

仪器与测量

基于实验室光源的透射 X 射线纳米分辨显微镜研制*

廖可梁^{1)†} 何其利^{2)‡} 宋杨¹⁾ 李荣刚¹⁾ 宋茂华¹⁾李盼云¹⁾ 赵海峰²⁾ 刘鹏²⁾ 朱佩平^{1)2)‡}

1) (济南汉江光电科技有限公司, 济南市 X 射线光学重点实验室, 济南 250000)

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

(2024 年 5 月 24 日收到; 2024 年 7 月 8 日收到修改稿)

透射 X 射线显微镜 (transmission X-ray microscope, TXM) 是高精密度的尖端 X 射线成像设备, 是现代科学技术的结晶, 可以在纳米尺度上进行无损成像, 为物理学、生命科学、材料学和化学等领域的众多科学问题提供了有力的研究工具. 虽然国内外很多同步辐射装置都建立了以 TXM 为核心的纳米 CT 实验站, 但是目前国际上只有个别企业能提供商业化的实验室 TXM. 究其原因, 主要是该仪器涉及众多高难度的工程技术问题, 诸如: 高亮度实验室 X 射线源、高分辨率 X 射线光学元器件、高精度样品台、高灵敏度探测器、仪器对温度和振动等环境因素的超高要求等. 为了提高研发高端 X 射线成像仪器的水平, 需要逐个突破在研发 X 射线纳米 CT 过程中遇到的技术瓶颈. 本文主要讨论了工作能量为 5.4 keV 的实验室 TXM 的仪器设计, 以及全场成像实验结果. 该仪器工作在吸收衬度模式下, 成像视野达到了 26 μm , 可以对 30 nm 线宽的特征结构实现清晰的成像, 西门子星测试卡的功率谱曲线表明该仪器具有分辨半周期为 28.6 nm 线对结构的潜力.

关键词: X 射线成像, X 射线显微镜, 科学仪器**PACS:** 87.59.-e, 87.57.Q-, 07.10.-h, 87.57.cf**DOI:** 10.7498/aps.73.20240727

1 引言

显微镜是人类观察微观世界的眼睛, 从可见光显微镜到电子显微镜漫长的发展过程中, 显微镜的每一项重大发明, 都对科学的发展产生了强大的推动力. X 射线显微镜是人类科学技术发展的又一结晶, 正在为人们打开一扇新的观察微观世界的窗户, 成为人类科学发展新的生长点. 与可见光相比, X 射线的波长减小 3 个数量级, 因而衍射受限的分辨率可以提高 3 个数量级; 与电子束相比, X 射线具有强大的穿透力, 无需破坏样品, 就能获取样品

内部具有纳米空间分辨率的密度分布信息^[1,2]. X 射线纳米分辨显微镜主要有两种类型: 1) 基于 X 射线微纳探针^[3-5]、工作在全场成像模式的 X 射线纳米分辨显微镜; 2) 工作在全场成像模式的透射 X 射线显微镜 (transmission X-ray microscope, TXM)^[6]. 结合 CT 成像算法, 二者均具备在纳米尺度上观察样品内部三维结构的能力. 然而, 基于 X 射线微纳探针的成像方法通常需要一定的相干光照明, 多建设于同步辐射等大科学装置上. 相比之下, TXM 不仅可以工作在全场成像模式下, 而且一次曝光就能实现全场成像, 成像效率高, 若配备高亮度实验室 X 射线源, 并将其开发成

* 山东省科技型中小企业创新能力提升工程 (批准号: 2023TSGC0093)、山东省企业技术创新项目 (批准号: 202350100372) 和济南市海右人才工程 (2022 年度) 资助的课题.

同等贡献作者.

† 通信作者. E-mail: hjoptech@163.com

‡ 通信作者. E-mail: zhupp@ihep.ac.cn

一个桌面系统,既能摆脱对大科学装置的依赖,又能提供接近同步辐射 TXM 分辨率水平的成像功能.由此可见,实验室 TXM 有望像光学显微镜和电子显微镜一样普及,走进科学家和工程师的实验室,成为生命科学、材料科学、能源科学、信息科学、环境科学等领域不可或缺的研究工具.

由于 TXM 在科学发展中的重要性和巨大应用前景,近几十年来世界上各发达国家纷纷在大型同步辐射装置建立了以 TXM 为核心的纳米 CT 实验站^[7,8].目前在硬 X 射线波段,美国 APS (Advanced Photon Source) 光源的 32-ID 线站最高可实现优于 10 nm 的成像分辨率^[9].我国大陆和台湾地区的同步辐射装置上也先后建立了 X 射线纳米 CT 实验站^[10-12],例如上海光源实现了优于 20 nm 的成像分辨率,北京同步辐射装置实现了优于 30 nm 的成像分辨率.与此同时,基于实验室 X 射线源的 X 射线纳米 CT 也取得一定的进步,例如德国蔡司公司实现了 50 nm 的成像分辨率^[13],美国 Sigray 公司实现了 35 nm 的空间分辨率^[14].X 射线纳米 CT 作为目前世界上最前沿的科学仪器之一,涉及多项尖端技术,包括高亮度实验室 X 射线源、高分辨率 X 射线光学元件、高精度 CT 样品台、高灵敏度探测器、高精度环境控制系统等.本文介绍了基于实验室 X 射线源 TXM 的纳米 CT 仪器的设计,包括光路布局,核心光学元件的参数、仪器的系统设计等.在此基础上进一步介绍了 TXM 仪器的主要成像性能指标.

2 基于实验室 X 射线源 TXM 的纳米 CT 仪器介绍

2.1 仪器设计

TXM 仪器的基本原理是基于 X 射线波带片 (zone plate, ZP) 放大成像的透射 X 射线显微镜.

如图 1 所示, TXM 配有 X 射线源、聚光镜、样品台、波带片和探测器等关键部件.利用波带片的放大作用,在像平面上获得样品的放大投影像.这种方法可以在单次曝光中,将样品的整幅图像摄入探测器,各点成像同时进行,具有图像采集速度快的特点.利用最外环宽度不同的波带片,可实现对 5—100 μm 直径的样品,进行 20—150 nm 分辨率的成像.当把 TXM 放大投影成像和 CT 技术相结合时,就能实现纳米分辨无损三维结构成像.

