

## ДИФРАКЦИЯ И РАССЕЯНИЕ ИОНИЗИРУЮЩИХ ИЗЛУЧЕНИЙ

УДК 548.73

### НОВЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАЗМЕРА ПУЧКА СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ В ФОКУСЕ СОСТАВНОЙ ПРЕЛОМЛЯЮЩЕЙ ЛИНЗЫ

© 2023 г. М. С. Фоломешкин<sup>1,2,\*</sup>, В. Г. Кон<sup>1,2</sup>, А. Ю. Серегин<sup>1,2</sup>, Ю. А. Волковский<sup>1,2</sup>,  
П. А. Просеков<sup>1,2</sup>, В. А. Юнкин<sup>4</sup>, Д. А. Зверев<sup>3</sup>, А. А. Баранников<sup>3</sup>,  
А. А. Снигирёв<sup>3</sup>, Ю. В. Писаревский<sup>1,2</sup>, А. Е. Благоев<sup>1,2</sup>, М. В. Ковальчук<sup>1,2,5</sup>

<sup>1</sup>Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, Москва, Россия

<sup>2</sup>Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН, Москва, Россия

<sup>3</sup>Балтийский федеральный университет им. И. Канта, Калининград, Россия

<sup>4</sup>Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, Черноголовка, Россия

<sup>5</sup>Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия

\*E-mail: folmaxim@gmail.com

Поступила в редакцию 14.07.2022 г.

После доработки 15.08.2022 г.

Принята к публикации 15.08.2022 г.

Предложен новый метод экспериментального определения размера пучка синхротронного излучения в фокусе планарных составных преломляющих линз. Метод состоит в измерении угловой расходимости излучения после фокуса с помощью брэгговской дифракции в совершенном кристалле при его вращении. Данный метод определяет размер пучка, зависящий только от фокусирующих свойств используемых линз, в отличие от других используемых в настоящее время методов. Экспериментально продемонстрирована эффективность предлагаемого подхода на примере нанофокусирующих планарных линз из кремния.

DOI: 10.31857/S0023476123010071, EDN: DNXSQI

#### ВВЕДЕНИЕ

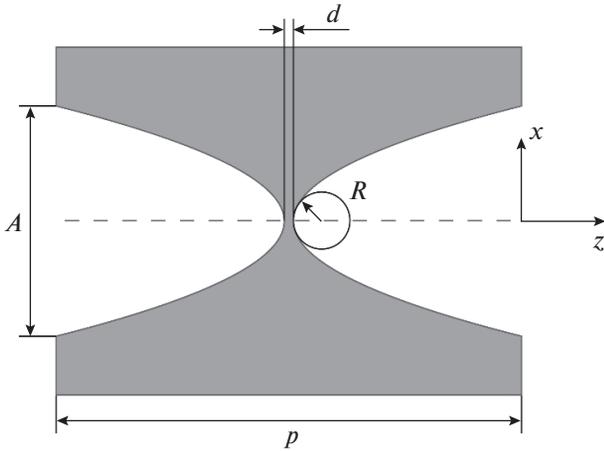
Нанофокусировка пучков синхротронного излучения (СИ) и лазеров на свободных электронах в настоящее время является одним из активно развивающихся направлений в области рентгеновской оптики. Использование сфокусированных пучков нанометрового размера открывает новые возможности для исследования структуры микро- и нанообъектов благодаря повышению пространственного разрешения используемых методов и более высокой интенсивности излучения.

Один из наиболее активно используемых методов фокусировки СИ основан на использовании преломляющей рентгеновской оптики, а именно составной преломляющей линзы (СПЛ), предложенной в 1996 г. [1]. СПЛ используются на станциях источников СИ третьего поколения, а технологии их изготовления постоянно совершенствуются. Применение технологий микроструктурирования поверхности кремния, широко используемых в микроэлектронике, позволяет создавать планарные нанофокусирующие СПЛ с размером апертуры 50 мкм и менее [2–5]. Разви-

ваются также технологии создания СПЛ из никеля, алмаза и карбида кремния (SiC) [6–8].

