

ДИФРАКЦИЯ И РАССЕЯНИЕ ИОНИЗИРУЮЩИХ ИЗЛУЧЕНИЙ

УДК 539+535.317+548.73

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДА РЕНТГЕНОВСКОЙ  
ФАЗОВО-КОНТРАСТНОЙ МИКРОСКОПИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ  
НАНОФОКУСИРУЮЩЕЙ ЛИНЗЫ НА “КИСИ-КУРЧАТОВ”**

© 2024 г. М. С. Фоломешкин<sup>1,\*</sup>, В. Г. Кон<sup>1</sup>, А. Ю. Серёгин<sup>1</sup>, Ю. А. Волковский<sup>1</sup>,  
П. А. Просеков<sup>1</sup>, В. А. Юнкин<sup>2</sup>, А. А. Снигирёв<sup>3</sup>, Ю. В. Писаревский<sup>1</sup>,  
А. Е. Благов<sup>1</sup>, М. В. Ковальчук<sup>1</sup>

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

<sup>2</sup>Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия

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

\*E-mail: folmaxim@gmail.com

Поступила в редакцию 20.09.2024 г.

После доработки 20.09.2024 г.

Принята к публикации 24.09.2024 г.

Представлены результаты экспериментального исследования на источнике “КИСИ-Курчатов” новой схемы фазово-контрастной визуализации микрообъектов с использованием нанофокусирующей составной преломляющей линзы. Продемонстрирована визуализация с субмикронным пространственным разрешением френелевской зонной пластинки с шириной крайних зон менее 0.5 мкм. Установлено, что основной вклад в инструментальную функцию, ухудшающую пространственное разрешение, в проведенных экспериментах вносят вибрации элементов оптической схемы. Показана возможность использования предложенной схемы для оценки поперечного размера пучка в фокусе составной преломляющей линзы с учетом инструментальной функции.

DOI: 10.31857/S0023476124060017, EDN: YIMCRC

**ВВЕДЕНИЕ**

С появлением в конце прошлого века источников синхротронного излучения (СИ) третьего поколения стали активно развиваться методы когерентной рентгеновской микроскопии для исследования структуры органических и неорганических микрообъектов. Развитие подобных методов исследования представляется особенно актуальным в России в связи со строительством источников СИ четвертого поколения [1] для проведения структурных исследований с нанометровым пространственным разрешением [2]. Наиболее простым и массовым методом является рентгеновская фазово-контрастная микроскопия [3].

Метод фазово-контрастной микроскопии в ближнем поле дифракции выгодно отличается от остальных методов визуализации микрообъектов благодаря низким требованиям к пространственной когерентности пучка СИ и возможности непосредственного наблюдения характерных особенностей исследуемого микрообъекта (размер, период и т.д.). Однако при исследовании микрообъектов относительно малого размера (менее 10 мкм) в данном методе возникает проблема, связанная с

недостаточным разрешением современных двумерных детекторов для регистрации изображений такого размера. Использование нанофокусирующей рентгеновской оптики для формирования перед исследуемым образцом вторичного источника СИ позволяет преодолеть данную проблему. Расходящийся после вторичного источника пучок СИ обеспечивает геометрическое увеличение изображения при сохранении условия ближнего поля дифракции.

В [4] была предложена и теоретически рассмотрена схема фазово-контрастной микроскопии, в которой для формирования вторичного источника СИ используется нанофокусирующая составная преломляющая линза (НСПЛ) [5, 6]. Методом численного эксперимента по изображению структуры фотонного кристалла было показано, что такая схема позволяет изображать структуры с периодом менее 0.5 мкм.

В настоящей работе представлены результаты первого экспериментального исследования такой схемы на примере изображения структуры френелевской зонной пластинки (ФЗП) с шириной крайних зон менее 0.5 мкм. Использовался

Курчатовский источник синхротронного излучения (“КИСИ-Курчатов”). Как оказалось, НСПЛ могут успешно использоваться даже на источнике с относительно низкой степенью пространственной когерентности при применении метода, для которого высокая пространственная когерентность не требуется. Зарегистрированные в эксперименте изображения фазового контраста позволили с субмикронной точностью определить период структуры ФЗП в области крайних зон. Анализ полученных экспериментальных данных показал, что наибольший вклад в ухудшение пространственного разрешения вносят вибрации элементов оптической схемы, а не конечная пространственная когерентность пучка СИ.

### ОСНОВЫ ТЕОРИИ

Кратко рассмотрим теорию когерентной рентгеновской оптики. Скалярное волновое поле монохроматизированного СИ с энергией  $E$ , распространяющееся вдоль оптической оси  $z$ , представляется в виде произведения медленно меняющейся функции и быстро меняющейся экспоненты:

$$\Psi(x, z) = \exp(ikz) \psi(x, z), \quad (1)$$

где  $k = 2\pi/\lambda$  – волновое число,  $\lambda = hc/E$  – длина волны излучения,  $h$  – постоянная Планка,  $c$  – скорость света в вакууме. В эксперименте измеряется интенсивность СИ, и достаточно ограничиться рассмотрением только медленно меняющейся функции  $\psi(x, z)$ . Величину  $\psi(x, z)$  далее будем называть волновой функцией (ВФ) СИ.

