

УДК 535-34

ДВУХКООРДИНАТНЫЙ ЦИФРОВОЙ ДЕТЕКТОР ДЛЯ МИКРОСКОПИИ В МЯГКОМ РЕНТГЕНОВСКОМ ДИАПАЗОНЕ

© 2014 г. Н. Н. Салашенко, М. В. Свечников, Н. И. Чхало, А. В. Щербаков

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики микроструктур
Российской академии наук, Нижегородская область, Кстовский район, д. Афонино

E-mail: sherbakovav@ipn.sci-nnov.ru

Разработан детектор для микроскопа, работающего в мягком рентгеновском диапазоне. Приведены основные характеристики детектора. Пространственное разрешение составило менее 1 мкм. Для наиболее светосильного оптического объектива с числовой апертурой $NA = 0.55$ эффективность преобразования энергии рентгеновского излучения в видимый свет, собираемый на CCD- (Charge-Coupled Device) камеру, составила 2.8%. За счет оптической части детектор позволяет менять разрешение и поле зрения микроскопа непосредственно в процессе измерений.

DOI: 10.7868/S0367676514010190

ВВЕДЕНИЕ

Микроскопия мягкого рентгеновского диапазона представляет интерес для получения изображений и исследования элементного состава самых различных (нано)микроструктур, в том числе и биологических образцов. В диапазоне водного окна прозрачности от 2 нм (~600 эВ) до 4.4 нм (~300 эВ), эти микроскопы способны достичь пространственного разрешения в несколько десятков нанометров [1], что более чем на порядок лучше разрешения, достигаемого на микроскопах, использующих видимый свет.

Основные преимущества мягкого рентгеновского микроскопа – это его относительная простота конструкции и способность получать самые высокие пространственные разрешения даже в толстых гидратированных биологических образцах в почти родной среде без трудоемкой их подготовки, в частности высушивания и напыления проводящих покрытий, как для электронной микроскопии [2]. Кроме того, биологические образцы состоят в основном из водорода, углерода, кислорода и азота, имеющих свои края поглощения (кроме водорода) в окне прозрачности воды между краем поглощения углерода (284 эВ, 4.4 нм) и кислорода (543 эВ, 2.3 нм), что обеспечивает отличную спектроскопическую информацию и высокую контрастность изображения.

Необходимость получать высокие пространственные разрешения накладывает определенные требования на детекторы, используемые в мягкой рентгеновской микроскопии. Для получения разрешения в 20 нм с помощью детектора с разрешением 13 мкм (типичный размер пикселя коммерчески

доступных Backside Illuminated CCD) необходимо спроектировать рентгеновскую проекционную систему с увеличением в 650 раз. Расчеты показывают, что проекционная оптическая схема на основе многослойных зеркал нормального падения при разумных диаметрах зеркал (≥ 10 мм) и при числовой апертуре объектива $NA = 0.28$ будет составлять около 8 м в длину. Такая оптическая схема была бы крайне неудобна в работе и чувствительна к юстировке. Эту проблему можно было бы решить, используя пару или более последовательно установленных объективов, но каждая дополнительная оптическая поверхность существенно снижает энергетическую эффективность всей схемы из-за высоких $\geq 50\%$ потерь при каждом отражении. Одно из решений повышения пространственного разрешения микроскопа – это использование высокоразрешающего (на уровне 1 мкм) двухкоординатного детектора мягкого рентгеновского излучения. В данной работе описан такой детектор, разработанный в ИФМ РАН. Приведены его основные характеристики.

КОНЦЕПЦИЯ ДЕТЕКТОРА И ОПТИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Наиболее удачным решением задачи разработки двухкоординатного цифрового высокоразрешающего детектора мягкого рентгеновского излучения выглядит сопряжение оптически прозрачного однородного сцинтиллятора с CCD-камерой с помощью увеличивающего объектива, работающего в видимом диапазоне. Использование такой схемы дает ряд существенных преимуществ: высокое пространственное разрешение на требу-

