

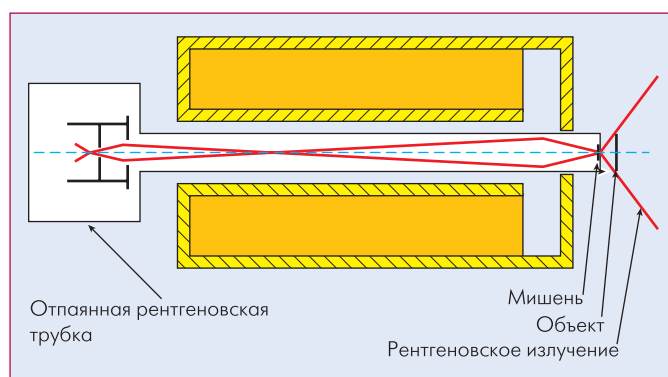
# ПРОСВЕЧИВАЮЩИЙ РЕНТГЕНОВСКИЙ МИКРОСКОП НАНОРАЗРЕШЕНИЯ

**В** последнее время в связи с ростом интереса к нанотехнологиям активизировались исследования наноразмерных объектов и объектов с наноразмерной структурой, которые с позиций микроскопии можно обобщенно называть наноструктурными объектами (НСО). Для исследований таких НСО широко используются высокоразрешающие атомно-силовая и электронная микроскопии. Рентгеновская микроскопия (топография) на рентгеновских трубках мало применяется в этой области из-за низкого разрешения. Разработка ООО "ДИАГНОСТИКА-М" должна позволить в значительной степени решить существующие проблемы.

Как отмечают специалисты, рентгеновские исследования с высоким разрешением в основном проводятся на источниках синхротронного излучения. На синхротроне с применением френелевских зонных пластин фокусируют рентгеновское излучение с энергией 5–14 кэВ до размера 50 нм. Это дает возможность исследовать тонкие биологические объекты с разрешением 20 нм и при использовании томографической реконструкции получать трехмерные изображения.

Атомно-силовая и электронная микроскопия позволяют в основном получать изображение поверхности объектов, а их внутренняя структура изучается по сколам. Существует ряд проблем как с подготовкой НСО для проведения исследований в этих микроскопах, так и с интерпретацией полученных результатов. В частности, наночастицы могут взаимодействовать с иглой кантилевера, электронным пучком и магнитным полем фокусирующих электронный пучок линз. С помощью же рентгеновского излучения можно изучать внутреннюю

структуру объектов и получать трехмерные изображения. Такое излучение практически не взаимодействует с объектами и во многих случаях не требует специального препарирования. Исследования могут проводиться на воздухе, в том числе в жидкой фазе, и в вакууме. В принципе, возможны ком-



**Рис. 1** Схема рентгеновского источника на отпаянной рентгеновской трубке с фокусирующей магнитной линзой

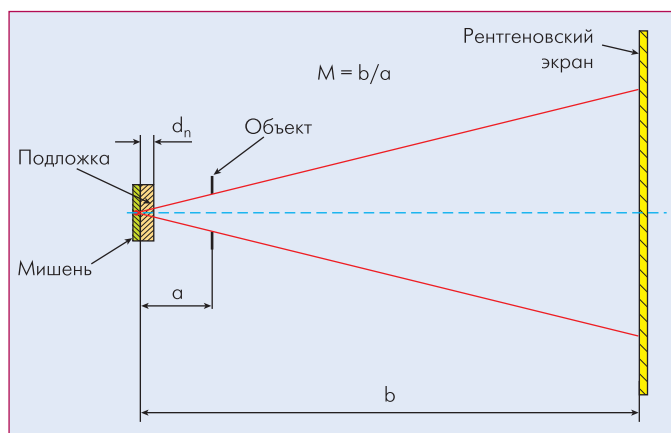


Рис.2 Проекционный режим ПРМ

бинации рентгеновского микроскопа с РЭМ, АСМ и рентгенофлуоресцентным анализатором.

