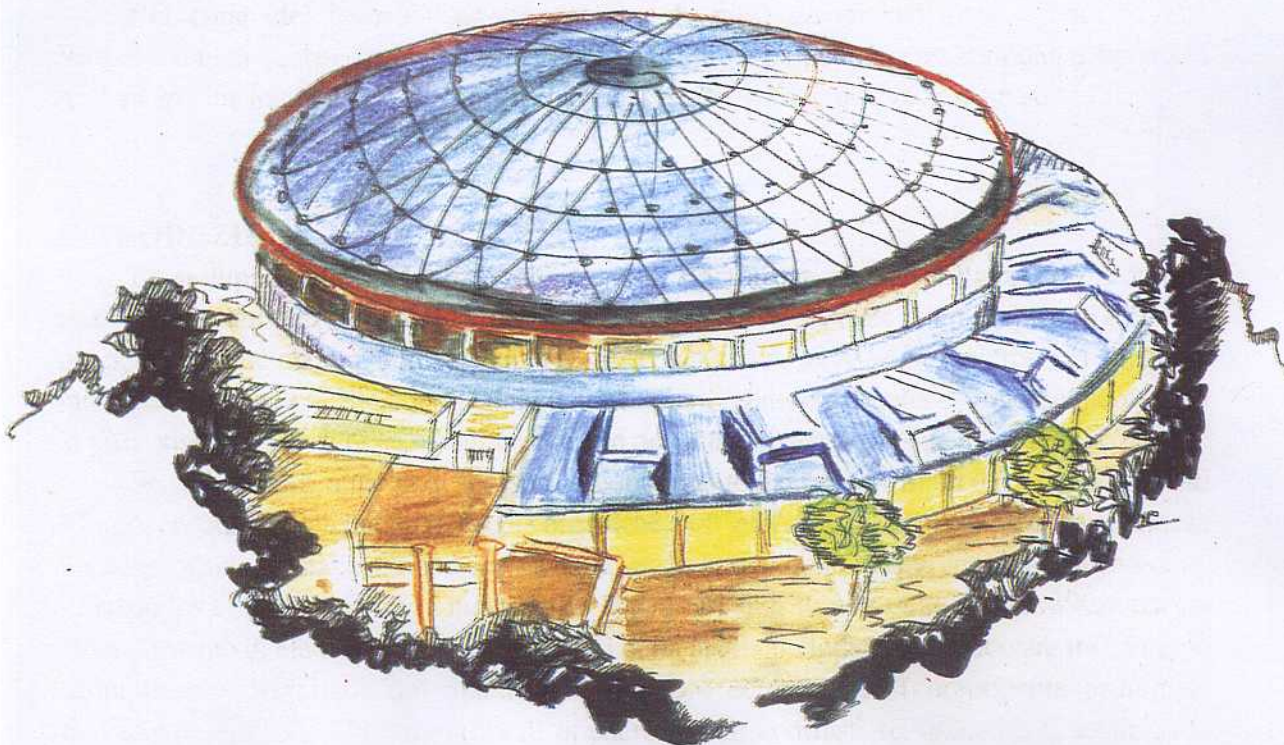


Laboratori Nazionali di Frascati

LNF-93/026 (IR)
26 Maggio 1993

A. Balerna, E. Bernieri, R. Rinzivillo:

**MICROX : REALIZZAZIONE DI UN MICROSCOPIO A RAGGI X
A SCANSIONE**



Servizio Documentazione
dei Laboratori Nazionali di Frascati
P.O. Box, 13 - 00044 Frascati (Italy)

MICROX : REALIZZAZIONE DI UN MICROSCOPIO A RAGGI X A SCANSIONE

A. Balema, E. Bernieri

INFN – Laboratori Nazionali di Frascati, V. Enrico Fermi, 40– 00044 Frascati

R. Rinzivillo

Dip. di Scienze Fisiche, Università di Napoli – INFN, Sezione di Napoli, Mostra d'Oltremare
Pad.20 – 80125 Napoli

RIASSUNTO

In questo lavoro vengono illustrati i risultati ottenuti dall'esperimento MICROX.