Для тестирования качества используемых СПЛ и оценки эффективности фокусировки СИ с их помощью необходимо иметь возможность изучения их оптических свойств, в частности определения поперечного размера сфокусированного пучка. Длительное время для этой цели использовались методы ножевого сканирования [9, 10]. Однако такие методы сопряжены с рядом технических трудностей, особенно при необходимости измерения пучков размером менее 100 нм.

В последние годы все чаще используется метод птихографии [8], который позволяет получить более подробную информацию о структуре пучка в фокусе и около него. Однако как метод ножевого сканирования, так и метод птихографии подразумевает выполнение условия пространственной когерентности первичного пучка СИ, т.е. длина когерентности должна быть больше апертуры используемой СПЛ. В противном случае в эксперименте определяется размер пучка, увеличенный по сравнению с теоретическим значением для точечного источника из-за конечного поперечного размера источника СИ. Вместе с тем существует необходимость в измерении предела



**Рис. 1.** Элемент СПЛ с параметрами:  $A$  – апертура,  $R$  – радиус кривизны параболической поверхности,  $d$  – минимальное расстояние между поверхностями,  $p$  – длина элемента вдоль оптической оси.

фокусировки пучка СИ, ограниченного только структурой используемой СПЛ.

В настоящей работе предлагается принципиально новый метод определения поперечного размера пучка СИ, сфокусированного с помощью СПЛ, заключающийся в измерении угловой расходимости данного пучка с помощью регистрации дифракционной кривой качания совершенного монокристалла. Измеренный таким образом размер углового спектра падающего на кристалл излучения может быть пересчитан в размер пучка в фокусе на основании широко развитой аналитической теории фокусировки с помощью СПЛ [11–15]. Новый метод был успешно протестирован на источнике СИ второго поколения. Он является достаточно простым и стабильным и позволяет варьировать как точность измерения, так и число регистрируемых фотонов путем выбора необходимого порядка дифракционного отражения.

## ТЕОРИЯ

Рассмотрим планарную СПЛ с параметрами отдельных элементов, представленными на рис. 1, которая фокусирует СИ в плоскости  $(x, z)$ , где  $z$  – оптическая ось экспериментальной схемы. Элементы СПЛ имеют следующие параметры:  $A$  – апертура,  $R$  – радиус кривизны в центре параболической поверхности,  $d$  – минимальное расстояние между поверхностями. Длина элемента определяется формулой  $p = A^2/4R + d$ . Общее число элементов СПЛ равно  $N$ . Оптические свойства материала СПЛ описываются комплексным показателем преломления  $n = 1 - \delta + i\beta$ , где  $\delta$ ,  $\beta$  – соответственно декремент показателя преломления и фактор, учитывающий поглощение [16].

Пусть точечный источник монохроматического излучения с энергией  $E$ , смещенный на расстояние  $x_0$  вдоль оси  $x$ , освещает переднюю поверхность СПЛ, расположенную на расстоянии  $z_0$  вдоль оптической оси  $z$ . Рассмотрим зависимость относительной интенсивности сфокусированного излучения от поперечной координаты  $x_1$  на расстоянии  $z_1$  после СПЛ. Будем считать, что СПЛ является достаточно длинной и сильно поглощающей в том смысле, что размер пучка на ее конце значительно меньше апертуры  $A$ . В этом случае существует аналитическое решение задачи, записываемое в виде пропагатора изображения параболической непрерывно преломляющей линзы [11, 12, 15]. Согласно аналитической теории распределение относительной интенсивности сфокусированного излучения после СПЛ представляет собой функцию Гаусса для любого расстояния  $z_1$ .

