

УДК 53.084.6

СОСТОЯНИЕ РАЗРАБОТКИ МИКРОСКОПА НА ДЛИНУ ВОЛНЫ 3.37 нм В ИФМ РАН

© 2019 г. И. В. Малышев^{1, *}, А. Е. Пестов¹, В. Н. Полковников¹,
Н. Н. Салашенко¹, М. Н. Торопов¹, Н. И. Чхало¹

¹Институт физики микроструктур, 603950 Нижний Новгород, Россия

*E-mail: ilya-malyshev@ipm.sci-nnov.ru

Поступила в редакцию 21.04.2018 г.

После доработки 21.04.2018 г.

Принята к публикации 29.04.2018 г.

Работа посвящена разработке микроскопа на длину волны 3.37 нм из “окна прозрачности воды”. В качестве изображающего объектива используется объектив Шварцшильда с многослойным покрытием. Микроскоп имеет расчетное разрешение до 13 нм и поле зрения 7.3–97.5 мкм в зависимости от увеличения. Малая глубина фокуса (± 37.5 нм) позволяет реализовать z -томографию образцов. Приводятся схема микроскопа, результат асферизации зеркала-коллектора и результаты измерения шероховатостей подложек для зеркал. Описываются трехточечный способ крепления зеркал и магнитный демпфер на токах Фуко. Делается оценка времени экспозиции.

Ключевые слова: мягкая рентгеновская микроскопия, окно прозрачности воды, асферическая оптика.

DOI: 10.1134/S0207352819010128

ВВЕДЕНИЕ

Для детального изучения клеток при решении современных биологических и медицинских задач требуется получить изображение их внутренней структуры с разрешением в десятки нанометров [1, 2]. Традиционная флуоресцентная микроскопия, работающая в видимом свете, не позволяет исследовать наноструктуру живых клеток с деталями менее 200–300 нм [3]. Электронная микроскопия обладает достаточным разрешением (порядка одного нанометра), но исследуемые образцы приходится высушивать и резать на пленки толщиной в сотни нанометров, т.е. данный метод является разрушающим и не может быть применен для изучения живых клеток. Атомно-силовая и сканирующая туннельная микроскопия позволяют изучать лишь поверхность образцов. В последние 20 лет активно развивается мягкая рентгеновская микроскопия в “окне прозрачности воды” на длинах волн 2.3–4.4 нм [4–6]. Достаточно высокое отличие в коэффициентах поглощения этих длин волн для углерода (основа белка) и воды позволяет видеть углеродосодержащие (белковые) структуры в живых образцах, а низкое рассеяние предоставляет возможность изучать образцы толщиной в единицы, десятки микрометров. При этом дифракционный предел разрешения в этом диапазоне длин волн составляет единицы нанометров на поле зрения примерно до 100 мкм.

Обычно мягкие рентгеновские микроскопы (МРМ) в качестве изображающей оптики используют зонные пластинки Френеля (ЗПФ) с глубиной фокуса (DOF) в единицы микрометров, сравнимой с толщиной исследуемых образцов, поэтому в таких микроскопах возможна только угловая томография [7–9]. Образец вращают на определенные углы и делают серию снимков. При этом лучшее разрешение изображений объемных образцов, полученное в работах [2, 8], составляет 100–200 нм, что чуть лучше разрешения микроскопов видимого света и значительно хуже дифракционного предела на длинах волн 2.3–4.4 нм. Дальнейшее улучшение разрешения связано с отсутствием возможности измерения aberrаций ФЗП и со сложностью угловой томографии. Во-первых, при поворотах образца возникает его децентровка и ошибка по углу. Даже с использованием математических инструментов выравнивания изображений угол поворота удается восстановить (в лучшем случае) с точностью $\pm 0.1^\circ$ [8]. Во-вторых, при повороте образца на большие углы его крайние точки (удаленные от оптической оси на 10–100 мкм) уходят из предметной плоскости объектива на расстояние больше глубины фокуса ЗПФ. Поэтому эти точки видны расфокусированными, а используемые программы обработки томографических изображений, первоначально предназначенные для сканирующих электронных микроскопов, работают в при-

Таблица 1. Параметры цифрового детектора

Числовая апертура объектива	$NA = 0.14$	$NA = 0.28$	$NA = 0.55$
Увеличение	1.96	4.23	20
Пространственное разрешение, мкм	3.3	1.01	0.58
Поле зрения на образце, мкм	74.5–97.5	34.5–45.1	7.3–9.5

ближении параллельных лучей и не учитывают расфокусировку. В-третьих, есть тепловой дрейф положения образца и предметной плоскости микроскопа из-за долгого накопления (1–60 минут) для каждого снимка [4, 5, 7–9]. В-четвертых, существующая методика учета aberrаций зонных пластин [10, 11], основанная на анализе изображения “звезды Сименса”, позволяет оценить лишь одномерную модуляционную передаточную функцию (МПФ), а для полной характеристики зонной пластинки нужна двумерная МПФ.

Данная работа посвящена разработке светосильного зеркального МРМ на основе многослойных зеркал нормального падения в ИФМ РАН. Глубина фокуса $DOF = \pm\lambda/NA^2 = \pm 0.61 \times 3.37 \text{ нм}/0.3^2 = \pm 37.5 \text{ нм}$ (k – параметр когерентности света, λ – длина волны, NA – числовая апертура объектива) гораздо меньше толщины изучаемых образцов в единицы–десятки микрон, поэтому в микроскопе может быть реализована z -томография образцов. При этом сдвиг образца по z осуществляется с помощью пьезокерамической подвижки с минимальным шагом 2 нм, контроль сдвига по z с точностью 1 нм – с помощью емкостного датчика. Для деконволюционной обработки z -томографической серии изображений образца используют свободно доступное программное обеспечение ImageJ. Deconvolution Lab2 [3], которое обычно применяется для обработки флуоресцентных изображений в видимом свете. Механизм формирования изображения в МР-диапазоне отличается от флуоресценции, появляется поглощение излучения в образце [12]. Для учета поглощения авторами сейчас разрабатывается программа обработки 3D-изображений после их деконволюции. Учет aberrаций микроскопа в нашем случае может быть сделан в полной мере, так как в отличие от зонных пластин, объектив работает не только в мягком рентгене, но и в видимом свете, и его aberrации могут быть измерены на интерферометре.

СХЕМА И ПРИНЦИП РАБОТЫ МИКРОСКОПА

Схема микроскопа с указанными основными габаритными размерами представлена на рис. 1. Лазерно-плазменный источник рентгеновского излучения (ЛПИ) состоит из неодимового (Nd:YAG) лазера, имеющего следующие параметры: длина волны $\lambda = 1064 \text{ нм}$, энергия в импульсе до

