рентгеновского пучка, когда благодаря искривлённой по закону первого и второго порядков преломляющей поверхности боковых стенок происходит одновременная концентрация как отдельных суб-лучей относительно оптической оси каждого ряда преломляющих элементов, так и всего пучка суб-лучей относительно оптической оси всей мозаичной адиабатической линзы. Предложена математическая модель такой линзы. Ожидаемый размер фокуса в несколько раз больше длины волны излучения, а выигрыш в интенсивности в фокусе - до  $10^7$ .

На базе мозаичных преломляющих линз разработан компактный монохроматор рентгеновского излучения. Показано, что энергетическое разрешение монохроматора улучшается с увеличением числовой апертуры линзы и уменьшением величины диафрагмы на выходе. Экспериментально достигнутая энергетическая ширина полосы  $\Delta E/E = 1,8 \times 10^{-2}$  при базовой энергии фотонов 15,8 кэВ хорошо согласуется с расчётом. Энергетическое разрешение монохроматора может быть легко варьируемо подбором величины апертурной диафрагмы и ширины бимстопа.

Вследствие возрастающей с номером ряда дисперсии рентгеновского излучения энергетический диапазон освещённости в фокусе линзы сужается, всё больше ограничивая поток квантов. С целью повышения освещённости в фокусе мозаичной линзы предложена её модификация путём введения в дизайн центрального (нулевого, без поглощения) ряда и нелинейного принципа изменения количества преломляющих элементов от ряда к ряду, что ведёт к снижению потерь в линзе вследствие поглощения, с одной стороны, и снижению дисперсии по сравнению с исходным дизайном - с другой стороны. В результате ожидается трехкратное увеличение выигрыша в интенсивности в фокусе, рассчитанной для станции «Экстремальное состояние вещества», установленной на канале №8 источника СИ ВЭПП-4.

## 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  $10 \text{ \AA}$  (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 расходимостъ выходного пучка излучения менее 0,5 мкрад и выигрыш в интенсивности около 10.

## Рекомендации по использованию результатов и перспективы

В работе сделана попытка исследовать элементы и систем преломляющей рентгеновской оптики с помощью модельных структур, формируемых с субмикронной точностью (включая их относительное позиционирование) из хорошо структурируемого материала методом глубокой рентгенолитографии. Представляет интерес формирование нескольких различного типа элементов рентгеновской оптики на одной подложке (и выбранный метод структурирования это позволяет) в целях создания автономных различного назначения приборов с заданными техническими характеристиками.

Представляет интерес провести расчёт мозаичных линз с адиабатическим сужением в модели динамического рассеяния, чтобы выявить физические ограничения на размер фокуса.

Разработанные методики исследования с помощью сфокусированного пучка квантов, а также передачи изображения в рентгенооптическом диапазоне целесообразно использовать для решения задач биологии, медицины, исследования окружающей среды, электроники, микромеханики, микрогидравлики, радиолокации, для чего рекомендуется принять во внимание нижеследующее.

- важно продолжить исследования по созданию высококонтрастного резиста, не содержащего элементов с большим атомным номером, чтобы уменьшить эффекты рентгенолюминесценции и рассеяния первичного излучения.

- применение метода механической фиксации микроструктур с высоким аспектным отношением может найти широкое применение, если завершить исследования по введению металлов в поддерживаемую матрицу (например, электрохимическим методом).

Также интерес представляет дальнейшее развитие метода масс-спектрометрии летучих продуктов (первичных и вторичных) полимеров под действием рентгеновского синхротронного излучения, что может быть важно, в том числе, для решения задач при исследовании космоса.

### **Перечень сокращений**

ПШПВ – полуширина на полувысоте;

РЭМ – растровый электронно-микроскопический;

СИ – синхротронное излучение;

AFM (atomic force microscop) – туннельный микроскоп;

HARMs (high aspect ratio microstructures) – микроструктуры с высоким аспектным отношением;

r.m.s.(root mean square) – среденквadraticное отклонение;

XFM (X-ray fluorescence microscop) – рентгеновский флюоресцентный микроскоп;

## Благодарности

В заключение автор считает своим приятным долгом выразить глубокую признательность директору ЦКП «Сибирский центр синхротронного и терагерцевого излучения» академику Г.Н. Кулипанову за ценные советы, постоянный интерес к диссертации и неоценимую помощь при решении организационных вопросов.

Также автор благодарен сотруднику сектора 8-21 Е.Ф. Резниковой за подготовку и обработку облучённых резистивных слоёв со скрытым изображением рентгеновских линз, а также за помощь в проведении экспериментов с применением линз.

Автор признателен за успешное сотрудничество сотрудникам Института химии твёрдого тела и механохимии СО РАН Б.П. Толочко и У.В. Анчаровой – участникам совместных исследований по структурному анализу материала и обсуждению новых аспектов применения большеапертурных рентгеновских линз в жёстком рентгеновском диапазоне спектра.

Определённая часть работы по теме диссертации, связанная с созданием рентгенолитографических масок и рентгеновских линз, была выполнена в Институте микроструктурной техники (KIT Карлсруэ, Германия). Автор благодарен сотрудникам KIT профессору Ф.Зайле и доктору Ю.Мору за гостеприимство, понимание и плодотворное сотрудничество.

На различных этапах изготовления и при проведении экспериментов по изучению оптических свойств линз был задействован широкий круг лиц, всем им автор выражает свою искреннюю признательность.

## **Список иллюстративного материала**

Таблица 1.1. Параметры ультравысоких HARMs

Таблица 3.1. Геометрические параметры линз.

Таблица 3.2. Геометрические параметры мультилинз.

Таблица 5.1. Параметры массивов линз с мозаичным расположением элементов.