Учтем, что на современных источниках СИ расстояние  $z_0$  обычно составляет десятки метров, так что  $z_0 \gg x_0, x_1$ , поэтому с высокой точностью можно использовать приближение плоской падающей волны, т.е. условие  $z_0 \rightarrow \infty$ . В таком приближении из пропагатора изображения можно получить сравнительно простые формулы для полуширины гауссового пучка на конце СПЛ  $w_0$  и в точке фокуса  $w_f$ :

$$\begin{aligned} w_0 &= CC_L(\lambda F_L/\gamma\alpha_L)^{1/2}, \\ w_f &= C(\gamma\lambda F_L\alpha_L)^{1/2} = (\gamma\alpha_L/C_L)w_0, \end{aligned} \quad (1)$$

где введены следующие параметры:

$$\begin{aligned} \alpha_L &= (C_L + u/S_L)/2, \quad C_L = \cos(u), \\ S_L &= \sin(u), \end{aligned} \quad (2)$$

$$\begin{aligned} F_L &= L_c/S_L, \quad \gamma = \beta/\delta, \\ u &= L/L_c, \quad L_c = (pR/2\delta)^{1/2}. \end{aligned} \quad (3)$$

Здесь  $\lambda$  – длина волны излучения,  $L = Np$  – длина СПЛ,  $C = (2 \ln 2/\pi)^{1/2} = 0.664$ .

Из (1) с учетом того, что фокусное расстояние СПЛ определяется как  $f = F_L C_L$ , можно получить новую формулу для размера пучка в фокусе:

$$w_f = C^2(\lambda/\Delta\theta_L) = 0.441(\lambda/\Delta\theta_L), \quad (4)$$

где  $\Delta\theta_L = w_0/f$  – полная ширина на половине высоты (далее – полуширина) углового спектра (далее – расходимость) сфокусированного пучка СИ.

С учетом (1)–(4) легко оценить порядок величины  $\Delta\theta_L$ . Рассмотрим планарную СПЛ со следующими параметрами:  $A = 50$  мкм,  $R = 6.25$  мкм,  $d = 2$  мкм,  $p = 102$  мкм. Для энергии излучения 18 кэВ и числа элементов  $N = 132$  получаем  $\Delta\theta_L = 624.8$  мкрад.

В реальном эксперименте расходимость сфокусированного пучка представляет собой свертку расходимости для точечного источника с угловым размером проекции источника СИ с полушириной  $\Delta\theta_p$ . Размер проекции источника определяется как  $P = MS$ , где  $S$  – размер источника,  $M$  – фактор увеличения. Фактор увеличения для СПЛ в теории определен в виде  $M = (z_1 + Z_1)/(z_0 + Z_0)$ , где  $Z_0, Z_1$  – параметры, значения которых могут быть найдены численно или аналитически [13, 14]. При этом для СПЛ с длиной  $L < (\pi/2)L_c$ , что эквивалентно условию  $f > 0$ , данные параметры имеют строго положительные значения. Тогда для полуширины углового размера проекции источника получим следующее выражение:

$$\Delta\theta_p = S/(z_0 + Z_0) \leq S/z_0. \quad (5)$$

Из (5) можно сделать вывод, что для нанофокусирующих СПЛ величина  $\Delta\theta_p$  является пренебрежимо малой по сравнению с  $\Delta\theta_L$ . Например, для размера источника  $S = 100$  мкм и расстояния  $z_0 = 15$  м получим  $\Delta\theta_p \leq 6.7$  мкрад.

Измерение расходимости сфокусированного пучка СИ с высоким разрешением удобно проводить путем измерения кривой дифракционного отражения (КДО) идеального монокристалла в геометрии Брэгга. При этом измеряемая расходимость определяется сверткой кривой расходимости пучка с собственной кривой качания используемого монокристалла. В случае симметричного отражения в геометрии Брэгга полуширина дарвиновской кривой качания  $\Delta\theta_C$  определяется следующим образом [17]:

$$\Delta\theta_C = 2|\chi_h|/\sin(2\theta_B), \quad (6)$$

где  $\chi_h$  – коэффициент ряда Фурье поляризуемости кристалла [15],  $\theta_B$  – угол Брэгга дифракционного отражения. Величина  $\Delta\theta_C$  также оказывается пренебрежимо малой по сравнению с  $\Delta\theta_L$ : так, согласно (6), для энергии 18 кэВ и отражения 220 от монокристалла кремния получаем  $\Delta\theta_C = 10.3$  мкрад.