800 мДж, длительность 3–6 нс, и двухпотоковой импульсной газовой мишени, состоящей из струи углеродосодержащего газа и гелия (I на рис. 1). В качестве рабочей используется интенсивная узкая линия ($\lambda/\Delta\lambda > 500$) иона C^{+5} с длиной волны 3.37 нм [4]. Эллиптическое зеркало-коллектор собирает излучение ЛПИ на образце, формируя квазиравномерное пятно засветки в предметной области микроскопа (3). Покрытие коллектора – многослойное Cr/Sc зеркало, оптимизированное на отражение излучения с длиной волны $\lambda = 3.37 \text{ нм}$ с коэффициентом отражения на уровне 7–10% [13, 14]. Между источником и образцом, а также перед детектором устанавливаются фильтры (5): подавляющий длинноволновое излучение и пропускающий $\lambda = 3.37 \text{ нм}$ [15]. Кювета с образцом устанавливается на пьезокерамическую подвижку обеспечивающую 3D-томографию за счет перемещения вдоль оптической оси z . Увеличенное в 46 раз изображение образца строится двухзеркальным объективом Шварцшильда (4) на цифровом детекторе, разработанном авторами ранее в работе [16], который состоит из скинтиллятора YAG:Ce (6), преобразующего рентгеновское излучение в видимый свет и оптической системы, передающей изображение поверхности скинтиллятора с увеличением на ПЗС-камеру. За счет замены объектива Mitutoio Plan Apo оптическая система позволяет дискретно менять увеличение: $\times 1.96$, $\times 4.23$ и $\times 20$ (8). Поле зрения микроскопа определяется размером ПЗС-матрицы BMR-1400NM-U (6.708–8.772 мм), деленным на общее увеличение микроскопа ($\times 90$, $\times 194.5$, $\times 920$), и составляет от 7.3–9.5 до 74.5–97.5 мкм (табл. 1). В работе [16] было измерено пространственное разрешение и поле зрения детектора для всех объективов. Как видно из табл. 1, предельное разрешение составило 0.58 мкм с объективом $NA = 0.55$, поэтому ограничение на разрешение микроскопа, связанное с возможностями цифрового детектора, составляет $0.58 \text{ мкм}/46 = 12.6 \approx 13 \text{ нм}$ на поле зрения от 7.3–9.5 мкм. При этом размер пикселя в предметной плоскости равен $6.45 \text{ мкм}/920 = 7 \text{ нм}$.

ОПИСАНИЕ ЭЛЕМЕНТОВ МИКРОСКОПА

Коллектор. Зеркало-коллектор имеет форму эллипса. Первый фокус эллипса совпадает с центром газовой струи ЛПИ, второй фокус совпадает с центром образца. При изготовлении этого зер-

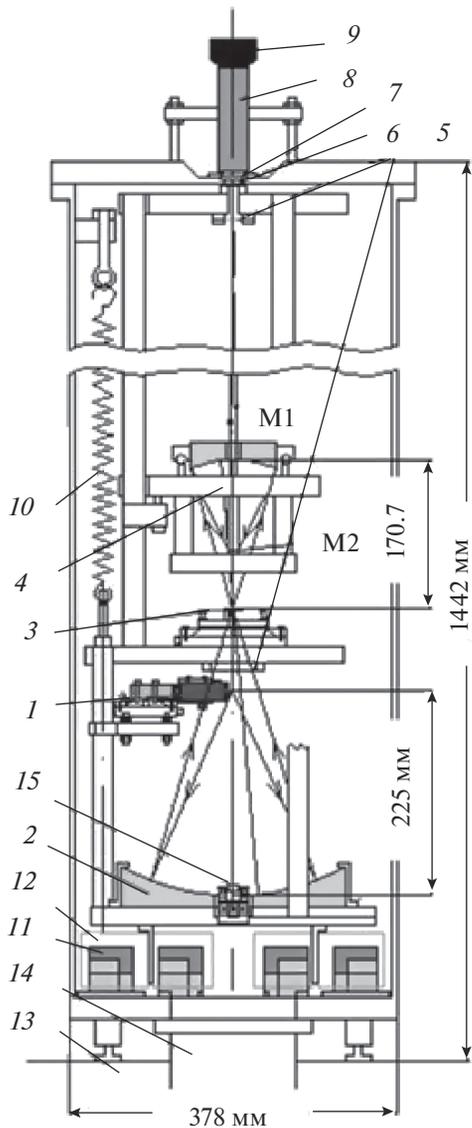


Рис. 1. Конструкция микроскопа: 1 – лазерно-плазменный источник, 2 – зеркало-коллектор, 3 – исследуемый образец на пьезокерамической подвижке и 5d-столике, 4 – двухзеркальный объектив Шварцшильда, 5 – фильтры для подавления длинноволнового излучения, 6 – сцинтиллятор, 7 – вакуумное окно, 8 – оптическая система, 9 – ПЗС-камера, 10 – пружинный подвес, 11 – магниты, 12 – медные пластины, 13 – виброизолирующий стол, 14 – патрубок к вакуумному насосу.

кала мы использовали развиваемый нами подход, заключающийся в асферизации исходно сферических подложек методом ионно-пучкового травления [17, 18]. Для данного коллектора была выбрана сферическая подложка с радиусом кривизны $R_{кр} = 273$ мм. Профиль асферизации (съем материала) для этой подложки имеет максимальный перепад высот $PV = 8$ мкм на $D = 220$ мм (рис. 2). Коэффициенты полиномов Цернике коллектора:

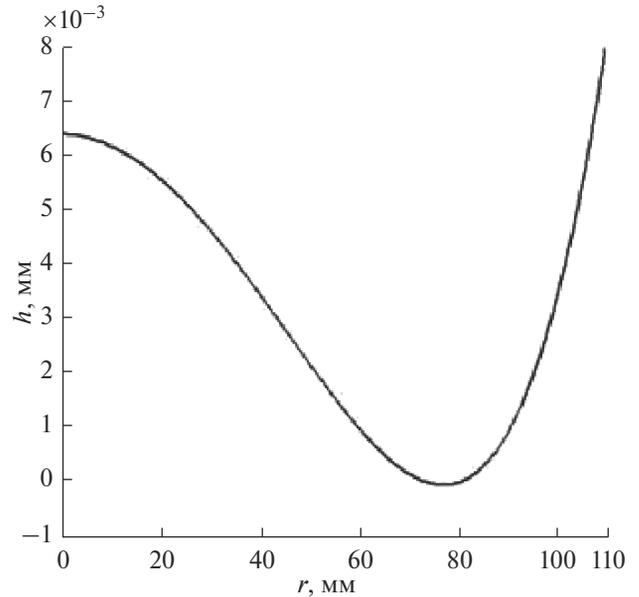


Рис. 2. Осесимметричный профиль съема материала для асферизации зеркала-коллектора.

$$\alpha_2 = -2.987 \times 10^{-6}, \alpha_4 = 2.3246 \times 10^{-10}, \alpha_6 = 4.3980 \times 10^{-15}.$$

Эллипсоид изображает каждую точку источника на образце в виде пятна фокусировки с размером 1–6 мкм на поле зрения до ± 100 мкм (рис. 3), поэтому позволяет эффективно собрать свет источника на образце.

Процедура изготовления коллектора заключалась в следующем. С учетом рассчитанного профиля съема материала и распределения тока пучка изготавливалась диафрагма, через которую на установке [19] осуществлялось травление. Далее по методике, предложенной в работе [20], с помощью интерферометра с дифракционной волной сравнения (ИДВС) [21] измерялся профиль отклонения поверхности подложки от идеального эллипсоида. Фотография, иллюстрирующая методику измерений, приведена на рис. 4. Волоконные источники сферической волны (ВИСВ) (I) устанавливались в анаберационные точки (фокусы эллипсоида), поэтому aberrации волнового фронта, отразившегося от коллектора, были связаны только с ошибкой его формы.

