

06.5;05.1;15.1

## Новый метод изображения микрообъектов в синхротронном излучении с использованием нанофокусировки и томографии

© В.Г. Кон<sup>1</sup>, Т.С. Аргунова<sup>2</sup><sup>1</sup> Национальный исследовательский центр „Курчатовский институт“, Москва, Россия<sup>2</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: argunova@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 3 августа 2022 г.

В окончательной редакции 19 августа 2022 г.

Принято к публикации 22 августа 2022 г.

Предложен новый метод исследования внутренней структуры микрообъектов с помощью синхротронного излучения, основанный на поглощении. Метод регистрирует интегральную интенсивность излучения после прохождения объекта, а локальность определяется фокусировкой пучка в линию нанометровой ширины с помощью преломляющей линзы. При этом фазовый контраст не используется, результат получается сразу, а двумерное изображение объекта, т.е. зависимость его толщины от поперечных координат, вычисляется методом томографии. Метод не нуждается в сложных математических расчетах и дает результат с весьма высокой точностью. Для иллюстрации выполнена симуляция эксперимента с подложкой карбида кремния для типичных значений остальных параметров.

**Ключевые слова:** синхротронное излучение, микрообъекты, нанофокусировка, томография, микропоры.

DOI: 10.21883/PJTF.2022.19.53593.19333

Развитие промышленных технологий получения объемных кристаллов карбида кремния (SiC) и сапфира ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) привело к улучшению их структурной однородности. Тем не менее широко используемые в электронике подложки из этих кристаллов могут содержать поры (SiC) или газовые включения (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), размеры которых уменьшились до субмикронной или нанометровой величины. Свойства наногетероструктур, выращиваемых методами эпитаксии, или графена, получаемого в результате термодеструкции поверхности SiC [1] или осаждения на сапфире [2], зависят от совершенства подложек. Это предъявляет высокие требования к методам диагностики. При этом рентгеновские методы играют важную роль, устраняя разрыв между оптической и электронной микроскопией.

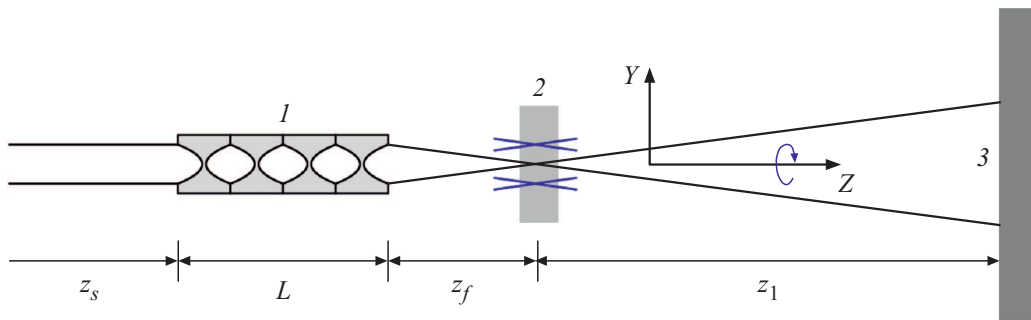
С помощью синхротронного излучения (СИ) можно изучать внутреннюю структуру объектов с микронными размерами. Однако простая схема эксперимента „на просвет“, основанная на учете поглощения при прохождении лучей через объект, для микрообъектов неприменима, поскольку наряду с поглощением возникает фазовый контраст, т.е. локальное изменение интенсивности излучения из-за разницы фаз лучей, прошедших через объект и мимо него [3]. Это изменение не влияет на интегральную интенсивность и в среднем равно нулю. Для больших размеров объекта даже в когерентном излучении фазовый контраст усредняется, так как период осцилляций весьма мал, а очень высокое разрешение детектора не требуется.

При уменьшении размеров объекта необходимы либо сильное увеличение изображения, т.е. рентгеновская микроскопия, либо очень высокое разрешение детектора.