Таблица 5.2. Параметры 2D- линз с мозаичной упорядоченностью преломляющих элементов.

Таблица 5.3. Измеренная ширина полосы излучения после линзы, бимстопа и диафрагмы, а также монохроматора на базе двух многослойных зеркал.

**Цитированная литература**

1. Emma P., Akre R., Arthur J., Bionta R., Bostedt C., Bozek J., Brachmann A., Bucksbaum P., Coffee R., Decker F.-J., Ding Y., Dowell D., Edstrom S., Fisher A., Frisch J., Gilevich S., Hastings J., Hays G., Hering Ph., Huang Z., Iverson R., Loos H., Messerschmidt M., Miahnahri A., Moeller S., Nuhn H.-D., Pile G., Ratner D., Rzepiela J., Schultz D., Smith T, Stefan P., Tompkins H., Turner J., Welch J., White W., Wu J., Yocky G., Galayda J. First lasing and operation of an ångstrom-wavelength free-electron laser // Nature photonics. 2010. Vol.4. P.641-647.
2. Ishikawa T., Tamasaki K., Yabashi M., Goto S., Tanaka Y., Yamazaki H., Takeshita K.T., Kimura H., Ohashi H., Matsushita T., Ohata T. 1-km beamline at Spring-8 // Proceedings of SPIE. 2001. Vol.4145. P.1-10, doi:10.1117/12.411621
3. ESRF UPGRADE PROGRAMME - PHASE II (2015-2019), URL: <http://www.esrf.eu/files/live/sites/www/files/about/upgrade/documentation/white-paper-upgrade-phaseII.pdf>
4. Mimura, H., Yumoto H., Matsuyama S., Sano Y., Yamamura K., Mori Y., Yabashi M., Nishino Y., Tamasaku K., Ishikawa T., Yamauchi K. Efficient focusing of hard x rays to 25 nm by a total reflection mirror // Applied Physics Letters. 2007. Vol.90. P051903.
5. Yin G.-C., Song Y.-F., Tang M.-T., Chen F.-R., Liang K. S., Duewer F. W., Feser M., Yun W., Shieh H.-P. D. 30 nm resolution x-ray imaging at 8 keV using third order diffraction of a zone plate lens objective in a transmission microscope // Applied Physics Letters. 2006. Vol.89.P221122.
6. Kirkpatrick P. An approach to X-ray microscopy // Nature. 1950. Vol.166. P.251-253.

7. Spiller, E. Soft X-ray optics and microscopy in Handbook on Synchrotron Radiation, Vol.1: сборник статей / E.Spiller, ed.E.-E. Koch.- Amsterdam: North-Holland,1983.-1091-1129 p.
8. Underwood J.H., Attwood D.T. The renaissance of X-ray optics // Physics today. 1984. Vol.37. N.4. P.44-52.
9. Michette, A.G. Optical systems for soft X-rays: монография/A.Michette - New York: Plenum press, 1986. – 334 p.
- 10.Suehiro S., Miyaji H., Hayashi H. Refractive lens for X-ray focus // Nature. 1991. Vol.352.P.385-386.
- 11.Michette A. No X-ray lens // Nature. 1991. Vol.353. P.510.
- 12.Yang B.X. Fresnel and refractive lenses for X-rays // Nuclear instruments and methods in physics research A. 1993. Vol.328. P.578-587.
- 13.Dufresne E.M., Arms D.A, Clarke R., Pereira N.R., Dierker S.B., Foster D. Lithium metal for x-ray refractive optics // Applied physics letters. 2001. Vol.79.N.25.P.4085-4087.
- 14.Lengeler B., Schroer C.G., Benner B., Gerhardus A., Günzler T.F., Kuhlmann M., Meyer J., Zimprich C. Parabolic refractive X-ray lenses // Journal synchrotron radiation. 2002.Vol.9 .P119-124.
- 15.Artemiev A.N., Snigirev A., Kohn V., Snigireva I., Artemiev N., Grigoriev M., Peredkov S., Glikin L., Levtonov M., Kvardakov V., Zabelin A., Maevskiy A. Planar parabolic X-ray refractive lens made of glassy carbon // Nuclear Instruments and methods in physics research A. 2005. Vol.543.P.322-325.
- 16.Nöhammer B., Hozzowska J., Freund A., Somogyi A., Simionovichi A., David C. Focusing of hard X-rays using diamond and silicon refractive lenses // Journal de physique IV. 2003. Vol.104.P.223-226.
- 17.Lengeler B., Schroer C.G., Richwin M., Tümmeler J., Drakopoulos M., Snigirev A., Snigireva I. A microscope for hard x-rays based on parabolic compound refractive lenses // Applied physics letters. 1999. Vol.74.N.26. P.3924-3926.