После первой процедуры коррекции были получены следующие статистические параметры отклонения формы поверхности от эллипсоида: RMS (root-mean-square) = 104 нм и $PV = 812$ нм. Дополнительно на этом же интерферометре было получено изображение квазиточечного ВИСВ (диаметр выходной апертуры 0.25 мкм). По сути – это функция рассеяния точки (ФРТ) получившегося эллипсоида (рис. 5). Иными словами, эллипсоид будет изображать каждую точку ЛПИ в виде

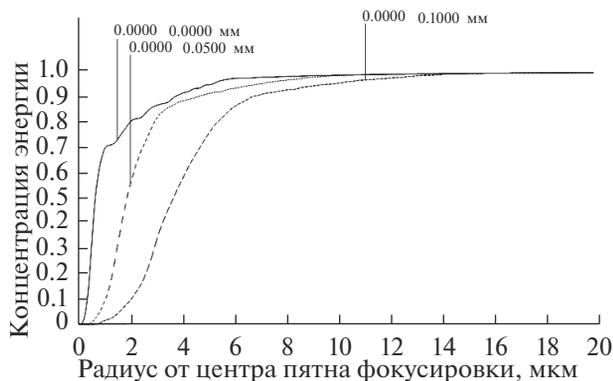


Рис. 3. Концентрация энергии в пятнах фокусировки на образце в зависимости от радиуса на нем в случае с идеальным эллипсоидом. Подписи на графиках (x, y) — координаты на образце.

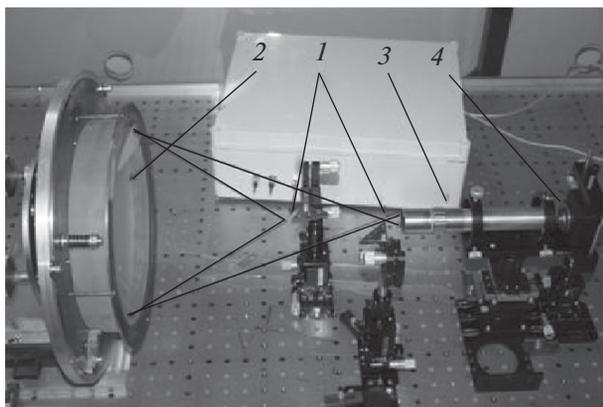


Рис. 4. Измерение формы эллипсоида и его ФРТ на интерферометре с дифракционной волной сравнения. 1 — ВИСВ, установленные в фокусы эллипсоида; 2 — измеряемый эллипсоид; 3 — наблюдательная система; 4 — ПЗС-камера.

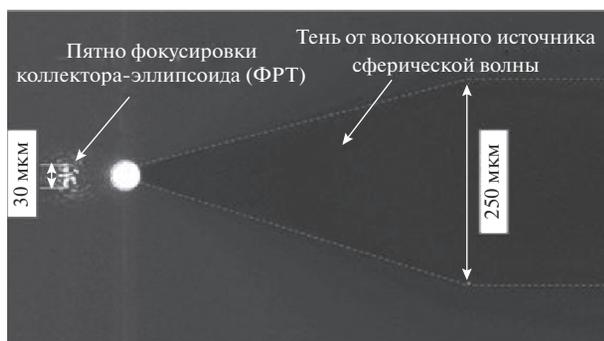


Рис. 5. Изображение пятна фокусировки коллектора, являющегося его ФРТ. Пунктиром обозначена тень от ВИСВ, задающая масштаб.

ФРТ на образце. В итоге получаем, что интенсивность подсветки образца является сверткой интенсивности ЛПИ (рис. 6, а) с измеренной ФРТ (рис. 6, б). Размер ФРТ, приблизительно равный 30 мкм, приводит к падению интенсивности в среднем на 10% на поле зрения $2r = 97.5$ мкм. Для уменьшения тени от ЛПИ (рис. 1, 1) увеличение эллипсоида было принято равным 1.5. Из-за увеличения интенсивность падает еще на 20% (рис. 6, в). Таким образом, коэффициент падения интенсивности из-за ошибки формы и коэффициента увеличения коллектора равен $T_{col1} = 0.5$ в среднем на образце на поле зрения 97.5 мкм. Этот коэффициент будет использован далее для оценки вычисления необходимого времени экспозиции.

В настоящее время начата работа по нанесению на поверхность коллектора многослойного Cr/Sc-покрытия, отражающего излучение с рабочей длиной волны 3.37 нм.

Объектив Шварцшильда ×46. Описание и основные характеристики. Ключевым элементом, определяющим пространственное разрешение микроскопа, является проекционный объектив. Была выбрана двухзеркальная схема Шварцшильда (ОШ) с одним асферическим зеркалом. Объектив рассчитывался в программе “Zemax” так, чтобы на поле зрения 10 мкм разрешались полосы шириной 13 нм (рис. 7а). При этом на ПЗС-матрице ширина полос составляет $13 \text{ нм} \times 920 \approx 12 \text{ мкм} \approx 2$ пикселя. А на поле зрения 100 мкм разрешаются полосы шириной 72 нм (рис. 7б). При этом на ПЗС-матрице ширина полос составляет $72 \text{ нм} \times 90 \approx 6.5 \text{ мкм} \approx 1$ пиксель. В табл. 2 приведены параметры ОШ (вогнутое зеркало М1 — асферическое, а выпуклое зеркало М2 — сферическое). По аналогии с коллектором асферизация зеркала, а также коррекция локальных ошибок формы будут производиться ионными пучками. Коэффициенты полиномов Цернике асферического зеркала М2: $\alpha_2 = -1.919 \times 10^{-6}$, $\alpha_4 = 7.3144 \times 10^{-10}$, $\alpha_6 = 3.9214 \times 10^{-14}$, $\alpha_8 = 1.7221 \times 10^{-18}$, $\alpha_{10} = -1.4635 \times 10^{-22}$.

Для того чтобы остаточные aberrации ОШ не ухудшали его разрешение, согласно критерию Марешала, должно выполняться условие:

$$RMS_{aber} \leq \lambda/14 = 3.37 \text{ нм}/14 \approx 0.24 \text{ нм}. \quad (1)$$

Такое требование реализовать на практике крайне сложно. Например, в работе [22] нам удалось скорректировать ошибки формы асферического зеркала до уровня $RMS = 0.8$ нм, поэтому мы ожидаем, что aberrации ОШ будут скорректированы до уровня $RMS = 1-2$ нм. Затем на основе измеренных остаточных aberrаций для ОШ и для цифрового детектора мы сгенерируем функцию рассеяния точки (ФРТ) для каждого из увеличений. Полученную ФРТ мы будем использовать при деконволюционной обработке изображений,

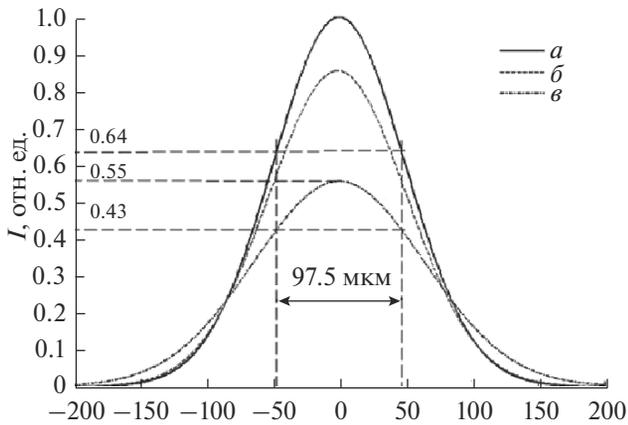


Рис. 6. Зависимость интенсивности подсветки образца от радиус-вектора на нем: *a* — моделируемая интенсивность ЛПИ, *b* — падение интенсивности подсветки образца из-за размера ФРТ, *в* — падение интенсивности подсветки образца из-за размера ФРТ и увеличения эллипсоида.

что позволит приблизиться к дифракционному ограничению на разрешение 13 нм.

