

上海光源硬X射线相干衍射成像实验方法初探

周光照 胡哲 杨树敏 廖可梁 周平 刘科 滑文强 王玉柱 边凤刚 王劼

Preliminary exploration of hard X-ray coherent diffraction imaging method at SSRF

Zhou Guang-Zhao Hu Zhe Yang Shu-Min Liao Ke-Liang Zhou Ping Liu Ke Hua Wen-Qiang
Wang Yu-Zhu Bian Feng-Gang Wang Jie

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 69, 034102 (2020) DOI: 10.7498/aps.69.20191586

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.7498/aps.69.20191586>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

基于迭代重建算法的X射线光栅相位CT成像

Grating based X-ray phase contrast CT imaging with iterative reconstruction algorithm

物理学报. 2017, 66(5): 054202 <https://doi.org/10.7498/aps.66.054202>

用于实现散射介质中时间反演的数字相位共轭的相干性

Coherence of digital phase conjugation for implementing time reversal in scattering media

物理学报. 2018, 67(5): 054201 <https://doi.org/10.7498/aps.67.20172308>

同步辐射高压单晶衍射实验技术

High pressure single-crystal synchrotron X-ray diffraction technique

物理学报. 2017, 66(3): 036203 <https://doi.org/10.7498/aps.66.036203>

利用波矢滤波超表面实现超衍射成像

Super diffraction imaging with wave vector selective metasurface

物理学报. 2017, 66(14): 147804 <https://doi.org/10.7498/aps.66.147804>

基于受激辐射信号的谱域光学相干层析分子成像方法

Stimulated-emission based spectral domain optical coherence tomography for molecular contrast imaging

物理学报. 2018, 67(17): 174201 <https://doi.org/10.7498/aps.67.20171738>

X射线光场成像技术研究

X-ray three-dimensional imaging based on light field imaging technology

物理学报. 2019, 68(2): 024202 <https://doi.org/10.7498/aps.68.20181555>

上海光源硬 X 射线相干衍射成像实验方法初探*

周光照¹⁾ 胡哲¹⁾²⁾³⁾ 杨树敏¹⁾ 廖可梁⁴⁾ 周平¹⁾ 刘科¹⁾
滑文强^{1)†} 王玉柱^{1)‡} 边风刚¹⁾ 王劼¹⁾

1) (中国科学院上海高等研究院, 张江实验室上海光源, 上海 201204)

2) (中国科学院上海应用物理研究所, 上海 201800)

3) (中国科学院大学, 北京 100049)

4) (中国科学院高能物理研究所, 北京同步辐射装置, 北京 100049)

(2019 年 10 月 17 日收到; 2019 年 11 月 19 日收到修改稿)

相干 X 射线衍射成像方法是一种先进的成像技术, 分辨率可达纳米量级. 国际上大多数的同步辐射装置和自由电子激光装置都建立了该成像方法, 并有将其作为主要成像技术的趋势. 上海光源作为目前国内唯一的一台第三代同步辐射光源, 尚未建立基于硬 X 射线的相干衍射成像实验平台. 随着一批以波荡器为光源的光束线站投入使用, 使得该方法的建立成为了可能. 本文基于上海光源 BL19U2 生物小角散射线站, 通过有效的光路设计, 搭建了相干衍射实验平台, 在 12 keV 和 13.5 keV 能量点均获得了硬 X 射线相干光束, 并基于小孔衍射测量了入射光束的空间相干长度. 该平台支持常规和扫描相干衍射实验模式, 对小孔衍射图样及波带片扫描衍射图样实现了正确的相位重建, 证明了该平台初步具备开展硬 X 射线相干衍射成像实验的能力. 硬 X 射线相干衍射成像实验平台为国内首次建立, 将为国内该实验方法的发展和應用提供有效的软硬件支持.

关键词: 同步辐射, 相干衍射成像, 相干性, 相位重建**PACS:** 41.60.Ap, 87.59.-e, 42.25.-p, 87.59.bf**DOI:** 10.7498/aps.69.20191586

1 引言

相比可见光, X 射线具有波长短、穿透能力强等特点, 是进行无损、高分辨成像的理想光源. 同步辐射光源作为一种大科学装置, 提供高亮度、高相干性的 X 射线, 为物理、化学、生命科学和材料科学等领域的众多科学问题量身定制了多种实验方法, 有力推动了科学的快速发展^[1].

同步辐射光源的发展历程, 始终追求更小的发射度和更高的相干性. 无论是成熟稳定的第三代光

源, 还是建设之中的衍射极限环^[2]和自由电子激光^[3,4]都在尽可能地降低同步辐射的发射度, 提高光源亮度, 从而提高相干通量^[5]. 伴随着同步辐射光束相干度的提升, 一些基于 X 射线相干特性的实验方法逐步开展并发展壮大起来, 如相干 X 射线衍射成像和 X 射线光子关联光谱等.

相干 X 射线衍射成像 (coherent X-ray diffraction imaging, CXDI or CDI) 是在 X 射线晶体学基础上发展的一种成像技术, 它摆脱了对 X 射线聚焦元件的依赖, 也称为无透镜成像技术^[6], 其成像分辨率仅与 X 射线的波长和衍射角有关, 理论

* 国家自然科学基金 (批准号: 11675253, 81571729, 11505278, 21727817) 和国家重点研发计划 (批准号: 2016YFA0401303) 资助的课题.