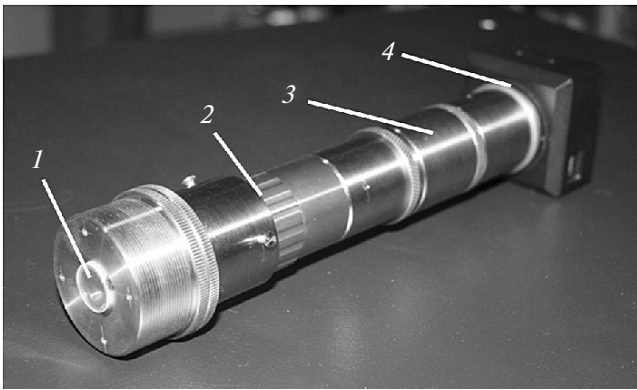


Рис. 1. Внешний вид детектора рентгеновского излучения: 1 – YAG:Ce-сцинтиллятор, 2 – объектив Mitutoyo Plan Apo NA = 0.55, 3 – оправка с изображающей линзой, 4 – CCD-камера

мом уровне 1 мкм и лучше; возможность изменения кратности увеличения микроскопа за счет замены оптической части без перенастройки рентгеновской части, в том числе и в вакууме, с изменением разрешения, увеличения и поля зрения микроскопа; защиту CCD-устройства от рентгеновского излучения; приемлемую энергетическую эффективность.

Непосредственно в этой работе проводились тесты со сцинтилляторами P43 (ZnS:Cu) и YAG:Ce, оптическими объективами Mitutoyo серии Plan Apo NA = 0.14, NA = 0.28 и NA = 0.55 в паре с изображающей линзой с фокусным расстоянием 75 мм и 2/3 дюйма CCD-камерой BRM 1400HM-U производства ES Experts (рис. 1).

В первую очередь были проверены оптические возможности объективов в сочетании с камерой без сцинтиллятора, чтобы позднее иметь возможность оценить его влияние на разрешение. В качестве тестового изображаемого образца использован фотошаблон, состоящий из металлических напыленных на стекло полос шириной 10 мкм со скважностью, равной 2, освещаемый красным светодиодом. Результаты оптического теста демонстрируют возможность всех трех объективов разрешать 10 мкм полосы (рис. 2), в то же время

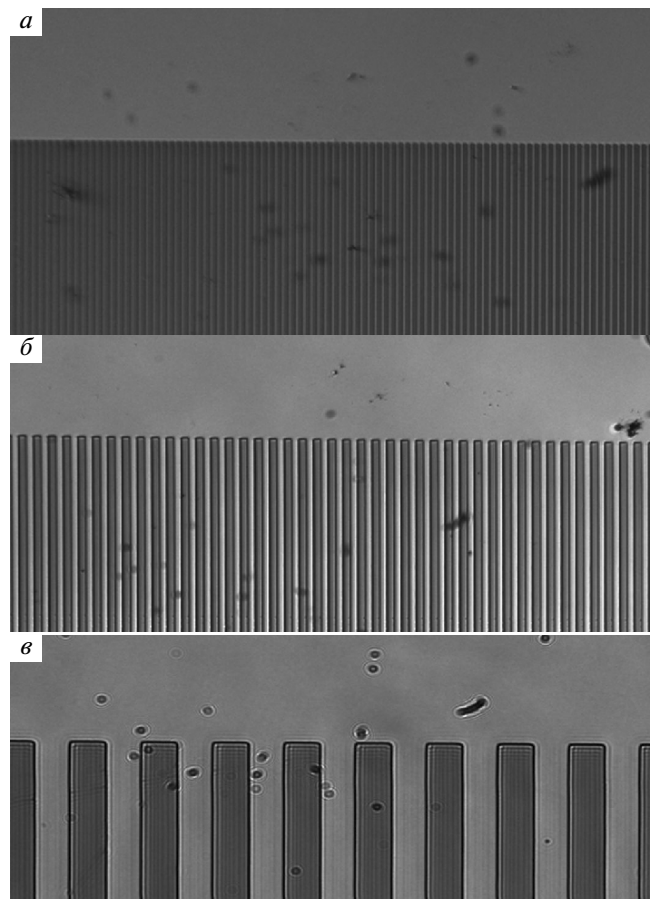


Рис. 2. Изображения фотошаблона полученные с помощью объектива: а – NA = 0.14, б – NA = 0.28, в – NA = 0.55.