Следующий важный вопрос — юстировка ОШ. Как показывают расчеты, центровка зеркал объектива относительно друг друга должна быть не хуже 0.2 мкм, тогда контраст 13 нм-полос упадет всего на 5%. В работах [1, 23] такая точность центровки реализовывалась с помощью дополнительных юстировочных каналов, основанных на отражении лучей от поверхностей зеркал и приходящих на дополнительную ПЗС-камеру. Наши расчеты показывают, что децентрировка зеркал на 0.2 мкм приводит к коме отраженного объективом волнового фронта с $RMS = 0.22$ нм и $PV = 1.24$ нм. Точность измерений на интерферометре ИДВС на уровне $RMS = 0.1$ нм позволяет увидеть абerra-

ции с такими параметрами, поэтому мы будем центровать зеркала объектива прямо в интерферометре.

На данный момент времени сферические заготовки для зеркал ОШ изготовлены и изучена их шероховатость. Измерение шероховатости производилось на стенде атомно-силового микроскопа, позволяющем изучать криволинейные поверхности [24]. Измерения проводились в широком диапазоне пространственных частот шероховатостей ($\nu = 0.05\text{--}65$ мкм⁻¹). На рис. 8а, 8б приведены спектральные плотности мощности шероховатостей подложек, измеренные в различных точках поверхности для подложек зеркал М1 и М2, соответственно. Меньший номер точки соответствует области в центре подложки и по мере удаления от центра этот номер растет. Как следует из приведенных графиков для выпуклой поверхности эффективная шероховатость σ_{eff} изменяется в довольно узких пределах (0.52–0.6 нм). Шероховатость вогнутой поверхности изменяется в более широких пределах. Для оптики дифракционного качества для мягкого рентгеновского диапазона требуется эффективная шероховатость на уровне $\sigma_{\text{eff}} = 0.2$ нм [24]. Для решения этой проблемы подложки будут полироваться ионным пучком до значений $\sigma_{\text{eff}} \approx 0.2$ нм [19, 24–26]. После ионной полировки подложки будут подвергнуты асферизации и коррекции локальных ошибок формы.

Крепление зеркал объектива. Коррекция аберраций объектива Шварцшильда производили путем коррекции формы верхнего зеркала М1 диаметром 100 мм. Коррекция и измерение ошибок формы является процессом многоэтапным. Зеркало М1 снимают и вставляют в объектив много раз. При этом оно должно всегда однозначно вставать в тоже положение. На рис. 9 приведена схема установки зеркала в металлическую оправу.

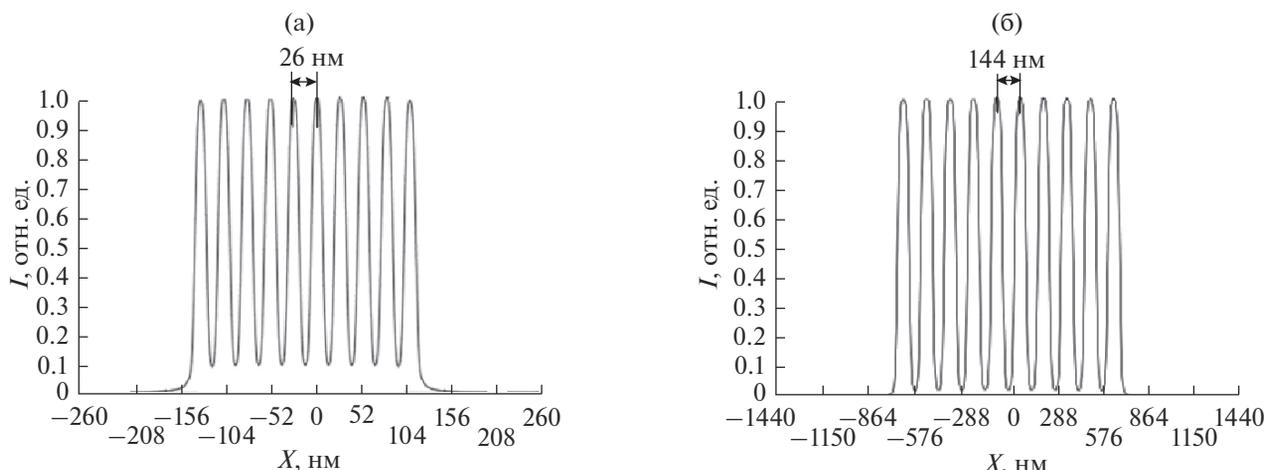


Рис. 7. Изображение полос объективом Шварцшильда: а — ширина полосы 13 нм (период полос 26 нм) на поле зрения 10 мкм, б — ширина полосы 72 нм (период полос 144 нм) на поле зрения 100 мкм.

Таблица 2. Параметры объектива Шварцшильда $\times 46$

	Расстояние до следующего элемента, мм	Радиус кривизны, мм	Диаметр, мм
Образец	170.703	∞	0.1
Зеркало М1	102.485	137	100
Зеркало М2	812.401	-24	10
Изображение на сцинтилляторе	—	∞	4.6

К зеркалу на эпоксидный клей “3m Scotch-Weld-DR 190” приклеиваются бобышки с шариками. Шарика устанавливаются на три площадки. Первый шарик всегда однозначно устанавливается в кольцо. Второй шарик опирается на две точки в треугольной призме, необязательно в ее центре из-за погрешности приклеивания бобышек к зеркалу. А третий шарик автоматически занимает неопределенное положение на плоской площадке. Такой способ, как показала практика, позволяет устанавливать зеркало всегда в одно положение с нанометровой точностью. После установки бобышки поджимаются через верхние шарика (рис. 10) пружинными прижимами с общей нагрузкой до 18 кгс. Все шарика и площадки сделаны из особо прочного материала (нитрида кремния) для того, чтобы они не деформировались под нагрузкой, и их деформации не передавались на зеркало.

Нижнее зеркало М2 клеивается в стакан на съемной оправе со спицами (рис. 10), который (по аналогии с рис. 9) устанавливается в объектив с использованием трех шариков и трех различных площадок.

Компенсаторы теплового расширения объектива. Для уменьшения теплового дрейфа расстояний

между зеркалами и предметной плоскостью объектива, металлические конструкции сделаны из инвара с низким коэффициентом температурного расширения $\text{ТКЛР} = 1.2 \times 10^{-6}(1/^\circ\text{C})$. Однако этого недостаточно для практики. При изменении температуры на 0.5° за время экспозиции расстояние между зеркалами изменится примерно на 100 нм, поэтому предметная плоскость сдвинется на 160 нм, что существенно больше глубины фокуса объектива, и изображение размывается. Для минимизации этого дрейфа в конструкции объектива предусмотрены компенсаторы теплового расширения объектива по вертикали. Принцип работы компенсаторов показан на рис. 10. Компенсатор состоит из внутреннего стакана (“а” на рис. 10), приваренного вверху к внешнему стакану (“б” на рис. 10), и подставки (“в” на рис. 10). Внутренний стакан из ковара с относительно высоким ТКЛР ($4.8 \times 10^{-6}(1/^\circ\text{C})$) расширяется вниз больше, чем внешний стакан и подставка, удлиняющиеся вверх. Разница компенсирует расширение корпуса.