Перенос ВФ вдоль  $z$  по пустому пространству из  $z_0$  в  $z_1$  описывается в соответствии с принципом Гюйгенса–Френеля:

$$\psi(x, z_1) = P(x, z_1 - z_0) * \psi(x, z_0), \quad (2)$$

где  $P(x, z) = (i\lambda z)^{-1/2} \exp(ipx^2/\lambda z)$  – пропагатор Френеля. Символом  $*$  обозначена операция свертки.

Изменение ВФ при прохождении через достаточно тонкий микрообъект может быть описано в проекционном приближении путем умножения на трансмиссионную функцию

$$T(x) = \exp(ik[n - 1]t(x)), \quad (3)$$

где  $n$  – комплексный показатель преломления СИ в материале микрообъекта,  $t(x)$  – толщина микрообъекта вдоль оси  $z$ .

На источниках СИ излучают отдельные электроны в поворотном магните или ондуляторе. Каждый электрон излучает сферическую волну в собственной системе координат, но из-за релятивистских эффектов пучок излучения имеет небольшую угловую расходимость при распространении вдоль оси  $z$ . Отдельные электроны излучают спонтанно в разное время и потому некогерентно. Это определяет

специфическую форму учета поперечного размера источника  $w_s$ . Необходимо когерентно вычислять интенсивность излучения на детекторе от каждой точки и затем суммировать интенсивности от всех точек. Для точечного источника СИ с координатой  $x_s$ , расположенного на расстоянии  $z_s$  до исследуемого микрообъекта, ВФ на детекторе, расположенном на расстоянии  $z_d$  после микрообъекта, в соответствии с (2), (3) описывается выражением

$$\psi_d(x, x_s) = P(x, z_d) * T(x) P(x - x_s, z_s). \quad (4)$$

Расстояние  $z_s$  обычно составляет десятки метров, поэтому падающую на исследуемый образец ВФ приближенно можно считать плоской волной, если размер источника  $w_s$  достаточно мал. В этом случае

$$\psi_d(x) = P(x, z_d) * T(x). \quad (5)$$

Из теории следует, что распределение интенсивности  $I_d(x) = |\psi_d(x)|^2$  зависит от трех факторов: длины волны излучения  $\lambda$ , размера микрообъекта  $D$  и расстояния  $z_d$ , на котором регистрируется изображение. Данная зависимость выражается через диаметр первой зоны Френеля  $D_f = 2(\lambda z)^{1/2}$ . Ближнее поле дифракции соответствует условию  $D \gg D_f$ , при котором возникает контраст интенсивности на краях микрообъекта.

В микроскопии фазового контраста [3, 8] используют ближнее поле для непосредственного наблюдения границ исследуемых объектов. В этом случае может быть использовано частично когерентное излучение в отличие от других когерентных методов. Однако при переходе к изучению объектов микронного размера возникает проблема, связанная с тем, что размер изображения в ближнем поле приблизительно равен размеру микрообъекта. Разрешения современных двумерных детекторов ( $\sim 0.5$  мкм) недостаточно для регистрации изображений такого размера. Кроме того, расстояние, на котором реализуется условие ближнего поля, для микрообъектов может быть менее миллиметра, что также затрудняет проведение экспериментов.

Указанные проблемы могут быть преодолены с помощью нанофокусирующей рентгеновской оптики, используемой для формирования перед исследуемым образцом вторичного источника СИ, что обеспечивает геометрическое увеличение регистрируемого изображения. Это можно показать, преобразовав (4) к следующему виду:

$$\psi_d(x, x_s) P^{-1}(x - x_s, z_d) = P(x_e + x_s z_d/z_s, z_e) * T(x_e), \quad (6)$$

где  $z_e = z_s + z_d$ ,  $x_e = x/M$ ,  $z_e = z_d/M$ ,  $M = z_s/z_d$ . Параметр  $M$  является фактором геометрического увеличения размеров на детекторе по сравнению с размерами на объекте. Пропагатор Френеля в левой части (6) не влияет на характер профиля

интенсивности и только масштабирует интенсивность изображения в соответствии с законом сохранения энергии. Правая часть (б) для  $x_s = 0$  эквивалентна (5), но для другого масштаба  $x_e$  и уменьшенного расстояния до детектора  $z_e$ . Смещение точечного источника СИ перпендикулярно оптической оси приводит к смещению изображения как целого на величину  $-x_s z_e / z_s$ . Таким образом, расположив точечный источник СИ достаточно близко к исследуемому микрообъекту, можно добиться сильного увеличения размера изображения фазового контраста при сохранении условия ближнего поля для эффективного расстояния  $z_e$ .