18. Lengeler B., Schroer C.G., Kuhlmann M., Benner B., Günzler T.F., Kurapova O., Zontone F., Snigirev A., Snigireva I. Refractive x-ray lenses // Journal of physics D: Applied physics. 2005. Vol.38. P.A218-A222.
19. Cremer J.T., Piestrup M.A., Gary C.K., Pantell R.H. Large-aperture compound refractive lenses // Proceedings of SPIE. 2004. Vol.5194. P.62-89, doi:10.1117/12.514857
20. Snigirev A., Kohn V., Snigireva I., Lengeler B. A compound refractive lens for focusing high-energy X-rays // Nature. 1996. Vol.384. P.49-51.
21. Tomie T., Рентгеновская линза. Патент Японии. JP 1994-02-18 №45288.
22. Tomie T., Röntgenstrahlilinse. Патент Германии. DE 1995-08-24 №19505433.
23. Tomie T., X-ray lens. Патент США. US 1997-01-14 №5594773.
24. Tomie T., X-ray lens. Патент США US 1997-11-04 №5684852.
25. Аристов В.В., Шабельников Л.Г., Шулаков Е.В., Кузнецов С.М., Юнкин В.А., Григорьев М.В., Зайцев С.И., Рентгеновская оптика преломления // Поверхность. 1999. №.1. С.7-13.
26. Aristov V., Yunkin V., Shabel'nikov L., Kuznetsov S., Grigoriev M. X-ray Reflection Optics. Planar Kinoform Profiles // Surface Investigations 2001. Vol.16. P.113-119.
27. Snigireva I., Snigirev A., Rau C., Weitkamp T., Aristov V., Grigoriev M., Kuznetsov S., Shabelnikov L., Yunkin V., Hoffmann M., Voges E. Holographic X-ray optical elements: transition between refraction and diffraction // Nuclear instruments and methods in physics research A. 2001. Vol.467-468, part 2. P.982-985
28. Огнев Л.И., Дифракционный расчёт рентгеновской рефракционной киноформной линзы // письма в ЖТФ. 2005. т.31. вып.8. С.1-5.
29. Yan H. X-ray nanofocusing by kinoform lenses: a comparative study using different modeling approaches // Physical review B. 2010. Vol.81. P.075402.

30. Piestrup M.A., Pantell R.H., Cremer J.T., Beguiristain H.R. Compound refractive lens for X-rays, US Patent no.6269145, 2001-07-31.
31. Evans-Lutterodt K., Stein A., Ablett J.M., Bozovich N. Using compound kinoform hard X-ray lenses to exceed the critical angle limit // Physics review letters. 2007. Vol.99. P.134801-134804.
32. Aristov V., Grigoriev M., Kuznetsov S., Shabelnikov L., Yunkin V., Rau C., Snigirev A., Snigireva I., Weitkamp T., Hoffmann M., Voges E. Silicon planar refractive lenses with the optimized design // Nuclear instruments and methods in physics research A. 2001. Vol.470. P.131-134.
33. Jark W., Perennes F., Matteucci M., Mancini L., Montanari F., Rigon L., Tromba G., Somogyi A., Tucoulou R., Bohic S. Focusing hard X-rays with large kinoform lenses of mm size // 2004. Proceedings of SPIE. Vol.5539. P.59-72.
34. Snigireva I., Snigirev A., Kuznetsov S., Rau C., Weitkamp T., Shabel'nikov L., Grigoriev M., Yunkin V., Hoffmann M., Voges E. Refractive and diffractive X-ray optical elements // 2001. Proceedings of SPIE. Vol.4499. P.64-71.
35. Schroer C.G., Lengeler B., Focusing hard X-rays to nanometer dimensions by adiabatically focusing lenses // 2005. Physical review letters. Vol.94. P.054802.
36. Piestrup M.A. Large area X-ray and neutron imaging using three-dimensional arrays of microlenses // Review of scientific instruments. 2004. Vol.75. N.11. P.4769-4774.
37. Григорьев М.В. Планарные параболические линзы из кремния для жёсткого рентгеновского излучения: дис....канд.физ.-мат.наук: 05.27.01 / Григорьев Максим Валентинович.- Черноголовка, 2003. -146 с.
38. Kuhlmann M. Hard X-ray microanalysis with parabolic refractive lenses: diss. Dr.rer.nat., Kuhlmann Marion. – Aachen, 2004.- 96p.
39. Чуриков В.А. Резонаторы, концентраторы и мультилинзы для рентгеновского и вакуумного ультрафиолетового излучения: дис.

- ...канд.физ.-мат.наук: 01.04.05/ Чуриков Виктор Анатольевич. - Томск, 2004. – 171с.
- 40.Потловский К.Г. Рефракционные и дифракционные элементы для фокусировки синхротронного излучения: дис. ...канд.техн.наук: 01.04.07/ Потловский Кирилл Геннадьевич. – М., 2006. – 98с.
- 41.Simon M. Röntgenlinsen mit großer apertur: diss... Doktor der Ingenieurwissenschaften / Simon Markus. - Karlsruhe, 2010. – 107р.
- 42.Vogt H. Gerollte brechende Röntgenfolienlinsen: diss... Doktor der Ingenieurwissenschaften / Harald Vogt.- Karlsruhe, 2014. - 106р.
- 43.Поликарпов М.В. Алмазные преломляющие линзы для лазероподобных рентгеновских источников: дис. ...канд.физ.-мат.наук: 01.04.01/ Поликарпов Максим Валерьевич 01.04.01 - Калининград, 2016. – 148с.
- 44.Spears D.L., Smith H.I. X-Ray Lithography - a new high resolution replication process // Solid state technology. 1972. Vol.15, no.7. P.21-26.
- 45.Smith H.I. A model for comparing process latitude in ultraviolet, deep - ultraviolet, and x - ray lithography // Journal of vacuum science & technology B. 1988. Vol.6, no.1, P.346-349; doi: <http://dx.doi.org/10.1116/1.583994>.
46. Murata K., Theoretical studies of the electron scattering effect on developed pattern profiles in X-ray lithography // Journal of applied physics. 1985. Vol.57, no.2. P.575-580.
- 47.Ocola L.E., Cerrina F. Materials aspects of X-ray lithography // Materials Research Society Proceedings, Pittsburgh, Ed. G, K. Celler, J. R. Maldonado, 1993.No. 306. P.47-51.
- 48.Ueno T. X-ray lithography: in Microlithography – science and technology, 2nd ed. P.361-380: сборник статей / ed. K.Suzuki, B.W.Smith, - Boca Raton, London, New York: CRC Press, 2007. – 848 p.

