

РАССЕЯНИЕ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ НА СТРУКТУРАХ С ПРОТЯЖЕННЫМИ НАНОРАЗМЕРНЫМИ КАНАЛАМИ

Ю.И. Дудчик¹⁾, Л.А. Власукова²⁾, Ф.Ф. Комаров¹⁾, О.Л. Войтик³⁾, К.И. Делендик³⁾,
А.А. Снигирев⁴⁾, И.И. Снигирева⁴⁾, М.В. Григорьев⁴⁾

¹⁾ НИИПФП им. А.Н. Севченко Белгосуниверситета, ул. Курчатова 7, 220064 Минск, Беларусь
Тел: +375 17 2785116; e-mail: dudchik@bsu.by

²⁾ Белгосуниверситет, пр. Ф. Скорины, 4, 220050 Минск, Беларусь; Тел: +375 17 2789027;
e-mail: vlasukova@bsu.by

³⁾ Институт электроники НАН Беларуси, Логойский тракт 22, 220090 Минск, Беларусь
Тел: +375 17 2815502; e-mail: delendik@inel.bas-net.by

⁴⁾ ESRF, BP 220, 38043 Grenoble, France; Tel: 33(0)476882627; e-mail: snigirev@esrf.fr

Показано, что пучок рентгеновских лучей микронных размеров уширяется в результате прохождения через пластину из оксида алюминия с наноразмерными протяженными порами, что может быть связано с явлением дифракции на системе периодически расположенных нано-отверстий.

Введение

Рентгеновские лучи, распространяясь в среде с микро- и нано-размерными неоднородностями, испытывают рассеяние и дифракцию. При этом угол, на который рассеивается излучение при дифракции, по порядку величины совпадает с λ/d , где λ - длина волны, d - размер неоднородности. Например, для рентгеновских лучей с энергией фотонов 8 кэВ (длина волны - 0.154 нм) этот угол равен 0.002 рад при размере неоднородности 50 нм. Современная техника регистрации пространственного распределения потока рентгеновских лучей позволяет зарегистрировать этот угол без особых затруднений. Как правило, для этих целей используются цифровые ПЗС-камеры: это могут быть камеры с прямой регистрацией рентгеновского излучения или камеры, которые регистрируют флуоресцентное излучение, возникающее в пластинке-сцинтилляторе. Анализируя пространственное распределение рассеянного на объекте излучения, можно получить информацию о структурных особенностях объекта на нано-уровне. Для того чтобы улучшить разрешающую способность метода малоуглового рассеяния, перспективным считается использование микропучков рентгеновского излучения. Такие микропучки могут быть сформированы с помощью многоэлементных преломляющих рентгеновских линз, впервые предложенных в работе [1] и реализованных на синхротроне ESRF.

Преломляющая линза для рентгеновских лучей состоит из большого числа двояковогнутых микролинз (100 и более), расположенных соосно. Линзы изготовлены из материалов, слабо поглощающих рентгеновское излучение, таких как бериллий, углерод, алюминий или полимер. Радиус кривизны поверхности отдельной микролинзы, как правило, равен 100-300 мкм. Указанные линзы могут быть изготовлены методом прессования или с использованием технологии LIGA.

В НИИПФП им. А.Н. Севченко БГУ разработана методика формирования многоэлементных двояковогнутых сферических микролинз из эпоксидной смолы внутри стеклянного капилляра [2]. Методика основана на том факте, что капля жидкости, размещенная внутри стеклянного капилляра, принимает форму двояковогнутой линзы. Раз-

работанные линзы с фокусным расстоянием около 10 см испытывались на синхротронах в Стенфордской лаборатории синхротронного излучения и на Advanced Photon Source (США) для фотонов с энергией 7-18 кэВ [3]. Было показано, что линзы пригодны для фокусировки рентгеновских лучей в пятно размером около 1 мкм.