TXM 仪器的整机如图 2(a) 所示,仪器整机尺寸为 2225 mm \times 1390 mm \times 2290 mm(长 \times 宽 \times 高),总体重量约 4.5 t.仪器底部为方钢焊接而成的框架底座,其上安装了用于辐射屏蔽的箱体.箱体共有 5 个侧面,其中前侧面为双开门结构.所有侧面均采用三明治结构,中心层为隔温棉夹层.仪器内部的主体结构如图 2(b) 所示,采用了模块化的隔振设计思路.主体结构底部为一套重量接近 1 t 的大理石,主要为上方的各种 X 射线光学元件提供隔振.主体结构从左往右依次为 X 射线源模块、聚光镜模块、样品模块、光学腔模块、探测器模块.其中样品模块包括位于底部的气浮转台、安装在转台上的 XYZ 三自由度样品台、样品架.气浮转台的轴向跳动和径向跳动优于 100 nm; XYZ 三自由度样品台在 3 个方向的行程均为 10 mm,分辨率均优于 0.1 μm ,重复定位精度优于 $\pm 0.5 \mu\text{m}$.X 射线源和探测器模块分别设计了隔振底座,且这两套隔振底座均安装在大理石台面上.样品模块和光学腔模块则安装在定制的光学平台上,该光学平台通过柔性连接的方式安放在大理石台面上.光学腔内部为 TXM 仪器的核心 X 射线光学元件,包括波带片、相衬成像模式下所需的空滤滤波器、波特兰透镜等元件.图 2(b) 所示的光学台面的右侧还有一块用于支撑真空管道的平板底座,该平板底座并不是直接安装在光学平台上,而是通过支撑柱直接固定在

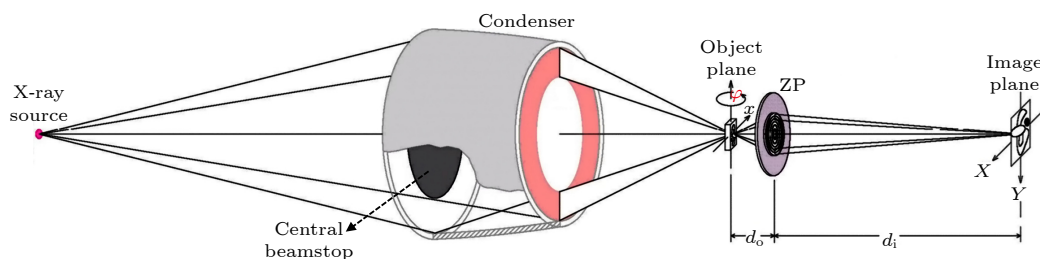


图 1 基于实验室 X 射线源的 TXM 仪器光路布局图

Fig. 1. Optical layout of TXM based on laboratory X-ray source.

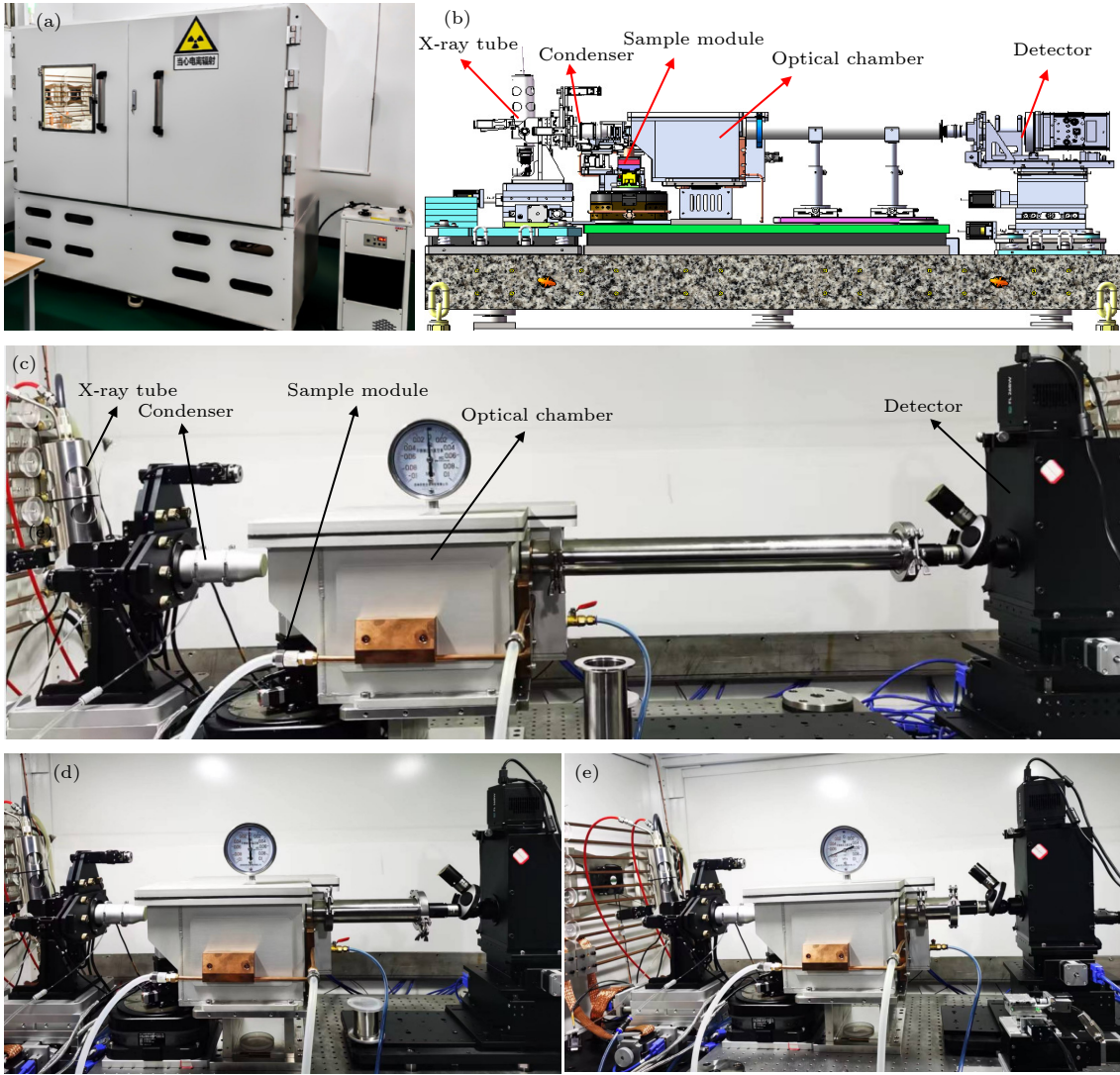


图2 基于TXM的纳米CT仪器设计与仪器实物图 (a) TXM仪器实物图; (b) TXM仪器的主体结构设计图; (c) 100×放大倍率; (d) 75×放大倍率; (e) 50×放大倍率