В просвечивающем рентгеновском микроскопе (ПРМ) электронный пучок, сфокусированный на поверхности мишени, создает источник рентгеновского излучения. Размер фокусного пятна определяется диаметром электронного пучка и эффективной длиной пробега электронов  $L_{эфф}$  в мишени, которая зависит от ускоряющего напряжения  $U$  и плотности материала мишени  $\rho$  ( $L_{эфф} \sim U^2/\rho$ ). Так, для вольфрамовой

мишени при  $U = 20$  кВ  $L_{эфф} \approx 0,25$  мкм. Прошедшее через объект рентгеновское излучение регистрируется соответствующими детекторами. В случае прострельной мишени тонкий слой металла (несколько микрон) наносится на подложку (бериллий или алюминий), которая пропускает рентгеновское излучение без существенных потерь. Обычно подложка обеспечивает вакуум внутри трубки, а рентгеновское излучение выходит на воздух. Конструкция рентгеновского источника на отпаянной трубке с фокусировкой магнитной линзой приведена на рис.1. Существует такой вариант, когда мишень из металла размещается под углом  $45^\circ$ , и излучение выходит на воздух через боковое окно.

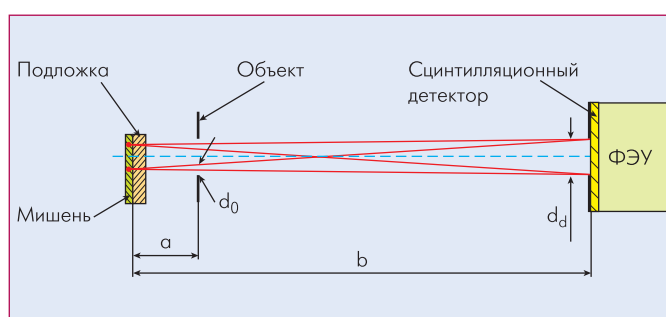
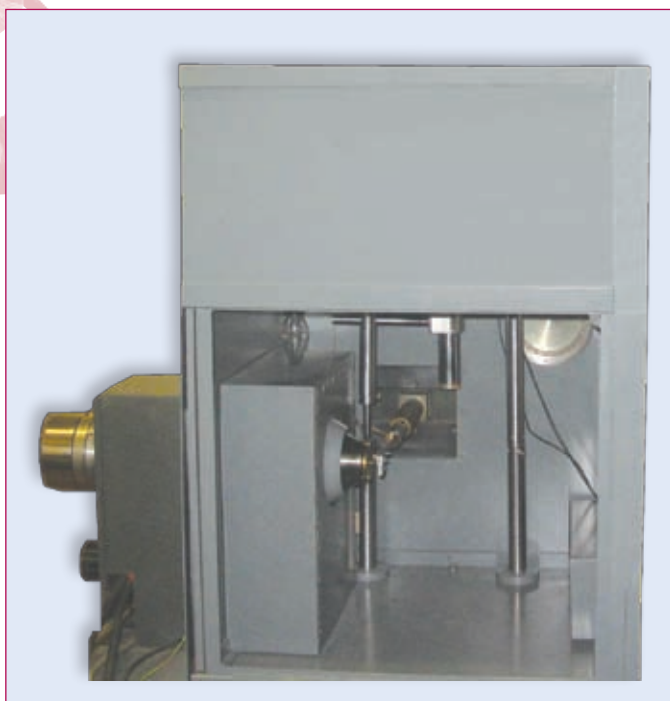


Рис.3 Растровый режим ПРМ



**Рис.4** Защитная камера ПРМ с разборной трубкой на левой стенке и столиком для перемещения объектов на задней стенке

Возможны проекционный (рис.2) и растровый (рис.3) режимы формирования изображения. В проекционном режиме расходящийся из точечного источника поток рентгеновского излучения, пройдя через объект, формирует на экране преобразователя теневое изображение объекта. Увеличение при этом определяется отношением расстояния источник–экран к расстоянию источник–объект. Разрешение ограничено размером фокусного пятна. В растровом режиме электронный пучок и фокусное пятно сканируются по мишени, а рентгеновское излучение регистрируется в каждой точке сканирования сцинтилляционным детектором с малым входным отверстием.

Разрешение определяют размер отверстия, пересчитанный к плоскости объекта, и размер фокусного пятна. При одинаковых условиях в растровом режиме требуется большее время регистрации, но при использовании большого количества детекторов, находящихся под разными углами к объекту, можно уменьшить время регистрации и получить томографический режим.