† 通信作者. E-mail: huawenqiang@zjlab.org.cn

‡ 通信作者. E-mail: wangyuzhu@zjlab.org.cn

上能达到原子尺度的分辨率^[7,8]. 1999年 Miao 等^[9]首次成功实现 CDI 成像, 用实验证明了非晶样品衍射图样可以进行相位重建. 经过二十余年的不断发展, CDI 已经被广泛应用于材料科学^[10]、生命科学^[11,12]、物理学^[13] 及集成电路^[14] 等学科的研究中, 并由最初的平面波 CDI 发展出布拉格 CDI、扫描 CDI (ptychography)、菲涅耳 CDI 和掠入射 CDI 等^[15,16].

X 射线光子关联光谱 (X-ray photon correlation spectroscopy, XPCS) 也称动态光散射 (dynamic light scattering), 是指通过测量相干衍射光强度起伏 (散斑) 的时间自相关函数, 进而获取样品内部无序分布的统计规律, 时间尺度覆盖微秒到

千秒, 空间尺度为微米到纳米之间^[17,18], 是研究凝聚态物理、材料科学等领域样品动力学特性的常备手段^[19].

国际上, 知名的第三代光源基本都建设了小角度 X 射线相干散射 (衍射) 实验 (coherent small angle X-ray scattering, CoSAXS) 专用线站, 比如美国 NSLS-II 的 11-ID, APS 的 8-ID-E 和 34-ID-C, 日本 SPring-8 的 29XUL^[20], 欧洲 ESRF 的 ID 16A、ID10C 等, 德国 Petra III 的 P10, 瑞士 SLS 的 X12SA, 英国 Diamond 的 I13-1^[21], 瑞典 MAX IV 的 CoSAXS, 韩国 PLS-II 的 9C, 中国台湾 TPS 的 25A 等, 如表 1 所列, 实验方法涵盖了常规平面波 CDI, Bragg CDI, 扫描 CDI 和 XPCS.

表 1 国际上同步辐射相干散射 (衍射) 线站举例列表
Table 1. Well-known coherent scattering beamlines in the world.

光束线站	能量范围/keV	光斑尺寸/ μm	相干通量	相干实验方法
NSLS 11-ID	6—16	3—10	5×10^{11} ph/s@9.65 keV	CoSAXS, XPCS
PETRA-III P10	5—20	4.5—40	3×10^9 ph/s	CDI, Bragg CDI, XPCS
SPring-8 29 XUL	4.5—18.7	~1—20	$\sim 10^9$ ph/s	CDI, Ptychography
Diamond I13-1	6—35		1×10^{10} ph/s@8 keV	CDI, Bragg CDI, Ptychography, XPCS
APS 34-ID-C	5—15	~0.7	5×10^9 ph/s@10 keV	CoSAXS, Ptychography
MAX IV CoSAXS	4—20	10 or 100	1.5×10^{12} ph/s@10 keV	CoSAXS, XPCS
SLS X12 SA	4.4—17.9	25×10	7×10^8 ph/s@6.2 keV	CoSAXS
PLS-II 9 C	5—15	<300	1.7×10^{10} ph/s@10 keV	CDI, Bragg CDI, XPCS
TPS 25 A	5.5—20	1—10	1×10^{10} ph/s@6 keV	CDI, XPCS

国内, 目前上海光源 (Shanghai synchrotron radiation facility, SSRF) 的 08U 软 X 射线光束线站基于扫描透射 X 射线显微镜 (scanning transmission X-ray microscopy, STXM) 实验平台 (波带片聚焦) 已建立了软 X 射线扫描 CDI 实验模式^[22], 分辨率达到了 10 nm, 开拓了国内 CDI 方法实用化的先河. 上海光源二期纳米探针光束线站实验模式包含纳米光束相干衍射, 聚焦光斑 30 nm, 其能量范围为 5—25 keV, 设计通量为 1×10^9 ph/s @10 keV, 预计 2020 年出光, 2021 年对用户开放. 在不久的将来, 北京高能衍射极限环光源^[2]、上海光源软 X 射线用户装置和上海硬 X 射线自由电子激光装置^[3] 的建立, 能发射接近全相干的 X 射线, 将会建设更好更专业的相干衍射成像光束线站, 能更好地满足高分辨率相干衍射成像实验的需求.

鉴于目前国内尚未有硬 X 射线相干衍射成像

光束线站, 而国内确有需求的情况下, 上海光源小角散射组基于现有的生物小角散射线站^[23], 通过有效的光路设计, 在不影响现有光路和生物 X 射线小角散射光束线站 (biological small angle X-ray scattering, BioSAXS) 实验的情况下, 搭建了硬 X 射线相干衍射成像实验平台. 该平台使用小孔 (pinhole) 获取微米入射光束, 支持常规和扫描相干衍射成像实验模式. 该实验平台的建立填补了目前国内空白, 在未来几年的二期线站建设期内将为国内硬 X 射线相干衍射成像实验方法的发展和应用提供有效的平台支持.

2 BL19U2 线站相干衍射成像实验模式

根据部分相干光理论^[24], 发射度越小, 相干性越好, 达到衍射极限时, 发射度 $\varepsilon \leq \lambda/4\pi$, 即为空间全相干光, 反之不相干光源的发射度 $\varepsilon = \infty$, 而

大部分情况下的光源发射度介于两者之间. 同步辐射光源分为弯转磁铁 (bend magnet)、扭摆器 (wiggler) 和波荡器 (undulator), 其中波荡器的发射度是最小的 [25], 也是相干性最好的.

上海光源储存环电子束参数为: 电子能量为 3.5 GeV, 水平发射度为 4.22 nm-rad, 耦合系数为 0.01. BL19U2 生物小角散射光束线站的波荡器安装在低 β 直线段, 波荡器周期长度为 20 mm, 总长度为 1.6 m [26]. 基于上海光源加速器物理组给出的波荡器光源点参数, 并利用 Spectra 软件 [27] 计算出不同能量 (8—15 keV) 下光源亮度和光通量如图 1 和表 2 所列, 并利用高斯谢尔模型计算出了相应的相干光通量, 其中 K 为偏转参数, 是波荡器的

一个无量纲参数, Energy 为光子能量, Brilliance 为光束亮度.

