

# 二维点阵的软 X 射线衍射实验研究\*

徐向东 洪义麟 霍同林 蒋诗平 单晓斌 杨绍光\*\* 付绍军  
(中国科学技术大学国家同步辐射实验室, 合肥 230029)

**摘 要** 以光刻胶作为探测器, 用 3.2 nm 的 X 射线进行了二维点阵测试样品的软 X 射线衍射实验, 记录了探测器和样品间隔分别为 0、2 mm 和 80 mm 时的图像, 并用光学显微镜放大观察。实验结果表明, 探测器记录的图像与探测器和样品之间的距离有关, 即随探测器和样品之间距离的变化而变化。这与理论模拟的结果一致。

**关键词** 水窗, 衍射, 同步辐射, 光刻胶。

## 1 引 言

软 X 射线衍射方法是软 X 射线显微术的众多成像方式之一, 它的重要性在于它是软 X 射线显微术中一种具有潜在最高分辨率的成像方式和具有单次曝光中可获得有关三维结构信息的特别能力<sup>[1]</sup>。早在 1982 年 Sayre 等人<sup>[2]</sup>就提出, 同步辐射光源提供的较长波段的 X 射线有可能记录普通显微样品的衍射图, 从而为生物学中完整的细胞(或主要的细胞亚结构)和材料科学中的各种微粒提供一种清晰的结构成像方法。较长波段的 X 射线不可能有原子分辨率的成像, 但是, 对 3 nm 左右的软 X 射线, 如果能够获得完整的衍射图, 其分辨率会达到 1.5 nm, 这样的分辨率还是有相当的实用价值。

目前, 由于软 X 射线光源的空间相干性、时间相干性、实验技术和数据处理等方面存在未完全解决的问题, 有关软 X 射线衍射的实验结果很少<sup>[3]</sup>, 远未达到 X 射线晶体结构解析那样的程度。本文利用国家同步辐射实验室软 X 射线显微术实验站的现有条件, 以光刻胶为探测器进行了二维点阵测试样品的软 X 射线衍射实验, 旨在探索软 X 射线衍射成像的特点。

## 2 实验装置

实验装置的基本结构如图 1 所示, 它主要由直线型单色仪<sup>[4]</sup>和真空样品室两部分组成。该装置配备有国家同步辐射实验室自己研制的、中心波长分别为 2.3 nm、3.2 nm 和 4.5 nm 的 3 种不同参数的聚焦波带片<sup>[5]</sup>, 输出 2.0~ 5.4 nm 波段范围的软 X 射线。本文实验所用的波长选在 3.2 nm, 针孔直径为 30  $\mu\text{m}$ , 整个过程在真空中进行。

\* 国家同步辐射实验室开放课题。

\*\* 现在南京大学博士后流动站。

收稿日期: 1999-05-07; 收到修改稿日期: 1999-06-29

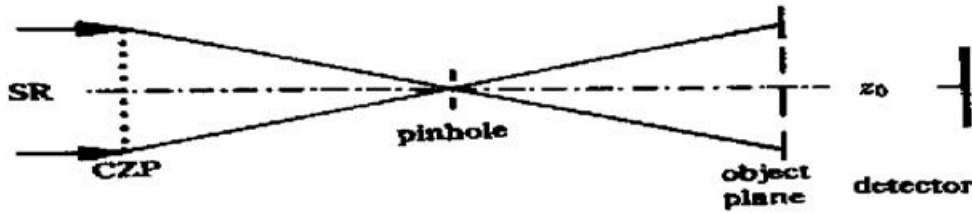


Fig. 1 Schematic diagram of the experimental arrangement

### 3 实验方法

#### 3.1 样 品

为了便于计算及对比,我们设计出二维点阵图形测试样品,样品材料为  $2\ \mu\text{m}$  厚的金箔。透光部分原本为边长  $9\ \mu\text{m}$  的正方形小孔,经制版、离子束刻蚀等多道制备工序后,4个直角全部变成圆弧状;孔间距为  $6\ \mu\text{m}$ 。