В [4] была теоретически рассмотрена схема, в которой вторичный источник СИ формируется с использованием планарной НСПЛ (рис. 1а). Планарные НСПЛ, изготавливаемые с использованием технологий глубокого анизотропного травления кремния [5, 6], являются одним из наиболее перспективных инструментов нанофокусировки СИ. Развитые технологии глубокого анизотропного травления кремния позволяют с высокой точностью создавать НСПЛ с апертурой 50 мкм и менее (рис. 1б, 1в). Преломляющая поверхность таких НСПЛ представляет собой параболический цилиндр, что обеспечивает линейную фокусировку когерентного пучка до поперечного размера менее 50 нм [10]. НСПЛ состоят из большого числа отдельных элементов, которые характеризуются следующим набором параметров: апертура  $A$ , радиус кривизны преломляющей поверхности  $R$ , минимальная толщина  $d$ , длина элемента вдоль оптической оси  $p = d + A^2/4R$ . Отметим, что относительно длинные НСПЛ, фокусное расстояние которых сравнимо с их длиной, не могут рассматриваться в проекционном приближении, поэтому для расчета сфокусированного пучка необходимо использовать другие подходы. Теория фокусировки СИ с помощью НСПЛ была развита в [9–13]. В теории рассматриваются как сильно поглощающие НСПЛ [9–11], для которых можно пренебречь влиянием апертуры элементов, так и слабо поглощающие [12, 13], для которых конечная апертура влияет на результат фокусировки. Для точного расчета волновой функции после НСПЛ для указанных случаев можно использовать, например, универсальную программу XRWP [14], предназначенную для проведения расчетов в области когерентной рентгеновской оптики. Кроме того, существует онлайн-программа [15], позволяющая рассчитывать параметры сфокусированного пучка [11].

Из теории сильно поглощающих НСПЛ следует, что волновая функция излучения после НСПЛ представляет собой гауссов пучок, характеризуемый угловой расходимостью  $\Delta\theta$  и полушириной в фокусе  $w_f$ . Данные параметры связаны следующим соотношением:

$$w_f = (2 \ln 2 / \pi) (\lambda / \Delta\theta) = 0.441 (\lambda / \Delta\theta). \quad (7)$$

Известно, что для гауссового пучка на расстоянии от фокуса  $z \gg z_R$ , где  $z_R = (\pi/2 \ln 2) (w_f/\lambda) = 2.27(w_f/\lambda)$  – длина Рэлея, поперечная зависимость фазы ВФ является параболической, т.е. соответствует излучению для точечного источника в параксиальном приближении. Таким образом, гауссов пучок после НСПЛ может быть аналогично точечному источнику использован для увеличения изображения с той разницей, что интенсивность такого пучка имеет конечную угловую расходимость. Угловую расходимость пучка необходимо учитывать для обеспечения полного освещения микрообъекта или его исследуемой области. Например, для энергии излучения  $E = 18$  кэВ и размера пучка в фокусе  $w_f = 50$  нм угловая расходимость составляет  $\Delta\theta = 606$  мкрад. Длина Рэлея в этом случае  $z_R = 82$  мкм. На расстоянии  $z = 100 z_R$  от фокуса НСПЛ полуширина пучка СИ будет составлять 5 мкм, что достаточно для освещения объектов микронного размера.

Отметим также, что фокусировка пучка СИ с помощью НСПЛ до нанометрового размера может быть реализована только при использовании когерентного излучения. Для протяженного источника СИ пучок в фокусе НСПЛ представляет собой уменьшенное изображение источника, размер которого больше размера фокуса для когерентного излучения. Размер изображения источника СИ может быть определен в рамках теории фокусировки с помощью НСПЛ, в том числе с использованием

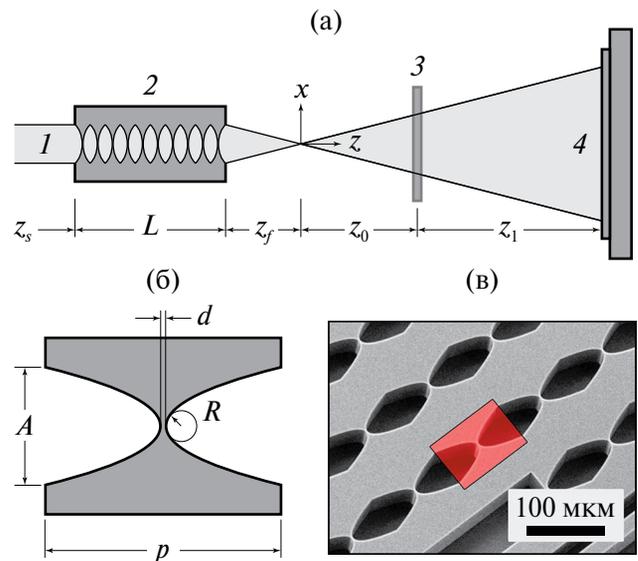


Рис. 1. Схема фазово-контрастной микроскопии с использованием планарной НСПЛ (1 – монохроматизированный пучок СИ, 2 – НСПЛ, 3 – микрообъект, 4 – детектор) (а); схематичное изображение элемента НСПЛ (б); изображение растровой электронной микроскопии планарных НСПЛ на поверхности кремния (рамкой выделен элемент НСПЛ) (в).

онлайн-программы [15]. Таким образом, разрешенные схемы фазового контраста с использованием вторичного источника определяется некогерентным размером пучка в фокусе НСПЛ.

