

## 18.2 nm Schwarzschild 显微成像系统初步研究

王占山 曹健林 陈波 马月英 陈斌 张俊平

王兆岗 高宏刚 吕俊霞 陈星旦

(中国科学院长春光学精密机械研究所应用光学国家重点实验室, 长春 130022)

**摘 要** 叙述了 Schwarzschild 型正入射软 X 射线多层膜显微成像系统的设计、制作和成像实验, 其工作波长为 18.2 nm, 放大倍数为 10.5 $\times$ , 极限分辨率小于 0.2  $\mu\text{m}$ 。采用 Mo/Si 多层膜, 周期和层数分别为 9.5 nm 和 41。用激光等离子体光源对 20 pl/mm 和 55 pl/mm 的栅网进行了软 X 射线显微成像实验, 所得结果表明此显微成像系统的分辨率在微米量级。

**关键词** 软 X 射线, 多层膜, 显微成像系统。

### 1 引 言

在过去的软 X 射线显微成像系统研究中, 绝大部分是以同步辐射作光源的, 但由于同步辐射光源造价昂贵、机时有限, 难于推广, 为此近来人们逐渐增加了利用非同步辐射光源的软 X 射线显微成像系统的研究<sup>[1]</sup>, 而非同步辐射光源应用最多的是激光等离子体光源, 其亮度高、脉冲时间短、稳定可靠、易于应用。

到目前为止, 实现软 X 射线显微成像的光学系统有波带片系统、掠入射成像系统和正入射多层膜反射成像系统。它们各有特点, 在应用中起到相互补充的作用。波带片成像系统已广泛应用于以同步辐射为光源的各种显微成像系统中, 是目前应用最成功的系统。它的分辨率主要由波带片最外环宽度决定。现已制成的软 X 射线显微镜分辨率为 30 nm<sup>[2]</sup>, 掠入射成像系统主要是 Wolter 型, 其性能受加工和调整误差影响较大, 已制成的系统最佳分辨率也达几十纳米<sup>[3]</sup>, 但它是非单色光成像, 会影响成像的衬度。1972 年, Spiller<sup>[4]</sup> 描述了多层膜在软 X 射线波段可有效地提高镜面的反射率, Haelbich 和 Kunz<sup>[5]</sup> 报道了多层膜的实验结果, Barbee<sup>[6]</sup> 和 Spiller<sup>[7]</sup> 等人发展并完善了多层膜结构的制备技术, 从而使多层膜从单纯的研究过渡到应用阶段。1981 年, Underwood 和 Barbee<sup>[8]</sup> 成功地用多层膜反射镜进行了软 X 射线成像实验。此后许多研究小组都致力于发展高分辨率的正入射软 X 射线多层膜显微成像系统研究。目前, 广泛采用的显微成像系统都是 Schwarzschild 结构, 和波带片系统相比, 它视场大、效率高, 有效聚光面积大; 和掠入射成像系统相比, 它像差小、噪声低、结构紧凑、分辨率高, 并实现准单色光成像, 对成像衬度非常有利。由于这些特点, 加之其易与非同步辐射光