49. Артамонова Л.Д., Глушкин Е.С., Краснопёрова А.А., Кулипанов Г.Н., Москалюк А.М., Назьмов В.П., Трахтенберг Э.М., Черков Г.А., Чесноков В.В. Установка для рентгеновской литографии на ВЭПП-2М // Отчёт о работах по использованию синхротронного излучения в ИЯФ СО АН СССР. – Новосибирск, 1981. – С.140-141.
50. Becker E.W., Ehrfeld W., Hagmann P., Maner A., Münchmeyer D. Fabrication of microstructures with high aspect ratios and great structural heights by synchrotron radiation lithography, galvanofforming, and plastic moulding (LIGA process) // *Microelectronic Engineering*. 1986. Vol.4, №1. P.35-56.
51. Feiertag G., Ehrfeld W., Lehr H., Schmidt A., Schmidt M. Calculation and experimental determination of the structure transfer accuracy in deep X-ray lithography // *Journal of Micromechanics and Microengineering*. 1997. Vol.7. P.323–331.
52. Ehrfeld W., Schmidt A. Recent developments in deep X-ray lithography // *Journal of Vacuum Science and Technology B*. 1998. Vol.16, no.6. P.3526–3534.
53. Lee K.Y., LaBianca N., Rishton S.A., Zolgharnain S., Gelorme J.D., Shaw J., Chang T.H.-P. Micromachining applications of a high resolution ultra thick photoresist // *Journal of Vacuum Science and Technology B*. 1995. Vol.13. P.3012–3016.
54. Bogdanov A.L., Peredkov S.S. Use of SU-8 photoresist for very high aspect ratio X-ray lithography // *Microelectronics Engineering*. 2000. Vol.53. P.493–496.
55. Mappes T., Achenbach S., Mohr J. Process conditions in X-ray lithography for the fabrication of devices with sub-micron feature sizes // *Microsystem Technologies*. 2007. Vol.13. P.355–360.
56. Shew B.Y., Li H.C., Pan C.L., Ko C.H., 2005. X-ray micromachining SU-8 resist for a terahertz photonic filter. *J. Phys. D Appl. Phys.* 38, 1097–1103.
57. Koch F., Marschall F., Meiser J., Márkus O., Faisal A., Schröter T., Meyer P., Kunka D., Last A., Mohr J. Increasing the aperture of X-ray mosaic lenses by

- freeze drying // *Journal of Micromechanics and Microengineering*. 2015. Vol.25. P.075015. doi:10.1088/0960-1317/25/7/075015.
58. Nazmov V., Reznikova E., Mohr J., Schulz J., Voigt A. Development and characterization of ultra high aspect ratio microstructures made by ultra deep X-ray lithography // *Journal of materials processing technology*. 2015. Vol.225. P.170-177.
59. Nazmov V., Reznikova E., Mohr J. Investigation of the radiation-induced thermal flexure of an X-ray lithography mask during a tilted exposure // *Journal of Vacuum Science and Technology B*. 2011. Vol.29. P.011007.
60. Nazmov, V., Kluge, M., Last, A., Marschall, F., Mohr, J., Vogt, H., Simon, R. LIGA micro-openings for coherence characterization of X-rays // *Microsystem Technology*. 2014. Vol.20. P.2031–2036.
61. URL: <http://www.microresist.de/>
62. Reznikova E., Mohr J., Boerner M., Nazmov V., Jakobs P.J. Soft X-ray lithography of high aspect ratio SU8 submicron structures // *Microsystem Technologies*. 2008. Vol.14. P.1683-1688.
63. Feldman M., Sun J. Resolution limits in X-ray lithography // *Journal of Vacuum Science and Technology B*. 1992. Vol.10. P.3173–3176.
64. Henke B.L., Gullikson E.M., Davis J.C. X-ray interactions: photoabsorption, scattering, transmission, and reflection at  $E = 50\text{--}30000$  eV,  $z = 1\text{--}92$  // *Atomic Data and Nuclear Data Tables*. 1993. Vol.54. P181–342.
65. Storm E., Israel H.I. Photon cross sections from 1 keV to 100 MeV for elements  $z = 1\text{--}100$  // *Nuclear Data Tables*. 1970. Vol.7. P.565–681.
66. Hubbell J.H., Veigele Wm, J., Briggs E.A., Brown R. T. Cromer D. T., Howerton R.J. Atomic form factors, incoherent scattering functions, and photon scattering cross sections // *Journal of Physical and Chemical Reference Data*. 1975. Vol.4. P.471–538.

67. Lewis H.W. Multiple scattering in an infinite medium // *Physical Review*. 1950. Vol.78. P.526–529.
68. Kunka D., Mohr J., Nazmov V., Meiser J., Meyer P., Amberger M., Koch F., Schulz J., Walter M., Duttchenhofer T., Voigt A., Ahrens G., Grützner G. Characterization method for new resist formulations for har patterns made by X-ray lithography // *Microsystem Technology*. 2014. Vol.20. P.2023–2029.
69. Spiller, E. X-ray lithography. In: *X-ray optics - applications to solids: сборник статей/ E.Spiller, R.Feder, ed.by H.J.Queisser.-Berlin and New York : Springer-Verlag, 1977. – 35 – 92 p.*
70. Gluskin E., Krasnoperova A., Kulipanov G., Nazmov V., Pindjurin V., Skrinsky A., Chesnokov V. Experiments on X-ray lithography using synchrotron radiation // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*. 1983. Vol.208. P.393–398.
71. Nazmov V., Last A., Marschall F., Mohr J., Simon M., Vogt H. A method to create complementary panels and beams for microstructures with very high aspect ratio // *Proceedings of the VDE Microsystem Technique Congress*. 2011. Darmstadt, Germany. P.658–661.
72. Reznikova E., Mohr J., Hein H. Deep photo-lithography characterization of SU-8 resist layers // *Microsystem Technology*. 2005. Vol.11. P.282–291.
73. Vora K.D., Peele A.G., Shew B.-Y., Harvey E.C., Hayes J.P. Fabrication of support structures to prevent SU-8 stiction in high aspect ratio structures // *Microsystem Technologies*. 2007. Vol.13. P.487–493.
74. Simon M., Reznikova E., Nazmov V., Last A., Jark W. X-ray prism lenses with large apertures // *Proceedings of SPIE*. 2008. Vol.7077. P.70771Q.
75. Nazmov V., Reznikova E., Mohr J., Voigt A. A method of mechanical stabilization of ultra-high-AR microstructures // *Journal of materials processing technology*. 2015. Vol.231. P.319-325.

