# 一种 X 射线成像型平响应低通滤波技术

袁 铮1 曹柱荣1 朱效立2 邓 博1 李 晋1 杨志文1 洪才浩3

刘慎业1 杨家敏1 赵屹东3

1中国工程物理研究院激光聚变研究中心,四川 绵阳 621900;

<sup>2</sup>中国科学院微电子研究所纳米加工与新器件集成技术实验室,北京 100029;

<sup>3</sup>中国科学院高能物理研究所,北京 100049

**摘要** 提出一种基于掠入射微柱面反射镜阵列的 X 射线成像型平响应低通滤波技术。根据 X 射线光学理论,介绍 了基于微柱面反射镜阵列的平响应低通滤波原理,分析了元件透射谱的计算方法。基于电子束刻蚀技术在聚酰亚 胺衬底上制作了金柱体直径 200 nm、深度 1.3 μm、占空比 0.393 的微柱面镜阵列样品,根据理论计算在 2°掠射角时 其截止能量为 1250 eV,响应不平整度为 5.7%。利用转角精度优于 0.1°的三维精密转角机构,在北京同步辐射装 置的 4B7B 软 X 射线束线站标定样品在不同掠入射角下的透射率,得到初步标定结果。标定结果显示,在 1 keV 以 上的不同能点各曲线均有下降趋势,且角度越大下降能点越偏软,说明掠射角的增大对较高能的 X 射线具有明显 抑制效果。由于电子束刻蚀的技术局限性,样品的深宽比、侧壁垂直度、侧壁粗糙度等参数并未达到理论要求,所 以标定结果与理论计算值有一定差异。

关键词 X射线光学;平响应低通滤波;掠入射;微柱面镜阵列;同步辐射

中图分类号 O434.19; O435.1; O59 文献标识码 A doi: 10.3788/AOS201636.0534001

# A Technology of X-Ray Imaging Flat-Response Low-Pass Filter

Yuan Zheng<sup>1</sup> Cao Zhurong<sup>1</sup> Zhu Xiaoli<sup>2</sup> Deng Bo<sup>1</sup> Li Jin<sup>1</sup> Yang Zhiwen<sup>1</sup> Hong Caihao<sup>3</sup> Liu Shenye<sup>1</sup> Yang Jiamin<sup>1</sup> Zhao Yidong<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Research Center of Laser Fusion, China Academy of Engineering Physics, Mianyang, Sichuan 621900, China; <sup>2</sup>Key Laboratory of Nano-Fabrication and Novel Devices Integrated Technology, Institute of Microelectronics,

Chinese Academy of Sciences, Beijing 100029, China;

<sup>3</sup> Institute of High Physics, Chinese Academy Sciences, Beijing 100049, China

Abstract A X-ray imaging flat-response low-pass filter technology based on grazing incidence micro-cylinder mirror arrays is proposed. According to the X-ray optical theory, the principle of flat-response low-pass filter based on micro-cylinder mirror arrays is introduced and the computational method of the element transmission spectrum is analyzed. A micro-cylinder array sample is fabricated on the substrate of polyimide by electron-beam lithography, with 200 nm column diameter,  $1.3 \mu$ m height and 0.393 duty ratio. According to the theoretical calculation, when the glancing angle is 2°, the end-energy is 1250 eV and the unevenness is 5.7%. Transmission of this array is calibrated on 4B7B soft X ray beam line station of Beijing synchrotron radiation facility from several grazing-incidence angles, using a three dimensional precision angle institution of which the angular precision is better than  $0.1^{\circ}$ . The initial calibration result is attained. Calibration result shows that for all the grazing-incidence angles, the transmission presents on declining curve over 1 keV, and the downturn energy decreases as the angle increases. It demonstrates that the increase of glancing angle has an restraint effect on the high-energy X-ray. Because of the electron-beam lithography limits, the depth to width, side wall perpendicularity, side wall roughness and other parameters of the sample can not reach the theory requirement, thus the calibration result has an certain difference from the theoretical calculation.