Fig. 2. Schematic and photograph of the TXM instrument: (a) Photograph of the TXM instrument; (b) schematic of the main structure of the TXM; photograph of the main structure of the TXM under (c) 100×, (d) 75×, (e) 50× magnification ratio.

大理石台面上. 光学平台为此专门设计了多个通孔, 以及用于柔性支撑的转接结构. 上述模块化的隔振设计思路保证了X射线源和探测器模块的振动不会直接传递到样品和光学腔, 确保了样品与波带片之间的相对振动不受其他模块的影响. 同时, 光学腔采用了全铝合金焊接技术, 虽然极限真空度不如不锈钢腔体, 但是其散热优势明显. 光学腔外侧安装了多套散热铜组件, 用于将腔体内部电机产生的热量通过冷却水循环系统导出到腔体外侧, 以降低温度漂移导致的波带片和样品之间的相对位移.

此外, 还可以手动调整TXM的放大倍率. 几个比较典型的放大倍率为50×, 75×, 100×, 上述

3种倍率模式对应的仪器实物如图2(c)–(e)所示. 在低放大倍率条件下, 需要将探测器从下游移动到原先用于支撑真空管道的平板底座上. 本文讨论的TXM仪器, X射线源距离样品的距离为300 mm, 波带片的焦距 $f = 8.7$ mm. 如图1所示, 当波带片物镜的放大倍率为 M 时, 根据几何光学的成像公式可以得到物距为

$$d_o = \frac{M+1}{M} f. \quad (1)$$

像距为

$$d_i = (M+1) f. \quad (2)$$

在上述3个放大倍率下, 物、像距以及光路总长的具体参数值如表1所示.

表 1 不同放大倍率 M 下的光路参数

 Table 1. Optical parameters under different magnification M .

放大倍率 M	物距 d_0/mm	像距 d_i/mm	光路总长/ mm
50	8.874	443.7	752.574
75	8.816	661.2	970.016
100	8.787	878.7	1187.487

2.2 照明光束

TXM 仪器采用环形空心光锥照明模式. 其优势主要有两方面: 第一, 在像面上形成不受照明光干扰的成像区域; 第二, 与平行束照明相比, 空心光锥的倾斜照明可以获得更高的成像分辨率. 选用 Sigray 公司的点状阳极靶射线源, 该源工作在铬靶模式下, 其 $K\alpha$ 特征峰能量为 5.4 keV. 射线源的焦点大小约为 $20\ \mu\text{m}$, 特征谱亮度为 $5 \times 10^9\ \text{photons}/(\text{mm}^2 \cdot \text{mrad}^2 \cdot \text{s})$. 射线源发出的光经过聚光镜聚焦后为样品提供照明. 毛细管椭球聚光镜具有传输效率高、像差小等特点 [15]. 同时, 由于聚光镜前安装了中心光子阻挡器, 因此经过聚光镜汇聚后的环形空心照明光锥避免了直通光的干扰, 如图 3 所示. 聚光镜的面形为椭球的一部分, X 射线源位于椭球的一个焦点 F 处, 样品位于另一个焦点 F' 处. 椭球聚光镜的长轴 $a = 150\ \text{mm}$, 短轴 $b = 0.339\ \text{mm}$, 聚光镜的长度 $L = 75\ \text{mm}$, 光源到聚光镜入口的长度 $d_1 = 125\ \text{mm}$, 聚光镜出口到聚光镜焦点的距离为 $d_2 = 100\ \text{mm}$. 聚光镜的出射光束为环形锥束, 该环形光束的外环对应的孔径角为 $NA_2 = 3.196\ \text{mrad}$, 内环对应的孔径角为 $NA_1 = 1.909\ \text{mrad}$.

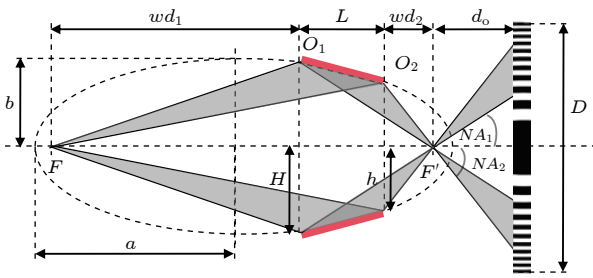


图 3 TXM 仪器的照明光束原理图

Fig. 3. Schematic of the illumination beam for the TXM instrument.

2.3 波带片物镜

波带片是一种 X 射线衍射光学元件, 具有聚焦和放大成像功能 [16,17]. 本文采用材质为金 (Au) 的波带片, 最外环宽度 $\Delta r = 28.5\ \text{nm}$. TXM 仪

器的环形空心照明光锥的外环孔径角约为 $3.196\ \text{mrad}$, 波带片被照明的最外环宽度约为 $\Delta r' = 36\ \text{nm}$. 因此, 本文设计的 TXM 仪器的成像空间分辨率极限为

$$\delta = 0.61\Delta r' = 22\ \text{nm}. \quad (3)$$

波带片的扫描电子显微镜 (scanning electron microscope, SEM) 图像如图 4 所示. 其中图 4(a) 为波带片的全局 SEM 图像, 图 4(b), (c) 为波带片的两个局部区域的 SEM 图像, 图 4(d) 为波带片最外环的局部 SEM 图像. 从图 4(d) 的标记处可以观察到波带片结构最外环边缘处有一个小缺陷, 这也是该波带片结构上唯一的较为明显的缺陷.