Таким образом, минимальный размер пучка СИ, сфокусированного с помощью СПЛ, может быть определен с достаточной точностью по формуле (4) непосредственно из экспериментально измеренной полуширины кривой расходимости без учета конечного размера источника СИ и собственной кривой качания монокристалла.

Отметим, что в случае слабо поглощающих СПЛ кривая интенсивности сфокусированного пучка не имеет форму функции Гаусса [15, 18, 19], и в этом случае может наблюдаться отклонение размера пучка в фокусе от значений, вычисленных по формуле (4), которая получена для сильно поглощающих линз. Более точное значение можно получить численным моделированием эксперимента.

## МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

В качестве исследуемых образцов использовали планарные СПЛ из кремния с параметрами элементов  $A = 50$  мкм,  $R = 6.25$  мкм,  $d = 2$  мкм,  $p = 102$  мкм. Набор параллельно расположенных планарных СПЛ был изготовлен на кремниевой пластинке (чипе) с применением технологии микроструктурирования ее поверхности, включающей в себя процессы электронной литографии и глубокого травления кремния [5]. В эксперименте исследовали пять СПЛ с различным числом элементов:  $N = 80, 104, 132, 162, 196$ . Наименьшее число элементов выбирали исходя из необходимого условия сильного поглощения для использованной в экспериментах энергии излучения  $E = 18$  кэВ.

Исследования проводили на станции “Рентгеновская кристаллография и физическое материаловедение” Курчатовского комплекса синхротронного излучения; подробное техническое описание станции можно найти, например, в [20]. На данной станции расстояние от поворотного магнита (источника СИ) до позиции образца составляет  $z_0 \approx 15$  м, вертикальный размер источника  $S \approx 100$  мкм. Монохроматизация излучения осуществляется с помощью двухкристального монохроматора Si(111) с системой обратной связи производства FMB Oxford.

Для проведения экспериментов использовали схему, представленную на рис. 2. Предварительно монохроматизированный пучок СИ ограничивали парой коллимирующих щелей размером  $50 \times 50$  мкм<sup>2</sup> в перпендикулярных плоскостях, что соответствует апертуре использованных СПЛ. Чип с СПЛ помещали на столике для образца и в процессе юстировки выводили необходимую линзу на оптическую ось экспериментальной схемы. Расходящийся после фокуса пучок СИ попадал на монокристалл Si(110), ось вращения которого перпендикулярна плоскости рисунка. Она была выведена на оптическую ось схемы. Расходимость сфокусированного пучка измеряли путем регистрации КДО для отражения 220 в геометрии Брэгга. Регистрацию дифрагированного излучения осуществляли с помощью сцинтилляционного детектора.

Для обработки экспериментально измеренных данных угловой расходимости в качестве модельной кривой использовали функцию Гаусса. Уточнение параметров модели осуществляли путем минимизации расхождения экспериментальной и расчетной кривых методом наименьших квадратов. Для реализации нелинейного метода наименьших квадратов применяли алгоритм последовательных приближений Левенберга–Марквардта [21].

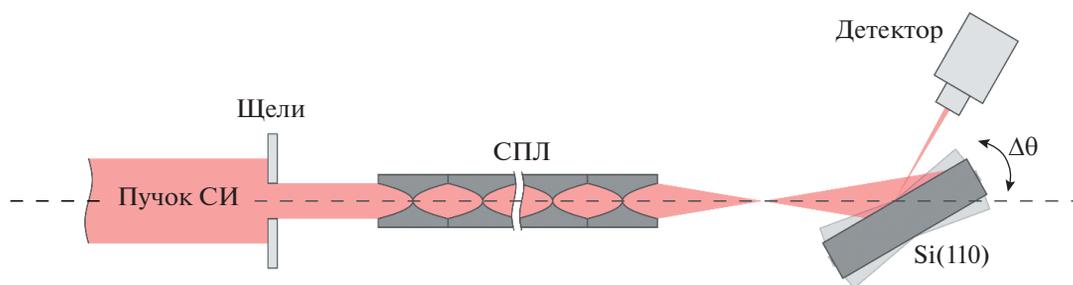


Рис. 2. Экспериментальная схема.