При этом роль поглощения уменьшается, а фазовый контраст имеет относительно большой период и хорошо виден. Для наблюдения фазового контраста высокая когерентность не требуется, но она нужна для адекватного решения обратной задачи. Дело в том, что фазовый контраст не позволяет сразу получить функцию  $t(x, y)$  толщины объекта под пучком в зависимости от координат в плоскости, поперечной направлению пучка, которую будем называть изображением объекта. Необходимы методы вычисления  $t(x, y)$  из измеряемой координатным детектором интенсивности  $I(x, y)$ . При наличии как поглощения, так и фазового контраста обратная задача решается неточно.

Обычно при ее решении поглощением пренебрегают, так как изменения интенсивности при фазовом контрасте больше изменений из-за поглощения. Но при этом необходим жесткий контроль степени когерентности. Это касается всех методов, включая как рентгеновскую микроскопию, так и методы когерентного дифракционного изображения и птайкографии [4]. Контроль степени когерентности представляет собой сложную задачу, так как когерентность может быть испорчена многими факторами (не только физическим размером источника). Важным инструментом таких исследований является координатный детектор с высоким разрешением (обычно около 1  $\mu$ m), который не всем доступен.

В настоящей работе предлагается принципиально другой метод изображения микрообъектов, который основан только на поглощении. Он позволяет получить функцию  $t(x, y)$  без решения обратной задачи фазового контраста и при любой степени частичной когерентности. Избавиться от фазового контраста позволяет измере-



**Рис. 1.** Схема эксперимента.  $I$  — составная преломляющая линза,  $2$  — образец,  $3$  — детектор,  $z_s$  — расстояние от источника до линзы,  $L$  — длина линзы,  $z_f$  — фокусное расстояние,  $z_1$  — расстояние от образца до детектора. Пучок СИ движется по образцу вертикально при каждом угле поворота образца вокруг оси  $Z$ .

ние интегральной интенсивности излучения с помощью детектора, который суммирует все прошедшие фотоны после образца. При этом фазовый контраст усредняется и изменения интенсивности определяются только поглощением.

Локальность информации на объекте формируется с помощью нанофокусировки пучка при использовании планарной составной преломляющей линзы (СПЛ) [5]. В настоящее время технологии изготовления СПЛ стали более сложными, а качество самих СПЛ сильно выросло. В том числе появились планарные нанофокусирующие СПЛ, способные фокусировать пучок в размер не более  $20\text{ nm}$  [6]. Разработаны также онлайн-программы, которые вычисляют все параметры пучка при фокусировке такими СПЛ [7].

Схема эксперимента для нового метода показана на рис. 1. Пучок СИ после монохроматора (не показан) фокусируется планарной СПЛ в вертикальном направлении, так как вертикальный размер источника СИ меньше горизонтального. Образец, например кристалл SiC, содержащий поры микронного размера разной формы, помещается на фокусном расстоянии  $z_f$  от СПЛ. Детектор устанавливается на произвольном расстоянии  $z_1$  и измеряет все излучение, которое в него попадает. Планарная СПЛ фокусирует пучок только вдоль оси  $Y$ . Вдоль оси  $X$  локальности нет, и пучок ограничивается только щелью.

Планарная СПЛ способна формировать линейный узкий пучок с длиной до  $70\text{ }\mu\text{m}$ . Щель может ограничивать его до меньших значений. Таким способом получается одна точка зависимости  $I(y)$ , интегральной по координате  $x$ . Все точки можно получить, двигая СПЛ вдоль оси  $Y$  с малым шагом. Шаг такого движения выбирается исходя из точности изображения, которую необходимо получить. В настоящее время имеются пьезоподвижки, способные двигать образец с очень малым шагом (всего несколько нанометров). Описанный выше способ позволяет получить зависимость от координаты  $y$  для интегральной по координате  $x$  интенсивности. На данный момент СПЛ, которые фокусируют пучок в круг