根据高斯谢尔模型 [28], 计算得出 BL19U2 的 X 射线光源点以及 KB 镜处的部分相干特性, 如表 3 所列. 由表 3 可以看出得益于垂直方向较小的发射度, 其相干度明显优于水平方向. 考虑单色器、镜子反射率和铍窗透过率等光路衰减因素, 并根据 BL19U2 正常运行时实测样品处的光通量 3.15×10^{12} ph/s@12 keV@240 mA, 可以估算出实验站样品处的可用相干光通量约为 3.52×10^8 ph/s@12 keV@240 mA.

上海光源 BL19U2 生物小角散射光束线站布局如图 2 所示, 波荡器辐射出的光束经过液氮

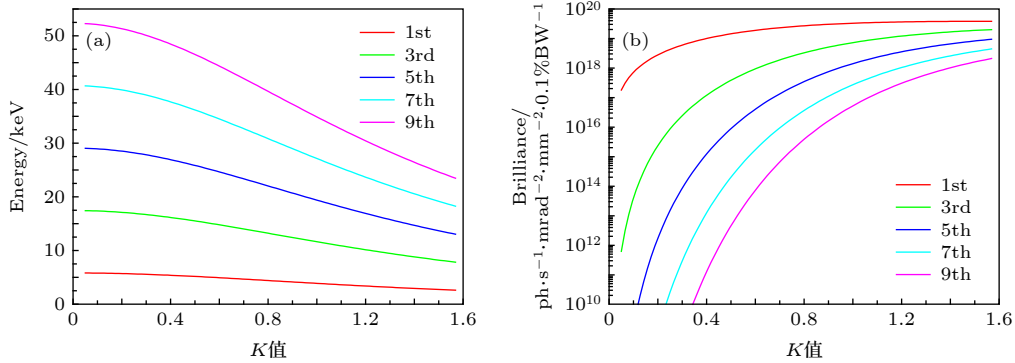


图 1 储存环流强为 300 mA 时, 不同波荡器 K 值下, 计算得到不同奇次谐波的 (a) 能量和 (b) 亮度分布

Fig. 1. Calculated (a) energy and (b) brilliance for odd harmonics as a function of the undulator K -value (a target ring current of 300 mA is used).

表 2 储存环流强为 300 mA 时, 波荡器不同参数下辐射出的能量、亮度、通量和相干通量

Table 2. Photon energy and highest brilliance/flux/coherent flux with corresponding undulator parameters (a target ring current of 300 mA is used).

光子能量/ keV	谐波阶数	磁场/T	K	亮度/ 10^{18} flux \cdot mm $^{-2}$ \cdot mrad $^{-2}$	光通量/ 10^{14} ph \cdot s $^{-1}$ \cdot 0.1%BW $^{-1}$	相干光通量/ 10^9 ph \cdot s $^{-1}$ \cdot 0.1%BW $^{-1}$
8	3	0.822	1.535	19.5	4.43	111
10	3	0.654	1.221	12.5	2.80	44.9
12	3	0.512	0.955	6.26	1.37	15.3
13.5	5	0.816	1.523	8.64	1.68	14.8
15	5	0.734	1.370	6.09	1.17	8.34

表 3 上海光源 BL19U2 光源点 (12 keV 时) 及传播时的光束相干特性

Table 3. Beam parameters of BL19U2 (@12 keV) at the source and KB mirrors.

	水平方向	垂直方向
光源点光斑尺寸	397 μ m	26 μ m
光源点发散度	78 μ rad	23 μ rad
光源点相干长度	0.48 μ m	1.29 μ m
光源点相干度	0.15%	7.59%
KB镜处光斑尺寸	1073 μ m	434 μ m
KB镜处相干长度	3.36 μ m	57.3 μ m