\* 本课题得到国家自然科学基金资助。

收稿日期: 1995 年 3 月 26 日

源相连,为此已成为当今软 X 射线显微成像研究的主流。进入九十年代,人们终于使正入射软 X 射线多层膜显微成像系统的分辨率达到了光学显微镜的极限分辨率。1991 年 Kado 等人<sup>[9]</sup>用激光等离子体作光源对 7 nm 的软 X 射线进行成像实验,得到了 0.5  $\mu\text{m}$  的分辨率,1992 年他们<sup>[10]</sup>又用 17 nm 的正入射显微镜观察了自然状态下干燥的 Hela 细胞,清晰地看到了 10  $\mu\text{m}$  直径的 Hela 细胞。1992 年 DiCicco 等人<sup>[11]</sup>用 X 射线激光作光源,对 18.2 nm 的软 X 射线进行成像,得到了 0.7  $\mu\text{m}$  的分辨率。1992 年<sup>[12]</sup>和 1993 年<sup>[13]</sup> Horikawa 等人分别用同步辐射和激光等离子体作光源,进行了正入射软 X 射线多层膜显微成像系统,得到了 0.3  $\mu\text{m}$  的分辨率,并用显微系统观察了兔子的肌肉纤维等生物样品,清楚地看到了 0.2  $\mu\text{m}$  宽的肌肉纤维,这是目前性能最优的正入射多层膜显微成像系统。在生物学和医学领域,人们最关心的波段是水窗波段,而水窗波段的正入射多层膜显微成像系统还未见成功报道。正入射软 X 射线多层膜显微成像系统除用于物质(特别是生物)的显微成像分析外,还可用于软 X 射线投影光刻、软 X 射线天文学和等离子体诊断等许多领域。

作者从八十年代末开始软 X 射线多层膜反射镜的研究,制备出的多层膜反射镜已成功地用于双靶串接和四靶串接的软 X 射线激光实验中<sup>[14, 15]</sup>。在此基础上本文开展了正入射软 X 射线多层膜显微成像系统初步研究。

## 2 实验装置

本实验研制的正入射软 X 射线多层膜显微成像系统是由激光等离子体、近正入射多层膜

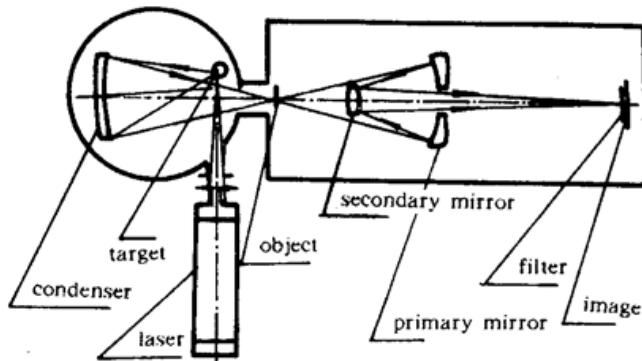


Fig. 1 Experimental set-up of a Schwarzschild microscopical system with a laser produced plasma source

### 2.1 激光等离子体光源

实验装置是用小型调 Q Nd:YAG 激光器来产生激光等离子体软 X 射线源的,激光器由谐振腔和二级放大系统组成。其主要参数为:输出波长 1.06  $\mu\text{m}$ ,重复频率 1 Hz,激光脉冲宽度 10 ns,脉冲能量可达 1 J/pulse。用  $f = 240$  mm 的聚光镜把入射激光束聚焦在圆柱靶上,激光光轴与圆柱靶的法线成 45°角。根据实验的需要可选择不同的靶材。本实验选择的靶材为铜。聚焦到靶上的光斑直径约 100  $\mu\text{m}$ ,从而得到靶面功率密度  $1.3 \times 10^{12}$  W/cm<sup>2</sup>,对于产生所需的 18.2 nm 的软 X 射线是足够的,聚焦到铜靶上的激光产生高温高密度等离子体,它发出高亮度软 X 射线,同时也产生一些不必要的等离子体碎片,为了使软 X 射线输出稳定和软 X 射线光源位置变化较小,同时减小等离子体碎片对聚光镜的污染和损害,需要激光每次打靶后,靶都换一个新的位置。靶的旋转由单片机控制,经特殊设计的靶旋转提升机构实现

聚光镜和 Schwarzschild 物镜组成。所成的软 X 射线像由胶片接收,其结构如图 1 所示。工作波长选定为 18.2 nm,工作波长的确定主要考虑 18.2 nm 处铝薄膜滤光片的特性好而且易于制作。由于 18.2 nm 的软 X 射线在空气中吸收严重,所以除了激光器和激光会聚透镜之外,所有的光学元件都放在真空腔中。