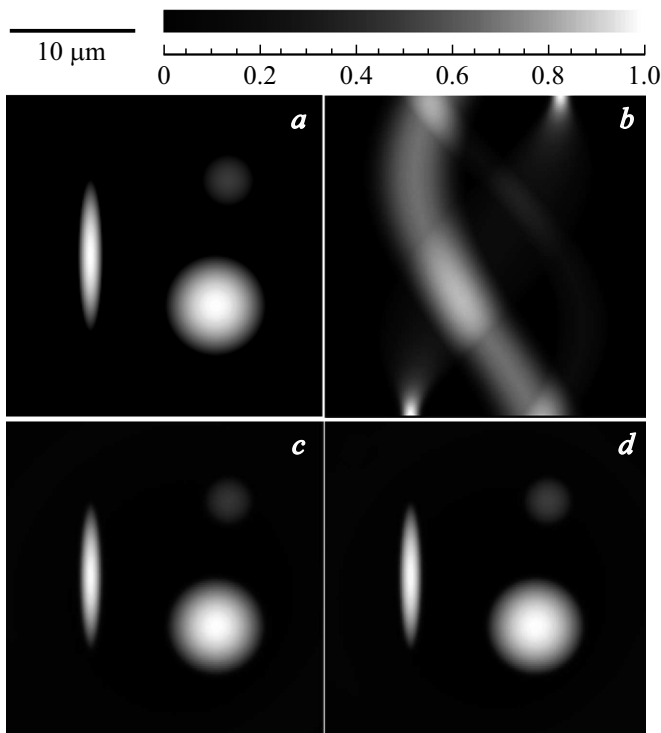
нанометрового диаметра, не существуют, и пока неясно, как это можно сделать в принципе.

Получить зависимость  $I(x, y)$  можно при использовании метода томографии. Для этого необходимо вращать образец вокруг оси  $Z$ , что позволяет получить двумерный набор данных  $I(y, \varphi)$  (где  $\varphi$  — угол вращения), т.е. синограмму. Это условно показано на рис. 1. Вращать нужно на углы в интервале от  $0$  до  $180^\circ$  с постоянным шагом и при каждом угловом положении образца двигать сфокусированный пучок в вертикальном направлении. Затем с помощью программы томографии синограмму можно превратить в томограмму, т.е. зависимость  $I(x, y)$ . Искомая зависимость  $t(x, y)$  получается логарифмированием и умножением на постоянный коэффициент.

В этом методе нет неоднозначных математических расчетов. Разрешение метода определяется размером пучка в фокусе линзы. И в этом месте когерентность СИ все же необходима, так как фокусировка — это частный случай фазового контраста. А размер пучка в фокусе определяется не только СПЛ, но и поперечным размером источника СИ. Однако когерентность может быть частичной. Это просто уменьшает разрешение, но не приводит к существенным ошибкам.

Отличие метода от стандартной томографии состоит в том, что здесь нужно логарифмировать не синограмму, а томограмму. Мы получаем интегральную интенсивность по поперечной координате  $x$ . Стандартная томография сразу дает функцию  $t(x, y)$ , а в данном методе мы получаем функцию  $I(x, y)$ . И это определяет особенность метода. Если использовать алгоритм FBP (filtered back projection) [8], то в нем вычисляется преобразование Фурье на конечной области. При этом предполагается, что за пределами этой области функция равна нулю, то же самое должно быть на ее границах.

Но функция  $I(x, y)$  не может быть равна нулю. Если ее нормировать на единицу за пределами объекта, то она будет равна единице. При этом на границе области получается скачок, который приводит к сильному артефакту. Он состоит в том, что фон, на котором показывается объект, т.е. функция  $t(x, y)$ , близок к нулю только в



**Рис. 2.** Четыре разные функции в плоскости  $(X, Y)$ , поперечной пучку СИ, в квадратной области с линейным размером  $25.6 \mu\text{m}$ . *a* — функция  $t(x, y)$  исходной толщины образца, *b* — синограмма, *c* — томограмма, *d* — вычисленная функция  $t(x, y)$ . Все функции показаны в интервале от минимального до максимального значений, который приведен к интервалу  $(0, 1)$ . Реальные минимум и максимум для каждой функции указаны в тексте. Ось  $Y$  идет вертикально.