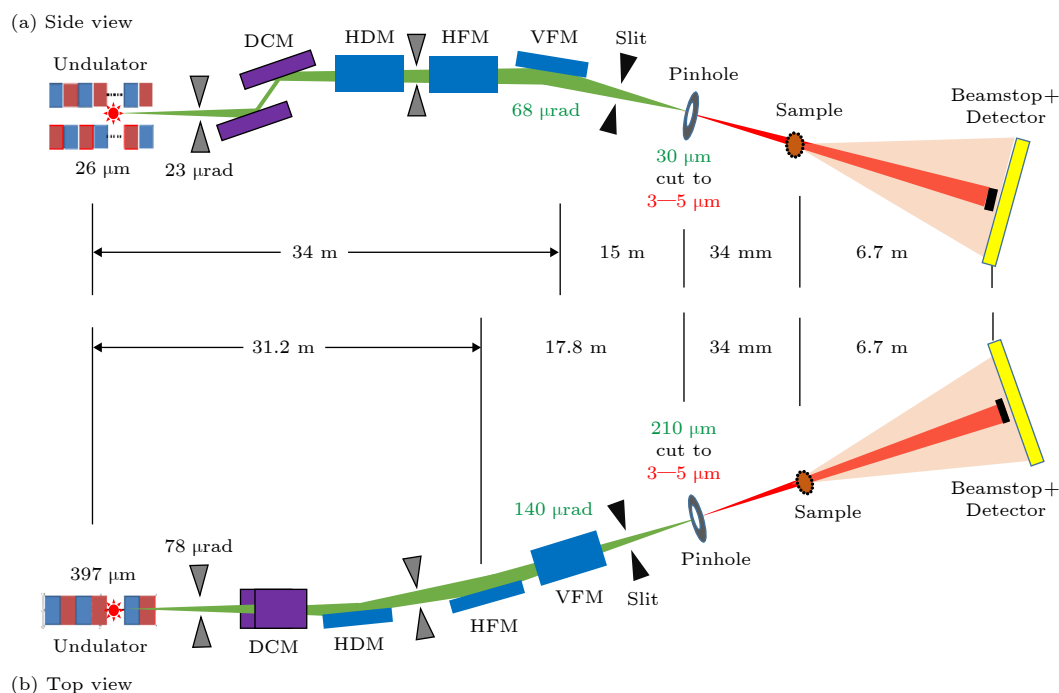


图 2 相干衍射实验模式@BL19U2 光束线站布局图 (a) 侧视图, 垂直方向; (b) 上视图, 水平方向

Fig. 2. Beamline layout of the coherent scattering experimental modes on BL19U2: (a) Side view, vertical direction; (b) top view, horizontal direction.

冷却 Si (111) 双晶单色器 (double crystal monochromator, DCM@23.6 m) 后, 获得了能量分辨率为 2.2×10^{-4} 的单色光, 能量范围为 7—15 keV; 水平偏转镜 (horizontal deflection mirror, HDM @28.5 m) 提供 6.4 mrad 的光束水平偏转角, 为 Canted 线站 (BL19 U1 和 BL19U2) 争取更大的物理空间; 水平聚焦镜 (horizontal focusing mirror, HFM@31.2 m) 和垂直聚焦镜 (vertical focusing mirror, VFM@34 m) 分别将 X 射线聚焦到探测器表面上, 以获取最高的小角散射 Q 分辨率 ($Q = 2\pi/\lambda \cdot \sin(2\theta)$, 其中 2θ 为散射角, λ 为 X 射线波长); 一组白光狭缝和四组单色光狭缝用于限制光束及降低刀口散射和光路杂散; 2—7 m 长的真空管道小角散射相机系统用于降低空气散射背景。

若要在 BL19U2 实现相干衍射成像实验模式, 必须保证在不影响常规生物小角散射实验用户的前提下进行, 因此需要对现有的束线光路进行有限的针对性调整和优化。常规相干衍射成像实验光路需要提供相干光和足够的过采样比^[6-8], 因此, 基于 BL19U2 现有光路布局, 参考国际类似相干衍射成像实验的光路设计^[29], 通过降低 HFM 和 VFM 压弯半径, 将聚焦镜的像点从 56 m 探测器面处提前至 49 m 处 (图 2)。根据文献^[30] 计算和测量了

能量为 12 keV 时, 光束聚焦状态下, 距离光源点 49 m 处的水平和垂直方向相干长度为 $3.44 \mu\text{m} \times 4.76 \mu\text{m}$ 。此处相干衍射成像光路设计如图 2 所示, 使用聚焦镜下游的狭缝限制水平和垂直方向上的光束发散度, 并采用直径 3—5 μm 的 pinhole 取出接近全相干的光束, 样品紧贴 pinhole 放置; 样品到探测器距离为 6.7 m, 采用真空管道降低空气吸收和杂散, 管道前使用 Capton 膜封窗。为便于理解, 简化后的实验装置示意图如图 3(a) 所示, X 射线经过 pinhole 入射到实验样品上, 样品在垂直光路的 x, y 方向进行扫描, 透射的 X 射线经过一定距离的自由传播, 最终由探测器接收每一步扫描点的衍射图样。图 3(b) 为实验棚屋内现场设备的照片。实验中使用的探测器为日本滨松公司的 Flash4.0 (像素大小 6.5 μm , 像素数 2048 \times 2048, 动态范围 16 bit), pinhole 尺寸为 4 μm 时的过采样比为 25 @13.5 keV, 经过估算样品处物空间理论分辨率为 49 nm。探测器前使用直径 200—1000 μm 的圆珠作为 beamstop 挡住直通光束, 防止过曝导致的探测器损伤, 并提高散射图像信噪比。样品台采用六轴电动滑台设计, 可满足 CT 实验需求, 支持常规 CDI 和扫描 CDI 两种实验模式。为提高实验精度, 样品台采用德国普爱公司的纳米位移平台, 重复定

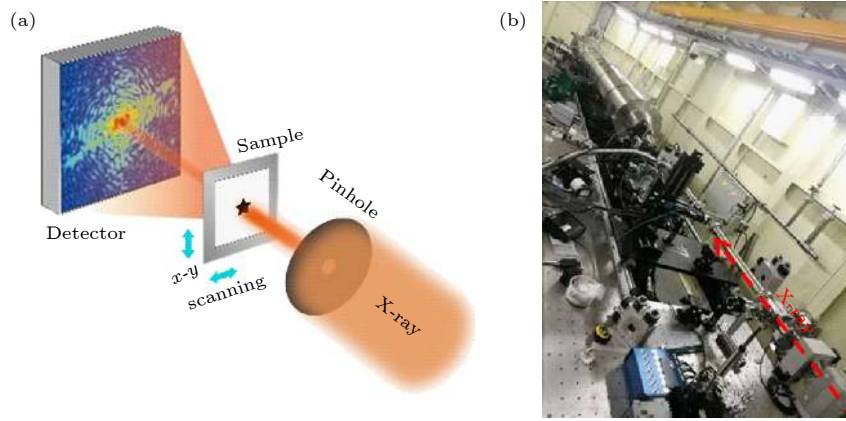


图 3 (a) 实验装置示意图; (b) 现场照片

Fig. 3. (a) Schematic diagram of experimental equipment; (b) on-site picture.

位精度为 50 nm; 扫描电动滑台与探测器之间为硬件触发模式, 支持飞扫 (fly scan) 数据采集模式 [31].