Запишем уравнение компенсации теплового расширения частей объектива при увеличении температуры на 1°C :

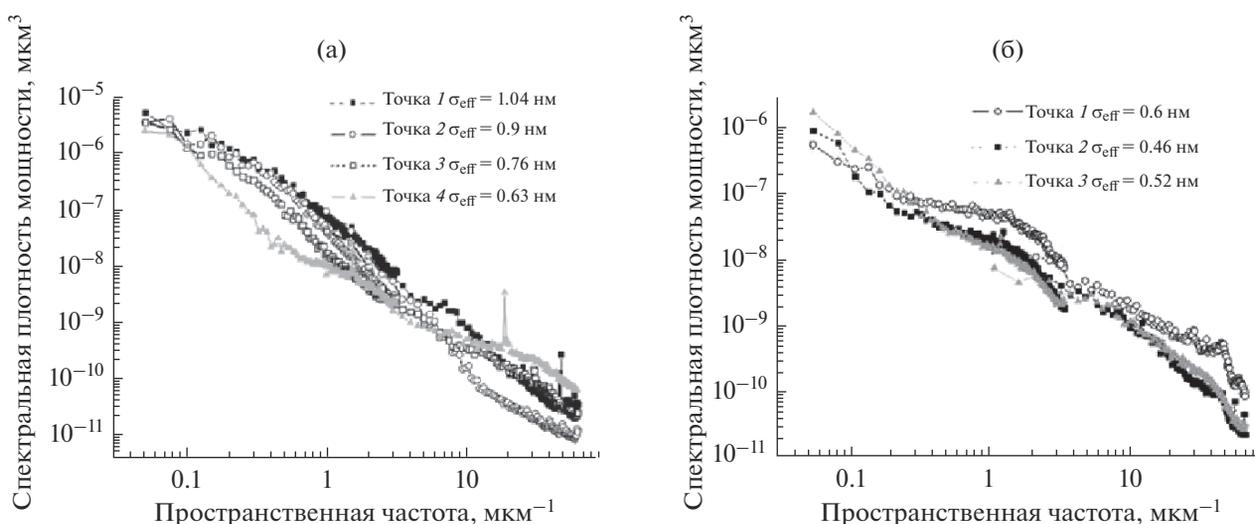


Рис. 8. Спектральная плотность мощности шероховатости, измеренная в разных точках подложек: а – подложка для зеркала М1; б – подложка для зеркала М2. Меньший номер точки соответствует области в центре подложки и по мере удаления от центра этот номер растет.

$$\begin{aligned}
 & (h_1 \times \alpha_{\text{kov}}) \times 10^{-3} \text{ (м)} = \\
 & = (h_3 \times \alpha_{\text{inv}} + 32\alpha_{\text{piezo}} + 2 \times 0.05\alpha_{\text{glue}} + \\
 & \quad + 12.1\alpha_{\text{Si}_3\text{N}_4} + 3.6\alpha_{\text{inv}} - 12.5\alpha_{\text{SiO}_2} + \\
 & + h_2 \times \alpha_{\text{inv}} + 45\alpha_{\text{inv}} + 6.9\alpha_{\text{Si}_3\text{N}_4} - 2\alpha_{\text{SiO}_2}) \times 10^{-3} \text{ (м)}.
 \end{aligned} \quad (1)$$

Подставим $\alpha_{\text{kov}} = 4.9 \times 10^{-6} (1/^\circ\text{C})$, $\alpha_{\text{inv}} = 1.2 \times 10^{-6} (1/^\circ\text{C})$, $\alpha_{\text{piezo}} = 2 \times 10^{-6} (1/^\circ\text{C})$ для ПКР-7М при $T \approx 300 \text{ К}$ [27], $\alpha_{\text{glue}} = 62 \times 10^{-6} (1/^\circ\text{C})$ [DP190], $\alpha_{\text{Si}_3\text{N}_4} = 3.4 \times 10^{-6} (1/^\circ\text{C})$, $\alpha_{\text{SiO}_2} = 0.55 \times 10^{-6} (1/^\circ\text{C})$. В результате получим

$$h_1 \times 4.8 = h_3 \times 1.2 + h_2 \times 1.2 + 185.1, \quad (1')$$

где h_i выражены уже в миллиметрах.

Расстояние между зеркалами М1 и М2 составляет $\approx 102.5 \text{ мм}$ (табл. 1), поэтому:

$$\begin{aligned}
 & -h_1 + h_3 + 32 + 2 \times 0.05 + 12.1 + \\
 & + 3.6 - 12.5 + h_2 + 45 + 6.9 - 2 = 102.5,
 \end{aligned} \quad (2)$$

$$-h_1 + h_3 + h_2 = 17.3. \quad (2')$$

Крепление зеркала (бобышки) не должны упираться в компенсатор, поэтому:

$$-h_1 + h_3 + 32 + 6 > 0. \quad (3)$$

Решение $h_1 = 57 \text{ мм}$, $h_2 = 55 \text{ мм}$, $h_3 = 19.3 \text{ мм}$ удовлетворяет (1'), (2'), (3).

ТКЛР выбранных прецизионных сплавов, согласно действующему ГОСТ 14080-78, имеет разброс в значениях. Для ковара 29 НК он равен $4.6 \times 10^{-6} - 5.2 \times 10^{-6}$ для температуры 20–400 $^\circ\text{C}$. Оценим погрешность расширения ковара при изменении температуры на 0.5 $^\circ\text{C}$ в этом случае:

$$\begin{aligned}
 \delta H_{\text{kov}} & = 0.5(^\circ\text{C}) \times h_1 \times 10^{-3} \text{ (м)} \times \delta(\alpha_{\text{kov}})(1/^\circ\text{C}) = \\
 & = 0.5(^\circ\text{C}) \times 57 \times 10^{-3} \text{ (м)} \times \\
 & \times (5.2 - 4.8) \times 10^{-6} (1/^\circ\text{C}) \approx 11.4 \text{ нм}.
 \end{aligned} \quad (4)$$

Для инвара 36 Н тоже есть разброс по отношению к табличному ТКЛР: $\leq 1.2 \times 10^{-6}$ ($\leq 1.5 \times 10^{-6}$) по ГОСТ 14080-78. Оценим погрешность расширения инвара при изменении температуры на 0.5 $^\circ\text{C}$ в этом случае:

$$\begin{aligned}
 \delta H_{\text{inv}} & = 0.5(^\circ\text{C}) \times (h_3 + h_2 + 45) \times \\
 & \times 10^{-3} \text{ (м)} \times \delta(\alpha_{\text{kov}})(1/^\circ\text{C}) = \\
 & = 0.5(^\circ\text{C}) \times 118.8 \times 10^{-3} \text{ (м)} \times \\
 & \times (1.5 - 1.2) \times 10^{-6} (1/^\circ\text{C}) \approx 17.8 \text{ нм},
 \end{aligned} \quad (5)$$

δH_{kov} и δH_{inv} меньше глубины фокуса объектива $\text{DOF} = \pm 23 \text{ нм}$, поэтому эффект погрешности ТКЛР на изображение незначительный. Таким образом, даже с учетом возможного разброса значений ТКЛР-материалов, компенсаторы почти на порядок уменьшают расстройку оптической схемы микроскопа из-за перепада температур.

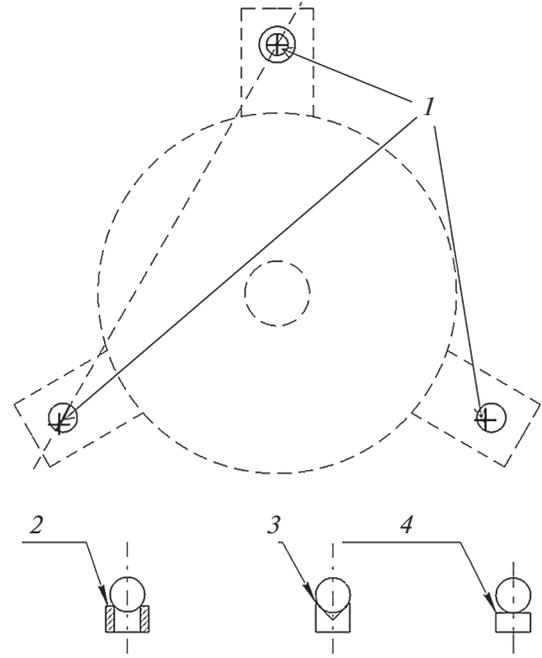


Рис. 9. Зеркало М1, установленное на три “точки”: Si_3N_4 – шарики (1), кольцо (2), треугольная призма (3) и плоская площадка (4).