изучение сечений полученных изображений подтверждает возможность объективов с NA = 0.28 и NA = 0.55 разрешать объекты размером 1 мкм и менее (табл. 1). Увеличение и поле зрения объективов отличаются от приведенных в спецификации из-за использования существенно более короткофокусной изображающей линзы (рекомендовано $f = 190$ мм). Несмотря на потерю в увеличении такой ход позволяет существенно уменьшить габариты детектора: приблизительно на 125 мм в длину и 25 мм в диаметре.

Таблица 1. Параметры оптических объективов

	NA = 0.14	NA = 0.28	NA = 0.55
Увеличение	1.96	4.23	20
Пространственное разрешение	10.6 мкм	1.01 мкм	0.58 мкм
Поле зрения	4480 × 3138 мкм	2080 × 1456 мкм	440 × 308 мкм

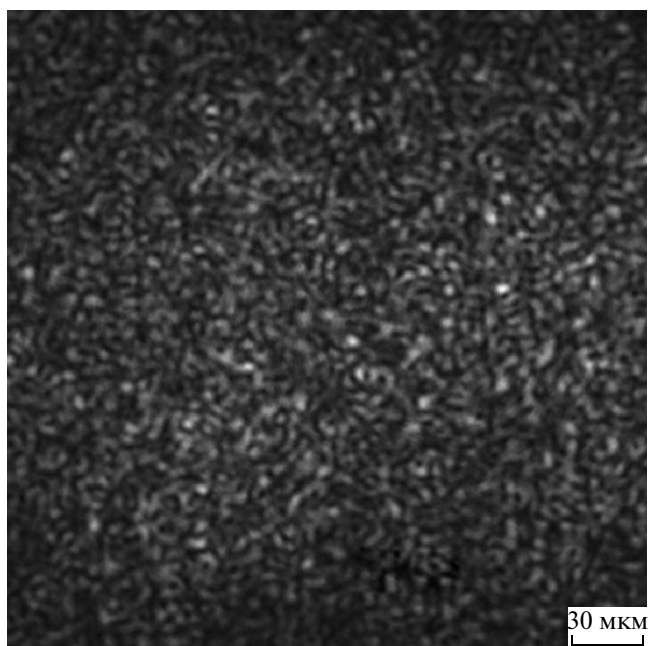


Рис. 3. Изображение фотошаблона, полученное через фосфор ZnS:Cu в видимом свете.

Во второй серии оптических тестов тот же фотошаблон приводился в непосредственный контакт со сцинтиллятором и изучался на просвет с теми же объективами. Несмотря на сравнительно малую толщину сцинтиллятора ZnS:Cu (~3 мкм) он продемонстрировал существенную оптическую неоднородность с характерным размером 5 мкм, которая не позволила получить изображение фотошаблона (рис. 3). В то же время сцинтиллятор YAG:Ce не вносит регистрируемых искажений в изображение полученное в видимом свете, что позволяет предполагать достижимость разрешения в 1 мкм и лучше в мягком рентгеновском диапазоне.

ИССЛЕДОВАНИЕ НА ДЛИНЕ ВОЛНЫ 13.5 нм

Серия рентгеновских тестов проводилась на рефлектометре, состоящем из объектива Шварцшильда с $NA = 0.1$ и увеличением $10\times$, работающем на длине волны 13.5 нм, гониометра и лазерно-плазменного источника рентгеновского излучения [3]. Детектор устанавливался на столик гониометра. Тестовый изображаемый образец (скол кремниевой пластины) приводился в непосредственный контакт со сцинтиллятором, установленным в плоскости изображения объектива Шварцшильда. В предметной плоскости находилась мишень лазерно-плазменного источника рентгеновского излучения. Ввиду того что источник еще не вышел на расчетную мощность, тесты проводились только с объективом $NA = 0.55$, наи-