了高精度的运动, 其旋转精度小于  $\pm 20 \mu\text{m}$ 。

## 2.2 Schwarzschild 物镜

Schwarzschild 物镜是正入射软 X 射线多层膜显微系统的核心。两个同心球面反射镜可组成的消三级球差和彗差的结构, 系统参数由 Schwarzschild 条件决定, 其为:

$$R_2/R_1 = 1.5 - (R_2/L) \pm [1.25 - (R_1/L)]^{1/2} \quad (1)$$

式中参数见图 2, 当系统放大倍数大于 5 取正号, 小于 5 时取负号。这个结构的焦距  $f$  和放大倍数  $M$  分别为

$$f = (R_1 R_2) / [2(R_1 - R_2)] \quad (2)$$

$$M = (R_1 R_2) / (2R_1 L - R_1 R_2 - 2R_2 L) \quad (3)$$

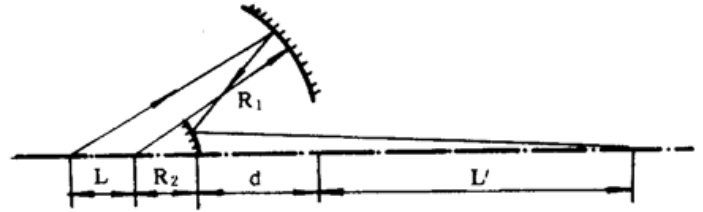


Fig. 2 Parameters of Schwarzschild objective

从(1)、(3)式可以看出系统的参数  $M$ 、

$R_1$ 、 $R_2$  和  $L$  中只有两个是独立的, 在设计中, 根据已有的加工水平和多层膜制备工艺选定  $M$  和  $L$ , 确定  $R_1$  和  $R_2$ 。

下面将考察两块反射镜中心有间距  $\delta$  的系统在有装配误差时光学特性的变化。图 3(a) 示出了主镜有偏角  $\theta$  时的情况, 通过两块反射镜中心  $C_1$ 、 $C_2$  的设计光轴  $O$  由于主轴有  $\theta$  偏角,

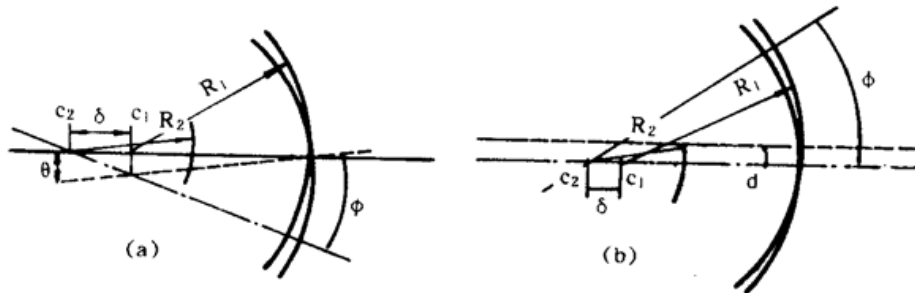


Fig. 3 (a) When the primary mirror has an alignment error by inclination of  $\theta$ , the optical axis  $O$  of the system becomes off-axis, (b) When the primary mirror has an alignment error by displacement of  $d$ , the optical axis  $O$  of the system becomes off-axis

变成新的光轴  $O'$ , 这两个光轴的夹角为

$$\Phi = r_1 \theta / \delta \quad (4)$$

图 3(b) 示出了主镜有一个平移距离  $d$  时情况, 光轴  $O$  变成新的光轴  $O'$ , 此时两光轴的夹角为

$$\Phi = d / \delta \quad (5)$$

由(4)和(5)式可以看出, 两个同心球面反射系统 ( $\delta = 0$ ) 对调整误差特别敏感。因此, 在设计显微成像系统中两块镜子的中心允许有位移, 这样可减小调整误差对像质的影响。

