УДК 548.732

# ФОКУСИРОВКА ИСТОЧНИКА И КОГЕРЕНТНОЕ ИЗОБРАЖЕНИЕ МИКРООБЪЕКТА В УСЛОВИЯХ СЛАБОЙ ПРОСТРАНСТВЕННОЙ КОГЕРЕНТНОСТИ ПУЧКА СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

© 2007 г. А. А. Снигирев<sup>1</sup>, В. Г. Кон<sup>2</sup>, Э. Х. Мухамеджанов<sup>2</sup>, И. И. Снигирева<sup>1</sup>, А. Г. Маевский<sup>2</sup>, В. В. Квардаков<sup>2</sup>, М. В. Ковальчук<sup>2</sup>

<sup>1</sup>European Synchrotron Radiation Facility, Grenoble Cedex, France <sup>2</sup>Российский научный центр "Курчатовский институт", Москва, Россия Поступила в редакцию 30.12.2005 г.

Представлены экспериментальные результаты по измерению голографического (фазово-контрастного) изображения борного файбера (цилиндра из бора диаметром 100 мкм с ядром из вольфрама диаметром 20 мкм), а также фокусировки излучения френелевскими зонными пластинками с использованием Курчатовского источника синхротронного излучения. Методом сравнения полученной голограммы с теоретическим расчетом определен вертикальный размер источника, равный 325 ± 25 мкм. Эта величина также подтверждена измерением полуширины прямого изображения источника. Обсуждаются особенности регистрации изображений на фотопленку.

## введение

В 1995 году, после появления источников синхротронного излучения третьего поколения (ES-RF, APS, Spring-8) было обнаружено, что эти источники создают пучки рентгеновских лучей с высокой пространственной когерентностью, близкие по своим параметрам к лазерным пучкам. Этот факт привел к возникновению новых разделов оптики рентгеновских лучей, таких как прямое фазово-контрастное изображение микрообъектов в ближнем поле с высоким разрешением [1, 2] и голографическая запись изображения микрообъектов с последующим восстановлением интегральной оптической плотности по направлению лучей компьютерными методами [3]. Применение дополнительно стандартных методов томографии позволило восстановить оптическую плотность в сечении слабопоглощающего объекта, когда поглощение меняет интенсивность на уровне шумов и не пригодно для анализа. Угловой размер новых источников в области засветки объекта имеет порядок величины 10<sup>-6</sup> рад, что сравнимо или даже выше разрешения, получаемого с помощью кристаллов.

Новые источники позволили получить рентгеновские пучки предельно малых размеров, используя фокусировку расходящейся волны рентгеновскими линзами различных типов, среди которых наиболее интересны брэгг-френелевские линзы [4], френелевские зонные пластинки [5, 6] и составные преломляющие линзы [7, 8]. Преломляющие линзы различных типов интенсивно развиваются в последние годы, и к настоящему времени опубликовано более ста статей на эту тему. Эти линзы, как и зонные пластинки, не меняют направление оптической оси. Они имеют лишь один порядок фокусировки, что делает их приоритетными при разработке рентгеновских микроскопов. Уже получены пучки с поперечным размером порядка 100 нм [9] и увеличенные в десять раз изображения слабо поглощающих биологических микрообъектов с высокой четкостью [10].

Очевидной и важной задачей является разработка методов прецизионного определения эффективного размера источника, так как в реальном эксперименте структура когерентного волнового фронта может быть искажена различными оптическими элементами, устанавливаемыми на пути от источника до объекта, например монохроматором. Кроме того, на эффективный размер влияет разного рода механическая нестабильность. Эффективный размер источника может быть определен как по фокусировке, так и по анализу интерференционных полос в голографическом изображении модельных объектов [11, 12]. Также естественной представляется задача о возможном, хотя бы частичном, расширении сферы приложения новых методов на источники второго поколения, число которых в мире измеряется десятками.

В данной работе проанализирован ряд возможностей источников синхротронного излучения второго поколения для практического использования пространственно когерентных явлений, пусть и в условиях значительной потери когерентности. Эксперимент был проведен на источнике Курчатовского центра синхротронного излучения и нанотехнологий (КЦСИиНТ). Так как указанный источник СИ ранее для таких задач не использо-



Рис. 1. Схема эксперимента: S – источник, O – объект, D – позиционно-чувствительный детектор. Сходящиеся лучи показывают проекцию источника, равную области усреднения когерентной картины; расходящиеся лучи показывают область тени объекта.