В данной работе линза, изготовленная в НИИПФП им. А.Н. Севченко БГУ, использовалась для формирования микропучка рентгеновского излучения с энергией 18 кэВ на канале накопительного кольца синхротрона ESRF (Франция). Полученный микропучок был использован для наблюдения картины рассеяния рентгеновских лучей на образце из пористого оксида алюминия с наноразмерными протяженными порами.

Параметры рентгеновской линзы

Из оптики известно, что комплексный показатель преломления среды n для лучей рентгеновского диапазона можно выразить как:

$$n = 1 - \delta - i\beta, \quad (1)$$

где $1 - \delta$ и β - действительная и мнимая части, описывающие преломление и поглощение лучей в среде, соответственно. Поскольку действительная часть показателя преломления меньше, чем 1, то линза для рентгеновских лучей будет двояковогнутой, а фокусное расстояние f системы из N двояковогнутых линз, расположенных соосно, определяется следующим соотношением:

$$f = \frac{f_0}{N} = \frac{R}{2N\delta}, \quad (2)$$

где R - радиус кривизны линзы. Формула 2 справедлива для тонкой линзы. Для многоэлементной линзы толщиной t эта формула может быть уточнена, при этом проведенные расчеты показали, что значение фокусного расстояния увеличивается на 10-20 %, когда $t \approx f$.

Система сферических линз обладает сферическими aberrациями, которые можно охарактеризовать величиной r_s [3]. Смысл этого параметра r_s состоит в том, что рентгеновские лучи от удаленного источника, пересекающие линзу на расстоянии r_s от оси, фокусируются линзой в дифракционное пятно, определяемое апертурой линзы.

Преломляющая рентгеновская линза работает, как и линза для видимого излучения, и позволяет получать уменьшенные изображения источника излучения. Эта особенность линзы используется для получения микрофокусных пучков от синхротронных источников излучения. Для этих источников, как правило, область пространства, в которой формируется рентгеновский пучок, удалена от объекта исследования на расстояния, значительно превышающих фокусное расстояние линзы. Размер фокусного пятна S_f рентгеновской линзы можно определить, пользуясь следующими формулами,

$$\frac{1}{a} + \frac{1}{b} = \frac{1}{f} \quad (3)$$

$$S_f = S \frac{f}{a - f}, \quad (4)$$

где a - расстояние от источника излучения до линзы, b - расстояние от линзы до плоскости изображения, S - размер источника излучения.

Для исследований была изготовлена преломляющая линза, состоящая из 114 сферических микролинз из эпоксидного клея с радиусом кривизны 100 мкм. Линза изготовлена методом последовательного формирования пузырьков воздуха в стеклянном капилляре предварительно заполненным эпоксидным клеем, как это описано в [2,4]. Требуемый радиус кривизны отдельной микролинзы достигался исходя из ранее установленного факта [4], что радиус кривизны линзы с достаточной степенью точности совпадает с радиусом канала капилляра.

Рассчитанное фокусное расстояние линзы для фотонов с энергией 18 кэВ равно 58,7 см, параболическая апертура линзы $2r_s = 71$ мкм, пропускание - 0,7.

Методика эксперимента

Рентгенооптические параметры 114-элементной линзы были исследованы на синхротроне ESRF (Франция).

Рентгеновские лучи от синхротронного источника монохроматизировались с помощью двухкристального монохроматора и направлялись через линзу на рентгеновскую камеру. Размер источника излучения в горизонтальном направлении равен 80 мкм, в вертикальном направлении - 250 мкм. Линза располагалась на расстоянии 55 м от источника. Чтобы уменьшить сферические aberrации линзы, перед линзой в ряде случаев устанавливалась диафрагма размером 30 мкм X 30 мкм.

Рентгеновская камера, которая использовалась для исследований, представляет собой цифровую 12-битовую CCD-камеру SencicamQE формата 1376 X 1040 пикселей. Перед камерой установлена пластинка из сцинтиллятора и объектив Olympus UPLAPO x 10 для передачи изображения со сцинтиллятора на камеру. В качестве сцинтиллятора использована пластина LAG:Eu толщиной 9,9 мкм с пиком излучения на длине волны 595 нм.