СИСТЕМА ВИБРОЗАЩИТЫ

Качество изображений с микроскопа существенно зависит от механических колебаний оптической схемы. Так как глубина фокуса составляет десятки нанометров, то относительные колебания между элементами на нанометровом уровне могут существенно ухудшить разрешение. Для уменьшения вибраций в приборе предусмотрена трехступенчатая система подавления вибраций. Она включает оптический виброизолирующий на воздушной подушке стол от компании “Standa” [28], пружинный подвес и магнитный демпфер на токах Фуко. Такая трехступенчатая система обеспечивает подавление вибраций в среднем на шесть порядков на частотах 1–100 Гц и обычно используется в сканирующих туннельных микроскопах (СТМ) [29].

Подробнее остановимся на магнитном демпфере. Пружинный подвес эффективно гасит вибрации на частотах выше резонансной частоты, но на резонансной частоте их усиливает, поэтому нужен магнитный демпфер, который значительно увеличивает коэффициент затухания резонансных колебаний. В итоге резонансные колебания пружинного подвеса затухают не за десятки, а за единицы секунд [30]. На дно вакуумной камеры микроскопа устанавливаются магниты (11, рис. 1). В зазор между ними помещаются проводящие медные пластины (12, рис. 1), связанные с фермой микроскопа, подвешенной на пружины

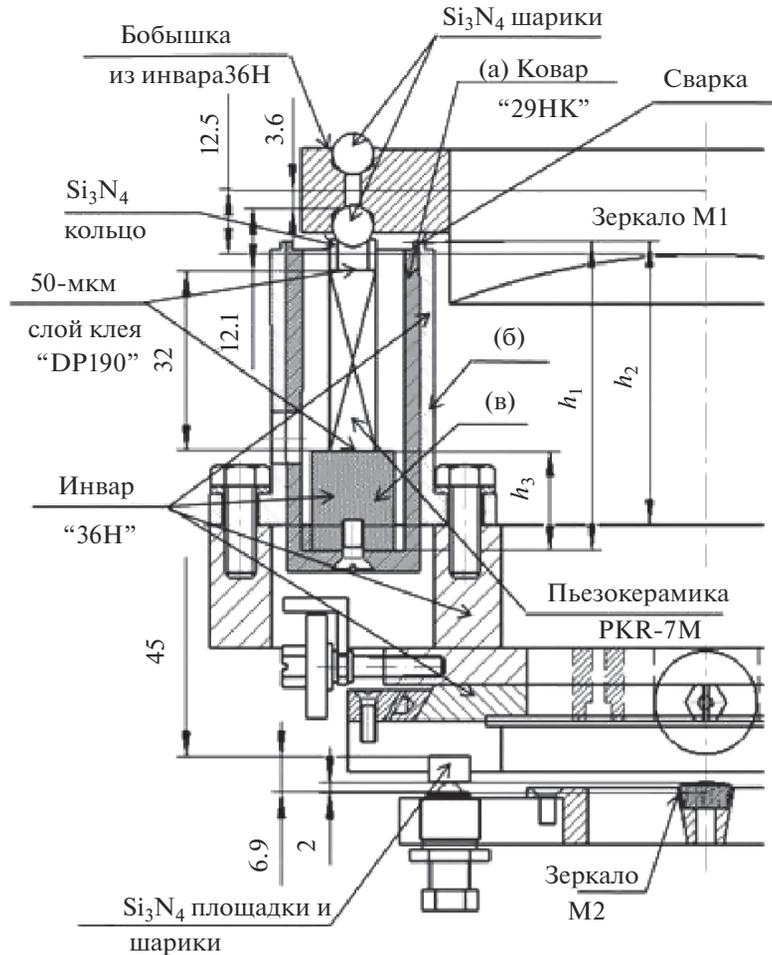


Рис. 10. Конструкция корпуса объектива Шварцшильда с расстояниями для расчета компенсаторов теплового расширения: а – внутренний стакан, б – внешний стакан, в – подставка.

(10, рис. 1). Магнитный демпфер работает следующим образом. При вертикальном смещении медных пластин относительно магнитов в пластинах возникают вихревые токи Фуко, рождающие магнитное поле, препятствующее изменению магнитного потока (рис. 11). На движущиеся электрические заряды, поток которых образует вихревой ток, действует сила Лоренца, направленная навстречу смещению медных пластин.

Амплитуда колебаний:

$$\ddot{x} + 2\zeta\omega_{\text{res}}\dot{x} + \omega_{\text{res}}^2x = 0. \quad (6)$$

$$\begin{aligned} x &= a(t) \times \exp(i\omega_{\text{res}}\sqrt{1-\zeta^2}t) = \\ &= \exp(-\omega_{\text{res}}\zeta t) \times \exp(i\omega_{\text{res}}\sqrt{1-\zeta^2}t), \end{aligned} \quad (6')$$

где ζ – коэффициент затухания, ω_{res} – частота резонансных колебаний пружинного подвеса и для разрабатываемого микроскопа равна:

$$\begin{aligned} \omega_{\text{res}} &= \sqrt{(k_{\text{sum}}/m)} = \sqrt{(3k/m)} = \\ &= \sqrt{(3 \times 231 \text{ (Н/м)} / 40 \text{ (кг)})} = 4.16 \text{ (рад/с)}, \quad (7) \\ \nu_{\text{res}} &= \omega_{\text{res}} / 2\pi = 0.66 \text{ (Гц)}, \end{aligned}$$

где k_{sum} – суммарный коэффициент жесткости пружинного подвеса, k – коэффициент жесткости каждой из трех пружин, m – масса подвешиваемой части микроскопа.

Коэффициент затухания в случае с магнитным демпфером, как показано в работах [29, 30], равен $\zeta = c/c_c$, где $c_c = 2m\omega_{\text{res}}$ (Н · с/м). В нашем случае, для $m = 40$ кг и $\omega_{\text{res}} = 4.16$ (рад/с) коэффициент $c_c = 333$. Коэффициент c определяется соотношением:

$$c = K \frac{\bar{B}^2 h A}{\rho} \frac{1}{2(1 + L/h)} N, \quad (8)$$

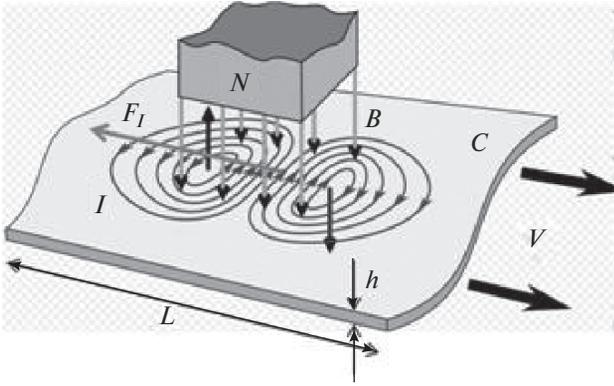


Рис. 11. Принцип работы магнитного демпфера на токах Фуко.