### ДЕТАЛИ ЭКСПЕРИМЕНТА

Экспериментальное исследование метода рентгеновской фазово-контрастной микроскопии с использованием НСПЛ (рис. 1а) проведено на станции РКФМ (рентгеновская кристаллография и физическое материаловедение) источника “КИСИ-Курчатов”. Фотография экспериментальной схемы представлена на рис. 2а. Источником СИ на станции РКФМ является поворотный магнит, расположенный на расстоянии  $z_s = 15$  м от образца. Размер источника СИ, формируемого поворотным магнитом, достаточно точно аппроксимируется двумерной функцией Гаусса с полушириной  $\sim 100 \times 1000$  мкм<sup>2</sup> в вертикальном и горизонтальном направлениях соответственно. Угловая расходимость пучка СИ приблизительно равна  $100 \times 1000$  мкрад<sup>2</sup> в соответствующих плоскостях. Более подробное техническое описание станции можно найти в [16].

Для монохроматизации пучка СИ использовали двухкристальный монохроматор Si(111), угловое положение которого было настроено на энергию фотонов  $E = 18$  кэВ. Монохроматор обеспечивал относительное спектральное разрешение  $\Delta E/E \sim 10^{-4}$ . С целью подавления высших гармоник с энергиями, кратными энергии основной гармоники  $E$ , второй кристалл монохроматора был приблизительно на 10 мкрад отстроен от точного брэгговского положения. При такой настройке интенсивность излучения основной гармоники составляла  $\sim 80\%$  от максимального значения.

Для фокусировки пучка СИ с целью формирования вторичного источника использовали интегральный кремниевый чип с одномерно фокусирующими НСПЛ различной длины (с различным числом элементов) и следующими параметрами элементов (рис. 1б):  $A = 50$  мкм,  $R = 6.25$  мкм,  $d = 2$  мкм,  $p = 102$  мкм. Фокусировку осуществляли в вертикальной плоскости (плоскость  $(x, z)$ ). Чип был закреплен на пятикружном гониометре для пространственного и углового позиционирования НСПЛ при настройке оптической схемы. Оценку параметров сфокусированного пучка проводили с помощью онлайн-программы [15]. В эксперименте использовали НСПЛ длиной  $L = 1.35$  см (132 элемента), для которой выполнялось условие сильного поглощения, т.е. сфокусированный пучок СИ можно было считать гауссовым с высокой точностью. Для указанных параметров эксперимента и элементов НСПЛ теоретические значения фокусного расстояния и размера пучка в фокусе составляли  $z_f = 1.11$  см и  $w_f = 50$  нм, что обеспечивало относительно высокую угловую расходимость пучка после фокуса  $\Delta\theta = 606$  мкрад.

В качестве модельного образца использовали линейную ФЗП из кремния (рис. 2б) [17]. Использованная ФЗП изготовлена на мембране из монокристаллического кремния суммарной толщиной  $H_p = 12$  мкм и имеет следующие параметры: апертура  $A_p = 387$  мкм, разность толщины четных (прозрачных) и нечетных (непрозрачных) зон  $h_p = 5$  мкм, ширина крайней зоны  $d_p = 0.4$  мкм, число зон  $N_p = 242$ . ФЗП в специальной рамке-держателе была закреплена на пьезоподвижках (SmarAct), обеспечивающих позиционирование с нанометровой точностью, и расположена таким образом, чтобы направление линейных зон было

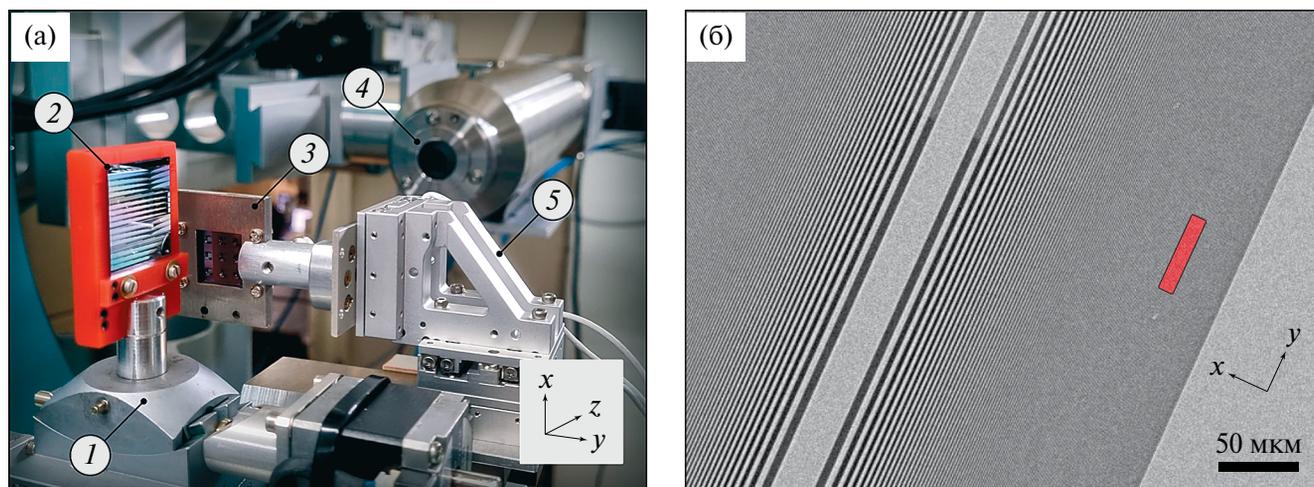


Рис. 2. Фотография элементов экспериментальной схемы (1 – пятикружный гониометр, 2 – кремниевый чип с НСПЛ, 3 – рамка-держатель с ФЗП, 4 – двумерный детектор, 5 – пьезоподвижки) (а); изображение растровой электронной микроскопии линейной ФЗП из кремния (рамкой выделена область освещения пучком СИ) (б).