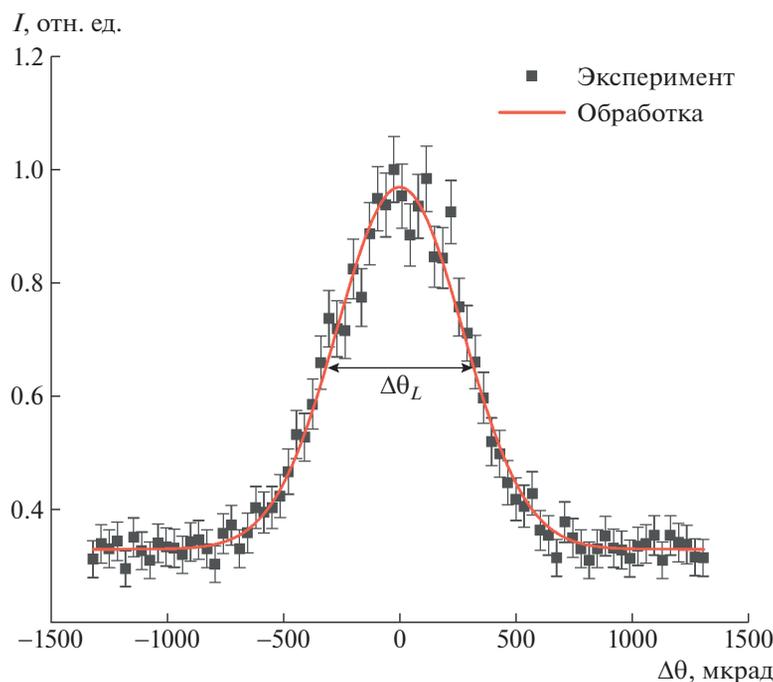


Рис. 3. Угловая расходимость сфокусированного пучка для СПЛ с числом элементов  $N = 132$ , измеренная путем регистрации КДО монокристалла кремния для отражения 220.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 3 представлена одна из экспериментальных кривых расходимости сфокусированного пучка, измеренная путем регистрации КДО, и результат обработки данных для СПЛ с числом элементов  $N = 132$ . Зарегистрированная зависимость хорошо описывается функцией Гаусса, что соответствует аналитической теории. Для остальных образцов линз также наблюдались КДО, аппроксимируемые функцией Гаусса с высокой точностью.

В табл. 1 приведены значения размера пучка в фокусе  $w_f$  для использованных в эксперименте СПЛ, вычисленные по формуле (4) для полученных после аппроксимации значений  $\Delta\theta_L$ . Указанные погрешности соответствуют диапазону  $\pm 3\sigma$ , где  $\sigma$  – среднеквадратичное отклонение. Также в

таблице представлены рассчитанные по формуле (1) теоретические значения  $w_f$ , соответствующие дифракционному пределу СПЛ.

На рис. 4 представлены экспериментальные значения из табл. 1 и теоретическая зависимость размера пучка в фокусе от длины СПЛ. Из сравнения экспериментальных и теоретических данных видно, что для СПЛ с числом элементов  $N = 80, 104, 132, 196$  в пределах погрешности достигается дифракционный предел фокусировки. Для СПЛ с  $N = 162$  наблюдается статистически значимое отклонение от теоретического значения, что может быть связано с дефектностью ее структуры, например с отклонением преломляющей поверхности от параболической формы, наличием корреляции шероховатости поверхности между элементами или присутствием систематически повторяющихся в элементах дефектов [2, 22].