#### 3.2 光路调试

光路调试是实验中最关键的技术之一。软X射线光路与可见光激光光路调试技术基本

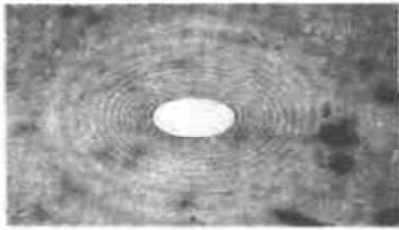


Fig. 2 Intensity distribution in object plane

相同,不同的是肉眼看不见软X射线,因材料的吸收及在空气中传播距离也有限,整个光路处于真空系统内。可借助于软X射线激发涂在样品座上的荧光粉产生的荧光光斑来判断是否准直。当聚焦波带片和针孔光阑的中心严格位于光轴上时,光斑为一对称的环形图像,在光轴方向上移动聚焦波带片,环形图像的对称性无变化。图2为光路调试正确时所记录的光斑浮雕图形,它对应于中心光强强,沿径向光强迅速

减弱,即典型的爱里(Airy)分布。

#### 3.3 记录和观察

实验所用的记录介质(即探测器)为高分辨率的正性光刻胶,它由无锡化工研究设计院研制。样品和探测器按要求置于样品室中,待真空度正常后依次打开光束线上的真空阀门,将同步辐射光引至样品处曝光。曝光完毕,取下探测器放入显影液 [ $V(\text{MIBK}) : V(\text{IPA}) = 3 : 1$ ,  $V$  为体积] 中进行显影,显影后的浮雕图形可用光学显微镜、电子显微镜和原子力显微镜观测。电子显微镜和原子力显微镜观测的分辨率很高,但用电子显微镜观测时,光刻胶的浮雕图形需要镀一薄的导电膜并从基底上揭下来,常常导致样品损坏,另外放大观测时聚焦电子束的热损伤也影响第二次观测;原子力显微镜观测的视域范围小。所以,作为初步研究我们只用光学显微镜进行观测。

### 4 结果与讨论

为了研究软X射线衍射成像特点,记录了探测器和样品间隔  $Z_0$  为分别  $0$ 、 $2\ \text{mm}$  和  $80\ \text{mm}$  时的二维点阵测试样品的软X射线显微图像。需要说明的是这几个位置只不过是现有的真空样品室内探测器容易安放的位置,它们相当于文献[1]中的近场和中间场条件。

当探测器和样品紧密接触即  $Z_0$  为  $0$  时,探测器记录的是软X射线接触显微图像。其特点是无衍射现象发生,相当于原物的复制(如图3所示)。图中圆形轮廓为标准电镜铜网( $300$

目), 受光强分布的影响中央区域已曝透, 露出了硅片基底。

当探测器与样品之间有间隔即  $Z_0$  大于 0 时, 探测器记录的图像与上述软 X 射线接触显微图像明显不同。其特点是有衍射现象发生并随着探测器和样品间距的加大, 样品的强度调制信号变弱, 衍射信号变强, 结果原物特征轮廓变得模糊。图 4 是  $Z_0$  为

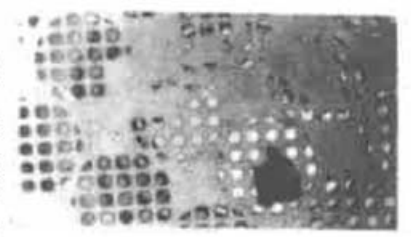


Fig. 3 Soft X-ray contact image

2 mm 时, 探测器记录的软 X 射线显微图像和相应条件下的模拟衍射图, 其特点是有衍射现象发生。因探测器和样品间距相对较

小, 样品的强度调制信号还很明显, 所以能看到原物的特征轮廓, 只不过在原物特征轮廓中间添加了一些衍射花样。从图 4(b) 可以看出轮廓和中间花样的衍射强度(对应于亮度)基本一致, 所以同样的曝光量下同时显示出来, 而阵列间的平行衍射条纹因其强度低未能同时被记录下来。

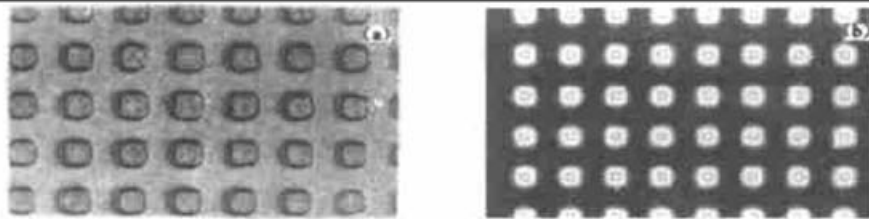


Fig. 4 Soft X-ray diffraction image. (a) Observed pattern, (b) Calculated pattern