где K – фактор, учитывающий геометрию задачи и находящийся в интервале от 0.25 до 0.35, $\rho = 1.72 \times 10^{-8}$ (Ом · м) – удельное сопротивление медных пластин, $A = 30 \times 10^{-3} - 78 \times 10^{-3} = 2.34 \times 10^{-3}$ (м²) – площадь пластин, $L = 30 \times 10^{-3}$ (м) – размер пластин вдоль смещения по вертикали, $h = 4 \times 10^{-3}$ (м) – толщина пластин, $N = 48$ – число пластин. $\bar{B} = 0.265$ (Тл) – среднее магнитное поле на пластинах, которое было рассчитано в программе ELCUT (рис. 12). Пондеромоторные силы, выталкивающие магниты из поля B , варьировались в интервале от 1.5 до 3 кгс, поэтому такая система вполне реализуема.

Подставляя эти значения в (8), находим, что $c = 32.4$ (Н · с/м).

Тогда $\zeta = 32.4/333 \approx 0.1$, следовательно, используя (6'), получаем амплитуду резонансных колебаний черз 2.4 с:

$$a(t = 2.4c) = \exp(-4.16 \times 0.1 \times 2.4) = \exp^{-1}. \quad (9)$$

Таким образом, постоянная времени затухания резонансных колебаний на частоте 0.66 Гц составляет 2.4 с.

ОЦЕНКА ВРЕМЕНИ ЭКСПОЗИЦИИ

В связи с необходимостью снятия большого числа снимков (обычно, более 100) при томографии образцов важным параметром микроскопа является время получения каждого снимка. Время экспозиции в МРМ на зонных пластинках, использующих ЛПИ, составляет 1–60 мин. Оценим необходимое время экспозиции для разрабатываемого полно зеркального МРМ на длину волны 3.37 нм. Для этого оценим число фотонов “ n ”, приходящих на каждый пиксель ПЗС детектора за один лазерный импульс и дающих вклад в фототок:

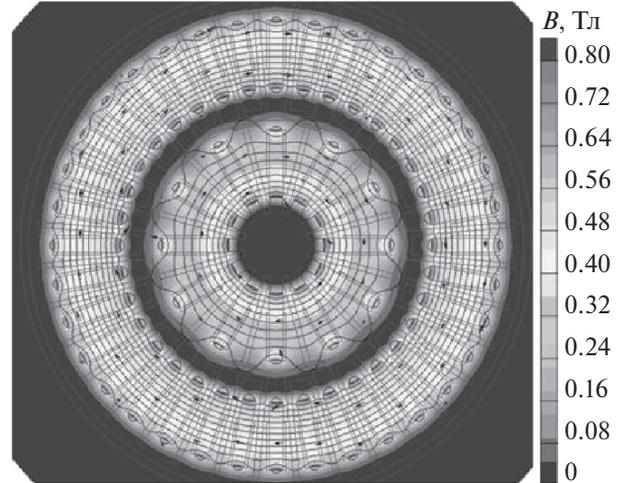


Рис. 12. Магнитное поле в зазорах между неодимовыми магнитами, расположенными на дне вакуумной камеры микроскопа.

$$n = E_S \times R_\Sigma \times \eta \times \Omega \times T_{\text{coll}} \times T_{\text{filter}} \times \eta_{\text{detector}} \times QE_{\text{CCD}} / (E_{\text{photon}} \times N_{\text{pixels}}), \quad (10)$$

где $E_S = 0.8$ (Дж) – энергия импульса используемого лазера EKSPLANL 303НТ-10; $R_\Sigma = 0.1^3$ – ожидаемый коэффициент отражения от трех многослойных Cr/Sc-покрытий на длине волны 3.37 нм; η – коэффициент конверсии на длине волны 3.37 нм, рассчитанный на основе данных из [4] по формуле:

$$\begin{aligned} \eta &= E_{3.37} / E_{\text{laser}} = \frac{(hc/\lambda) \times n_{\text{photons}}}{E_{\text{laser}}} \\ &= \frac{(6.62 \times 10^{-34} \times 3 \times 10^8 / 3.37 \times 10^{-9}) \times 10^{12}}{0.1} = \\ &= 6 \times 10^{-4} \text{ (1/ср} \cdot \text{ линия} \cdot \text{ импульс)}, \end{aligned} \quad (11)$$

$\Omega = 0.3$ (ср) – телесный угол коллектора; $T_{\text{coll}} = 0.5$ был определен в п. 3.1, $T_{\text{filter}} = 0.6$ – коэффициент пропускания 200 нм Cr/Sc-фильтра на $\lambda = 3.37$ нм [17]; $\eta_{\text{detector}} = 0.3, 1.4, 7.2$ для числовой апертуры используемых объективов $NA = 0.14, 0.28, 0.55$ соответственно – энергетическая эффективность цифрового детектора, измеренная в работе [18]; $QE_{\text{CCD}} = 0.7$ – квантовая эффективность ПЗС камеры BMR-1400НМ-Ув в видимом спектре,

$$E_{\text{photon}} = 5.9 \times 10^{-17} \text{ (Дж)} \quad (12)$$

– энергия одного фотона, $N_{\text{pixels}} = 2448 \times 2048 \approx 5 \times 10^6$ – число пикселей камеры. Подставив эти цифры в (10), получим: $n \approx 7.4$ (фотонов/линия · импульс · пиксель) для увеличения $\times 920$ на поле зрения 7.3×9.5 мкм.

В работе [8] изображения клеток были получены со временем экспозиции 60 с, при этом на

каждый пиксель ПЗС матрицы обратной засветки попало 1000 (фотонов/линия · пиксель) с $\lambda = 2.28$ нм (500 эВ), вклад в фототок дали только $1000 \times QE_{CCD} = 1000 \times 0.85 = 850$ фотонов, так как использовалась ПЗС обратной засветки фирмы “Princeton Instruments” [31]. В [4] изображение на $\lambda = 3.37$ нм было также получено при сборе 1000 (фотонов/линия · пиксель). Следовательно, время экспозиции МРМ можно оценить как $t_{\text{exp}}^{\times 920} = 850$ (фотонов)/(7.4 (фотонов/импульс) $\times 10$ (Гц)) ≈ 11.5 (с) для увеличения $\times 920$ на поле зрения 7.3–9.5 мкм;

$t_{\text{exp}}^{\times 194.5} = t_{\text{exp}}^{\times 920} \eta_{\text{detector}}^{\times 920} / \eta_{\text{detector}}^{\times 194.5} = 11.5$ (с) $\times 0.072/0.014 \approx 60$ (с) – для увеличения $\times 194.5$ на поле зрения 34.5–45.1 мкм;

$t_{\text{exp}}^{\times 90} = t_{\text{exp}}^{\times 920} \eta_{\text{detector}}^{\times 920} / \eta_{\text{detector}}^{\times 90} = 11.5$ (с) $\times 0.072/0.003 \approx 275$ (с) – для увеличения $\times 90$ на поле зрения 74.5–97.5 мкм.