вался, первой задачей явилось определение эффективного поперечного размера источника. Для ее решения использовались два метода, а именно, фокусировка источника френелевской зонной пластинкой и запись голографического изображения тонкого борного файбера. Анализ экспериментальных данных, полученных этими двумя методами, позволил провести оценку вертикального (минимального) размера источника. В следующем разделе описана схема эксперимента и представлены полученные экспериментальные данные. В третьем разделе дан анализ экспериментальных результатов, а в четвертом обсуждаются некоторые детали использованного метода измерения.

#### ЭКСПЕРИМЕНТ

Эксперимент был выполнен на станции "Рентгеновская кристаллография и физическое материаловедение" (РКФМ) на канале 4.6 источника КЦСИиНТ [13]. Станция РКФМ оснащена вакуумным двухкристальным монохроматором, щелевыми коллиматорами, мониторами пучка СИ, детектором рентгеновского излучения и универсальным набором гониометрических устройств, необходимых для решения задач рентгеновского материаловедения. Станция оборудована системами динамической стабилизации пространственного положения пучка СИ в канале вывода (точность ~10 мкм) и углового положения второго кристалла-монохроматора (точность ~0.03 угл. с), обеспечивающими необходимые условия для проведения прецизионных рентгенодифракционных экспериментов. В качестве кристаллов-монохроматоров использовались пластины кремния с симметричными отражениями 111.

Схема эксперимента показана на рис. 1. Излучение от источника после прохождения монохроматора (на рисунке не показан) просвечивало микрообъекты в виде френелевской зонной пластинки и борного файбера, установленные на одном и том же держателе. Пространственная структура интенсивности волнового поля регистрировалась на высокоразрешающую фотопленку Kodak, установленную в фокусе зонной пластинки. Разрешение фотопленки не превышало 1 мкм на точку. Расстояние от источника до объектов равнялось  $L_1 = 15.06$  м, в то время как расстояние от объектов до фотопленки зависело от фокусного расстояния используемых зонных пластинок.

Для фокусировки излучения с энергией фотонов 12 кэВ (длина волны  $\lambda = 1.033$  Å) использовалась круглая зонная пластинка из монокристалла кремния с радиусом первой зоны  $r_1 = 12.44$  мкм и числом зон N = 242. Апертура этой зонной пластинки и размер крайней зоны равны соответственно 387 и 0.4 мкм. Глубина протравленной области и соответственно толщина зон составляет h = 9 мкм. Такая ЗП фокусирует плоскую волну с энергией 12 кэВ на расстоянии  $F = r_1^2 / \lambda = 1.5$  м с эффективностью порядка 20 %. С учетом конечного расстояния до источника  $L_1$  фокусное расстояние  $L_2 = 1.667$  м определяется по формуле линзы  $L_2^{-1} = F^{-1} - L_1^{-1}$ . На рис. 2 показаны оцифрованные изображения источника и файбера, полученные при сканировании пленок с размером пикселя 0.885 мкм.

Изображение источника имеет форму эллипса, сильно вытянутого вдоль горизонтали. Так как размер изображения значительно превосходит дифракционный предел изображения точки, равный для зонной пластинки размеру крайней зоны, то это действительно реальное изображение источника. Файбер представлял собой цилиндр из бора диаметром 100 мкм, внутри которого располагается цилиндр из вольфрама диаметром 20 мкм. Файбер был установлен горизонтально, так что интерес представляет лишь распределение интенсивности в вертикальном направлении. Несмотря на то, что сложную структуру интерференционных полос на изображении различить невозможно, первая интерференционная полоса (черная) на краю файбера видна очень четко.

Увеличение интенсивности на краю файбера имеет интерференционную (когерентную) природу. Из-за преломления на круглой границе файбера лучи отклоняются от его оси. На некотором расстоянии после прохождения файбера они интерферируют с лучами, прошедшими мимо файбера, причем разность фаз этих лучей по мере удаления от границы растет. Когда разность фаз равна  $\pi$ , возникает деструктивная интерференция, и интенсивность уменьшается почти до нуля. При разности фаз  $2\pi$  возникает конструктивная интерференция, и интенсивность увеличивается почти в четыре раза, так как при интенсивность является квадратом суммарной амплитуды. По



**Рис. 2.** Изображение источника (а), сфокусированное с помощью зонной пластинки, и фазово-контрастное изображение (б) борного файбера с вольфрамовым ядром, полученное на том же расстоянии. Энергия рентгеновских фотонов 12 кэВ.