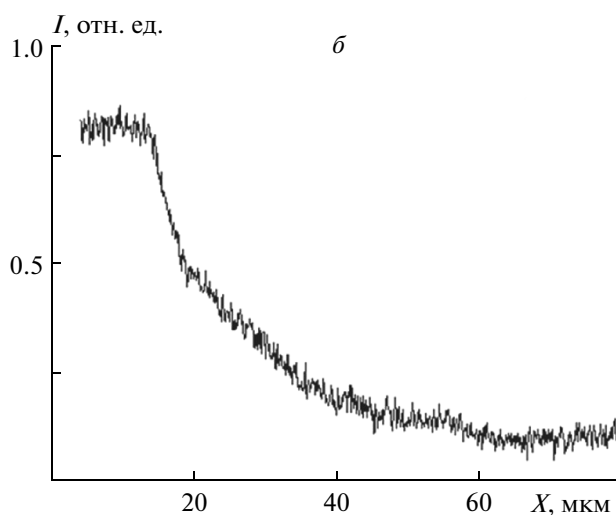
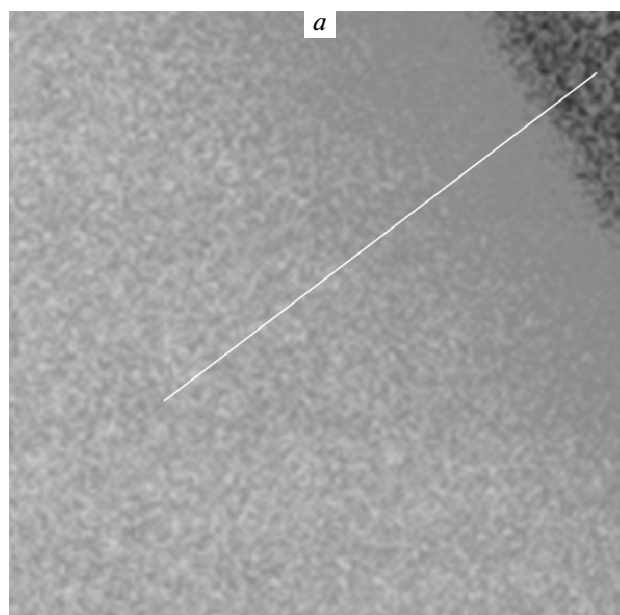


Рис. 4. Изображение края кремниевой пластины полученное на длине волны 13.5 нм со сцинтиллятором ZnS:Cu (а) и сечение изображения (б). Сечение бра-лось вдоль прямой, показанной на изображении, по осям отложены расстояние вдоль прямой в микро-метрах и уровень сигнала в относительных единицах.

более эффективным из набора и собирающим 8% переизлученного сцинтиллятором света.

Пространственное разрешение, достигаемое прибором в этом тесте, оценивалось по сечениям полученных изображений и измерениям ширины переходной области между открытой и затененной частью.

Сцинтиллятор ZnS:Cu, в соответствии с продемонстрированными в видимом свете характеристиками, позволяет получать разрешение на уровне 8 мкм (рис. 4). Изображение, полученное на длине волны 13.5 нм, существенно зашумлено из-

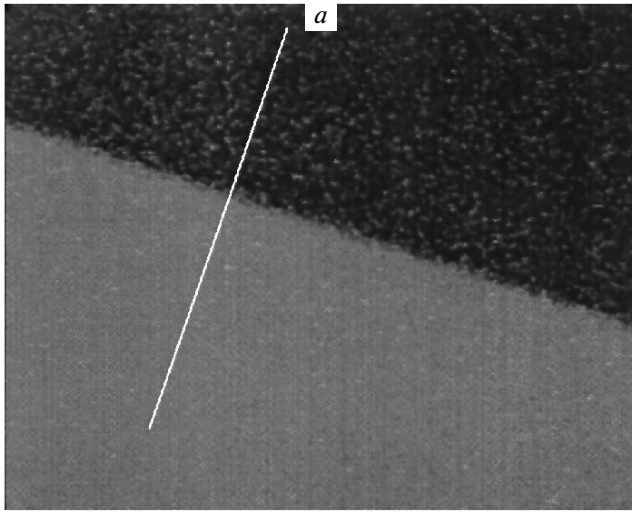
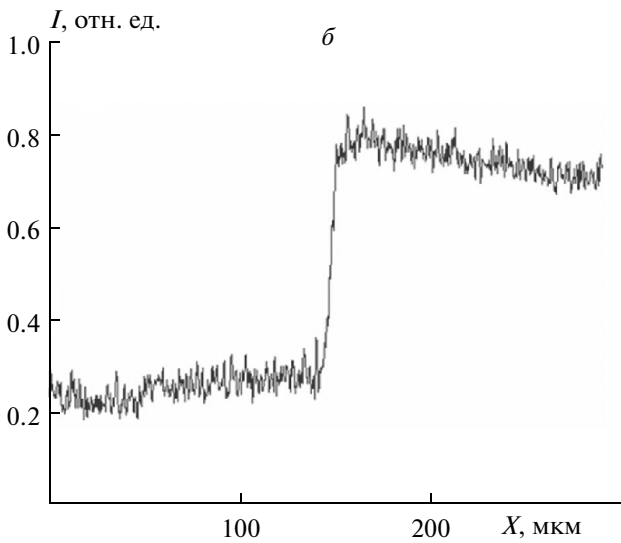