收稿日期: 2015-12-07; 收到修改稿日期: 2016-01-05

基金项目:中国工程物理研究院科学技术发展基金(2014B0102010)

**作者简介**:袁 铮(1984-),女,硕士,助理研究员,主要从事分幅相机、X 射线光学和光电阴极等方面的研究。 E-mail: yuanzh8406@126.com **Key words** X-ray optics; flat-response low-pass filter; grazing incident; micro-cylinder array; synchrotron radiation **OCIS codes** 340.6720; 350.2770; 350.2450

# 1引言

在激光驱动惯性约束聚变实验中,为了研究黑腔腔壁材料的原子结构特性对黑腔辐射的影响,常需测量 辐射谱中某特定带谱的份额、强度及其预热的不对称性等信息<sup>[1-2]</sup>。常用的选能方法是利用滤片的高通效果 配上元素吸收边实现某个能段带通,但这种方式在高于吸收边的能区常会带有高能尾巴,且在远离吸收边的 高能区,X射线的透射率非常高。目前用于定量测量 Au 的 M 带 X 射线辐射流的诊断设备是 M 带平响应 X 射线衍射(XRD)<sup>[3-5]</sup>,主要是选择能谱响应与反射式阴极相匹配的特殊材料,加工成带有小孔的厚滤片与带 小孔的薄滤片相结合的一体化滤片,实现平响应带通选能。由于其编码孔结构尺寸为 5 μm 左右,周期为 10 μm左右,对于 10 μm 左右空间范围内的成像诊断设备,无法实现带通平响应成像。最新对微通道板 (MCP)的带通光学研究表明<sup>[6-8]</sup>,不同能量 X 光在 MCP 微通道内壁的反射比率不同,从而导致 X 光透射比 率不同。通过优化设计 MCP 微孔形状、尺寸等参数,可使 MCP 具有较好的出射效率和高能截止效果。该 元件与滤片配合可实现窄能带选通,但由于 MCP 本身制作工艺的限制,其微通道结构尺寸也是在微米量 级,无法做到纳米量级,同样无法实现成像型的带通选能。为发展成像型带通诊断技术,本文提出一种基于 掠入射微柱面反射镜阵列的成像型低通滤波技术。将该元件与分幅相机配合可获得单个探测像元内的空间 均匀的辐射流时空信息,实现带谱辐射流的高空间分辨的二维成像诊断。

由掠入射平面镜对 X 射线的反射和高能截止效应<sup>[9-11]</sup>可知,对于波长小于临界波长的掠入射 X 光, 几乎不会被反射,因此平面镜作为软 X 射线的色散元件,选择不同的掠射角可实现不同带宽的高能截止 效果。在衬底上光刻出规律排列的高深宽比的三维结构金属柱体,柱体侧面作为镜面反射面。当复杂光 谱的 X 射线入射到微柱体阵列上时,对于临界掠入射角,只有低于截止能量的 X 射线能被反射,从而进入 并穿透柱体间隙的衬底。选择不同的掠入射角,可构成软 X 射线能区的任意截止能点的低通滤波。优化 设计微柱体的尺寸及微柱体阵列的排列方式和占空比,还可实现平响应低通滤波。由于微柱体尺寸为几 百纳米,可应用于单个像元 10 μm 左右的成像诊断设备,如分幅相机。成像型平响应带通滤波技术的研究 和成像型平响应低通滤波元件的研制成功,使得该元件成为继光栅和晶体之外的更小巧、带通范围更灵活的 宽带分光元件。

#### 2 基于微柱面镜阵列的平响应低通滤波原理

根据掠入射平面镜对 X 射线的反射和高能截止效应,对于某种金属镜面,其临界掠入射角可表示为

$$\theta_{\rm c} = \sqrt{\frac{n_{\rm e}e^2\lambda^2}{\pi m_{\rm e}c^2}},\tag{1}$$

式中 $n_e$ 为介质电子密度, e为电子电荷,  $\lambda$ 为 X射线波长,  $m_e$ 为电子质量, c为光子速度.

基于这种原理在聚酰亚胺衬底上利用 X 光光刻出规律排列的高深宽比的三维结构金属柱体,柱体的侧面作为平面镜的反射面,二维简化结构如图 1 所示。当复杂光谱的 X 射线入射到微平面镜阵列上时,对于临界掠射角  $\theta_c$ ,对应的截止能量为  $E_c$ ,只有能量低于  $E_c$ 的 X 射线能被反射,从而进入并穿透柱体间隙的衬底。这就是该元件低通滤波的原理。