76. Lagomarsino, S. Reflective optical arrays: сборник статей / S. Lagomarsino, I. Bukreeva, A. Surpi, A. G. Michette, S. J. Pfauntsch, A. K. Powell. In: Modern Developments in X-ray and Neutron Optics. Editors: A. Erko, M. Idir, T. Krist, A. Michette. – Berlin: Springer, 2008. – P. 307–317.
77. Morita Y. Polymer Materials under Severe Radiation Environment // Genshiryoku eye. 1998. Vol. 40. P. 40. URL: <http://inisjp.tokai-sc.jaea.go.jp/ACT99E/99E.home.htm>
78. Pikaev, A. K. Modern radiation chemistry. Vol. 3. Solids and polymers: Applied aspects: монография / A. K. Pikaev. – М.: Nauka, 1987. – 448 p.
79. Милинчук, В. К., Клишпонт Э. Р., Тупиков В. И. Основы радиационной стойкости органических материалов: монография / В. К. Милинчук, Э. Р. Клишпонт, В. И. Тупиков – М.: Энергоатомиздат, 1994. – 256 с.
80. Чарльзби, А. Ядерное излучение и полимеры: монография / А. Чарльзби. – М.: Иностранная литература, 1962. – 269 с.
81. Nazmov V., Völker A., Fischböck T., Rothe J., Huttel E. Mass loss by SU-8 polymer under X-ray irradiation // Известия РАН. Серия физическая. 2015. Т. 79. № 1. С. 13–17.
82. Nazmov V., Reznikova E., Mohr J., Snigirev A., Snigireva I., Achenbach S., Saile V., Fabrication and preliminary testing of X-ray lenses in thick SU-8 resist layers // Microsystem Technologies. 2004. Vol. 10. № 10. P. 716–721.
83. Ancharova U. V., Mikhailenko M. A., Sharafutdinov M. R., Tolochko B. P., Nazmov V. P., Bryazgin A. A. Structure investigations of radiation-modified polymers polyethylene and polymethylmethacrylate // Physics procedia. 2016. Vol. 84. P. 360–365.
84. Dhamgaye V. P., Tiwari M. K., Garg C. K., Tiwari P., Sawhney K. J. S., Lodha G. S. Development of high aspect ratio X-ray parabolic compound refractive lens at Indus-2 using X-ray lithography // Microsystem Technologies. 2014. Vol. 20, no. 10–11. P. 2055–2060.

85. Nazmov V., Berger M., Heissler S. Polymerization of SU-8 under irradiation stimulated by temperature increase // *Journal of surface investigation: X-ray, synchrotron and neutron techniques*. 2011. Vol.5. № 6. P.1023-1027.
86. Борн, М. Основы оптики: монография / М.Борн, Э.Вольф. – М.: Наука, 1973. - 720 с.
87. Bohren C.F. Absorption and scattering of light by small particles : монография / C.F. Bohren, D.R. Huffman.- New York: J.Wiley&Sons, 1998. - 544 p.
88. Бронштейн И.Н. Справочник по математике для инженеров и учащихся втузов : справочное пособие / И.Н.Бронштейн, К.А.Семендяев. – М : Наука, 1980. – 976 с.
89. Lengeler B., Schroer C., Tümmler J., Benner B., Richwin M., Snigirev A., Snigireva I., Drakopoulos M. Imaging by parabolic refractive lenses in the hard x-ray range // *Journal of synchrotron radiation*. 1999. vol.6. P.1153–1167.
90. Schroer C.G., Kulmann M., Hunger U.T., Günzler T.F., Kurapova O., Feste S., Frehse F., Lengeler B., Drakopoulos M., Somogyi A., Simionovichi A.S., Snigirev A., Snigireva I., Schug C., Schroeder W.H. Nanofocusing parabolic refractive x-ray lenses // *Applied Physics Letters*. 2003. Vol.82. P.1-3.
91. Young K, Khounsary A., Jansen A.N., Dufresne E.M., Nash P. Fabrication and performance of a lithium X-ray lens // *AIP Conference proceedings*. 2007. Vol.879. P.989-993.
92. Arms D.A., Dufresne E.M., Clarke R., Dierker S.B., Pereira N.R., Foster D. Refractive optics using lithium metal // *Review of scientific instruments*. 2002. Vol.73. P.1492-1494.
93. Proceedings of the fourth international conference on beryllium “BERYLLIUM 1977”. Royal Society, London, 4-7 October 1977 – 775 p.
94. Kurapova O., Feste S., Gather M., Günzler T.F., Hunger T., Kuhlmann M., Patommel J., Schroer C.G., Lengeler B., van der Hart A. Fabrication of parabolic nanofocusing x-ray lenses // *Proceedings of SPIE*. 2004. Vol.5539. P.38-47.