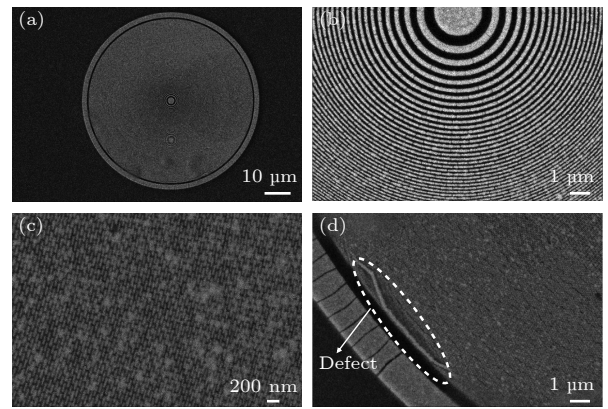


图 4 波带片的 SEM 图像 (a) 波带片整体结构的 SEM 图像; (b), (c) 波带片中心两处局部区域 SEM 图像; (d) 波带片最外环结构的 SEM 图像

Fig. 4. SEM graphs of the zone plate: (a) The global SEM graph of the ZP; (b), (c) SEM graphs of two local regions of the ZP; (d) SEM graph of the outmost region of the ZP.

铬靶 X 射线特征峰能量为 5.41 keV, 其中 $K\alpha_1$ 特征峰能量为 5.414 keV, $K\alpha_2$ 特征峰能量为 5.405 keV. 为了避免上述相邻特征峰之间色差的影响, 波带片的波带数 N 应该满足下述关系式:

$$N = \frac{E}{\Delta E} = 601. \quad (4)$$

根据色差限制的波带数, 本文采用焦距 $f = 8.7\ \text{mm}$ 的波带片, 波带片参数如表 2 所示.

表 2 波带片参数

Table 2. Parameter of zone plate.

能量 E/keV	材 料	直径 $D/\mu\text{m}$	最外环宽度 $\Delta r/\text{nm}$	波带数 N	高度/ mm	焦距 f/mm
5.41	Au	70	28.5	616	≥ 800	8.7

2.4 光耦合 X 射线探测器

样品的纳米尺度结构信息经过波带片物镜放大到微米量级后, 还需要由具有微米分辨率的 X 射线探测器进行探测采集. 本文选用光耦合 X 射线探测器, 它是一种典型的间接成像探测器. X 射线照射在闪烁屏上并激发出可见光^[18], 进而由光学成像系统探测, 其光路原理如图 5 所示. 掺 Ti 的 CsI 闪烁片被 X 射线照射后发出中心波长为 550 nm 的可见光. 闪烁片发出的可见光被下游的光学系统成像到 CCD 或 CMOS 相机上. 本文的探测器共安装了 2 个物镜, 放大倍率分别为 2× 和 10×. 其中 2× 镜头主要用于光路调试, 10× 镜头主要用于成像. 对应的闪烁片的厚度分别为 1 mm 和 0.1 mm. 采用科学级 CMOS 相机, 其像素尺寸为 3.76 μm , 实际使用时采用了 CMOS 传感器的像素绑定功能 (2×2), 实际的像素尺寸为 7.52 μm . 当波带片物镜的放大倍率为 $M = 50$ 时, TXM 仪器的像素大小约为 15 nm. 相机的探测区域为一个矩形, 水平方向和垂直方向的像素数目分别为 3120×2084 ($H \times V$), 成像区域大小为 23.5 mm×15.7 mm ($H \times V$).

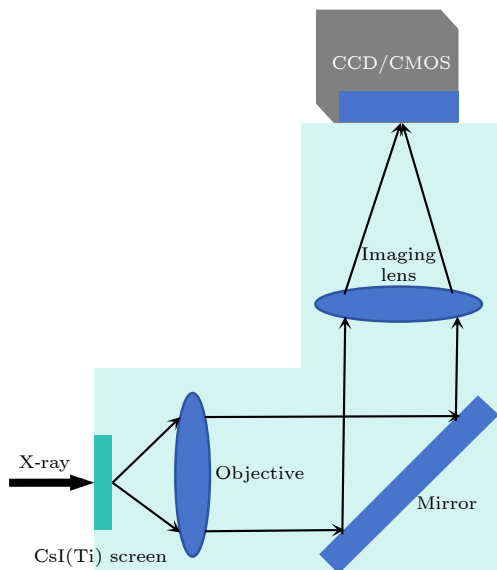


图 5 探测器光学耦合系统示意图

Fig. 5. Schematic of the optical coupling system of the X-ray detector.

3 TXM 仪器的成像性能

选用金材质的分辨率测试卡作为样品, 将其放置在 TXM 仪器的样品座上, 调节 TXM 仪器成像系统中各元件的距离和姿态, 可以得到测试卡的清

晰图像. 除特殊说明外, TXM 图像的采集时间均为 5 min. 首先, 通过观察探测器上测试卡的成像区域大小确定 TXM 仪器的成像视野. 第二, 通过观察测试卡中央的星条靶的线宽来确定 TXM 仪器的成像分辨率.

3.1 TXM 仪器的成像视野

分辨率测试卡由复旦大学纳米光刻与应用科研组采用先进的电子束光刻和电镀工艺制备而成^[19,20]. 分辨率测试卡的 SEM 图片如图 6(a) 所示, 测试卡中央为星形条纹结构, 线宽从外环向内环逐渐变细. 分辨率测试卡的厚度约为 1.1 μm . 选取测试卡中的某个区域进行成像, 如图 6(b) 所示. 图中白色高亮的圆环为椭球聚光镜的环形空心照明光环, 受探测器光学耦合系统中相关器件口径大小的限制, 在 10 倍放大倍率下探测器只能采集照明光环的内圈部分, 导致图中所示照明光环不对称. 照明光环的内部区域属于 TXM 的成像区域, 从图 6(b) 可以清晰地发现, 成像区域存在一个明暗相间的圆形分界线. 该分界线内部的视场更明亮; 外部视场较暗, 但也存在样品的像. 选取中间明亮区域作为 TXM 的最佳视场, 经计算 TXM 的成像视野大小为 26.2 μm .