参考文献[3]、[4]、[12]的平响应谱设计方法,设计金属柱体的尺寸和排列方式,通过调整柱体与空隙之间的面积比对元件透射谱进行调制,可获得平顶的低通透射率曲线,这就实现了平顶低通滤波。该元件需配合具有光电阴极的二维成像探测器才能实现平响应低通滤波成像诊断,因此最终的平响应要考虑阴极的谱响应曲线。同时,选择合适的滤片与该滤波元件配合可实现截止能量以内的任意能区平响应带通滤波。

根据图 1,假设微柱体直径为 d,柱高为 h,柱体之间的空隙为 s,则柱体的占空比  $\alpha = 4d^2/(2d+s)^2$ 。



图 1 基于微柱面镜阵列的低通滤波器原理

Fig. 1 Principle of low-pass filter based on the micro-cylinder array

设 X 射线掠入射角为 $\theta$ ,则入射到柱体之间空隙处的 X 射线的反射次数  $n_1 = h \cdot \tan \theta / s$ ,而入射到柱体顶 面并穿过柱体出射的剩余 X 射线的反射次数  $n_2 = (h \cdot \tan \theta - d_x \cdot \sin \theta) / s$ 。因此,滤波元件的透射率可 计算为:

 $T(\alpha, E, \sigma, \theta) = T_{\text{PI}}(E) \cdot \{(1 - \alpha)R(E, \sigma, \theta)^{n_1} + \alpha R(E, \sigma, \theta)^{n_2} \exp[-\mu(E)d_x]\},$ (2) 式中  $T_{\text{PI}}(E)$ 为元件衬底聚酰亚胺(PI)膜的透射率,  $R(E, \sigma, \theta)$ 为与镜面材料、镜面粗糙度  $\sigma$  和掠入射角有关 的镜面反射率,  $\mu(E)$ 为金属柱体对 X 射线的吸收系数,  $d_x$ 为金属柱体被 X 射线穿过的厚度。

平响应低通滤波元件透射率的不平整度用其标准差 λ 描述, λ 越小不平整度越小,则平响应效果越好, λ 可写为

$$\chi = \frac{\int\limits_{E_1}^{E_2} \left[ Q(\epsilon) - \overline{Q(\epsilon)} \right] d\epsilon}{(E_2 - E_1) \overline{Q(\epsilon)^2}} \,. \tag{3}$$

### 3 低通滤波元件样品

利用电子束刻蚀技术,试制了平响应低通滤波元件样品,如图 2(a)所示。样品参数为:样品柱体材料为 Au,衬底为 2 μm 厚的聚酰亚胺,柱体直径为 200 nm,柱高为 1.17 μm,柱间距为 400 nm 错位排列,排列方 式如图 2(b)所示(图中所标尺寸比例尺为 1:10,单位为 nm)。由于制作技术的局限性,导致柱体并非垂直圆 柱体而是倾角约 0.8°的圆台。



图 2 低通滤波元件样品。(a)样品电镜图;(b)微柱体排列图

Fig. 2 Low-pass filter samples. (a) Micrograph of the sample; (b) tactic mode of the micro-cylinders

根据元件样品的参数计算得到样品的透射率曲线如图 3 所示。由图 3 可知,当掠射角为 2°时,该元件可 视为一个低通滤波器,其截止能量为 1250 eV,透射率曲线的不平整度为 5.7%。



Fig. 3 Theoretical transmission of the sample  $(\theta = 2^{\circ})$ 

# 4 样品透射率标定

在北京同步辐射装置的 4B7B 软能 X 束线站<sup>[13]</sup>对样品在 100~1400 eV 能段范围内的透射率进行了标 定,标定实验排布如图 4 所示。前置光阑直径为 1 mm,通过调整可以保证光源光斑全部落在两个标准 Si 探 测器和待测样品的有效区域内。标准探测器的有效面积为 10 mm×10 mm,前置标准探测器可上下升降以 使其进入和退出光路。待测样品有效面积为 2 mm×2 mm,安装在专用的样品夹上,并装配到转角精度高 于 0.01°的三维精密转角调节装置上。后置 Si 标准探测器可将样品滤波后的剩余 X 光全部接收。将样品沿 任一维度调节,当后置 Si 探测器读数为最大时的姿态即为掠射角为 0°时对应的该维度的最佳位置。采用此 方法将转角调节装置设置在三个维度的最佳位置,即认为此时的样品处于掠射角为 0°的状态。由于光源的 发散角很小,而样品与光阑的距离很近,认为样品与两个标准探测器各自接收的光强没有差别。针对某特定 光子能量 *E*,降下前置 Si 探测器,利用 Keithley 弱电流计测量前置标准探测器的响应电流  $I_{\rm f}(E)$ ,而后,升 起 Si 探测器,测量 X 光照射样品后的后置 Si 探测器响应电流  $I_{\rm b}(E)$ 。因此,样品的透射率 T(E)可由二者 的比值得到: $T(E) = I_{\rm b}(E)/I_{\rm f}(E)$ 。