Рис. 5. Изображение края кремниевой пластины полученное на длине волны 13.5 нм со сцинтиллятором YAG:Ce (а) и сечение изображения (б). Сечение бра-лось вдоль прямой, показанной на изображении, по осям отложены расстояние вдоль прямой в микро-метрах и уровень сигнала в относительных единицах.



По параметру энергетической эффективности детектор такого типа для мягкого РИ существенно проигрывает Backside Illuminated CCD-камерам, так как обладает потерями непосредственно в сцинтилляторе (ZnS испускает один оптический фотон на 7.5 эВ падающего РИ, в то время как YAG:Ce на один фотон требуется 10.5 эВ при энергии испускаемого оптического фотона ~ 3.5 эВ). Потери возникают и при сборе света объективом, так как сцинтиллятор переизлучает свет во всех направлениях. В то же время он существенно превосходит детекторы, в которых CCD-камера сопрягается со сцинтиллятором посредством пластинки из оптического волокна, так как волокно существенно ограничено по углу, с которого оно эффективно захватывает свет. Такое ограничение связано с малостью угла полного внутреннего отражения, вызванного невозможностью создать пару достаточно прозрачных материалов с существенно отличными коэффициентами преломления. В табл. 2 приведена доля энергии рентгеновского излучения, непосредственно транспортируемая до CCD-матрицы детектора при использовании различных объективов и сцинтилляторов с учетом двух типов потерь (на сцинтилляторе и при сборе света) указанных выше. В последнем столбце приведена эффективность пластины из оптоволокна $NA \sim 0.1$.

за использования режима усиления CCD-камеры и может быть улучшено использованием более мощного источника или большего времени экспозиции. Сцинтиллятор YAG:Ce продемонстрировал существенно лучшее разрешение на уровне 1 мкм при несколько меньшей чувствительности (рис. 5).

ВЫВОДЫ

Предложенный и реализованный детектор мягкого РИ обладает достаточным разрешением, чтобы существенно снизить требования к рентгеновской части проекционной схемы микроскопа, обладает средней в своем классе чувствительностью.

Таблица 2. Эффективность энергетического транспорта в детекторе

Сцинтиллятор \ Объектив	NA = 0.55	NA = 0.28	NA = 0.14	NA = 0.1
	ZnS:Cu	0.04	0.0096	0.0024
YAG:Ce	0.028	0.0068	0.0017	0.00086

В то же время он предоставляет уникальную возможность варьировать такие параметры, как разрешение, поле зрения, увеличение непосредственно в вакуумной камере, за счет использования набора оптических объективов, что может быть полезно при исследовании образцов со сложной структурой. Применение различных сцинтилляторов позволит использовать данный прибор в качестве высокоразрешающего цифрового детектора в задачах по дифракции и спектроскопии в широком диапазоне длин волн рентгеновского излучения.

Работа поддержана грантами РФФИ № 12-02-31678, 10-02-00957, 11-02-00597, 11-02-00589, 11-

02-00961, 13-02-00377 и ФЦП “Научные и научно-педагогические кадры инновационной России на 2009–2013 годы”.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Chao W., Fischer P., Tyliczszak T. et al.* // Opt. Exp. 2012. V. 20. Issue 9. P. 9777.
2. *Kirz J., Jacobsen C., Howells M.* // Q. Rev. Biophys. 1995. V. 28. P. 33.
3. *Аруев П.Н., Барышева М.М., Бер Б.Я. и др.* // Квантовая электроника. 2012. Т. 42. № 10. С. 943.