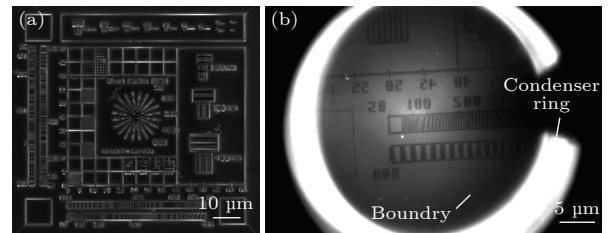


图 6 分辨率测试卡的 SEM 图像和 TXM 图像 (a) 分辨率测试卡整体图案的 SEM 图像; (b) 分辨率测试卡局部图案的 TXM 图像

Fig. 6. SEM and TXM graph of the resolution test card: (a) SEM graph of the global pattern; (b) TXM graph of a local pattern.

3.2 TXM 仪器的空间分辨率

分辨率测试卡中央的西门子星结构的 SEM 图片如图 7(a) 所示. 其最内环结构的线宽约为 30 nm, 如图 7(b) 所示. 值得说明的是, 分辨率测试卡的厚度与最小特征结构尺寸的比例, 即高宽比为 36 : 1. 在该高宽比条件下, 受到工艺条件的限制, 中央的西门子星结构暂时还没有制备成 1 : 1 的周期结构, 但是其最内环 30 nm 线宽的特征结构

绕圆周分布均匀,所有的线条均未出现倒塌、倾斜等工艺缺陷,是一件工艺优良的分辨率测试卡.通过精细调焦,得到如图 8(a) 所示的测试卡中央星形条纹结构清晰的 TXM 图像.对比图 7(a) 与图 8(a) 中西门子星最外环结构外径的测量值,其中 SEM 图像的测量值为 $17.911\ \mu\text{m}$,而 TXM 的测量值为 $17.580\ \mu\text{m}$.若以 SEM 图像作为基准,二者测量数据的差异约为 1.84%.如图 8(a) 所示,由于探测器的闪烁晶体上存在一些加工缺陷,导致了 TXM 图像中存在若干噪点区域.而且 TXM 图像背景不均匀,视野中心区域比视野边缘更亮.为了消除上述两个因素的影响,将样品图像除以无样品时的背底图像,得到了扣除背底后的透过率图像,如图 8(b) 所示.图 8(c) 为测试卡 TXM 图像内环结构的局部放大图,可知 TXM 图像与 SEM 的成像图像一致,能清晰地分辨出尖端处 $30\ \text{nm}$ 线宽的栅条结构.选取其中一个尖端处的细节,并观察其透过率分布曲线,如图 8(d),经过高斯曲线拟合,其半高全宽 (FWHM) 为 $31.3\ \text{nm}$,在误差允许的范围与 SEM 测量数据吻合.

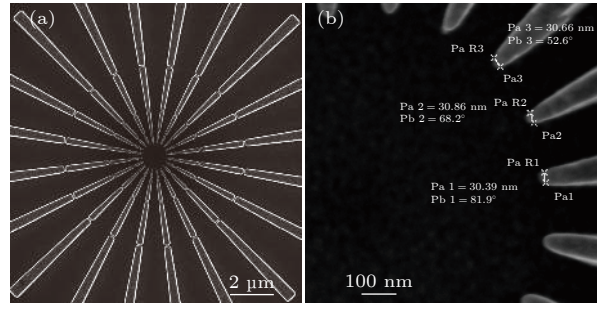


图 7 (a) 分辨率测试卡中央的西门子星结构的 SEM 图像; (b) 西门子星最内环局部结构的 SEM 图像
Fig. 7. (a) SEM graph of the Siemens star on the resolution test card; (b) SEM graph of the inner local structure.

通过功率谱强度曲线对成像分辨率进行定量分析^[10],即对图 8(a) 进行二维傅里叶变换后,对二维功率谱强度分布进行沿径向的积分求和,得到反映空间分辨率的功率谱曲线,如图 8(e)所示.功率谱曲线的截止频率对应 $28.6\ \text{nm}$ 的半周期,表明该仪器具有分辨半周期为 $28.6\ \text{nm}$ 线对结构的潜力.