95. Cederström B., Cahn R.N., Danielsson M., Lundqvist M., Nygren D.R. Focusing hard X-rays with old LPs // *Nature*. 2000. Vol.404. P.951
96. Аристов В.В., Шабельников Л.Г., Шулаков Е.В., Кузнецов С.М., Юнкин В.А., Григорьев М.В., Зайцев С.И. Рентгеновская оптика преломления // *Поверхность*. 1999. №1. С.7-13
97. Lund M.W. Materials for refractive X-ray optics // *Journal of X-ray Science and Technology*. 1997. Vol.7. P.265-270.
98. Alianelli L., Sawhney K.J.S., Malik A., Fox, O.J.L., May, P.W., Stevens, R., Loader, I.M., Wilson, M.C. A planar refractive x-ray lens made of nanocrystalline diamond // *Journal of Applied Physics*. 2010. Vol.108. P.123107.
99. Kononenko T.V., Ralchenko V.G., Ashkinazi E.E., Polikarpov, M., Ershov, P., Kuznetsov, S., Yunkin, V., Snigireva, I., Konov, V.I. Fabrication of polycrystalline diamond refractive x-ray lens by femtosecond laser processing // *Applied Physics A*. 2016. Vol.122. P.1-6.
100. Zhang Y.P., Katoh T., Kagoshima Y., Matsui J., Tsusaka Y. Focusing hard X-ray with a single lens // *Japanese journal of applied physics*. 2001. Part 2. Vol.40. №1AB. P.L75-L77.
101. Katoh, T., Zhang Y., Kagoshima Y., Tsutsaka Y., Matsui J. Direct microfabrication using an X-ray micro-beam // *Sensors and actuators A: physical*. 2002. Vol.A97-98. P.725-728.
102. Nazmov V., Reznikova E., Somogyi A., Mohr J., Saile V. Planar sets of crossed X-ray refractive lenses from SU-8 polymer // *Proceedings of SPIE*. Vol.5539. P.235-243.
103. Nazmov V., Reznikova E., Mohr J., Saile V., Vincze L., Vekemans B., Bohic S., Somogyi A. Parabolic crossed planar polymeric x-ray lenses // *Journal of Micromechanics and Microengineering*. 2011. Vol.21, no.1. P.15020-015030.

104. Handbook of mathematical functions with formulas, graphs, and mathematical tables: справочное пособие /ed. by M.Abramowitz, I.A.Stegun.- Washington:National Bureau of Standards, 1972.-1046p.
- 105.Kohn V.G. An exact theory of imaging with a parabolic continuously refractive X-ray lens // Journal of Experimental and Theoretical Physics. 2003. Vol.97.P.204-215.
- 106.Nazmov V., Reznikova E., Last A., Mohr J., Saile V., DiMichiel M., Goettert J. Crossed planar x-ray lenses made from nickel for x-ray microfocusing and imaging application // Nuclear Instruments and Methods in physics research A. 2007. Vol.582. P.120-122
- 107.Yamada T., Nakamura K., Tanaka H., Sakata O., Yoshino M., Nagasaki T., Funakubo H. 1D-ferroelectric structure leading to large piezoelectric responses: Attempts at the Growth and Characterizations. // Proceedings of the Eighth Asian Meeting of Ferroelectrics (AMF-8) : Pattaya, Thailand, December 9 - 14, 2012 / guest ed. Sukit Limpijumnong- Taylor & Francis , Philadelphia, Pa.; .2013, P.133.
- 108.Koch F.J., Detlefs C., Schröter T.J., Kunka D., Last A., Mohr J. Quantitative characterization of X-ray lenses from two fabrication techniques with grating interferometry // Optics express. 2016. Vol.24, no.9. P.9168-9177.
109. Krämer M., von Bohlen A., Sternemann C., Paulus C., Hergenröder M. X-ray standing waves: A method for ultrathin layered systems // Journal of analytical atomic spectrometry 2006. Vol.21, №11. P.1136-1142.
- 110.Nazmov V., Reznikova E., Boerner M., Mohr J., Saile V., Snigirev A., Snigireva I., DiMichiel M., Drakopoulos M., Simon R., Grigoriev M. Refractive lenses fabricated by deep SR lithography and LIGA technology for X-ray energies from 1 keV to 1 MeV // AIP Conference Proceedings. 2004. Vol.705. P.752-755.
- 111.Protopopov V.V. Valiev K.A. Theory of an ideal compound X-ray lens // Optics communications. 1998. Vol.151. P.297-312.

112. Pedrotti, F Introduction to optics: учебное издание /F.Pedrotti, L.Pedrotti. - Englewood Cliffs : Prentice-Hall, 1993. – 619 p.
113. Liljequist D. A simple calculation of inelastic mean free path and stopping power for 50 eV-50 keV electrons in solids // Journal of Physics :D Applied Physics. 1983. Vol.16. P.1567-1582.
114. Terzano R., Spagnuolo M., Medici L., Vekemans B., Vincze L., Janssens K., Ruggiero P. Copper stabilization by zeolite synthesis in polluted soils treated with coal fly ash // Environmental science & technology. 2005. Vol.39, №.16. P.6280-6287.
115. De Caro L., Jark W. Diffraction theory applied to x-ray imaging with clessidra prism array lens // Journal of synchrotron radiation. 2008. Vol.15, pt. 2. P.176-184.
116. Nazmov V., Simon R., Reznikova E., Mohr J., Saile V. Polymer refractive crossed long lens: a new optical component for nanoimaging and nanofocussing in the hard x-ray region // Journal of Instrumentation. 2012. Vol.7. P.07019.
117. Cloetens P., Ludwig W., Baruchel J., Van Dyck D., Van Landuyt J., Guigay J.P., Schlenker M. Holotomography: quantitative phase tomography with micrometer resolution using hard synchrotron radiation X-rays // Applied physics letters. 1999. Vol.75. P.2912-2914.
118. Yan H., Rose V., Shu D., Lima E., Kang H.C., Conley R., Liu C., Jahedi N., Macrander A.T., Stephenson G.B., Holt M., Chu Y.S., Lu M., Maser J. // Two dimensional hard X-ray nanofocusing with crossed multilayer Laue lenses // Optics Express. 2011. Vol.19, no.16. P.15069-15076.
119. Marschall F., Last A., Simon M., Vogt H., Mohr J. Simulation of aperture-optimized refractive lenses for hard X-ray full field microscopy // Optics express. 2016. Vol.24. №10. P.10880-10889.