L'esperimento si proponeva la realizzazione di un microscopio a raggi X a scansione utilizzando la radiazione di sincrotrone prodotta nel wiggler dell'acceleratore di elettroni, Adone, dei LNF ed è stato portato a compimento fino alla produzione del micro-spot di raggi X, necessario alla scansione del campione.

Nel corso del lavoro vengono discusse le motivazioni che hanno condotto alla realizzazione di questo strumento, descritte le parti principali che lo costituiscono e riportati i risultati sperimentali relativi alle dimensioni ed al flusso del micro-spot di raggi X.

INTRODUZIONE

Lo sviluppo delle sorgenti di radiazione di sincrotrone ad alta brillantezza ed i progressi tecnologici relativi ai metodi di lavorazione e fabbricazione su scala microscopica di elementi ottici, hanno dato un nuovo impulso alla microscopia con raggi X^(1,2,3). I microscopi a raggi X molli permettono di ottenere immagini con risoluzioni migliori di quelle dei microscopi ottici ed in più consentono di studiare campioni che non devono essere otticamente trasparenti.

Se si considera, a parità di spessore, l'assorbimento dei raggi X molli da parte di elementi leggeri, costituenti tipici delle molecole organiche, nell'intervallo di lunghezze d'onda compreso tra 2nm e 4nm – ossia la regione che va dalla soglia K del ossigeno alla soglia K del carbonio, la cosiddetta 'water window', mostrata in Fig. 1– si può notare una grande differenza tra l'assorbimento di elementi anche molto vicini nella tavola periodica, in particolare tra carbonio (componente principale del materiale biologico) ed ossigeno (componente principale dell'acqua). Ciò offre la possibilità di ottenere grandi contrasti semplicemente cambiando

l'energia dei fotoni incidenti e di conseguenza notevoli applicazioni di questo tipo di strumenti, soprattutto nel campo dei materiali biologici^(4,5).

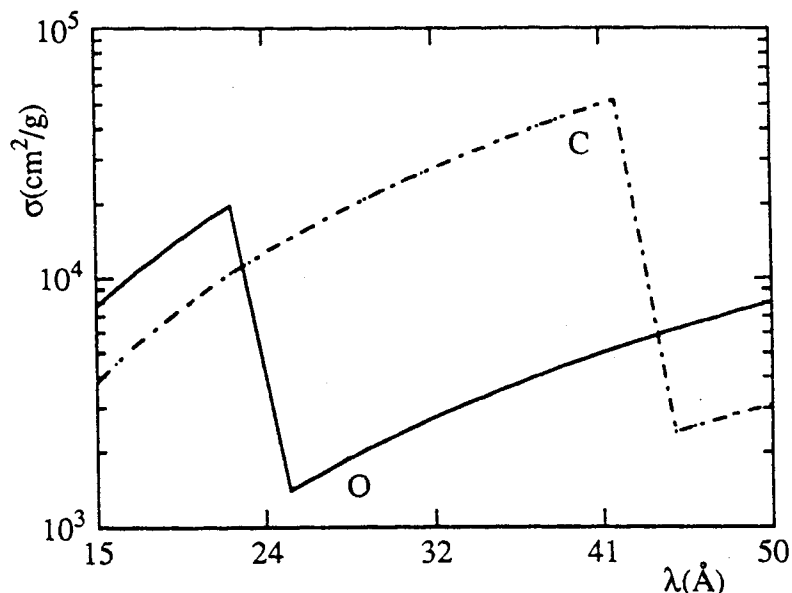


FIG. 1 - 'Water window'.

Esistono anche alcuni vantaggi di questo tipo di microscopia rispetto a quella elettronica, legati al fatto che la sezione d'urto di assorbimento dei raggi X è molto più piccola di quella dello scattering di elettroni, per cui non solo possono essere esaminati campioni alquanto spessi (~10 μ m), ma essi non devono nè essere tenuti sotto vuoto nè opportunamente trattati (disidratazione) anzi possono essere studiati *in vivo*. D'altro canto la risoluzione ottenibile con i microscopi elettronici è sicuramente migliore di quella di un microscopio a raggi X e quindi questi due tipi di strumenti sono reciprocamente complementari in quanto le rispettive informazioni possono permettere una più completa caratterizzazione dei campioni studiati.

L'interesse applicativo di questo tipo di strumenti e la disponibilità di una intensa sorgente di luce di sincrotrone, ci hanno indotti alla richiesta di un finanziamento al gruppo V dell'INFN per la realizzazione di un microscopio a raggi X.