进一步,我们分析了 TXM 仪器的刀口响应曲线,作为讨论 TXM 仪器成像分辨率的补充.图 6(a) 所示的分辨率测试卡图案中,在西门子星结构的左

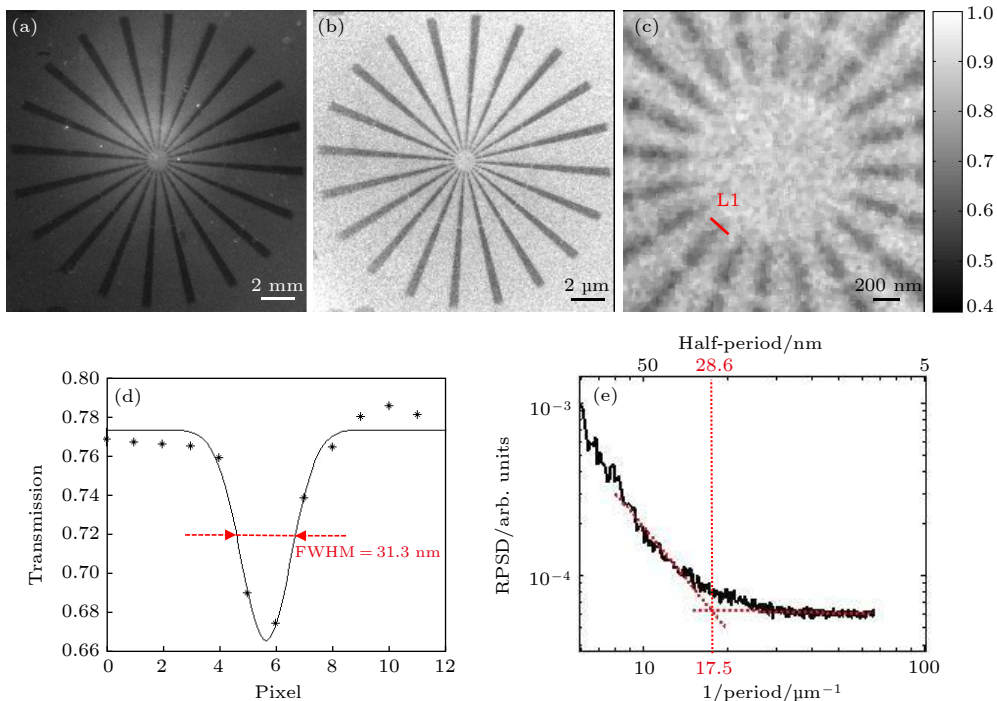


图 8 分辨率测试卡 TXM 测试结果 (a) 西门子星结构的 TXM 图像; (b) 扣除背底后的西门子星结构的透过率图像; (c) 西门子星结构的内环结构局部放大图; (d) $30\ \text{nm}$ 线宽的栅条结构的透过率分布曲线; (e) 径向功率谱强度曲线
Fig. 8. TXM results of the resolution test card: (a) TXM graph of the Siemens star; (b) partial enlarged view of the inner ring structure of the Siemens star; (c) the local structure of the Siemens star; (d) the transmission curve of $30\ \text{nm}$ line width grating structure; (e) the radial power spectrum density curve.

侧有 3 个方形的实体结构, 可以作为刀口来分析 TXM 仪器的成像性能. 图 9(a) 为上述刀口的 TXM 图像, 该图像已经扣除了探测器的背底. 为了便于数据分析, 对图像进行了截取和旋转, 使得刀口沿垂直方向排列. 图 9(b) 为刀口中的一个局部区域的透过率曲线, 对该曲线采用误差函数进行数据拟合, 并选取刀口响应曲线中衬度为 90%—10% 的区间宽度作为 TXM 仪器的成像分辨率. 经计算, TXM 仪器的成像分辨率达到了 28.4 nm. 该数据可能存在一定的测量误差, 但是总体上与前述线宽的测量参数、功率谱强度曲线的分析数据互相吻合.

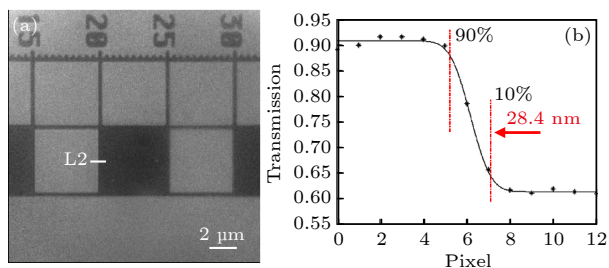


图 9 刀口测试结果 (a) 刀口的 TXM 图像; (b) L2 处的刀口响应曲线

Fig. 9. Knife edge test results: (a) TXM graph of the knife edge; (b) the response curve of the knife edge at L2.

3.3 分析与讨论

上述实验结果已经在多次实验中得到了重复验证, 相关的测试数据已经用于分辨率测试卡的制备工艺升级. 在基于实验室 X 射线源的 TXM 仪器领域, 本文的成像分辨率处于领先水平, 且分辨率指标已经接近了部分同步辐射装置 TXM 仪器的技术水平, 但是该仪器还存在着以下若干问题.

首先, 数据采集时间较长, 数据的信噪比有待进一步提高. 目前正在对 TXM 仪器进行性能升级, 主要集中于以下 3 个方面: 1) 进一步提升实验室 X 射线源的亮度, 计划选用液态金属靶 X 射线源作为 TXM 仪器的光源, 其亮度可以提高一个数量级, 对应的采集时间则有望缩短 1/10; 2) 优化仪器的真空方案, 将聚光镜、样品及其对应的调节机构均安装在真空环境中, 可以很大程度上减小空气对 5.4 keV X 射线的吸收; 3) 选取发光效率更高的闪烁晶体, 优化光耦合系统, 提高探测器的灵敏度和效率. 虽然上述 3 个方面的性能升级均涉及很大的研发投入, 且需要较长的研发周期, 但是只要坚持研发和科技创新, 一定能取得突破.

第二, 成像视野的光强分布存在不均匀问题,

暂时还无法像同步辐射装置的 TXM 仪器实现均匀照明^[21]. 本文 TXM 仪器采用椭球面形的聚光镜, 其优点是像差小, 有利于获得更小的照明光斑, 但存在照明不均匀的问题; 而采用楔形聚光镜方案^[22], 则可以获得更均匀的照明视场, 有望提升基于实验室 X 射线源 TXM 仪器的成像质量.

第三, TXM 仪器的成像区域存在一个明显的明暗视场分界, 限制了获得最大的成像视场. 该现象可能的原因在于聚光镜焦点处光强分布并不是一个理想的高斯分布, 尤其是偏离光轴中心的区域存在明显的拖尾现象^[23]. 成像视场的明暗变化正好对应着聚光镜焦点处光强分布. 造成这种现象的可能原因: 聚光镜不是理想光滑的椭球面, 可能存在偏离理想椭球面的面形起伏. 对椭球聚光镜进行聚焦性能表征是有望解决上述问题的有效方法^[24].

第四, 在分辨率测试卡中央纳米结构的成像中, 有一些条纹结构存在一定的模糊, 这可能是图像采集过程中样品相对于波带片存在微小漂移造成的. 仪器内部的温度漂移和振动都有可能造成 TXM 图像的模糊. 在未来的工作中, 需要进一步优化仪器的隔振系统与温控系统, 以提升 TXM 仪器的成像质量.

4 结论

本文主要讨论了工作能量为 5.4 keV 的实验室 X 射线纳米 CT 的仪器设计, 以及 TXM 实验结果. 在吸收衬度模式下, 实验室 TXM 仪器的成像视场达到了 26 μm , 可以对 30 nm 线宽的特征结构实现清晰的成像, 西门子星测试卡成像结果的径向功率谱曲线表明 TXM 仪器具有分辨半周期为 28.6 nm 线对结构的潜力, 刀口响应曲线进一步表明仪器的成像分辨率达到了 28.4 nm. 本文所述的实验室 TXM 仪器的成像分辨率设计值的极限为 22 nm, 目前针对 30 nm 线宽的特征结构实现了较为清晰的成像, 但是暂时还未实现 30 nm 线宽的特征结构成像, 且极限分辨率也未达到设计值. 因为随着分辨率增高, 波带片的衍射效率会随之降低, 此外还存在噪声和各种不稳定因素, 所以 TXM 难以达到其成像分辨率极限. 尽管如此, 我们将继续努力, 一方面探索实验室 TXM 成像分辨率的升级空间, 另一方面还需要进一步验证 TXM 仪器温度控制系统和隔振系统, 以降低温度

漂移和振动对成像分辨率的影响. TXM 仪器的三维成像结果以及相位衬度的成像数据, 将在下阶段的工作中完善.