В настоящее время выпускается много рентгеновских микроскопов на вольфрамовом катоде в разборной рентгеновской трубке, которые работают при ускоряющих напряжениях 20–160 кВ и имеют фокусные пятна около 1 мкм. В этих микроскопах с низким контрастом и увеличением размера можно распознавать детали 0,3 мкм. При использовании катода из гексобарита лантана размер минимального фокусного пятна снижается до 0,3 мкм. Применение термополевого катода Шоттки дает возможность получать фокусное пятно 0,1 мкм. Такие микроскопы, обычно называемые установками для рентгеновской инспекции, как правило, ориентированы на высо-

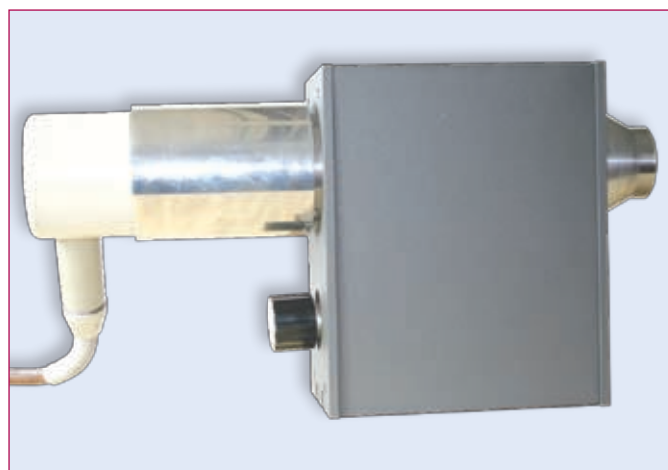
копроизводительный контроль значительного количества печатных плат больших размеров (до 600×600 мм), микросхем, различных электромеханических устройств и т.д. В этих микроскопах используются мощные защитные камеры с размерами по трем измерениям 1–2 м и массой 1,5–2,5 т. Внутри камеры размещаются рентгеновские источники с возможностью перемещения по высоте, точные и с большим ходом координатные столы перемещения объектов, а также большие рентгеновские детекторы, которые могут перемещаться по высоте и изменять угол наклона. Хотя такие установки часто называют нанофокусными, их практически нельзя использовать для исследования НСО.

Для повышения разрешения ПРМ до 10 нм необходим переход на ускоряющие напряжения 3–5 кВ. При этом очень сильно уменьшается ток в электронном пучке и мощность рентгеновского источника, но в связи с понижением проникающей способности мягкого рентгеновского излучения возрастает контраст наноразмерных деталей объектов.

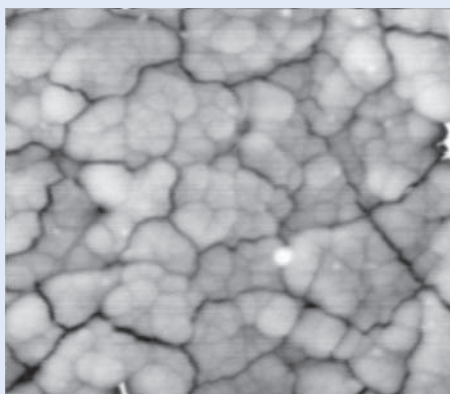
Для решения вышеописанной задачи и исследования НСО и биологических объектов разработан и изготовлен экспериментальный образец ПРМ наноразрешения. Изделие собрано на базе защитной камеры (550×500×700 мм) со столиком для перемещения объектов от рентгеновского микроскопа МТР-6 (рис.4).

Через стенку камеры внутрь введена передняя часть разборной рентгеновской трубки авторской разработки (рис.5). Внутри камеры помещен также рентгеновский детектор, который может работать как с прострельной, так и с отражательной сменными мишенями. Высокий вакуум в разборной трубке обеспечивается магниторазрядным насосом, размещенным прямо под фокусирующей системой магнитных линз в одном каркасе (170×350×300 мм, масса ~30 кг).

Питание электронной пушки разборной трубки с вольфрамовым катодом обеспечивается высоковольтным источником с диапазоном ускоряющих напряжений 1–40 кВ. Для питания фокусирующе-отклоняющей системы магнитных линз и отклоняющих систем используется растровое устройство,



**Рис.5** Разборная рентгеновская трубка



**Рис.6** Растровое изображение поверхности мишени в прошедшем рентгеновском излучении. Обратный контраст, ускоряющее напряжение 25 кВ (белая круглая область испарения материала мишени имеет размер 2 мкм)

состоящее из низковольтных источников питания катушек, генератора разверток и усилительного тракта. В сочетании со сцинтилляционным детектором оно позволяет получать в прошедшем рентгеновском излучении растровое изображение поверхности мишени.