用光线追迹的设计方法, 获得设计的最佳结构参数如表 1 所列, 其在衍射极限下的分辨率小于  $0.1 \mu\text{m}$ , 在物高  $200 \mu\text{m}$  的范围内, 剩余像差限制下的分辨率小于  $0.1 \mu\text{m}$ , 因此其最佳分辨可达  $0.2 \mu\text{m}$  以下, 即超过了光学显微镜的极限分辨率。为了得到所需的分辨率, 对公差进行了分析, 得到了物镜的调整公差范围。

Table 1. The designed parameters of Schwarzschild objective

numerical aperture;	0.1		
wavelength;	18.2 nm		
magnification;	10.5		
focal length;	70.664 mm		
primary mirror		secondary mirror	
radius of curvature;	303.703 mm	radius of curvature;	96.348 mm
effective diameter;	79.0 mm	effective diameter;	14.0 mm
hole diameter;	20.0 mm		
mirror spacing;	207.2 mm		
distance between object and primary mirror;		381.345 mm	
distance between image and secondary mirror;		713.879 mm	
distance between object and image;		888.025 mm	

### 2.3 多层膜和滤光片

软 X 射线正入射显微镜的技术关键是多层膜反射镜的制备。首先根据镀膜材料的光学常数和稳定性进行膜系设计和模拟计算, 选择出最佳的镀膜材料和结构数据。膜系的设计采用了本组前期工作发展起来的一种计算简便, 图像直观, 结果可靠的一种计算方法——复平面上的振幅光滑连接法<sup>[16]</sup>, 它不仅解决了挑选镀膜材料的问题, 而且在选定镀膜材料后, 根据设计工作波长, 入射角, 可以确定最佳的周期数, 最佳膜厚和理论最大反射率。根据显微镜的工作波长采用 Mo/Si 多层膜, 多层膜周期为 9.5 nm, 周期数为 41。理论计算此 Mo/Si 多层膜的最大反射率为 44.4%。

用磁控溅射方法制备 Mo/Si 多层膜, 通过多次实验, 综合考虑磁控溅射特点、多层膜特点、镀膜机性能和成膜特性, 镀膜时工作参数选取为: Mo: 直流磁控溅射, 工作气压 0.4 Pa, 功率 60 W, 靶与基板间距离 15 cm; Si: 射频磁控溅射, 工作气压 0.4 Pa, 功率 80 W, 靶与基板间距离 8 cm。制备软 X 射线多层膜, 膜厚控制精度必须在原子尺度, 实验采用的方法是时间控制法, 控制精度在 0.1 nm 以下。

软 X 射线多层膜反射镜基板的表面质量是极其关键的。第一, 根据标量散射理论, 由表面粗糙引起的散射对反射率的影响为:

$$R = R_0 \exp [ - (2\pi\sigma/d)^2 ] \quad (6)$$

式中  $\sigma$  为表面粗糙度的均方根值,  $d$  为多层膜的周期,  $R_0$  为理论计算的反射率值。第二, 表面粗糙引起的散射将减小像的衬度和降低成像质量。

显微成像系统的聚光镜和 Schwarzschild 物镜的基板材料是熔石英, 加工后, 由 Zygo 干涉仪检测的面形误差为  $\lambda/10$  ( $\lambda = 632.8$  nm)。基板的表面粗糙度由 WYKO 轮廓仪检测, 其均方根值小于 0.5 nm, 此面形精度和表面粗糙度的均方根值符合多层膜镜对基板质量的要求。

在制备显微成像系统所用的多层膜时, 同时制备了比较样片, 用掠入射衍射仪检测了样片的周期结构, 得到的周期与设计值相吻合。

计算的多层膜反射率在 17 nm 以下和 19 nm~40 nm 波段可以忽略不计, 高于 40 nm 波段, 反射率开始增加, 由 60 nm 处的 15% 上升到 200 nm 的 60%, 以上波段反射率更高。为此要在实验中使用滤光片, 滤光片主要由铝组成, 它在 17 nm 到 78 nm 透过率都很好, 所以在滤光片制备中增加了碳, 它对 40 nm 以上波段的光有较强的阻挡力, 同时在铝中增加碳,