参考文献

- [1] Zhao L M, Wang T X, Ma R K, Gu Y, Luo M S, Chen H, Wang Z L, Ge X 2023 *Chin. Phys. B* **32** 028701
- [2] Wang Z L, Chen Z H, Gu Y, Chen H, Ge X 2023 *Chinese Phys. B* **32** 038704
- [3] Winarski R P, Holt M V, Rose V, Fuesz P, Carbaugh D, Benson C, Shu D, Kline D, Stephenson G B, McNulty I, Maser J 2012 *J. Synchrotron Rad.* **19** 1056
- [4] Zhou G Z, Hu Z, Yang S M, Liao K L, Zhou P, Liu K, Hua W Q, Wang Y Z, Bian F G, Wang J 2020 *Acta Phys. Sin.* **69** 034102 (in Chinese) [周光照, 胡哲, 杨树敏, 廖可梁, 周平, 刘科, 滑文强, 王玉柱, 边风刚, 王劼 2020 *物理学报* **69** 034102]
- [5] Nie Y G, Gao Z C, Tong Y J, Fan J D, Liu G F, Jiang H D 2024 *Acta Phys. Sin.* **73** 120701 (in Chinese) [聂勇敢, 高梓宸, 佟亚军, 范家东, 刘功发, 江怀东 2024 *物理学报* **73** 120701]
- [6] von Hofsten O, Bertilson M, Reinspach J, Holmberg A, Hertz H M, Vogt U 2009 *Opt. Lett.* **34** 2631
- [7] Mao W L, Lin Y, Liu Y, Liu J 2019 *Engineering* **5** 479
- [8] Flenner S, Hagemann J, Wittwer F, et al. 2023 *J. Synchrotron Rad.* **30** 390
- [9] De Andrade V, Nikitin V, Wojcik M, et al. 2021 *Adv. Mater.* **33** 2008653
- [10] Yuan Q, Zhang K, Hong Y, et al. 2012 *J. Synchrotron Rad.* **19** 1021
- [11] Chen J, Li W, Liu Y, et al. 2009 *J. Phys.: Conf. Ser.* **186** 012005
- [12] Tao F, Wang J, Du G, Su B, Zhang L, Hou C, Deng B, Xiao T 2023 *J. Synchrotron Rad.* **30** 815
- [13] Zeiss, <https://www.zeiss.com/microscopy/en/products/X-ray-microscopy.html> [2024-6-11]
- [14] Sigray, <https://www.sigray.com/trilambda-30/#resolution> [2024-6-11]
- [15] Zhou L Z, Xia W J, Xu Q Q, Chen Z, Li F Z, Liu Z G, Sun T X 2022 *Acta Phys. Sin.* **71** 090701 (in Chinese) [周腊珍, 夏文静, 许倩倩, 陈赞, 李坊佐, 刘志国, 孙天希 2022 *物理学报* **71** 090701]
- [16] Yun W, Lai B, Cai Z, Maser J, Legnini D, Gluskin E, Chen Z, Krasnoperova A A, Vladimirovsky Y, Cerrina F, Di Fabrizio E, Gentili M 1999 *Review of Scientific Instruments* **70** 2238
- [17] Chao W L, Harteneck B D, Liddle J A, Anderson E H, Attwood D T 2005 *Nature* **435** 1210
- [18] Li Q L, Hu Y H, Ma Y F, Sun Z X, Wang M, Liu X L, Zhao J T, Zhang Z J 2020 *Acta Phys. Sin.* **69** 102902 (in Chinese) [李乾利, 胡亚华, 马逸凡, 孙志祥, 王敏, 刘小林, 赵景泰, 张志军 2020 *物理学报* **69** 102902]
- [19] Tong X, Chen Y, Xu Z, Li Y, Xing Z, Mu C, Zhao J, Zhen X, Mao C, Tai R 2023 *J. Synchrotron Rad.* **30** 319
- [20] Zhu J, Chen Y, Xie S, Zhang L, Wang C, Tai R 2020 *Microelectron. Eng.* **225** 111254
- [21] Liu J, Li X, Chen S, Zhang S, Xie S, Xu C, Chen Y, Deng B, Mao C 2017 *J. Synchrotron Rad.* **24** 595
- [22] Wang S, Zhang K, Huang W, Gao L, Yang F, Li M, Zhu P, Yuan Q 2021 *Nucl. Instrum. Meth. A* **993** 165089
- [23] Liao K L, He Q L, Li P Y, Song M H, Zhao H F, Zhu P P 2024 *Proc. SPIE* **13155** 1315518
- [24] Tao F, Wang Y D, Ren Y Q, Feng B G, Tong Y J, Du G H, Deng B, Sun T X, Xie H L, Xiao T Q 2017 *Acta Opt. Sin.* **37** 1034002 (in Chinese) [陶芬, 王玉丹, 任玉琦, 丰丙刚, 佟亚军, 杜国浩, 邓彪, 孙天希, 谢红兰, 肖体乔 2017 *光学学报* **37** 1034002]

INSTRUMENTATION AND MEASUREMENT

Development of a transmission X-ray nanometer-resolution microscope based on laboratory light source*

Liao Ke-Liang^{1)†} He Qi-Li^{2)‡} Song Yang¹⁾ Li Rong-Gang¹⁾

Song Mao-Hua¹⁾ Li Pan-Yun¹⁾ Zhao Hai-Feng²⁾

Liu Peng²⁾ Zhu Pei-Ping^{1)2)‡}

1) (*Ji'nan Key Laboratory of X-ray Optics, Ji'nan Hanjiang Opto-electronics Technology Ltd., Ji'nan 250000, China*)

2) (*Institute of High Energy Physics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China*)

(Received 24 May 2024; revised manuscript received 8 July 2024)