С целью определения фокусного расстояния линзы с помощью рентгеновской камеры были получены фотографии профиля поперечного сечения пучка рентгеновского излучения на различных расстояниях от линзы. Энергия фотонов равнялась 18 кэВ. Расстояние изменялось от 49 см до 71 см с шагом 2 см. Экспозиция при фотографировании составляла 1-10 с. Полученные фотографии обрабатывались с помощью компьютера. В результате этой обработки определялся размер пучка. Минимальный размер пучка был получен на расстоянии 57,5 см. Это расстояние принималось за фокусное расстояние. Расчет фокусного расстояния, проведенный по формуле 2 приводит к результату $f = 58,7$ см, который близок к теоретическому. Изображение фокусного пятна рентгеновской линзы приведено на рисунке 1.

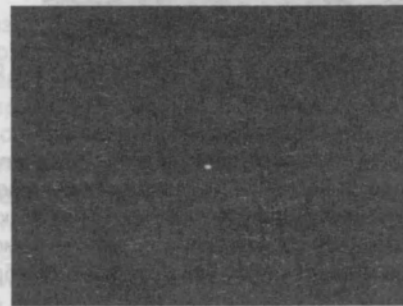


Рис. 1. Изображение фокусного пятна рентгеновской линзы для фотонов с энергией 18 кэВ

Изображение фокусного пятна было обработано с помощью программного пакета ImageJ. На основании этих данных было установлено, что ширина пучка (FWHM) в вертикальном направлении составляет 2,7 мкм, а ширина пучка (FWHM) в горизонтальном направлении составляет 3,9 мкм. Таким образом, с помощью рентгеновской линзы был сформирован рентгеновский пучок с размером фокусного пятна, равным 2,7 мкм на 3,9 мкм, фокусное расстояние линзы - 57,5 см.

Полученный микропучок рентгеновского излучения был использован для получения картины рассеяния рентгеновских лучей на пластинке из пористого оксида алюминия, которая была изготовлена в Институт электроники НАН Беларуси методом анодного травления. SEM-фотография пластинки показана на рисунке 2.

Толщина пластинки - 70 мкм Диаметр пор в пластинке ~ 40 нм, плотность пор $\sim 1,2 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$. Поры проходят через пластинку насквозь, что было подтверждено полученной SEM-фотографией обратной стороны пластины. Особенностью этой структуры состоит в том, что она характеризуется большим отношением длины канала к его размеру (1700), что позволяет предположить, что рентгеновские лучи с энергией фотонов 5-7 кэВ могут распространяться в пластине в волноводном режиме. Это планируется обсудить в отдельной публикации.

Картина дифракции рентгеновских лучей на данном объекте зависит от длины волны излучения и характера расположения пор. В случае упорядоченного расположения пор пластинка из пористого алюминия представляет собой дифрак-

ционную решетку, при этом картина рассеяния рентгеновских лучей характеризуется наличием максимумов, положение которых определяется с использованием уравнения Вульфа-Брэгга.