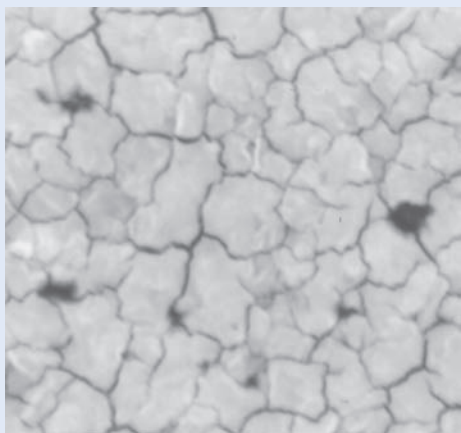
Если детектор максимально приблизить к мишени, когда отсутствует объект (см. рис.3), можно обеспечивать эффективный сбор рентгеновского излучения, прошедшего через мишень (30–50%). В результате даже при малой

мощности источника получается качественное рентгеновское изображение поверхности мишени при увеличениях до 10000 крат (рис.6).

По этим изображениям на мишени оперативно фокусируется электронный пучок и оценивается размер фокусного пятна. По этой методике оцениваются параметры самого рентгеновского источника без тест-объектов и координатно-чувствительных рентгеновских детекторов, применяемых для оценки разрешения ПРМ, которое в значительной степени зависит от контраста наноразмерных деталей тест-объектов и параметров детектора.

Была подобрана мишень, состоящая из кристаллов толщиной несколько микрон со средним размером 20 мкм. Как показали снимки в РЭМ, у этой мишени наблюдаются зазоры между кристаллами в диапазоне 0,05–2 мкм. Данный тип мишени использовался также в качестве тест-объекта. При этом электронный пучок останавливался в выбранной точке мишени, убирался с оси сцинтилляционный детектор, и между мишенью и координатно-чувствительным рентгеновским детектором устанавливался второй образец мишени, представляющий собой бериллиевый кружок с нанесенным слоем металла (рис.7).

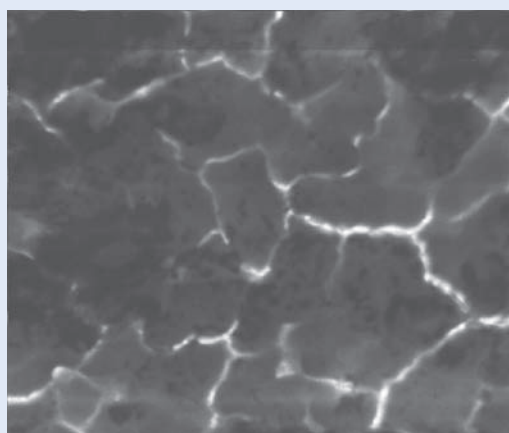
По растровому изображению мишени при ускоряющем напряжении 10 кВ (рис.8) получено разрешение 0,1–0,2 мкм.




**Рис.7** Изображение мишени в проекционном режиме при ее использовании в качестве объекта (25 кВ, снято на рентгеновскую пленку)

В проекционном режиме на рентгеновском детекторе авторской разработки со средними параметрами при увеличениях 2000–3000 крат было достигнуто разрешение 0,3 мкм.

В настоящее время проводится доработка микроскопа, цель которой – повышение разрешения до 10 нм, разработка призвана обеспечить возможность эффективной фокусировки электронного пучка при низких ускоряющих напряжениях. Проводится оптимизация конструкции мишени разборной трубки под работу с микро- или наноразмерными объектами.



**Рис.8** Растровое изображение поверхности мишени в прошедшем рентгеновском излучении (ускоряющее напряжение 10 кВ)

Отработка конструкции и режимов работы ПРМ затрудняется отсутствием тест-объектов на этот уровень разрешений. К тому же желательно вести работу на реальных типовых НСО. 

---

*Автор заинтересован в различных формах сотрудничества с исследователями наноматериалов и нанообъектов. Возможно проведение исследований конкретных объектов и разработка ПРМ под существующие задачи.*