центре области, а по мере приближения к границам он очень сильно возрастает. Исправить ситуацию можно следующим образом. При нормировке интенсивности за пределами объекта на единицу нужно вычесть единицу в каждой точке объекта при расчете синограммы, т.е. вычесть из каждого значения синограммы число точек расчетной сетки, а затем добавить эту единицу в каждую точку томограммы. Это позволяет избавиться от артефакта.

Поскольку в данном методе контраст определяется только поглощением, для микрообъектов он будет слабым, и лучше подходит мягкое излучение с малой энергией фотонов. С другой стороны, необходимо большое число фотонов, чтобы контраст не портился дробовым шумом, относительная величина которого равна единице, деленной на квадратный корень из числа фотонов, т.е. при изучении пор в кристаллах нужно стараться иметь образцы с меньшей толщиной.

В качестве иллюстрации метода мы провели компьютерную симуляцию эксперимента для следующих параметров: энергия фотонов  $6.2 \text{ keV}$ , вертикальный размер источника  $100 \mu\text{m}$ , расстояние от источника до СПЛ  $z_s = 14 \text{ m}$ , планарная СПЛ на поверхности кремния

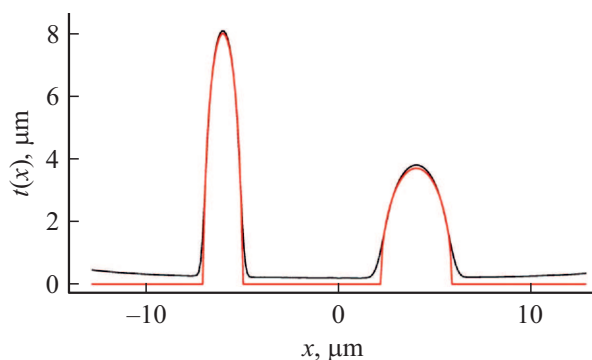
имеет десять элементов с апертурой  $50 \mu\text{m}$ , радиусом кривизны  $6.25 \mu\text{m}$ , толщиной материала между параболическими поверхностями  $2 \mu\text{m}$ . Расчет по онлайн-программе [7] для указанных условий дает для гауссовой кривой интенсивности в фокусе полуширину  $0.332 \mu\text{m}$ , в то время как для точечного источника полуширина равна  $0.282 \mu\text{m}$ , т.е. размер источника не очень сильно увеличивает полуширину пучка в фокусе. Фокусное расстояние равно  $z_f = 2.39 \text{ cm}$ .

Образец представляет собой пластинку кристалла SiC, в которой находятся поры различной формы и размера. На рис. 2, *a* показана функция  $t(x, y)$  для таких объектов. Там, где они отсутствуют,  $t = 0$  (черный цвет). Это минимум толщины пор. Максимум равен  $t_{\text{max}} = 8 \mu\text{m}$  (белый цвет). Размер расчетной области равен  $25.6 \mu\text{m}$ . Использовалась сетка точек с шагом  $0.1 \mu\text{m}$  и числом точек 256. Шаг сетки соответствует шагу вертикального сканирования сфокусированного пучка через образец. На рисунке показаны две сферы с диаметрами 4 и  $8 \mu\text{m}$  и эллипсоид с диаметрами 2, 12,  $8 \mu\text{m}$  по осям  $X, Y, Z$  соответственно.

Эти данные использовались для расчета синограммы, показанной на рис. 2, *b*. Здесь горизонтальный размер снова равен  $25.6 \mu\text{m}$ , а вертикальный размер соответствует интервалу углов от  $-90$  до  $90^\circ$ , который был рассчитан с шагом  $1^\circ$ . Функция  $t(x, y)$  использовалась для расчета  $I(x, y) = \exp[Mt(x, y)]$ , где  $M = 0.02998 \mu\text{m}^{-1}$ . Наличие пустоты в материале приводит к увеличению интенсивности, которая при отсутствии пустоты нормируется на единицу. Функция  $I(x, y)$  суммировалась по всем точкам оси  $X$  при разных значениях угла  $\varphi$  поворота образца вокруг оси  $Z$ , что соответствовало синограмме  $I(y, \varphi)$ . Учет размера пучка в фокусе выполнялся путем расчета свертки  $y$ -зависимости при каждом угле с функцией Гаусса, полуширина которой равна  $0.332 \mu\text{m}$ , как указано выше. Кроме того, в каждой точке  $y$ -зависимости вычиталось число точек (256), чтобы получить минимум, равный нулю. В результате оказалось, что минимум на синограмме равен нулю с высокой точностью, а максимум равен  $24.5 \mu\text{m}$ .