**Таблица 1.** Экспериментальные и теоретические значения размера пучка в фокусе

$N$	80	104	132	162	196
$w_f$ , эксп., нм	$62.8 \pm 2.8$	$53.7 \pm 2.3$	$47.7 \pm 2.9$	$48.4 \pm 3.2$	$43.0 \pm 3.8$
$w_f$ , теор., нм	62.2	54.5	48.7	44.6	41.8

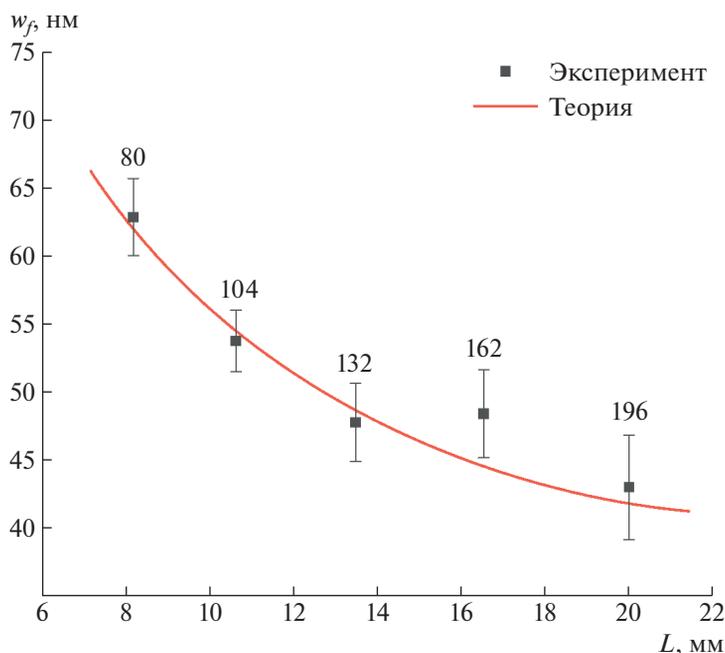
Примечание.  $N$  – число элементов СПЛ.

Отметим, что в использованной экспериментальной схеме реальный размер пучка СИ в фокусе будет больше дифракционного предела за счет конечного размера источника СИ. Воспользовавшись онлайн-программой [14, 23], для СПЛ с  $N = 80, 104, 132, 162, 196$  получим следующие соответствующие значения:  $w_f = 194, 157, 132, 116, 108$  нм. В результате размер фокуса, уширенный за счет конечного размера источника СИ, оказывается более чем в 2 раза превышен по сравнению с дифракционным пределом СПЛ. Таким образом, использование метода ножевого сканирования для определения предельного размера пучка в фокусе в данном случае оказывается невозможным, так как не соблюдены условия пространственной когерентности первичного пучка. В то же время предложенный в настоящей работе метод позволяет экспериментально определять размер пучка в фокусе, ограниченный только реальной структурой СПЛ и не зависящий от размера источника СИ.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Предложен новый метод экспериментального определения размера пучка СИ в фокусе для длинных нанофокусирующих СПЛ, заключающийся в измерении угловой расходимости СИ путем регистрации дифракционного отражения СИ от монокристалла. Данный метод позволяет получить информацию о предельной фокусировке для точечного источника, определяемой только структурой используемой СПЛ и не зависящей от конечного размера источника СИ. Такая информация не может быть получена методами ножевого сканирования и птихографии, так как в этом случае измеряется размер пучка, уширенный за счет конечного размера источника.

Метод использован в серии экспериментов по фокусировке СИ источника второго поколения с помощью планарных нанофокусирующих СПЛ из кремния. Показано, что для четырех из пяти использованных СПЛ достигается дифракционный предел фокусировки. Наблюдаемое для одной из СПЛ отклонение размера пучка в фокусе



**Рис. 4.** Экспериментально полученные значения размера пучка СИ в фокусе в сравнении с теоретической зависимостью дифракционного предела от длины СПЛ. Над экспериментальными точками указано число элементов СПЛ. Отмеченные погрешности соответствуют диапазону  $\pm 3\sigma$ , где  $\sigma$  – среднеквадратичное отклонение.