3 实验结果与讨论

基于 BL19U2 光束线站的硬 X 射线相干衍射成像平台使用小孔 (pinhole) 为实验提供了微米尺寸的相干入射光束, 其针孔衍射图如图 4 所示, 可以看出衍射环分布具有良好的对比度, 证明了入射

光束拥有很好的相干性.

3.1 空间相干性测量

实验中针孔位于样品前 34 mm, 用于获取入射到样品上的相干光束. 通过调整上游 KB 镜的压弯半径, 将光束聚焦平面即束腰调节到针孔平面, 为针孔提供准平面波入射. 根据衍射强度分布拟合出针孔尺寸为水平方向 (3.35 ± 0.01) μm 和垂直方向 (2.87 ± 0.01) μm . 根据部分相干光理论, 在

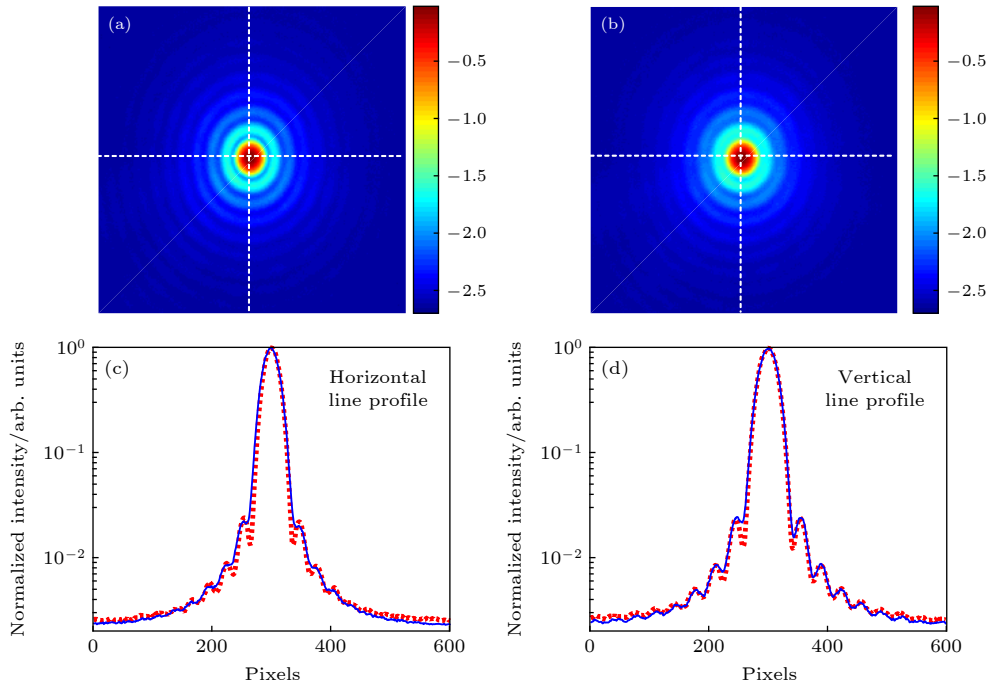


图 4 (a), (b) 不同入射光束相干度下的针孔衍射图样; (c) 水平和 (d) 垂直方向上的衍射强度分布 (图 (a), (b) 中白色虚线位置); 强度分布均为对数显示

Fig. 4. (a), (b) Measured diffraction patterns of pinhole with incident beam of reduced coherence; diffracted intensity distribution in the horizontal (c) and vertical (d) direction along the dotted line profile in panel (a) and (b), and the intensity distribution are shown in log scale.

小孔尺寸一定的情况下, 调节入射光束发散度可以改变小孔处的空间相干长度; 由范西特-泽尼克定理^[24]和卷积定理^[30]可知,

$$I_{\text{measured}} = I_{\text{coherent}} \otimes G,$$

$$G(\mathbf{r}) = \exp\left(-\frac{\mathbf{r}^2}{2\sigma_{F\mu}^2}\right), \quad \sigma_{F\mu} = \frac{\lambda \cdot z}{2\pi \cdot cl}, \quad (1)$$

(1) 式中 I_{measured} 为探测得到的衍射强度分布, I_{coherent} 为全相干入射光束所产生的衍射强度分布, G 为入射光复相干度的傅里叶变换, \otimes 表示卷积, \mathbf{r} 为探测平面的位置矢量, $\sigma_{F\mu}$ 为复相干函数傅里叶变换的均方根值, λ 为波长, z 为小孔到探测器的距离, cl 为横向相干长度.

椭圆小孔衍射的曲线方程为一阶贝塞尔函数, 根据 (1) 式, 通过分别在水平和垂直方向进行拟合得到图 4(a) 和图 4(b) 对应到小孔处的相干长度: 水平方向分别为 $(3.16 \pm 0.01) \mu\text{m}$ 和 $(2.10 \pm 0.01) \mu\text{m}$, 垂直方向分别为 $(3.01 \pm 0.01) \mu\text{m}$ 和 $(2.22 \pm 0.01) \mu\text{m}$.