Таким образом, для увеличения $\times 920$ время экспозиции составляет 11.5 с, что значительно меньше, чем в МРМ на ФЗП. Для увеличений $\times 194.5$ и $\times 90$ время экспозиции 60–275 с, что сравнимо со временем экспозиции в МРМ на ФЗП.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Работа посвящена разработке светосильного зеркального МРМ на основе многослойных зеркал нормального падения для длины волны $\lambda = 3.37$ нм из “окна прозрачности воды”. Из-за большой числовой апертуры ($NA_{\text{in}} = 0.3$) и малой глубины фокуса $= \pm 23$ нм в таком микроскопе возможна z -томография образца, которая с точки зрения реализации проще угловой томографии. Кроме того, имеется возможность учета остаточных aberrаций микроскопа в интерферометре, в отличие от МРМ на зонных пластинках. Микроскоп имеет двухступенчатое сменное увеличение: 90, 194.5 и 920 крат и поля зрения, соответственно, 74.5–97.5, 34.5–45.1, 7.3–9.5 мкм. Первая ступень – увеличение объективом Шварцшильда с многослойным отражающим покрытием из Cr/Sc. Рассчитана предельная разрешающая способность микроскопа в поперечной плоскости: от 13 до 72 нм в зависимости от поля зрения. Вторая ступень увеличения – цифровой детектор со сменными объективами разработан и описан в [16]. Сделана и аттестована асферическая подложка для коллектора. Остаточная ошибка формы уменьшает интенсивность подсветки образца всего на 10%. Рассчитано время экспозиции. Оно составило 11.5 секунд для увеличения $\times 920$ на поле зрения 7.3–9.5 мкм, которое в пять раз меньше времени экспозиции, достигнутого на микроскопах с зонными пластинками на аналогичных по-

лях зрения. Уменьшение времени экспозиции снижает влияние теплового дрейфа на качество изображения. Произведен расчет магнитного демпфера на токах Фуко, предназначенного для гашения колебаний на резонансной частоте пружинного подвеса, которые эффективно гасят колебания (в “с” раз за 2.4 с). Рассчитаны компенсаторы теплового расширения объектива вдоль оптической оси, позволяющие стабилизировать расстояние между зеркалами на уровне 10–20 нм, т.е. меньше глубины фокуса. Описано “трехточечное” крепление для верхнего зеркала М1, позволяющее прецизионно устанавливать его в объектив. Запуск микроскопа в работу планируется в конце 2019 г.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП “Физика и технология микро- и наноструктур” ИФМ РАН, в рамках выполнения государственного задания ИФМ РАН, тема № 0035-2014-0204, при поддержке Программ РАН I.1 “Физика конденсированных сред и материалы нового поколения”, I.1 “Экстремальные световые поля и их взаимодействие с веществом”, I.2 “Наноструктуры: физика, химия, биология, основы технологий” и грантов РФФИ: № 18-32-00149 мол_а, № 17-02-00640, № 16-07-00306 А, № 18-32-00671 мол_а.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Артюков И.А., Виноградов А.В., Бугаев Е.А. и др. // ЖЭТФ. 2009. Т. 136. № 5(11). С. 1009.*
2. *Hanssen E., Knoechel C., Dearnley M. et al. // Journal of Structural Biology. 2012. V. 177. P. 224.*
3. *Sage D., Donati L., Soulez F. et al. // Methods. 2017. V. 115. P. 28.*
4. *Berglund M., Rymell L., Peuker M. et al. // Journal of Microscopy. 2000. V. 197(3). P. 268*
5. *Legall H., Blobel G., Stiel H. et al. // Optics Express. 2012. V. 20(16). P. 18362.*
6. *Wachulak P., Torrisi A., Bartnik A. et al. // Proc. of SPIE. 2016. V. 10159. P. 101590W.*
7. *Dehlinger A., Blechschmidt A., Grotzsch D. et al. // Proc. of SPIE. 2015. V. 9589. P. 95890M.*
8. *Bertilson M., Hofsten O., Vogt U. et al. // Optics Express. 2009. V. 17(13). P. 11057.*
9. *Müller M., Mey T., Niemeyer J. et al. // Optics Express. 2014. V. 22(19). P. 23489.*
10. *Oton J., Sorzano C., Marabini R. et al. // Optics Express. 2015. V. 23(8). P. 9567.*
11. *Oton J., Pereiro E., Perez-Berna A. et al. // Biomed. Opt. Express. 2016. V. 7(12). P. 5092.*
12. *Oton J., Sorzano C., Pereiro E. et al. // Journal of Structural Biology. 2012. V. 178. P. 29.*
13. *Bogachev S.A., Chkhalo N.I., Kuzin S.V. et al. // Applied Optics. 2016. V. 55(9). P. 21262135.*

14. *Andreev S.S., Akhsakhalyan A.D., Bibishkin M.A. et al.* // Central European Journal of Physics. 2003. V. 1. P. 191.
15. *Kluev E.B., Lopatin A.Ya., Luchin V.I. et al.* // Quantum Electronics. 2013. V. 43(4). P. 388.
16. *Chkhalo N.I., Pestov A.E., Salashchenko N.N. et al.* // Review of Scientific Instruments. 2015. V. 86. P. 063701.
17. *Зорина М.В., Нефедов И.М., Пестов А.Е. и др.* // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2015. № 8. С. 9.
18. *Brychikhin M.N., Chkhalo N.I., Eikhorn Ya.O. et al.* // Applied Optics. 2016. V. 55(16). P. 4430.
19. *Chkhalo N.I., Kaskov I.A., Malyshev I.V. et al.* // Precision Engineering. 2017. V. 48. P. 338.
20. *Malyshev I.V., Chkhalo N.I., Akhsahalian A.D. et al.* // J. of Modern Optics. 2017. V. 64(4). P. 413.
21. *Chkhalo N.I., Klimov A.Y., Rogov V.V. et al.* // Rev. Sci. Instrum. 2008. V. 79. P. 033107.
22. *Chkhalo N.I., Malyshev I.V., Pestov A.E. et al.* // Applied Optics. 2016. V. 55(3). P. 619.
23. *Takeo E., Fumihiko I., Hiromichi M. et al.* // Optics Express. 2010. V. 18(7). P. 7203.
24. *Chkhalo N.I., Salashchenko N.N. and Zorina M.V. et al.* // Rev. Sci. Instrum. 2015. V. 86. P. 016102.
25. *Chkhalo N.I., Churin S.A., Pestov A.E. et al.* // Optics Express. 2014. V. 22(17). P. 20094.
26. *Chkhalo N.I., Churin S.A., Mikhaylenko M.S. et al.* // Applied Optics. 2016. V. 55(6). P. 1249.
27. *Каллаев С.Н., Омаров З.М., Мутаров П.Г., Садыков С.А. и др.* // Физика твердого тела. 2011. Т. 53(7). С. 1307.
28. http://www.standa.lt/products/catalog/optical_tables.
29. http://www.aspe.net/publications/Spring_2006/spr06abs/1876.pdf.
30. *Chikkamaranahalli S., Vallance R.R., Damazo B.N. et al.* // Proceedings of the Annual conference of the American Society for Precision Engineering (ASPE), Norfolk, VA, October 2005.
31. <https://www.princetoninstruments.com/products/SOPHIA-XO-xray-cameras>.

The State of Development of a Microscope at a Wavelength of 3.37 nm in the IPM RAS

I. V. Malyshev, A. E. Pestov, V. N. Polkovnikov, N. N. Salashchenko, M. N. Toropov, N. I. Chhalo

The work is devoted to the development of a microscope at a wavelength of 3.37 nm from the “water transparency window”. As an imaging lens, a Schwarzschild lens with a multilayer coating is used. The microscope has a resolution of up to 13 nm and a field of view of 7.3–97.5 μm , depending on the magnification. A shallow depth of focus (± 37.5 nm) allows z -tomography of the samples to be realized. The scheme of the microscope, the result of aspherization of the mirror-collector and the results of measuring the roughness of the substrates for mirrors are given. A three-point method of fixing mirrors and a magnetic damper on Foucault currents are described. An estimate of the exposure time is made.

Keywords: soft X-ray microscopy, water transparency window, aspheric optics.