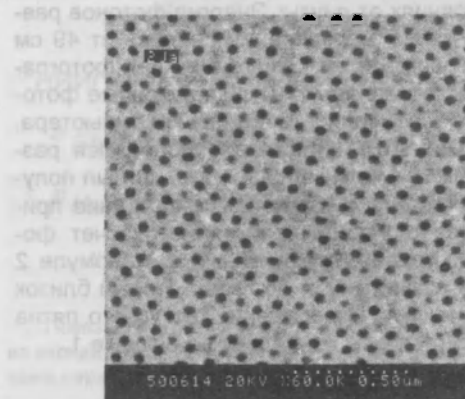


Рис. 2. SEM-изображение поверхности пластины оксида алюминия

Методика проведения исследований по рассеянию рентгеновских лучей в пластине из пористого оксида алюминия состояла в следующем. Рентгеновские лучи с энергией фотонов 18 кэВ от синхротрона ESRF фокусировались с помощью преломляющей рентгеновской линзы. Изображение фокусного пятна линзы записывалось с помощью CCD-камеры (см. рис.1), расположенной в фокальной плоскости. Для получения картины дифракции, пластинка из пористого оксида алюминия располагалась за рентгеновской линзой. С помощью рентгеновской камеры повторно регистрировалось пространственное распределение рентгеновских лучей в фокальной плоскости линзы. Полученная картина рассеяния при различных экспозициях приведена на рис. 3. Из рис. 3 видно, что наблюдается значительное уширение исходного пучка (рис.1) в результате прохождения через пластину. При длительной экспозиции в картине наблюдаются особенности, характерные для случая дифракции на периодической структуре, а именно – две пересекающиеся под прямым углом полосы, которые, возможно, являются размытой системой точек.

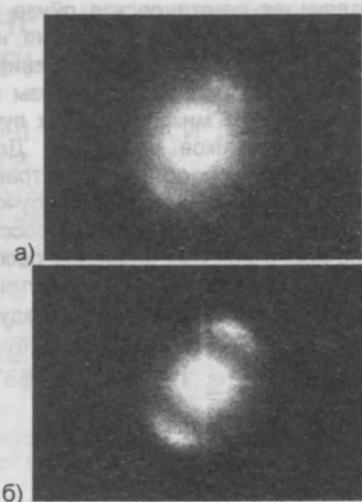


Рис. 3. Картина рассеяния рентгеновских лучей пластинкой из пористого оксида алюминия при различных значениях экспозиции. а) экспозиция 10 с, б) экспозиция 120 с

Заключение

Проведенные исследования показали, коллимированный рентгеновский пучок уширяется при прохождении через пластину из пористого оксида алюминия с нанопорами, что может быть связано с явлением дифракции на системе периодически расположенных отверстий.

Работа выполнена при поддержке БРФФИ, проект Ф06MC-011.

Список литературы

1. A. Snigirev, V. Kohn, I. Snigireva and B. Lengeler // Nature (London). - 1996. - Vol. 384. - P.49.
2. Yu.I. Dudchik, N.N. Kolchevsky // Nucl.Instr.Meth.-1999.- Vol. A 421. -P.361.
3. Yu.I. Dudchik, N.N. Kolchevsky, F.F. Komarov, M.A. Piestrup, J.T. Cremer, C.K. Gary, R.H. Pantell // Rev.Sci.Instr.-2004.-Vol. 75.-P. 4651.
4. Yu.I. Dudchik, N.N. Kolchevsky // Advances in X-Ray Optics: Proc. SPIE. – 2001. – Vol. 4145. – P. 235.

X-RAY SCATTERING AT STRUCTURES WITH EXTENDED NANO-CHANNELS

Yury Dudchik¹⁾, Ludmila Vlasukova²⁾, Fadei Komarov¹⁾, Olga Voitik³⁾, Kirill Delendik³⁾, Anatoly Snigirev⁴⁾, Irina Snigireva⁴⁾, Maksim Grigoriev⁴⁾

¹⁾Institute of Applied Physics Problems of Belarus State University, Kurchatov st.7, 220064 Minsk, Belarus
Tel +375 17 2785116; e-mail: dudchik@bsu.by

²⁾Belarus State University, F. Scorina av.4, 220050 Minsk, Belarus Tel +375 17 2789027;
e-mail: vlasukova@bsu.by

³⁾Institute of Electronics NAN of Belarus, Logoisky tract 7, 220090 Minsk, Belarus
Tel +375 17 2815502; e-mail: delendik@inel.bas-net.by

⁴⁾ESRF, BP 220, 38043 Grenoble, France; Tel 33(0)476882627; e-mail: snigirev@esrf.fr

It is shown that micron- sized X-ray beam being passed through porous aluminum oxide plate with extended nanochannels is broadened. It may be explained as diffraction at a system of ordered nano-holes.