3.2 针孔衍射

在没有样品的情况下, 获取了小孔的衍射图

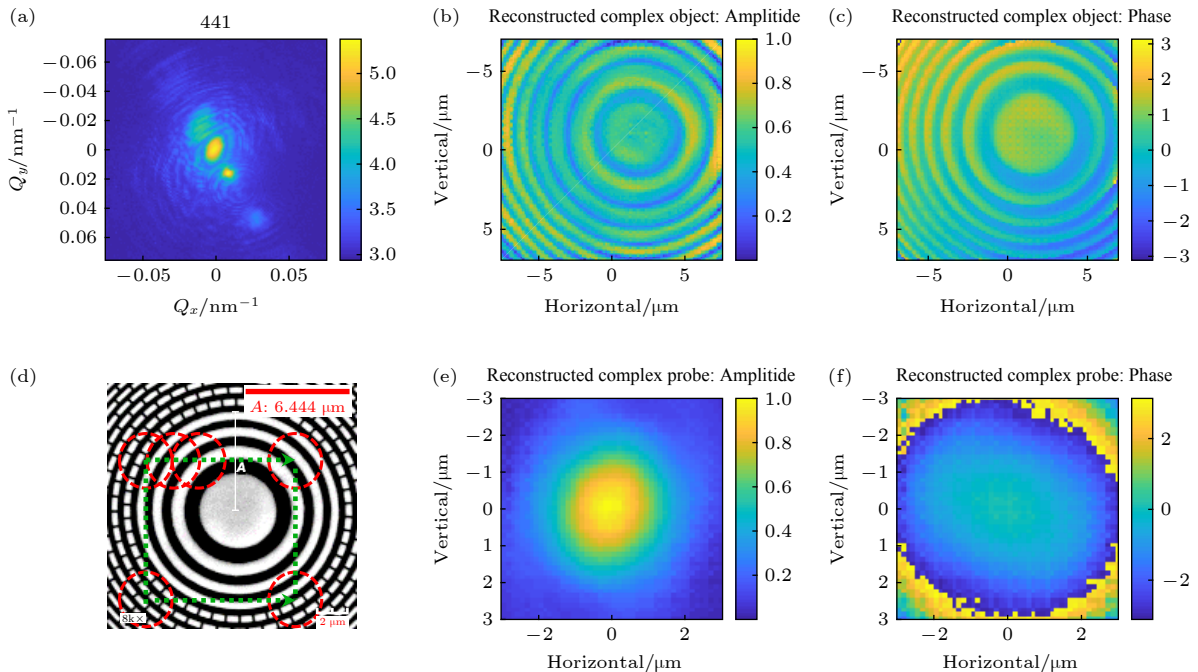


图 6 (a) 探测器采集到的第 441 张衍射图; 根据衍射图重建波带片样品结构的 (b) 振幅和 (c) 相位信息; (d) 波带片样品相应结构的电子显微镜图片; 根据衍射图重建的入射光束的 (e) 振幅和 (f) 相位信息

Fig. 6. (a) The 441st diffraction pattern collected by the detector; recovered (b) amplitude and (c) phase information of the sample structure of the Fresnel zone plate according to the diffraction patterns; (d) electron microscope image of the corresponding structures of the wave band specimens; reconstructed (e) amplitude and (f) phase information of the incident beam simultaneously according to the diffraction pattern.

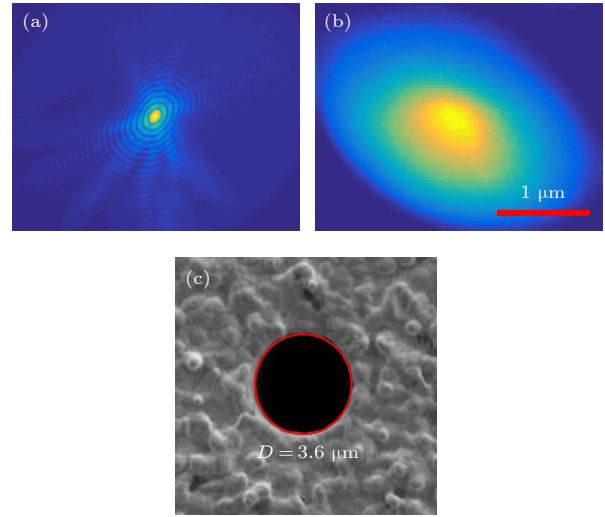


图 5 针孔样品的 (a) 相干衍射图, (b) 结构重建图, (c) 扫描电镜图

Fig. 5. Coherent diffraction pattern (a), reconstruction (b) and SEM image (c) of pinhole.

样 (图 5(a)), 采用 HIO 和 ER 算法^[7]重建出的针孔结构如图 5(b) 所示. 与扫描电子显微镜图 5(c) 相比, 针孔尺寸基本一致, 其椭圆偏差可能源于: 具有较大的深宽比 (厚度 $75 \mu\text{m}$) 的 pinhole 在安装后孔径方向与光路方向存在偏差.

3.3 波带片扫描相干衍射

进一步地,以波带片作为样品,开展了扫描相干衍射 (ptychography) 实验研究,波带片置于针孔后 34 mm 处. 实验中扫描步长为 500 nm, 步数为 21×21 , 单幅图曝光时间 0.5 s, 采集到的第 441 张相干衍射图如图 6(a) 所示,具有良好的条纹对比度. 基于 ePIE 算法^[32]对波带片的衍射图进行了相位重建,如图 6(b) 和图 6(c) 所示,相位重建收敛良好,结构清晰. 波带片材料为金质,厚度约为 300 nm, 参照波带片样品相应位置的电子显微镜图如图 6(d) 所示,红色尺度条为 6.444 μm . 可知,样品重建的结构匹配良好,证明了该重建结果的正确性. 经过估算,波带片重建图像的分辨率约为 90 nm/pixel,波带片从中心向外前 3 个环为实线环,第 4 个环开始为虚线环,由于虚线点与点之间的距离约为 128 nm,达到了该扫描相干衍射成像系统的分辨率极限,同时波带片也具有一定的深宽比,实验中安装好以后,波带片平面的垂直轴与 X 光的光轴有一定角度,故虚线环中的纳米点在重建图像中无法分辨出来. 基于 ePIE 算法同时重建的入射光束的振幅和相位重建如图 6(e) 和图 6(f) 所示,振幅分布接近高斯分布,并非边界清晰的圆孔,这是因为 pinhole 与样品平面之间还有 34 mm 的光束传播距离所致.