便于滤光片的制作。成像实验所用的滤光片铝厚 600 nm, 碳厚 30 nm, 它对可见光的阻挡率大于  $10^7$ , 对 18.2 nm 的软 X 射线透过率约为 15%。

### 3 实验结果

从高强度脉冲激光器发出的激光束用一个聚光透镜会聚到真空中的一个铜靶体上, 产生高温高密度等离子体, 它发出的软 X 射线用入射角为  $6^\circ$  的多层膜聚光镜收集并会聚到被检测的样品上, 然后用 Schwarzschild 物镜对样品进行成像, 像用胶片接收。聚光镜可以沿着显微镜的光轴方向、垂直光轴方向进行移动, 也可以调节其倾角; 这样可通过调整保证样品上被观察部分的照明均匀一致。Schwarzschild 物镜是通过精密装校, 保证其达到所需的精度。物像关系的调整首先是在光学平台上调整好, 然后再放在真空腔内。由于全反射系统是无色差的, 所以最后的调整是在使用激光等离子体光源的可见照明情况下实现的。实验中可以对物和像面的位置进行调整。

软 X 射线显微成像实验用 20 lp/mm 和 55 lp/mm 的栅网作为物, 其透光部分分别为 30  $\mu\text{m}$  和 12  $\mu\text{m}$ , 挡光部分分别为 20  $\mu\text{m}$  和 6  $\mu\text{m}$ 。底片是用 Kodak X 射线胶片。所得结果如图 4 所示。从所得图像可知此正入射软 X 射线多层膜显微成像系统的分辨率在微米水平。

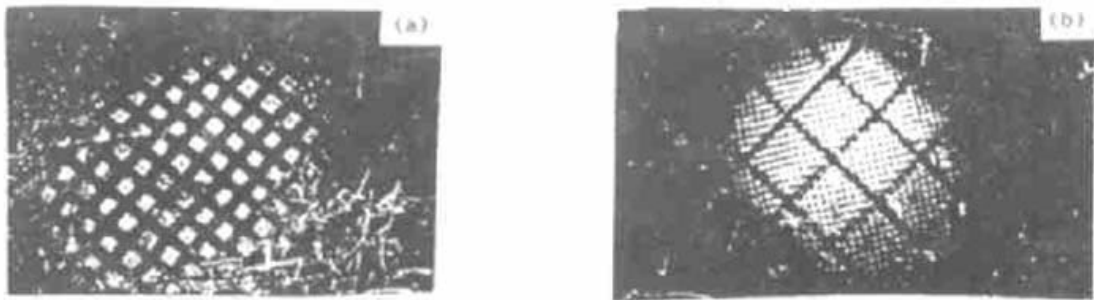


Fig. 4 Soft X-ray micrograph of meshes of 20 lp/mm (a) and 55 lp/mm (b) taken with the Schwarzschild microscopical system

**结 论** 研制了 Schwarzschild 型正入射软 X 射线多层膜显微成像系统。光学设计和衍射分析表明此显微成像系统的极限分辨率可优于光学显微镜。工作波长为 18.2 nm, 放大倍数为  $10.5\times$ 。作者采用磁控溅射方法制备了 Mo/Si 多层膜和铝掺碳滤光片, 用激光等离子体光源进行了显微成像实验, 记录在 Kodak X 射线胶片上的图像表明此正入射软 X 射线多层膜显微成像系统的分辨率已达微米。

### 参 考 文 献

- [1] M. R. Howells, J. Kirz, D. Sayre, X-ray microscopes. *Sci. Amer.*, 1991, 264(2): 88~94
- [2] A. G. Michette, G. R. Morrison, C. J. Buckley et al., *X-ray Microscopy II*, Springer-Verlag, New York, 1990
- [3] S. Aoki, T. Ogata, S. Sudo et al., Sub-100 nm-resolution grazing incidence soft X-ray microscope with a laser-produced plasma source. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 1992, 31(12): 3477
- [4] E. Spiller, Low loss reflection coatings using absorbing materials. *Appl. Phys. Lett.*, 1972, 20(9): 365~367