图 5 是  $Z_0$  为 80 mm 时, 探测器记录的软 X 射线显微图像和相应条件下的模拟衍射图, 其特点是衍射现象明显。从图 5(b) 可以看出轮廓和中间花样的衍射强度(对应于亮度)不一致, 所以同样的曝光量下不能同时都显示出来, 即正好使衍射强的花样记录下来, 不能同时记录下弱的衍射条纹。基于前一个曝光情况, 我们有意识地加大了曝光量, 看看能否将较弱的衍射花样记录下来, 图 5(a) 所示的曝光量显得过大, 中央区域已过曝光(露出了硅片基底), 但保留了记录下来的较弱的衍射条纹。它与相应条件下的模拟衍射图基本一致, 不过细节方面显得更为丰富; 外围部分因光强较弱, 只记录下衍射强度较大的衍射花样。总体来看, 探测器记录的软 X 射线显微图像和相应条件下的模拟衍射图是一致的, 这证明本文所获得的实验结果正确。

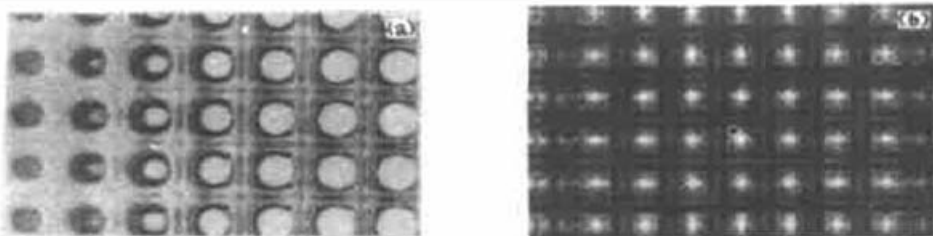


Fig. 5 Soft X-ray diffraction image. (a) Observed pattern, (b) Calculated pattern

**结 论** 通过二维阵列测试样品的软 X 射线衍射实验研究, 可以获得如下结论:

1) 探测器记录的样品信号与探测器和样品之间的距离有关, 当紧密接触时, 记录的是样品强度调制信号(相当于 X 射线接触显微术); 当探测器和样品之间有间隔时, 记录的是样品强度调制信号和衍射信号的叠加, 并随探测器和样品间距离的变化而变化。

2) 通过过曝光的办法, 可以记录下较弱的衍射条纹。从已获得的图像资料显示, 光刻胶

是一种较为理想的记录材料,它具有高分辨、低噪声和操作方便等优良特性。

3) 利用光斑形状进行软 X 射线光路准直是十分有效和实用的。

### 参 考 文 献

- [1] Sayre D. Diffraction-imaging possibilities with soft X-rays. In: Ping-chin Cheng and Gwo-jen Jan eds. *X-Ray Microscopy-Instrumentation and Biological Applications*. Berlin: Springer-Verlag, 1987. 213~223
- [2] Yun Wenbing, Kirz J, Sayre D. Observation of the soft X-ray diffraction pattern of a single diatom. *Acta Cryst.*, 1987, **A43**(1) : 131~ 133
- [3] Sayre D, Chapman H N. X-ray microscopy. *Acta Cryst.*, 1995, **A51**(3) : 237~ 252
- [4] Zhang Yunwu, Xu Chaoyin, Xu Xilin *et al.*. Design and construction of a soft x-ray microscopy beamline at HESYRL. *Phys. Scripta*, 1990, **41**(4) : 422~ 424
- [5] 傅绍军, 洪义麟, 陶晓明等. 软 X 射线聚焦波带片制备工艺的研究. *光学学报*, 1995, **15**(8) : 1148~1150

## Experimental Study on Soft X-Ray Diffraction of a Two-Dimensional Array

Xu Xiangdong    Hong Yiling    Huo Tonglin    Jiang Shiping  
Shan Xiaobing    Yang Shaoguang    Fu Shaojun

(National Synchrotron Radiation Laboratory, University of Science and Technology of China, Hefei 230029)

(Received 7 May 1999; revised 29 June 1999)

**Abstract** The experiment of soft X-ray diffraction has been carried out with synchrotron radiation to a two-dimensional array. Some images, which correspond to 0, 2 mm and 80 mm separation behind the specimen, were recorded as a relief pattern on photoresist with use of 3.2 nm X-rays from U-12A bending magnet at National Synchrotron Radiation Laboratory. The processed photoresists were enlarged with an optical microscope. The experimental result shows that patterns vary with the distance between specimen and photoresist detector, which are in excellent agreement with the theoretical results.

**Key words** water window, diffraction, synchrotron radiation, PMMA.