Рис. 3. То же изображение, что на рис. 2, но для энергии рентгеновских фотонов 8 кэВ.

этой причине первые две полосы не компенсируют друг друга при размытии изображения источником конечных поперечных размеров. Именно это обстоятельство и позволило нам наблюдать интерференционное увеличение интенсивности на краю файбера. Более тонкий эффект уменьшения интенсивности глазом не виден, но выявляется при математической обработке. Заметим, что черная полоса имеет примерно такую же ширину, как и вертикальный размер изображения источника, и она тоже может быть использована для измерения эффективных размеров источника.

Была измерена также фокусировка вертикального размера источника с помощью линейной зонной пластинки, а также другой круглой зонной пластинки с отличающимися параметрами, и получены аналогичные результаты.

Для фокусировки излучения с энергией фотонов 8 кэВ (длина волны 1.55 Å) использовалась круглая зонная пластинка с радиусом первой зоны  $r_1 = 8.8$  мкм и числом зон N = 122. Апертура этой зонной пластинки и размер крайней зоны равны соответственно 194 мкм и 0.4 мкм. Она фокусирует плоскую волну с энергией 8 кэВ на расстоянии  $F = r_1^2/\lambda = 0.5$  м. С учетом конечного расстояния до источника  $L_1 = 15.06$  м фокусное расстояние  $L_2 = 0.517$  м. На рис. З показаны изображения источника и файбера, полученные при сканировании пленок с размером пикселя 0.354 и 0.885 мкм. Изображения имеют аналогичную структуру, но из-за меньшего расстояния между объектом и пленкой размеры изображения источника уменьшаются, а интерференционный максимум на краях изображения файбера становится более четким.

# АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЗМЕРА ИСТОЧНИКА

Как известно, для определения размера источника по фокусировке необходимо знать распределение интенсивности волнового поля от координат в плоскости фокуса. При этом полуширина (полная ширина на половине высоты) этого распределения сразу дает размер источника после деления на геометрический множитель увеличения, равный  $M = L_2/L_1$ . Однако проблема состоит в том, что пленка показывает только почернение D, которое является логарифмом интенсивности.



**Рис. 4.** Зависимость почернения от координаты в вертикальном сечении изображения борного файбера для энергии фотонов 8 кэВ.

Следовательно, относительная интенсивность может быть вычислена по формуле  $I_R = \exp(\alpha D - \beta)$ , в которой коэффициенты  $\alpha$  и  $\beta$  должны быть определены независимо.

Для избежания этой проблемы мы начнем анализ результатов с изображения файбера, показанного на рис. 3. С этого изображения было взято вертикальное сечение вблизи левого края, усредненное по девяти горизонтальным точкам. Соответствующая зависимость почернения от координаты в микронах (с учетом размера пикселя) показана на рис. 4. На этом изображении есть два уровня почернения. Первый уровень соответствует излучению вне файбера. Предполагая сравнивать экспериментальную кривую с теоретическим расчетом, этому уровню можно поставить в соответствие единичную интенсивность. Другой уровень находится в области сечения, в котором отсутствует вольфрам. Среднее значение интенсивности в этой области слабо зависит от размера источника и должно соответствовать теоретическому поглощению излучения в боре. Таким образом, для данного сечения были определены коэффициенты  $\alpha = 0.005$  и  $\beta = 0.4$ . Очевидно, что первый коэффициент зависит от свойств пленки и способа ее обработки, но не зависит от времени экспозиции, в то время как второй коэффициент зависит только от времени экспозиции.

На рис. 4 видно, что почернение в области тени вольфрамового ядра строго равно нулю. Это связано с недостаточным временем экспозиции, в результате которого в области тени файбера почернение не описывает интенсивность, т.е. выходит за пределы динамического диапазона пленки. Но для определения размера источника это несущественно, так как наиболее чувствительной является область интерференционного максимума интенсивности на краю изображения.



**Рис. 5.** Относительная интенсивность излучения в зависимости от координаты при освещении борного файбера когерентным излучением от точечного источника при энергии фотонов 8 кэВ.