Синограмма симулирует экспериментальные данные. Расчет томограммы выполнялся по собственной программе. После расчета в каждую точку добавлялась единица. Результат показан на рис. 2, *c*. Контраст, как и прежде, рисуется от минимума (черный) до максимума (белый), но минимум равен 1.006, а максимум — 1.277. Контраст как отношение разности к сумме указанных значений равен 0.12, что не так уж и мало. Зависимость  $t(x, y)$  получаем после логарифмирования томограммы и деления на  $M$ . Она показана на рис. 2, *d*. Визуально изображения на рис. 2, *a* и *d* почти не различаются, но это связано с тем, что разрешение весьма невелико.

Первое отличие можно получить по минимальному и максимальному значениям на рис. 2, *d*. Они равны  $0.19$  и  $8.15 \mu\text{m}$  соответственно. На рис. 3 показано сравнение исходной кривой  $t(x)$  на высоте  $y = 12.2 \mu\text{m}$  и вычисленной из синограммы с учетом размера пучка.



**Рис. 3.** Детальное сравнение исходной (красная кривая с нулевым фоном) и вычисленной (черная кривая с фоном выше нуля) функций  $t(x, y)$  на оси  $X$  при  $y = 12.2 \mu\text{m}$ .

[7] <http://kohnvict.ucoz.ru/jsp/1-crlpar.htm>

[8] A.C. Kak, M. Slaney, *Principles of computerized tomographic imaging* (IEEE Press, N.Y., 1988).

Видно, что метод в целом хорошо описывает объекты, но не способен описать резкие изменения толщины на их границах, а также сам факт их отсутствия. Фон хотя и не очень высокий, но все же не равен нулю. Для повышения точности нужны еще более узкие пучки.

### Финансирование работы

Работа В.Г. Кона выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (проект 075-15-2021-1362), а также частично за счет гранта Российского фонда фундаментальных исследований 19-29-12043 мк. Работа Т.С. Аргуновой выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (проект 075-15-2021-1349).

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### Список литературы

- [1] A.A. Lebedev, S.Yu. Davydov, I.A. Eliseyev, A.D. Roenkov, O. Avdeev, S.P. Lebedev, Y. Makarov, M. Puzyk, S. Klotchenko, A.S. Usikov, *Materials*, **14** (3), 590 (2021). DOI: 10.3390/ma.14030590
- [2] J. Shan, J. Sun, Z. Liu, *ChemNanoMat*, **7** (5), 515 (2021). DOI: 10.1002/cnma.202100079
- [3] A. Snigirev, I. Snigireva, V. Kohn, S. Kuznetsov, I. Schelokov, *Rev. Sci. Instrum.*, **66** (12), 5486 (1995). DOI: 10.1063/1.1146073
- [4] J.-Y. Buffiere, J. Baruchel, in *Synchrotron radiation: basics, methods and applications*, ed. by S. Mobilio, F. Boscherini, C. Meneghini (Springer-Verlag, Berlin–Heidelberg–N.Y.–Dordrecht–London, 2015), p. 389. DOI: 10.1007/978-3-642-55315-8
- [5] A. Snigirev, I. Snigireva, V. Kohn, V. Yunkin, S. Kuznetsov, M.V. Grigoriev, T. Roth, G. Vaughan, C. Detlefs, *Phys. Rev. Lett.*, **103** (6), 064801 (2009). DOI: 10.1103/PhysRevLett.103.064801
- [6] V.G. Kohn, M.S. Folomeshkin, *J. Synchrotron Rad.*, **28** (2), 419 (2021). DOI: 10.1107/S1600577520016495