от теоретического значения может быть объяснено дефектностью линзы. Таким образом, доказаны эффективность предложенного подхода и возможность его применения для оценки качества изготовления планарных СПЛ.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 19-29-12043мк) в части разработки теории; при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН в части проведения экспериментов и в рамках выполнения работ по гранту № 075-15-2021-1362 в части обработки и анализа результатов. Работа В.А. Юнкина по созданию кремниевых линз частично поддержана в рамках ГЗ № 075-00706-22-00.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Snigirev A., Kohn V., Snigireva I., Lengeler B.* // Nature. 1996. V. 384. P. 49.  
<https://doi.org/10.1038/384049a0>
2. *Yunkin V., Grigoriev M.V., Kuznetsov S. et al.* // Proc. SPIE. 2004. V. 5539. P. 226.  
<https://doi.org/10.1117/12.563253>
3. *Snigirev A., Snigireva I., Grigoriev M. et al.* // J. Phys.: Conf. Ser. 2009. V. 186. P. 012072.  
<https://doi.org/10.1088/1742-6596/186/1/012072>
4. *Snigirev A., Snigireva I., Kohn V. et al.* // Phys. Rev. Lett. 2009. V. 103. P. 064801.  
<https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.103.064801>
5. *Snigirev A., Snigireva I., Lyubomirskiy M. et al.* // Opt. Express. 2014. V. 22. P. 25842.  
<https://doi.org/10.1117/12.2061616>
6. *Nazmov V., Reznikova E., Snigirev A. et al.* // Microsyst. Technol. 2005. V. 11. P. 292.  
<https://doi.org/10.1007/s00542-004-0435-y>
7. *Snigireva I., Polikarpov M., Snigirev A.* // Synchrotron Radiat. News. 2022. V. 34. № 6. P. 12.  
<https://doi.org/10.1080/08940886.2021.2022387>
8. *Bjorling A., Kalbfleisch S., Kahnt M. et al.* // Opt. Express. 2020. V. 28. № 4/17. P. 5069.  
<https://doi.org/10.1364/OE.386068>
9. *Schroer C.G., Kuhlmann M., Hunger U.T. et al.* // Appl. Phys. Lett. 2003. V. 82. № 9. P. 1485.  
<https://doi.org/10.1063/1.1556960>
10. *Sorokovikov M., Zverev D., Yunkin V. et al.* // Proc. SPIE. 2021. V. 11837.  
<https://doi.org/10.1117/12.2594815>
11. *Кон В.Г.* // Письма в ЖЭТФ. 2002. Т. 76. № 10. С. 701.
12. *Кон В.Г.* // ЖЭТФ. 2003. Т. 124. № 1. С. 234.
13. *Кон В.Г.* // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исследования. 2009. № 5. С. 32.
14. *Kohn V.G.* // J. Synchrotron Radiat. 2018. V. 25. P. 1634.  
<https://doi.org/10.1107/S1600577518012675>
15. *Kohn V.G., Folomeshkin M.S.* // J. Synchrotron Radiat. 2021. V. 28. P. 419.  
<https://doi.org/10.1107/S1600577520016495>
16. *Кон В.Г.* // Кристаллография. 2006. Т. 51. № 6. С. 1001.
17. *Authier A.* Dynamical Theory of X-ray Diffraction. Oxford University Press, 2001. 661 p.
18. *Kohn V.G., Folomeshkin M.S.* // Nanobiotechnol. Rep. 2022. V. 17. № 1. P. 126.  
<https://doi.org/10.1134/S2635167622010086>
19. *Kohn V.G.* // J. Synchrotron Radiat. 2022. V. 29. P. 615.  
<https://doi.org/10.1107/S1600577522001345>
20. *Кон В.Г., Просеков П.А., Серегин А.Ю. и др.* // Кристаллография. 2019. Т. 64. № 1. С. 29.  
<https://doi.org/10.1134/S0023476119010144>
21. *Press W., Teukolsky S., Vetterling W. et al.* Numerical Recipes, The Art of Scientific Computing. Cambridge: Cambridge University Press, 2007. 1256 p.
22. *Snigirev A., Snigireva I., Grigoriev M. et al.* // Proc. SPIE. 2007. V. 6705. P. 39.  
<https://doi.org/10.1117/12.733609>
23. *Кон В.Г.* // <http://kohnvict.ucoz.ru/jsp/1-crlpar.htm>