4 结 论

针对目前国内没有硬 X 射线相干衍射成像实验平台的问题,基于现有的上海光源 BL19U2 生物小角散射线站搭建了相干衍射成像实验平台. 基于 pinhole 获取了微米级尺寸的硬 X 射线相干光束,分析并计算了光束的相干特性;进一步进行了 pinhole 常规相干衍射和波带片样品的扫描相干衍射 (ptychography) 成像实验,并对实验采集到的相干衍射图样完成了正确的相位重建,证明了该平台已经初步具备硬 X 射线相干衍射成像的实验能力,目前二维 ptychography 成像分辨率约为 90 nm/pixel. 下一步工作将结合计算机断层 (CT) 技术,开展三维扫描相干衍射成像实验,获得样品内部的三维结构信息,使该方法完全实用化,充分体现硬 X 射线相干衍射成像的优势,将来可为国

内硬 X 射线相干衍射成像实验方法的发展及应用研究提供有力支持.

感谢上海光源 BL19U2 生物小角散射光束线站和 BL08U2 软 X 射线干涉光刻线站的机时支持;感谢美国 Argonne National Laboratory 的 Deng Jun-Jing 博士和 Jiang Zhang 博士的有益探讨.

参考文献

- [1] Xu H J, Zhao Z T 2008 *Nucl. Sci. Tech.* **19** 1
- [2] Jiao Y, Xu G, Cui X H, Duan Z, Guo Y Y, He P, Ji D H, Li J Y, Li X Y, Meng C, Peng Y M, Tian S K, Wang J Q, Wang N, Wei Y Y, Xu H S, Yan F, Yu C H, Zhao Y L, Qin Q 2018 *J. Synchrotron Radiat.* **25** 1611
- [3] Hua W Q, Zhou G Z, Hu Z, Yang S M, Liao K L, Zhou P, Dong X H, Wang Y Z, Bian F G, Wang J 2019 *J. Synchrotron Radiat.* **26** 619
- [4] Meneil B W J, Thompson N R 2010 *Nat. Photon.* **4** 814
- [5] Nugent K A 2010 *Adv. Phys.* **59** 1
- [6] Fan J D, Jiang H D 2012 *Acta Phys. Sin.* **61** 218702 (in Chinese) [范家东, 江怀东 2012 物理学报 **61** 218702]
- [7] Zhou G Z, Tong Y J, Chen C, Ren Y Q, Wang Y D, Xiao T Q 2011 *Acta Phys. Sin.* **60** 028701 (in Chinese) [周光照, 佟亚军, 陈灿, 任玉琦, 王玉丹, 肖体乔 2011 物理学报 **60** 028701]
- [8] Zhou G Z, Wang Y D, Ren Y Q, Chen C, Ye L L, Xiao T Q 2012 *Acta Phys. Sin.* **61** 018701 (in Chinese) [周光照, 王玉丹, 任玉琦, 陈灿, 叶琳琳, 肖体乔 2012 物理学报 **61** 018701]
- [9] Miao J W, Charalambous P, Kirz J, Sayre D 1999 *Nature* **400** 342
- [10] Shi X W, Burdet N, Chen B, Xiong G, Streubel R, Harder R, Robinson I K 2019 *Appl. Phys. Res.* **6** 011306
- [11] Jiang H D, Song C Y, Chen C C, Xu R, Raines K S, Fahimian B P, Lu C H, Lee T K, Nakashima A, Urano J, Ishikawa T, Tamano F, Miao J W 2010 *Proc. Natl. Acad. Sci. USA* **107** 11234
- [12] Rodriguez J A, Xu R, Chen C C, Huang Z F, Jiang H D, Chen A L, Raines K S, Jr A P, Nam D, Wiegart L, Song C Y, Madsen A, Chushkin Y, Zontone F, Bradley P J, Miao J W 2015 *IUCr-J* **2** 575
- [13] Yang W G, Huang X J, Harder R, Clark J N, Robinson I K, Mao H K 2013 *Nat. Commun.* **4** 1680
- [14] Holler M, Sicairos M G, Tsai E H R, Dinapoli R, M, Müller E, Bunk O, Raabe J, Aeppli G 2017 *Nature* **543** 402
- [15] Miao J W, Ishikawa T, Robinson I K, Murnane M M 2015 *Science* **348** 530
- [16] Zhang X Y 2018 *Synchrotron Radiation Applications* (Singapore: World Scientific Hackensack) pp343–388
- [17] Grübel G, Madsen A, Robert A (Borsali R, Pecora R eds) 2008 *Soft Matter Characterization* (Heidelberg: Springer Netherlands) pp953–995
- [18] Sinha S K, Jiang Z, Lurio L B 2014 *Adv. Mater.* **26** 7764
- [19] Zhang M J, Guo Z, Tai R Z, Zhang X Z, Luo H S 2015 *Acta Phys. Sin.* **64** 147801 (in Chinese) [张明俊, 郭智, 邵仁忠, 张祥志, 罗豪甦 2015 物理学报 **64** 147801]
- [20] Xu R, Salha S, Raines K S, Jiang H D, Chen C C, Takahashi Y, Kohmura Y, Nishino Y, Song C Y, Ishikawa T, Miao J W 2011 *J. Synchrotron Radiat.* **18** 293
- [21] Rau C, Wagner U, Pestic Z, Fanis A D 2011 *Phys. Status*