перпендикулярно плоскости фокусировки, а оптическая ось  $z$  проходила через прозрачную зону с номером  $l = 162$ . Ширина зон ФЗП в данной области составляет  $\sim 0.49$  мкм. Расстояние от фокуса НСПЛ до ФЗП было установлено равным  $z_0 = 0.75$  см, что обеспечивало освещение расходящимся пучком СИ около 10 соседних зон в пределах полуширины пучка  $w_0 = 4.55$  мкм. На рис. 2б область освещения ФЗП пучком СИ выделена рамкой.

Регистрацию изображений распределения интенсивности осуществляли с помощью двумерного рентгеновского sCMOS-детектора XSight Micron (Rigaku) с разрешением  $\sim 0.5$  мкм. Детектор был установлен на расстоянии  $z_1 = 19.6$  см от образца. Таким образом, суммарная длина экспериментальной схемы от конца НСПЛ до позиции детектора составляла менее 22 см при значении фактора увеличения  $M = 27$ . С учетом увеличения размеров на детекторе по сравнению с образцом эффективное разрешение детектора в вертикальном направлении составляло  $\sim 20$  нм. В эксперименте сначала регистрировали изображения прямого пучка СИ после фокуса НСПЛ (без образца) с целью оценки точности настройки схемы фокусировки. После этого проводили настройку пространственного положения ФЗП после фокуса НСПЛ и регистрировали увеличенные изображения фазового контраста.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Увеличенные изображения прямого пучка СИ после НСПЛ без образца (слева) и с образцом (ФЗП, справа) представлены на рис. 3. Для одномерно фокусирующих НСПЛ увеличение изображений реализуется только в вертикальном направлении. По этой причине масштаб по осям  $x$  и  $y$  на представленных изображениях различается в

10 раз. В теории при распространении излучения от точечного источника вдоль оптической оси  $z$  через объекты, толщина которых постоянна вдоль оси  $y$ , распределение интенсивности также не зависит от  $y$ . Наблюдаемый в эксперименте плавный спад интенсивности вдоль оси  $y$  на краях изображений объясняется конечной апертурой НСПЛ вдоль  $y$  и относительно большим размером источника СИ в горизонтальной плоскости. С другой стороны, вдоль оси  $x$  пучок после НСПЛ (рис. 3а) имеет гауссову форму, что соответствует теории фокусировки с использованием сильно поглощающих НСПЛ.

Из сравнения изображений на рис. 3 видно, что введение в пучок ФЗП приводит к возникновению достаточно сильного контраста в распределении интенсивности (рис. 3б). Возникновение контраста обусловлено разностью фаз волновой функции СИ после ФЗП в областях, соответствующих зонам различной толщины (прозрачные и непрозрачные зоны). Известно, что в ближнем поле для однородных объектов контраст наблюдается в первую очередь на их границах, т.е. в областях изменения толщины. Таким образом, на изображении структуры ФЗП в ближнем поле для каждой зоны должны наблюдаться по два пика и провала интенсивности, соответствующих границам зоны с резко изменяющейся толщиной. Однако экспериментальные данные были получены для эффективного расстояния  $z_e = 0.73$  см, на котором для ширины зоны 0.49 мкм условие ближнего поля уже выполняется не строго. В результате контраст на границах зон размывается, и наблюдаемые в эксперименте пики и провалы интенсивности соответствуют прозрачным и непрозрачным зонам ФЗП соответственно. Данный эффект был рассмотрен в [4] при моделировании фазового контраста фотонного кристалла. Тем не менее даже в этом случае период структуры может