Для сравнения с теоретическими профилями интенсивности был проведен расчет транспорта излучения для указанных выше параметров эксперимента. Расходящаяся сферическая волна от точечного источника, помещенного на оптической оси, проходящей через центр файбера и центр детектора, модифицируется файбером в приближении геометрической оптики, т.е. просто умножается на функцию пропускания в виде экспоненты, учитывающей сдвиг фазы волны на оптической плотности материала и уменьшение амплитуды из-за поглощения. Максимальный сдвиг фазы на борном цилиндре диаметром t = 100 мкм равен  $\Delta \phi_{\rm B} = -28.513$  рад, а максимальная степень поглощения  $\mu_{\rm B}t = 0.05$ . Что касается вольфрама, то для него надо брать значения параметров за вычетом значений для бора, так как вольфрам замещает бор. Дополнительная разность фаз и степень поглощения равны соответственно -32.744 рад и 10. Дальнейший транспорт излучения через воздух между файбером и пленкой определяется сверткой волнового поля в плоскости сразу за файбером с пропагатором Кирхгоффа в параксиальном приближении. Детали теории изложены, например, в [12].

На рис. 5 показано распределение относительной интенсивности излучения, рассчитанное для точечного источника в той же области, что и экспериментальная кривая, но с шагом 0.25 мкм. Из этого рисунка можно понять, что полностью когерентная голограмма файбера имеет весьма сложный вид. Максимальный период осцилляций интенсивности наблюдается около края файбера и равен примерно 7 мкм. При удалении от края файбера период осцилляций уменьшается до предельно малых размеров. Это свойство голограммы позволяет с высокой точностью определять



Рис. 6. Сравнение экспериментальной относительной интенсивности с теоретическими кривыми, рассчитанными для разных значений поперечного размера источника. Размеры источника в микронах показаны на графиках.

размер очень маленьких источников. На следующем этапе вычислялась свертка показанного на рис. 5 распределения интенсивности с гауссовым распределением, имеющим различную полуширину, соответствующую разным размерам источника, причем теоретические значения интерполировались в те же точки, в которых известна экспериментальная интенсивность.

На рис. 6 представлены шесть фрагментов, в каждом из которых показано одно и то же экспериментальное распределение (круглые маркеры), а теоретические кривые рассчитаны для разных размеров источника от 150 до 500 мкм. Из сравнения кривых легко сделать вывод, что вертикальный размер источника равен 325 ± 25 мкм.

Что касается изображений источника при фокусировке, то с них тоже были сняты вертикальные сечения в виде кривой почернения в зависимости от координат. Определяя полуширину кривых почернения и деля ее на фактор увеличения M, получаем значение 360 мкм. После преобразования кривых почернения в интенсивность с найденным выше коэффициентом  $\alpha$ , определенный указанным выше способом размер источника составил 320 мкм, что очень хорошо коррелирует с данными по файберу.

### ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Как следует из предыдущего раздела, метод получения прямого изображения источника на пленке для определения его размеров не так прост, как кажется на первый взгляд. Почернение пленки пропорционально логарифму интенсивности, и,



**Рис.** 7. Универсальная кривая G(c), описывающая отношение полуширин кривых почернения и интенсивности в зависимости от контраста c.

кроме того, имеет ограниченный динамический диапазон. В случае малых размеров источника оба фактора вносят дополнительные сложности. Вопервых, в условиях сильного контраста логарифмическая функция имеет полуширину, которая существенно больше полуширины ее аргумента. Во-вторых, при большом перепаде почернения можно не уложиться в динамический диапазон пленки. Поэтому при малых размерах источника и большом выигрыше в интенсивности необходимо использование позиционно-чувствительных детекторов с большим динамическим диапазоном [14]. Ситуацию можно спасти, используя низко эффективные и, соответственно, плохо фокусирующие оптические элементы, но в этом случае надо очень хорошо знать дифракционный предел оптики. Кроме того, может понадобиться математическая обработка с целью исключить влияние оптики на получаемую картину.

Однако в нашем случае оказалось, что полуширина кривой почернения лишь на 11% процентов превышает полуширину интенсивности. В связи с этим возникает вопрос определения условий существования контраста, при которых возникает такая ситуация. Анализ этого вопроса в случае гауссова распределения интенсивности достаточно прост. Пусть интенсивность излучения как функция координаты *x* описывается выражением:

$$I_{R}(x) = \exp(\alpha D(x) - \beta) =$$
  
=  $A \exp(-a(x/x_{0})^{2}) + B, \quad a = \lg 2,$  (1)

где D(x) – почернение пленки. Полуширина кривой  $I_R(x)$ , очевидно, равна  $2x_0$ . С другой стороны, полуширина кривой почернения  $2x_1$  может быть получена после прямых вычислений

$$2x_{1} = 2x_{0}G, \quad G = \left(\frac{\lg C}{\lg 2}\right)^{1/2},$$

$$C = 1 + (1+c)^{1/2}, \quad c = \frac{A}{B}.$$
(2)