- Solids A* **208** 2522
- [22] Xu Z J, Wang C P, Liu H G, Tao X L, Tai R Z **2017** *J. Phy. Conf. Ser.* **849** 012033
- [23] Li N, Li X, Wang Y, Liu G, Zhou P, Wu H, Hong C, Bian F, Zhang R **2016** *J. Appl. Crystallogr.* **49** 1428
- [24] Born M, Wolf E (translated by Yang J S) 2009 *Principles of Optics: Electromagnetic Theory of Propagation, Interference and Diffraction of Light* (7th Ed.) (Beijing: Publishing House of Electronics Industry) pp459–525 (in Chinese) [玻恩M, 沃耳夫E 著 (杨葭荪 译) 2009 光学原理: 光的传播、干涉和衍射的电磁理论 (第7版) (北京: 电子工业出版社) 第459—525页]
- [25] Xu C Y **2013** *Synchrotron Radiation Optics and Engineering* (Hefei: Press of University of Science and Technology of China) pp24–37 (in Chinese) [徐朝银 著 2013 同步辐射光学与工程 (合肥: 中国科学技术大学出版社) 第24—37页]
- [26] Wang H, Yan S, Yan F, Jiang S, Mao C W, Liang D X, Yang K, Li A G, Yu X H **2012** *Acta Phys. Sin.* **61** 144102 (in Chinese) [王华, 闫帅, 闫芬, 蒋升, 毛成文, 梁东旭, 杨科, 李爱国, 余笑寒 **2012** 物理学报 **61** 144102]
- [27] Tanaka T, Kitamura H **2001** *J. Synchrotron Radiat.* **8** 1221
- [28] Hua W Q, Bian F G, Song L, Li X H, Wang J **2013** *Chin. Phys. C* **37** 068001
- [29] Yu C J, Lee H C, Chan K, Cha W, Carnis J, Kim Y, Noh D Y, Kim H **2014** *J. Synchrotron Radiat.* **21** 264
- [30] Hua W Q, Zhou G Z, Wang Y Z, Zhou P, Yang S M, Peng C Q, Bian F G, Li X H, Wang J **2017** *Chin. Opt. Lett.* **15** 033401
- [31] Deng J J, Vine D J, Chen S, Jin Q L, Nashed Y S G, Peterka T, Vogt S, Jacobsen C **2017** *Sci. Rep.* **7** 445
- [32] Maiden A M, Rodenburg J M **2009** *Ultramicroscopy* **109** 1256

Preliminary exploration of hard X-ray coherent diffraction imaging method at SSRF*

Zhou Guang-Zhao¹⁾ Hu Zhe¹⁾²⁾³⁾ Yang Shu-Min¹⁾ Liao Ke-Liang⁴⁾
 Zhou Ping¹⁾ Liu Ke¹⁾ Hua Wen-Qiang^{1)†} Wang Yu-Zhu^{1)‡}
 Bian Feng-Gang¹⁾ Wang Jie¹⁾

1) (*Shanghai Synchrotron Radiation Facility, Zhangjiang Laboratory, Shanghai Advanced Research Institute, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201204, China*)

2) (*Shanghai Institute of Applied Physics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China*)

3) (*University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China*)

4) (*Beijing Synchrotron Radiation Facility, Institute of High Energy Physics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China*)

(Received 17 October 2019; revised manuscript received 19 November 2019)

Abstract

Coherent X-ray diffraction imaging (CDI) method is a powerful X-ray imaging technique with high resolution up to nanometer scale. Most of the synchrotron radiation facilities and free electron laser facilities are equipped with this state-of-the-art imaging technique and have made many outstanding achievements in multiple scientific areas. Up to now, although scanning CDI (ptychography) method based on a soft X-ray source has been opened to users, the hard X-ray CDI experimental platform has not been built at Shanghai Synchrotron Radiation Facility (SSRF) which can research some relatively thick specimens and easily extend to three-dimensional imaging. As some new beamlines with undulator source were put into operation recently, it is possible and feasible to build up the CDI experimental platform with hard X-ray. In this article, we report the hard X-ray CDI experimental platform development process and preliminary experimental results of coherent diffraction pattern and image reconstruction at SSRF. Based on the operating BL19U2 biological small-angle X-ray scattering (SAXS) beamline at SSRF, the hard X-ray coherent beam is obtained through effective optical path designation at 12 keV and 13.5 keV. The hard X-ray optimization includes tuning several slits, double crystal monochromator (DCM), horizontal deflection mirror, focusing mirror system and pinhole, etc.

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 11675253, 81571729, 11505278, 21727817) and the National Key R&D Program of China (Grant No. 2016YFA0401303).

† Corresponding author. E-mail: huawenqiang@zjlab.org.cn

‡ Corresponding author. E-mail: wangyuzhu@zjlab.org.cn

Furthermore, hard X-ray CDI experiments are conducted. The spatial coherent length of the incident beam is also measured from the pinhole diffraction pattern. This platform can provide both conventional mode and scanning mode (ptychography) for the coherent diffraction imaging method, and the correct image reconstruction from the experimental diffraction patterns proves that the platform has the experimental capability for hard X-ray CDI. In the conventional forward scattering CDI mode, coherent diffraction patterns of pinhole are collected and used to analyse the coherence property of the optimized X-ray beam. The structure of pinhole is also reconstructed from the diffraction pattern. In the scanning CDI mode, a zone plate is used as a sample. The central area of zone plate is reconstructed correctly. About 90 nm/pixel resolution of reconstruction is achieved which is extremely dependent on the X-ray flux density from the undulator source emission. Hard X-ray CDI experimental platform based on the synchrotron radiation facility is first built in China. It will provide effective software and hardware supporting for the development and application of hard X-ray CDI experiments in China in the future.

Keywords: synchrotron radiation, coherent diffraction imaging, coherence, phase retrieval

PACS: 41.60.Ap, 87.59.-e, 42.25.-p, 87.59.bf

DOI: [10.7498/aps.69.20191586](https://doi.org/10.7498/aps.69.20191586)