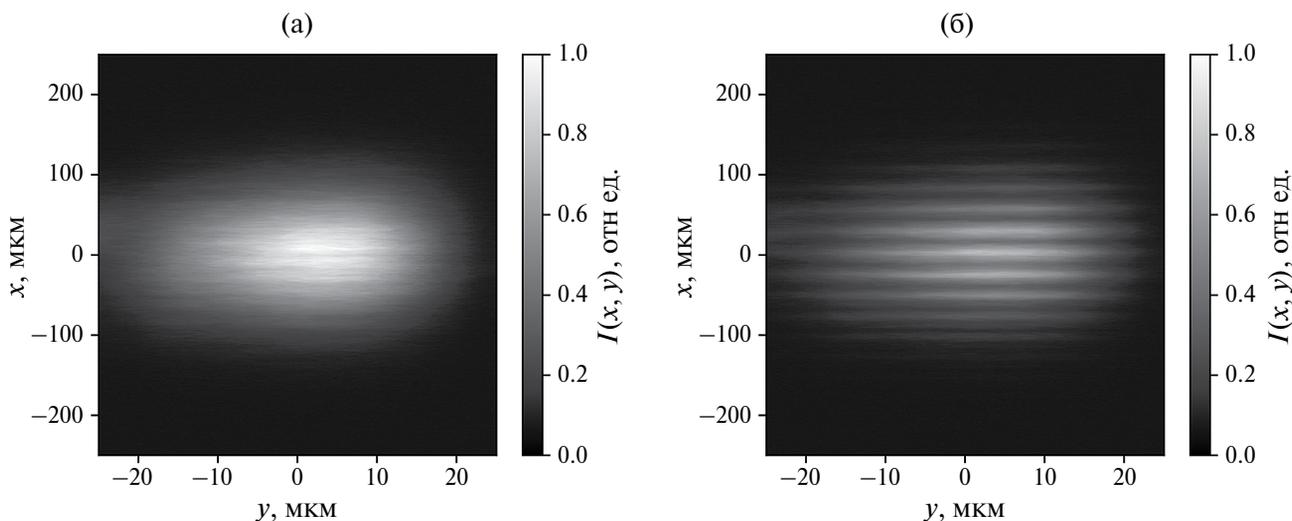


Рис. 3. Экспериментальные изображения: а – пучка СИ после НСПЛ, б – фазового контраста ФЗП.

быть экспериментально определен с высокой точностью. Так, расстояние между центральными пиками на увеличенном изображении ФЗП равно  $26.5 \pm 0.5$  мкм. Разделив данное значение на фактор увеличения  $M = 27$ , получим  $0.98 \pm 0.02$  мкм, что в пределах погрешности совпадает с периодом зон ФЗП в области освещения пучком СИ. Таким образом, предложенная схема фазово-контрастной микроскопии позволяет без сложной математической обработки определять период структуры микрообъектов с субмикронным пространственным разрешением.

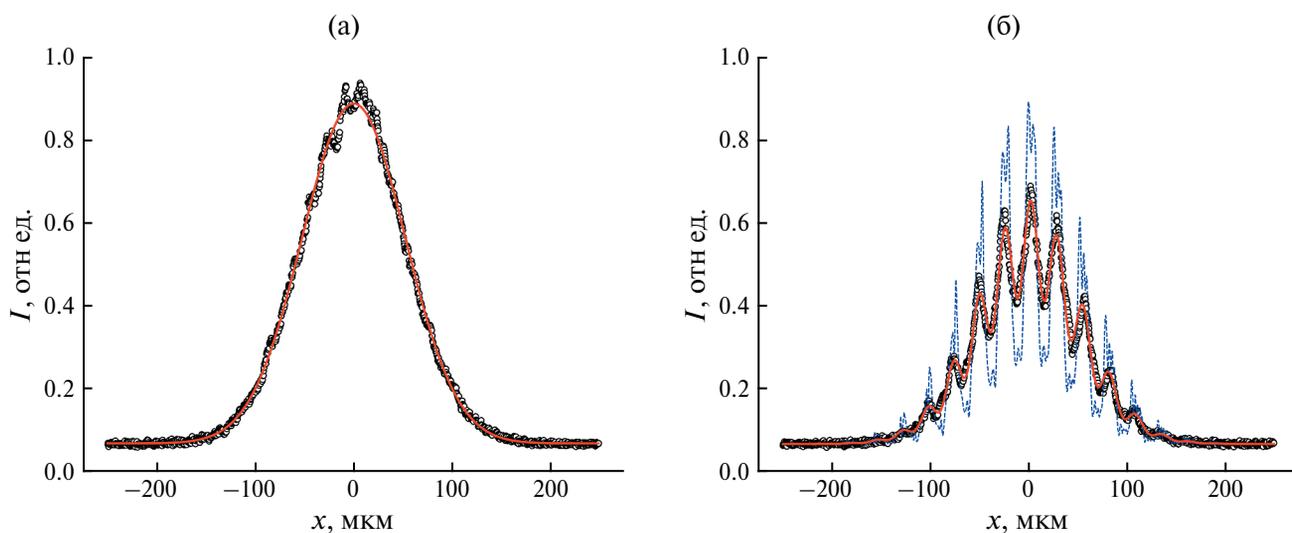
Более подробный анализ экспериментальных данных представлен на рис. 4 для центральной области изображений рис. 3. Здесь показаны соответствующие экспериментальные кривые распределения интенсивности (круглые маркеры) в сравнении с результатами моделирования и аппроксимации методом наименьших квадратов (МНК) [18]. Для аппроксимации интенсивности пучка СИ после НСПЛ (рис. 4а) использовали функцию Гаусса в соответствии с теорией фокусировки с помощью НСПЛ. Теоретическая кривая, полученная методом подгонки с применением МНК, показана сплошной линией. Видно, что данные эксперимента хорошо описываются такой моделью, за исключением артефактов около пикового значения.

Наличие подобных артефактов может быть связано как с неоднородностью пучка СИ перед НСПЛ, так и с незначительным отклонением топологии преломляющей поверхности элементов НСПЛ от параболической формы. Полуширина модельной кривой составляет  $123.5 \pm 0.4$  мкм, что в пределах погрешности совпадает с теоретическим расчетом для точечного источника 123.4 мкм.

Известно, что на большом расстоянии от фокуса НСПЛ влияние конечного размера источника СИ мало [10]. Совпадение экспериментальных и расчетных данных свидетельствует о высокой точности настройки оптической схемы и возможности применения теоретического расчета фокусировки с помощью НСПЛ для анализа данных фазового контраста ФЗП.