120. Nazmov V., Saile V., Reznikova E., Mohr J., Börner M., Mappes T., Ernst T., Simon R. Planare refraktive Röntgenlinsen // FZK Nachrichten. 2005. no.4. P.219-223.
121. Ogurreck M., Nazmov V., Beckman F., Haibel A. X-ray imaging setup at Beamline BW2 for testing of X-ray lenses and kinematic mounting mechanics // DORIS Annual report. 2010. P.55-56.
122. Reznikova E., Weitkamp T., Nazmov V., Last A., Simon M., Saile V. Investigation of phase contrast hard X-Ray microscopy using planar sets of refractive crossed linear parabolic lenses made from SU-8 polymer // Physica Status solidi A. 2007. Vol.204, no.8. P.2811-2816.
123. Marschall F., Last A., Simon M., Kluge M., Nazmov V., Vogt H., Ogurreck M., Greving I., Mohr J. X-ray full field microscopy at 30 keV // Journal of Physics: Conference Series. 2014. Vol.499. P.012007.
124. Birnbacher L., Willner M., Velroyen A., Marschner M., Hipp A., Meiser J., Koch F.; Schröter T.; Kunka D.; Mohr J.; Pfeiffer F.; Herzen J. Experimental realisation of high-sensitivity laboratory X-ray grating-based phase-contrast computed tomography // Scientific reports. 2016, Vol.6, №4. P.24022. doi:10.1038/srep24022
125. Nazmov V., Mohr J., Vogt H., Simon R., Diabaté S. Multi-field x-ray microscope based on array of refractive lenses // Journal of Micromechanics and Microengineering. 2014. Vol.24, no.7. P.075005.
126. Snigirev A.A., Snigireva I., Drakopoulos M., Nazmov V., Reznikova E., Kuznetsov S., Grigoriev M., Mohr J., Saile V. Focusing properties of x-ray polymer refractive lenses from SU-8 resist layer // Proc. of SPIE. 2003. Vol.5195. P.21-31. doi: 10.1117/12.507111
127. Williams, C.S. Introduction to the optical transfer function (SPIE Press monograph Vol.PM112): монографія / C.S.Williams, O.A.Becklund. - SPIE Publications, 2002. - 414 p.

128. Nazmov V., Mohr J., Greving I., Ogurreck M., Wilde F. Modified X-ray polymer refractive cross lens with adiabatic contraction and its realization // Journal of Micromechanics and Microengineering. 2015. Vol.25, no.5. P.055010.
129. URL: [https://www.anka.kit.edu/img/Annual-Report-2013\\_web.pdf](https://www.anka.kit.edu/img/Annual-Report-2013_web.pdf)
130. Schroer C.G., Kurapova O., Patommel J., Boye P., Feldkamp J., Lengeler B., Burghammer M., Riekel C., Vincze L., van der Hart A., Küchler M. Hard X-ray nanoprobe based on refractive X-ray lenses // Applied Physics Letters. 2005. Vol.87, no.12. P.124103.
131. Zhou Han-qing, Fu Ming-lei, Le Zi-chun. Optimization of cascaded parabolic compound X-ray refractive lens // Optics and precision engineering. 2015. Vol.23. №10. P.179-184.
132. Aristov V., Grigoriev M., Kuznetsov S., Shabel'nikov L., Yunkin V., Weitkamp T., Rau C., Snigireva I., Snigirev A., Hoffmann M., Voges E., X-ray refractive planar lens with minimized absorption // Applied physics letters. 2000. Vol.77. P.4058-4060.
133. Aristov V., Grigoriev M., Kuznetsov S., Shabel'nikov L., Yunkin V., Rau C., Snigirev A., Snigireva I., Weitkamp T., Hoffmann M., Voges E. Silicon planar parabolic lenses // Proceedings of SPIE. 2001. Vol.4145. P.285-293.
134. Shabel'nikov L., Nazmov V., Pantenburg F.-J., Mohr J., Saile V., Yunkin V., Kouznetsov S., Pindyurin V., Snigireva I., Snigirev A. X-ray lens with kinoform refractive profile created by X-ray lithography // Proceedings of SPIE. 2002. Vol.4783. P.176-184.
135. Nazmov V., Shabel'nikov L., Pantenburg F.-J., Mohr J., Reznikova E., Snigirev A., Snigireva I., Kouznetsov S., DiMichiel M. Kinoform X-ray lens creation in polymer materials by deep X-ray lithography // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. 2004. Vol. 217, no.3. P.409-416. doi:10.1016/j.nimb.2003.11.002
136. Snigirev A.A., Snigireva I.I., DiMichiel M., Honkimaki V., Grigoriev M.V., Nazmov V.P., Reznikova E.F., Mohr J., Saile V. Submicron focusing of high-