Fig. 4 Calibration experimental arrangement of the sample

根据以上标定方法,针对特定的掠入射角:0.2°、2°、3.4°、5°,分别得到样品在不同掠射角时的透射率曲线,如图 5 所示。其中每条曲线在 280 eV 和 530 eV 都存在突变,这是因为标定光路中存在一定的碳和氧污染,是由 C-k 和 O-k 吸收边造成的。同时,样品在制作和标定过程中也可能被油污或汗渍沾染,就像被附上 一层 C 滤膜(其透射率曲线如图 6 所示),导致样品透射率标定曲线被 C 滤片的透射率调制,使软能区 (1 keV以下)的总体透射率偏低。

根据图 5,角度越大,曲线后端偏高能部分的响应越小,这是由掠入射的原理所决定的,也与理论计算的 结果相符合。由于整个标定能区偏软且能段不够宽,并不能明显判断高能截止能点,但在1 keV 以上的不同 能点各曲线均有下降趋势,且角度越大下降能点越偏软,说明掠射角的增大对较高能的 X 射线具有明显抑 光 学 岁 报



Fig. 5 Transmission calibration results of the sample



制效果。以掠射角为2°的透射率标定曲线为例,在1 keV 以上能区,可看出其透射率在1300 eV 左右开始出 现下降趋势,这与图 3 的理论曲线得出的截止能量为 1250 eV 的结论是较为吻合的。考虑软 X 射线能区, 受标定时的污染及吸收边的影响,其标定结果并不是理想的低通滤波。分析其原因,由于电子束光刻深度的 限制,试制元件的柱高不够,导致微柱面镜阵列深宽比小于 6,入射光线的反射次数不够多,部分入射光甚至 没有反射而直接进入衬底。这将导致能量较高的 X 射线可直接穿透衬底的聚丙烯(CH)膜而照射到后置 Si 探测器上,如此则掠入射效应并不显著,从而影响高能截止的效果。如果采用极紫外光刻<sup>[14]</sup>或 X 射线光刻 技术<sup>[15]</sup>,可制作较大深宽比、较高垂直度和较好侧壁粗糙度的微柱体阵列样品,样品的透射率将更接近于设 计值。

## 5 结 论

根据掠入射平面镜对 X 射线的反射和高能截止效应,以及微柱体阵列的排列方式和占空比对透射光的 调制,提出了一种成像型 X 射线平响应低通滤波技术。介绍了平响应低通滤波原理,推导了元件透射谱响 应的计算方法。利用电子束光刻技术制作了平响应低通滤波元件样品,并在北京同步辐射装置上的软能束 线站对样品的透射率进行了标定。标定结果显示,掠射角的增大对较高能的 X 射线具有明显抑制效果,几 乎不影响样品在低能部分的透射率。但由于电子束光刻的深宽比较小,X 射线发生反射的份额较少,同时侧 壁粗糙度较差,导致样品低通效果不明显。同时,标定时的油污和汗渍严重影响了样品在低能段的透射率, 在后续的标定实验中应避免此种情况发生。下一步工作将利用 X 射线光刻技术实现较大深宽比、较高垂直 度和较好侧壁粗糙度的微柱体阵列制作。设计不同的柱体形状、排列方式及占空比的阵列结构以调制透射 光份额,以实现平整度更好的平响应低通滤波。同时可将该元件应用于分幅相机等二维成像设备,获取带谱 辐射高空间分辨的二维成像诊断。

#### 参考文献

1 Chang Tieqiang, Zhang Jun, Zhang Jiatai, et al.. Laser-target plasma interacting and laser fusion[M]. Changsha: Hunan Science and Technology Publishing Company, 1990: 403-426.

常铁强,张 钧,张家泰,等.激光等离子体相互作用与激光聚变[M].长沙:湖南科学技术出版社,1990:403-426.

2 Wen Shuhuai, Ding Yongkun. Laser inertial confinement fusion diagnostics [M]. Beijing: National Defense Industry Press, 2012.