Для анализа экспериментальной кривой фазового контраста ФЗП (рис. 4б) проведен теоретический расчет распределения интенсивности на позиции детектора с использованием параметров эксперимента и параметров ФЗП для точечного источника. Такая кривая показана на рис. 4б прерывистой линией. Видно, что контраст на теоретической кривой более детальный по сравнению с экспериментальными данными, так как является полностью когерентным. В условиях реального эксперимента наблюдается размытие когерентной картины фазового контраста, обусловленное конечным размером источника СИ, а также другими факторами, включая вибрацию элементов оптической схемы.

Как показывает практика, эффекты, приводящие к усреднению интенсивности, могут быть учтены при моделировании путем свертки результата расчета для точечного источника с инструментальной функцией в виде функции Гаусса. Такая процедура справедлива для совокупности случайных факторов, описываемых нормальным распределением, ввиду ассоциативности операции свертки. При моделировании полуширина инструментальной функции является варьируемым параметром в процессе минимизации расхождения расчетной и экспериментальной кривых с



**Рис. 4.** Экспериментальные кривые распределения интенсивности (круглые маркеры) в сравнении с результатами моделирования: а – пучка СИ после НСПЛ, б – фазового контраста ФЗП. Сплошные линии – результаты моделирования с использованием МНК, прерывистая – расчет для точечного источника СИ.

применением МНК. Сглаженная расчетная кривая после минимизации показана на рис. 4б сплошной линией. Значение полуширины инструментальной функции для представленной кривой составляет  $w_i = 14.4 \pm 0.5$  мкм. Видно, что после усреднения модельный профиль интенсивности достаточно точно описывает данные эксперимента, что подтверждает обоснованность использованной процедуры сглаживания.

Полученное значение  $w_i$  определяет пространственное разрешение увеличенного изображения фазового контраста на позиции детектора, т.е. без учета фактора увеличения  $M$ . С учетом геометрического увеличения эффективное разрешение определяется как  $w_e = w_i/M = 530 \pm 20$  нм. Параметр  $w_e$  может быть отождествлен с увеличенным из-за инструментальной функции размером вторичного источника в фокусе НСПЛ. Физический смысл данного параметра заключается в том, что полуширина пучка в фокусе НСПЛ  $w_f = 50$  нм для точечного источника увеличивается за счет конечного размера источника СИ и смещения положения фокуса относительно образца перпендикулярно оптической оси из-за вибраций.

Расчет полуширины пучка в фокусе с учетом вертикального размера источника СИ (100 мкм) дает значение 132 нм, что больше значения для точечного источника, однако более чем в 4 раза меньше значения  $w_e$ , полученного из эксперимента. Таким образом, можно предположить, что в проведенном эксперименте наибольший вклад в ухудшение пространственного разрешения вносят именно вибрации элементов экспериментальной схемы. Исключив данный фактор, теоретически можно с использованием предложенной схемы добиться разрешения  $\sim 100$  нм. Еще лучшего разрешения можно достичь при использовании когерентного пучка СИ на источниках СИ третьего и четвертого поколения.

Интересно сравнить полученные результаты с данными работы [19] по измерению размера пучка СИ в фокусе НСПЛ. В этой работе измерения также были проведены на станции РКФМ “КИСИ-Курчатов” при схожих параметрах эксперимента: энергия излучения  $E = 18.6$  кэВ, НСПЛ длиной  $L = 1.1$  см (104 элемента). Теоретическая полуширина пучка в фокусе для таких параметров с учетом размера источника СИ составляла 166 нм. Полуширина пучка в фокусе, определенная методом ножевого сканирования, составила  $460 \pm 70$  нм. Увеличение экспериментального значения по сравнению с теоретической оценкой было также объяснено наличием вибраций элементов оптической схемы. Измеренный в [19] размер пучка в фокусе в пределах погрешности совпадает со значением  $w_e$ , полученным в настоящей работе. Таким образом, предложенная в настоящей работе схема может быть использована не только

для исследования структуры микрообъектов, но и для оценки увеличенного из-за инструментальной функции размера пучка в фокусе НСПЛ при использовании модельных объектов с известной структурой. По сравнению с методом ножевого сканирования такая схема является более простой, поскольку не требует проведения большого числа сканирований пучка в окрестности фокуса.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На станции РКФМ “КИСИ-Курчатов” впервые экспериментально реализована новая схема фазово-контрастной микроскопии на основе НСПЛ из кремния, используемой для формирования вторичного источника СИ. На примере визуализации структуры крайних зон ФЗП продемонстрировано субмикронное пространственное разрешение. Экспериментально измеренный период зон ФЗП составил  $0.98 \pm 0.02$  мкм, что соответствует реальному периоду в области освещения ФЗП пучком СИ. Сравнение модельных кривых фазового контраста с экспериментальными данными показало, что основной причиной ухудшения пространственного разрешения на станции РКФМ “КИСИ-Курчатов” является вибрация элементов оптической схемы, а не частичная пространственная когерентность пучка СИ. При исключении данного фактора и использовании когерентного пучка СИ предложенная в настоящей работе схема теоретически позволяет визуализировать структуру микрообъектов с разрешением менее 100 нм. Также данная схема может быть использована для измерения размера пучка в фокусе НСПЛ, увеличенного по сравнению с теоретическим значением из-за влияния инструментальной функции.