Из формулы (2) следует, что полуширина кривой почернения всегда больше полуширины кривой интенсивности, так как *C* всегда больше двух. Но остается вопрос, насколько велика разница и от чего она зависит. Так как почернение не может быть отрицательным, то интенсивность, описываемая почернением, всегда имеет отличный от нуля фон, т.е. минимальное значение  $B = \exp(-\beta)$  всегда больше нуля. Степень уширения тем больше, чем больше значение интенсивности в максимуме превосходит значение фона. График функции G(c) показан на рис. 7. При очень малых значениях *c* имеем приближенно G(c) = 1 + 0.18 c, но с ростом *c* производная быстро уменьшается.

Заметим, что в наших экспериментальных данных по фокусировке параметр *с* примерно равен единице, что и определяет небольшое увеличение полуширины при использовании кривой почернения. Полученную выше кривую можно было бы использовать для пересчета полуширины кривой почернения в полуширину кривой интенсивности при любом значении *с*. Сложность, однако, в том, что этот параметр в терминах кривой почернения равен:

$$c = \frac{A}{B} = \frac{\exp(\alpha D_{\max})}{\exp(\alpha D_{\min})} - 1,$$
 (3)

и, следовательно, он все равно зависит от неизвестного коэффициента α.

Что касается голографического изображения файбера, то в этом случае переход от почернения к интенсивности является обязательным для того чтобы получить приемлемое совпадение экспериментального профиля с теоретическим расчетом.

Работа поддержана РФФИ (гранты 03–02– 16971, 03–02–17382, 04–02–17363, 05–02–16702). Авторы выражают благодарность В.Н. Корчуганову за обеспечение нормальной работы источника СИ.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. Snigirev A., Snigireva I., Kohn V. et al. // Rev. Sci. Instrum. 1995. V. 66. P. 5486.
- Raven C., Snigirev A., Snigireva I. et al. // Appl. Phys. Lett. 1996. V. 69. P. 1826.
- 3. Kohn V.G. // Phys. Scripta. 1997. V. 56. P. 14.
- 4. Snigirev A. // Rev. Sci. Instrum. 1995. V. 66. P. 2053.
- Yun W., Lai B., Cai Z. et al. // Rev. Sci. Instrum. 1999. V. 70. P. 2238.
- Yun W., Lai B., Krasnoperova A.A. et al. // Rev. Sci. Instrum. 1999. V. 70. P. 3537.

- Snigirev A., Kohn V., Snigireva I., Lengeler B. // Nature. 1996. V. 384. P. 49.
- 8. Lengeler B., Schroer C., Richwin M. et al. // Appl. Phys. Lett. 1999. V. 74. P. 3924.
- Kurapova P., Feste S., Gather M. et al. // Proc. SPIE. 2004. V. 5539. P. 38.
- 10. Schroer C.G., Lengeler B., Benner B. et al. // AIP Conf. Proc. 2000. V. 507. P. 340.
- 11. Kohn V., Snigireva I., Snigirev A. // Phys. Rev. Lett. 2000. V. 85. P. 2745.
- 12. *Kohn V., Snigireva I., Snigirev A. //* Opt. Commun. 2001. V. 198. P. 293.
- 13. "http://www.kcsr.kiae.ru / stations / k4.6.php"
- 14. *Koch A., Raven C., Snigirev A., Spanne P. //* J. Opt. Soc. Am. A. 1998. V. 15. P. 1940.

# Focusing of a Source and the Coherent Image of a Microscopic Object in Conditions of Weak Spatial Coherence of Synchrotron Radiation Beam

A. A. Snigirev, V. G. Kohn, E. Kh. Mukhamedzhanov, I. I. Snigireva, A. G. Maevskiy, V. V. Kvardakov, M. V. Kovalchuk

Experimental results on measurement of the holographic (phase-contrast) image of a boric fiber (a boric cylinder of 100 microns in diameter with a tungsten core of 20 microns in diameter), and of the focusing of radiation by Fresnel-zone plates with use of the Kurchatov source of synchrotron radiation are presented. By comparison of the obtained hologram with theoretical calculation data a vertical size of the source, equal to  $325 \pm 25$  microns, was determined. This value was also confirmed with measurement of a direct image of the source.