温树槐, 丁永坤. 激光惯性约束聚变诊断学[M]. 北京: 国防工业出版社, 2012.

- 3 Zhi C L, Xiao H J, Shen Y L, et al. A novel flat-response X-ray detector in the photon energy range of 0.1-4keV[J]. Rev Sci Instrum, 2010, 81(7): 073504.
- 4 Guo L, Li S W, Zheng J, et al. A compact flat-response X-ray detector for the radiation flux in the range from 1.6 keV to 4.4 keV[J]. Measurement Science and Technology, 2012, 23(6): 065902.
- 5 Xin Jiang, Xie Changqing, Li Zhichao, et al.. Fabrication of X-ray diode flat-response filters [J]. Processing,

Measurement and Equipment, 2011, 48(1): 53-57.

辛 将,谢常青,李志超,等.X射线二极管平响应滤片的制作[J].加工、测量与设备,2011,48(1):53-57.

- 6 Zhao Dachun, Chen Bo, Liu Peng, et al.. Theoretical prediction of flat circular-channel MCP performance for focusing X-rays[J]. Acta Optica Sinica, 2015, 35(9): 0934002.
  - 赵大春,陈 波,刘 鹏,等.平面圆孔微通道板用于 X 射线聚光的理论预测[J].光学学报, 2015, 35(9): 0934002.
- 7 Cao Zhurong, Dong Jianjun, Yang Zhenghua, et al.. A new method of soft X-ray transmission band-pass [J]. Acta Physica Sinica, 2013, 62(4): 045205.

曹柱荣,董建军,杨正华,等.一种透射式软 X 光带通方法研究[J].物理学报,2013,62(4):045205.

- 8 Cao Z R, Jin F T, Dong J J, *et al*.. Soft X-ray low-pass filter with a square-pore microchannel plate[J]. Optics Letters, 2013, 38: 1509-1511.
- 9 Attwood D, Zhang Jie. Soft X-rays and extreme ultraviolet radiation: Principle and applications [M]. Beijing: Science Press, 2003: 49-60.

阿特伍德 D,张 杰.软 X 射线与极紫外辐射的原理和应用[M].北京:科学出版社, 2003: 49-60.

10 Sun Kexu, Yi Rongqing, Yang Guohong, et al.. The reflectance calibration of soft X-ray planar mirror with different grating angle[J]. Acta Physica Sinica, 2004, 53(4): 1099-1104.

孙可煦,易荣清,杨国洪,等.软X射线平面镜不同掠射角下的反射率标定[J].物理学报,2004,53(4):1099-1104.

- 11 Wenger D F, Sinars D B, Keller K L, *et al.*. Grazing-incidence mirror streak camera diagnostic for emission measurements of imploding z pinches on the Sandia Z-machine[J]. Rev Sci Instrum, 2004, 75(10): 3983-3985.
- 12 Gao yang, Cao Zhurong, Li Jin, et al.. M-band flat-response design of X-ray transmission photocathode[J]. High Power Laser and Particle Beams, 2013, 25(5): 1176-1178.

高 扬,曹柱荣,李 晋,等.透射式 X 射线光阴极的 M 带平响应设计[J].强激光与粒子束, 2013, 25(5): 1176-1178.

- 13 Yi Rongqing, Zhao Yidong, Wang Qiuping, *et al*.. Characteristic study and application of the soft X-ray beam line 4B7B on BSRF[J]. Acta Optica Sinica, 2014, 34(10): 1034002.
- 易荣清,赵屹东,王秋平,等.北京同步辐射装置 4B7B 软 X 射线标定束线的性能研究及应用[J].光学学报,2014,34 (10):1034002.
- 14 Du Yuchan, Li Hailiang, Shi Lina, et al.. Integrated development of extreme ultraviolet lithography mask at 32 nm node
  [J]. Acta Optica Sinica, 2013, 33(10): 1034002.

杜宇禅,李海亮,史丽娜,等. 32 nm节点极紫外光刻掩模的集成研制[J].光学学报,2013,33(10):1034002.

15 Li Yigui, Shan Shanjin. Fabrication of metal nano grating mold based on synchrotron radiation lithography and nano electroforming process[J]. Chinese J Lasers, 2014, 41(11): 1106002.

李以贵, 杉山进. 基于同步辐射光刻工艺和电铸工艺的金属纳米光栅模具制备[J]. 中国激光, 2014, 41(11): 1106002.