- energy x-rays with Ni refractive lenses // Proceedings of SPIE. 2004. Vol.5539. P.244-250. doi: 10.1117/12.564545
- 137.URL:<http://www.kodak.com/US/en/motion/products/lab/tech-SO302.shtml#char>
- 138.Рид, С.Дж.Б. Электронно-зондовый микроанализ и растровая электронная микроскопия в геологии: монография/ С.Дж.Б.Рид.- М.: Техносфера,2008.- 232с.
- 139.Molier G, Theorie der Streuung schneller geladener Teilchen II. Mehrfach- und Vielfachstreuung. Zeitschrift für Naturforschung 3a (1947) 78–97
- 140.Nazmov V., Reznikova E., Snigirev A., Snigireva I., DiMichiel M., Grigoriev M., Mohr J., Matthis B., Saile V. LIGA fabrication of X-ray nickel lenses // Microsystem Technologies. 2005. Vol.11, no.4-5. P.292-297.
- 141.Isacovic A., Stein A., Warren J., Narayanan S., Sprung M., Sandy A., Evans-Lutterodt K. Diamond kinoform hard X-ray refractive lenses: design, nanofabrication and testing // Journal of Synchrotron Radiation 2009. Vol.16. P.8-13.
- 142.Nillius P. Geometric scattering in prism-array lenses for hard X-rays: Measurements, simulations and model // AIP Conference Proceedings. 2012. Vol.1437. P.111-115.
- 143.Liu T., Simon R., Batchelor D., Nazmov V., Hagelstein M. A desktop X-ray monochromator for synchrotron radiation based on refraction in mosaic prism lenses // Journal of synchrotron radiation. 2012. Vol.19. P.191-197.
144. Jark W., Pérennès F., Matteucci M. On the feasibility of large-aperture Fresnel lenses for the microfocusing of hard X-ray // Journal of synchrotron radiation. 2006. Vol.13. P.239-252.
145. Petrov A.K., Bessonov V.O., Abrashitova K.A., Kokareva N.G., Safronov K.R., Barannikov A.A., Ershov P.A., Klimova N.B., Lyatun I.I., Yunkin V.A., Polikarpov M., Snigireva I., Fedyanin A.A., Snigirev A., Polymer X-ray

- refractive nano-lenses fabricated by additive technology // *Optics Express*. 2017. Vol. 25, №13. P. 14173.
146. Yan H., Maser J., Macrander A., Shen Q., Vogt S., Stephenson B., Kang H.C. Takagi-Taupin description of x-ray dynamical diffraction from diffractive optics with large numerical aperture // *Physics Review*. 2007. Vol.B76. P.115438.
147. Takagi S., Dynamical theory of diffraction applicable to crystals with any kind of small distortion // *Acta Crystallographica* . 1962. Vol.15. P.1311-1312.
148. Nazmov V., Mohr J., Greving I., Ogurreck M., Wilde F. Modified x-ray polymer refractive cross lens with adiabatic contraction and its realization // *Journal of Micromechanics and Microengineering*. 2015. Vol.25. P.055010.
149. Прудников, А.П. Интегралы и ряды. Том 2. Специальные функции: справочное издание/ А.П.Прудников, Ю.А.Брычков, О.И.Маричев. – М.: Наука, 1983. – 752 с.
150. Bergemann C., Keumeulen H., van der Veen J. Focusing X-ray beams to nanometer dimension // *Physics Review Letters*. 2003. Vol.91. P.204801-204804.
151. Янке, Е. Специальные функции. Формулы, графики, таблицы: справочное издание / Е.Янке, Ф.Эмде, Ф.Лёш. – М.: Наука, 1977. – 344с.
152. Nazmov V., Reznikova E., Mohr J., Saile V., Tajiri H., Voigt A. Large-aperture two-dimensional x-ray refractive mosaic lenses // *Applied Optics*. 2016. Vol.55. P.7138-7141.
153. Simon M., Nazmov V., Reznikova E., Last A., Mohr J., Jakobs P.-J., Saile V., Bunk O., Kewish C., Batchelor D., Simon R. Refractive x-ray optics made from polymer microstructures // *Proceedings of SPIE*. 2010. Vol.7716. P.77161B. doi: 10.1117/12.858894
154. Simon M., Reznikova E., Nazmov V., Grund T., Last A. A new type of X-ray condenser lenses with large apertures fabricated by rolling of structured films // *AIP Conference Proceedings*. 2010. Vol.1221. P.85-92.

155. Vogt H., Simon M., Last A., Marschall F., Mohr J., Nazmov V., Eisenhower R., Mettendorf K.U. X-ray refractive large aperture rolled prism lenses as condensers for x-ray tubes // *Proceedings of SPIE*. 2011. Vol.8167. P.81670V. doi: 10.1117/12.897004.
156. Vogt H., Eisenhower R., Last A., Mettendorf K.U., Mohr J., Nazmov V., Simon M. Advances in the development of x-ray refractive large aperture rolled prism lenses // *Proceedings of SPIE*. 2011. Vol.8076. P.80760I. doi: 10.1117/12.890037.
157. Назьмов В. П., Резникова Е. Ф., Мор Ю., Зайле Ф., Снигирёв А. А., Снигирёва И. И., ДиМихель М., Григорьев М. В. Планарные рентгеновские преломляющие линзы из никеля для диапазона энергий свыше 100 кэВ: физика изготовления, дизайн // *Известия РАН, Серия физическая*. 2004. Т.68, №4. С.482-488.
158. Кулипанов Г.Н., Скринский А. Н. Использование синхротронного излучения: состояние и перспективы // *Успехи физических наук*. 1977. Том.122. Стр.369–418.
159. Tolochko V. P., Kosov A. V., Evdokov O. V., Zhogin. I.L., Ten K. A., Prueel E. R., Shekhtman L. I., Aulchenko V. M., Zhulanov V. V., Piminov P. F., Nazmov V. P., Zolotarev K. V., Kulipanov G. N. 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.
160. В.Назьмов, Б.Толочко. Преломляющая рентгеновская линза. Патент России N2572045. Приоритет от 03.12.2013.