- [5] R. P. Haelbich, C. Kunz, Multilayer interference mirrors for the XUV range around 100 eV photon energy. *Opt. Comm.*, 1976, 17(3): 287~292
- [6] T. W. Barbee, Jr., Sputtered layered synthetic microstructure (LSM) dispersion elements. in *Low Energy X-Ray Diagnostics*, D. T. Atwood, B. L. Henke, *et al.*, *Proc. AIP*, 1981, 75: 124~130
- [7] E. Spiller, Evaporated multilayer dispersion elements for soft X-rays. in *Low Energy X-Ray Diagnostics*, D. T. Atwood, B. L. Henke, *et al.*, *Proc. AIP*, 1981, 75: 131~140
- [8] J. H. Underwood, T. W. Barbee, Jr., Soft X-ray imaging with a normal incidence mirror. *Nature*, 1981, 294(3): 429~430
- [9] M. Kado, K. A. Tanaka, R. Kodama, *et al.*, Development of a schwarzschild-type X-ray microscope. *Opt. Lett.*, 1991, 16(2): 109~111
- [10] M. Richardson, K. Shinohara, K. A. Tanaka *et al.*, Pulsed X-ray microscopy of biological specimens with laser plasma sources. *Proc. SPIE*, 1992, 1741: 133~141
- [11] D. S. DiCicco, D. Kim, R. Rosser *et al.*, First stage in the development of a soft-X-ray reflection imaging microscope in the schwarzschild configuration using a soft X-ray laser at 18.2 nm. *Opt. Lett.*, 1992, 17(2): 157~159
- [12] S. Masui, S. Mochimaru, N. Watanabe *et al.*, Evaluation of the Schwarzschild X-ray microscope using the compact SR-ring 'AURORA'. *Proc. SPIE*, 1992, 1741: 94~103
- [13] Y. Horikawa, K. Nagai, S. Mochimaru *et al.*, A compact Schwarzschild soft X-ray microscope with a laser-produced plasma source. *J. Microsc.*, 1993, 172(3): 189~194
- [14] 淳于书泰, 何绍堂, 张启仁等, 类氟锆 X 光激光双程放大实验研究. *中国科学(A)*, 1992, 8: 875~879
- [15] 王世绩, 顾援, 周关林等, 反射镜多靶串接增益饱和软 X 光激光实验. *强激光与粒子束*, 1993, 5(4): 557~563
- [16] 张俊平, 曹健林, 马月英等, 软 X 光激光用多层膜反射的设计与性能模拟计算. *光学学报*, 1995, 15(3): 1088~1093

## Preliminary Investigation of a Schwarzschild Microscopical System at 18.2 nm

Wang Zhanshan    Cao Jinlin    Chen Bo    Ma Yueying    Chen Bin  
Zhang Junping    Wang Zhaolan    Gang Honggang  
Lu Junxia    Chen Xiangdan

(Changchun Institute of Optics and Fine Mechanics, The State Key Laboratory of Applied Optics,  
Chinese Academy of Sciences, Changchun 130022)

(Received 26 March 1995)

**Abstract** The design, construction and imaging experiments of a soft X-ray normal-incidence multilayer imaging Schwarzschild microscopical system with  $10.5 \times$  magnification at 18.2 nm are presented. The resolution limited by aberration and diffractions less than  $0.2 \mu\text{m}$ . Multilayer Mo/Si coatings were deposited simultaneously onto both mirrors of Schwarzschild objective. The period of multilayer and number of layers are 9.5 nm and 41, respectively. The images of 20 pl/mm and 55 pl/mm mesh were taken with laser produced plasma as a soft X-ray source. These results show that the micron images can be produced with this imaging microscopic system.

**Key words** soft X-ray, multilayer, microscopical system.