Работа проведена в рамках выполнения государственного задания НИЦ “Курчатовский институт” в части проведения экспериментов и Соглашения с Минобрнауки РФ от 28 июня 2024 г. № 075-15-2024-637 в части обработки и анализа результатов. Работа В.А. Юнкина по созданию кремниевых преломляющих линз частично поддержана в рамках госзадания № 075-00296-24-01.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ковальчук М.В., Благов А.Е., Нарайкин О.С. и др. // Кристаллография. 2022. Т. 67. № 5. С. 726. <https://doi.org/10.31857/S0023476122050071>
2. Просеков П.А., Носик В.Л., Благов А.Е. // Кристаллография. 2021. Т. 66. С. 843. <https://doi.org/10.31857/S002347612106028X>
3. Snigirev A., Snigireva I., Kohn V. et al. Rev. Sci. Instrum. 1995. V. 66 (12). P. 5486. <https://doi.org/10.1063/1.1146073>
4. Кон В.Г. // Кристаллография. 2022. Т. 67. № 2. С. 892. <https://doi.org/10.31857/S0023476122060133>

5. *Yunkin V., Grigoriev M.V., Kuznetsov S. et al.* // Proc. SPIE. 2004. V. 5539. P. 226.  
<https://doi.org/10.1117/12.563253>
6. *Snigirev A., Snigireva I., Kohn V. et al.* // Phys. Rev. Lett. 2009. V. 103. P. 064801.  
<https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.103.064801>
7. *Аргунова Т.С., Кон В.Г.* // Успехи физ. наук. 2019. Т. 189. № 6. С. 643.  
<https://doi.org/10.3367/UFNr.2018.06.038371>
8. *Фоломешкин М.С., Кон В.Г., Серегин А.Ю. и др.* // Кристаллография. 2023. Т. 68. № 1. С. 5.  
<https://doi.org/10.31857/S0023476123010071>
9. *Кон В.Г.* // Письма в ЖЭТФ. 2002. Т. 76. С. 701.
10. *Кон В.Г.* // ЖЭТФ. 2003. Т. 124. С. 224.
11. *Kohn V.G.* // J. Synchrotron Radiat. 2018. V. 25. P. 1634.  
<https://doi.org/10.1107/S1600577518012675>
12. *Kohn V.G., Folomeshkin M.S.* // J. Synchrotron Radiat. 2021. V. 28. P. 419.  
<https://doi.org/10.1107/S1600577520016495>
13. *Kohn V.G.* // J. Synchrotron Radiat. 2022. V. 29. P. 615.  
<https://doi.org/10.1107/S1600577522001345>
14. *Кон В.Г.* 2024. <https://xray-optics.ucoz.ru/XR/xrwp.htm>
15. *Кон В.Г.* 2024. <https://kohnvict.ucoz.ru/jsp/1-crlpar.htm>
16. *Кон В.Г., Просеков П.А., Серегин А.Ю. и др.* // Кристаллография. 2019. Т. 64. № 1. С. 29.  
<https://doi.org/10.1134/S0023476119010144>
17. *Snigireva I., Snigirev A., Kohn V.* // Phys. Status Solidi. A. 2007. V. 204 (8). P. 2817.
18. *Press W., Teukolsky S., Vetterling W. et al.* Numerical Recipes, The Art of Scientific Computing. Cambridge: Cambridge University Press, 2007. 1256 p.
19. *Sorokovikov M.N., Zverev D.A., Barannikov A.A. et al.* // Nanobiotechnology Reports. 2023. V. 1. S. 1. P. S210.  
<https://doi.org/10.1134/S2635167623601183>

## EXPERIMENTAL STUDY OF THE METHOD OF X-RAY PHASE-CONTRAST MICROSCOPY USING A NANOFOCUSING LENS AT KISI-KURCHATOV SYNCHROTRON SOURCE

**M. S. Folomeshkin<sup>a,\*</sup>, V. G. Kohn<sup>a</sup>, A. Yu. Seregin<sup>a</sup>, Yu. A. Volkovsky<sup>a</sup>, P. A. Prosekov<sup>a</sup>,  
V. A. Yunkin<sup>b</sup>, A. A. Snigirev<sup>c</sup>, Yu. V. Pisarevsky<sup>a</sup>, A. E. Blagov<sup>a</sup>, M. V. Kovalchuk<sup>a</sup>**

<sup>a</sup>*National Research Centre "Kurchatov Institute", 123182, Moscow, Russia*

<sup>b</sup>*Institute of Microelectronics Technology and High-Purity Materials RAS, 142432, Chernogolovka, Russia*

<sup>c</sup>*Immanuel Kant Baltic Federal University, 236016 Kaliningrad, Russia*

<sup>\*</sup>*e-mail: folmaxim@gmail.com*

**Abstract.** The results of an experimental study at the KISI-Kurchatov synchrotron source of a new phase-contrast imaging scheme for micro-objects using a nanofocusing compound refractive lens are presented. Visualization with submicron spatial resolution of a Fresnel zone plate, with the width of outer zones less than 0.5  $\mu\text{m}$ , has been demonstrated. It was found that in the conducted experiments the main contribution to the instrumental function, which limits spatial resolution, is due to the vibrations of the optical scheme elements. The possibility of using the proposed scheme to determine the beam transverse size at the focus of the compound refractive lens, considering the instrumental function, is shown.