Abstract

Transmission X-ray microscope (TXM) is a high-precision, cutting-edge X-ray imaging instrument, which is a marvel of modern science and technology. It enables non-destructive imaging on a nanoscale, providing a powerful research tool for various scientific fields such as physics, life science, materials science, and chemistry. Although many synchrotron radiation facilities at home and abroad have established nano-CT experimental stations with TXM as the core, currently only a few companies internationally can provide commercial TXM instrument based on laboratory X-ray sources. The primary reason is that this instrument involves numerous

engineering challenges, including high-brightness laboratory X-ray sources, high-resolution X-ray optical elements, high-precision sample stage systems, high-sensitivity detectors, and extremely strict requirements for environmental factors such as temperature and vibration. In order to promote the development of high-end X-ray imaging instruments, it is necessary to overcome the technological bottlenecks encountered in the development of X-ray nano-CT. Discussed in this work mainly are the instrument design of a laboratory transmission X-ray microscope with working energy of 5.4 keV and the results of full-field imaging experiments. To start with, the design of the TXM instrument is introduced in detail. The TXM instrument is equipped with several key components, including laboratory X-ray source, condenser, sample stage module, zone plate, and imaging detector. The TXM instrument adopts a modular vibration isolation design and is equipped with a dedicated temperature control system. The main imaging magnifications of the TXM instrument are $50\times$, $75\times$, and $100\times$, and the corresponding optical parameters and photos are introduced. The X-ray source used is a micro-focus X-ray source, operating in Cr target mode, with a focal spot size of $20\ \mu\text{m}$ and a $\text{K}\alpha$ characteristic spectrum brightness of $5 \times 10^9\ \text{photons}/(\text{mm}^2 \cdot \text{mrad}^2 \cdot \text{s})$. The X-ray source provides illumination for the sample after being focused by an ellipsoidal condenser. The outer ring of the condenser's illumination ring corresponds to a numerical aperture (NA) of $NA_2 = 3.196\ \text{mrad}$, and the inner ring corresponds to a numerical aperture of $NA_1 = 1.9086\ \text{mrad}$. Under these conditions, the limit resolution of this TXM instrument is $22\ \text{nm}$. The zone plate has a diameter of $70\ \mu\text{m}$, a focal length of $8.7\ \text{mm}$, and 616 zones. The TXM instrument uses a high-resolution optical coupling detector equipped with a scientific-grade CMOS camera with an effective pixel size of $7.52\ \mu\text{m}$. The optical coupling detector is equipped with $2\times$ and $10\times$ high numerical aperture objectives. When the TXM instrument magnification is $50\times$, the effective pixel size of the TXM instrument is $15\ \text{nm}$. In addition, a gold resolution test card is used as the sample to determine the imaging field of view of the TXM instrument by observing the size of the imaging area of the test card on the detector, and to determine the imaging resolution of the TXM instrument by observing the line width of the star-shaped target in the center of the test card. Experimental results show that the TXM instrument has an imaging field of view of $26\ \mu\text{m}$ and can achieve the clear imaging of characteristic structure with a line width of $30\ \text{nm}$. The radial power spectrum curve of the Siemens Star shows this TXM instrument has the potential to resolve $28.6\ \text{nm}$ half pitch line pair features. Finally, we draw some conclusions and present outlook. At present, imaging of $30\ \text{nm}$ -wide line features has been realized, but the imaging of $30\ \text{nm}$ half pitch line pair feature has not yet been achieved, and the limit resolution has not reached the design value, either. We will continue to explore the potential for upgrading the imaging resolution of the laboratory TXM in future work.

Keywords: X-ray imaging, X-ray microscope, scientific instruments

PACS: 87.59.-e, 87.57.Q-, 07.10.-h, 87.57.cf

DOI: [10.7498/aps.73.20240727](https://doi.org/10.7498/aps.73.20240727)

* Project supported by the Innovation Promotion Project of SME in Shandong Province, China (Grant No. 2023TSGC0093), the Enterprise Technology Innovation Project of Shandong Province, China (Grant No. 202350100372), and the Haiyou Industry Leading Talent Project of Ji'nan, China (2022).

These authors contributed equally.

† Corresponding author. E-mail: hjoptech@163.com

‡ Corresponding author. E-mail: zhupp@ihep.ac.cn



基于实验室光源的透射X射线纳米分辨显微镜研制

廖可梁 何其利 宋杨 李荣刚 宋茂华 李盼云 赵海峰 刘鹏 朱佩平

Development of a transmission X-ray nanometer-resolution microscope based on laboratory light source

Liao Ke-Liang He Qi-Li Song Yang Li Rong-Gang Song Mao-Hua Li Pan-Yun Zhao Hai-Feng Liu Peng Zhu Pei-Ping

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 73, 178701 (2024) DOI: 10.7498/aps.73.20240727

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.7498/aps.73.20240727>

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

一种快速估算聚焦型空间X射线仪器粒子本底水平的方法及应用

Method and application of fast estimating particle background level for space-based focusing X-ray instruments

物理学报. 2020, 69(15): 150701 <https://doi.org/10.7498/aps.69.20200576>

面向先进光源线站等大科学装置的低温X射线能谱仪原理及应用进展

Development of basic theory and application of cryogenic X-ray spectrometer in light sources and X-ray satellite

物理学报. 2021, 70(18): 180702 <https://doi.org/10.7498/aps.70.20210350>

上海光源硬X射线相干衍射成像实验方法初探

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

物理学报. 2020, 69(3): 034102 <https://doi.org/10.7498/aps.69.20191586>

基于可分离编码的高分辨X射线荧光成像技术研究

High-resolution coded aperture X-ray fluorescence imaging with separable masks

物理学报. 2020, 69(19): 198701 <https://doi.org/10.7498/aps.69.20200674>

一种点光源的自适应束斑X射线衍射仪的研制

A type of X-ray diffractometer with adaptive X-ray spot sizes

物理学报. 2021, 70(1): 010701 <https://doi.org/10.7498/aps.70.20201228>

基于高次谐波X射线光源的三维纳米相干衍射成像技术

Three-dimensional nano-coherent diffraction imaging technology based on high order harmonic X-ray sources

物理学报. 2022, 71(16): 164205 <https://doi.org/10.7498/aps.71.20220976>