I risultati di tale progetto, denominato MICROX - finanziato dal 1989 al 1992 - sono riportati in questo lavoro.

SCELTA DEL TIPO DI MICROSCOPIA

Ci sono fondamentalmente due tipi di microscopia con raggi X⁽⁴⁾, una in cui vengono utilizzati elementi ottici nella produzione delle immagini e l'altra in cui questo non avviene.

In questo secondo caso si può parlare più specificamente di microradiografia, consistente nell'ottenere immagini facendo passare i raggi X attraverso un campione posto in diretto contatto con un rivelatore (in genere un polimero sensibile ai raggi X: 'X-ray resist') e poi osservando con microscopi ottici e/o elettronici l'immagine impressionata sul rivelatore.

Nell'ambito della microscopia basata su elementi ottici, ci sono due strumenti che possono più propriamente essere chiamati microscopi a raggi X dal momento che entrambi si basano sulla focalizzazione del fascio di radiazione.

Nel primo, noto come 'Imaging X-ray Microscope' (IXM), le ottiche focalizzanti danno origine ad una immagine dell'intero campione, ingrandita alcune centinaia di volte, che viene

registrata da un rivelatore di modesta risoluzione (pellicola fotografica o rivelatore elettronico) (Fig. 2). Uno strumento di questo tipo offre il vantaggio che l'intero campione viene illuminato e riprodotto con una sola esposizione. È così possibile ottenere immagini molto rapidamente, cosa che permette di evitare gli effetti di defocalizzazione dovuti ai movimenti del campione e nello stesso tempo di fare studi dinamici.

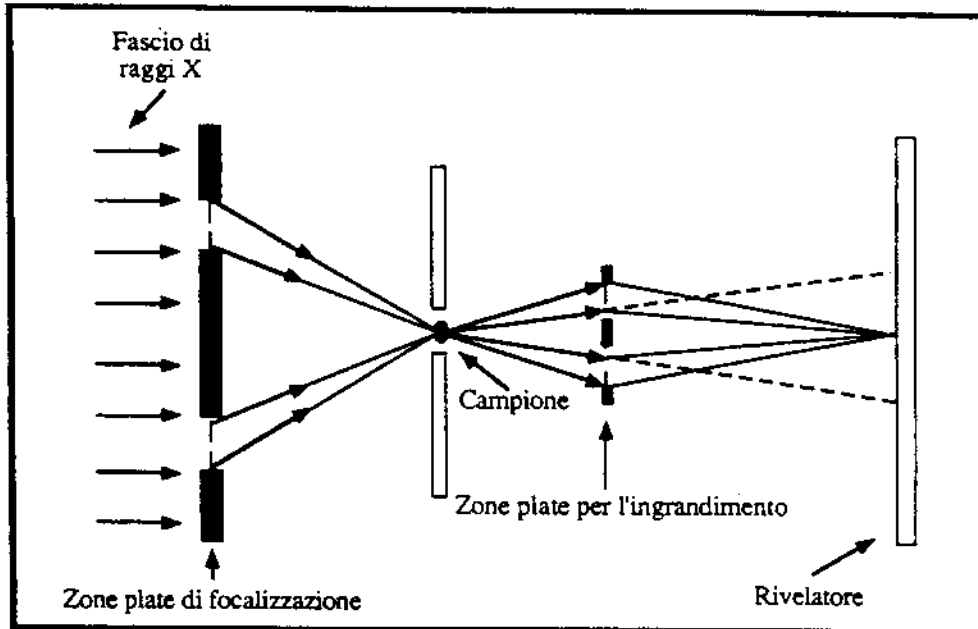


FIG. 2 - IXM: Imaging X-ray Microscope.

Nel secondo tipo di strumento, noto come 'Scanning Transmission X-ray Microscope' (STXM), il processo ha inizio con la focalizzazione del fascio X e la sua riduzione ad un minuscolo spot la cui dimensione determina la risoluzione del microscopio stesso. Con il micro-spot di raggi X si compie una scansione del campione che si muove da sinistra a destra e dall'alto in basso e l'immagine globale viene ottenuta registrando i vari pixel (Fig. 3).

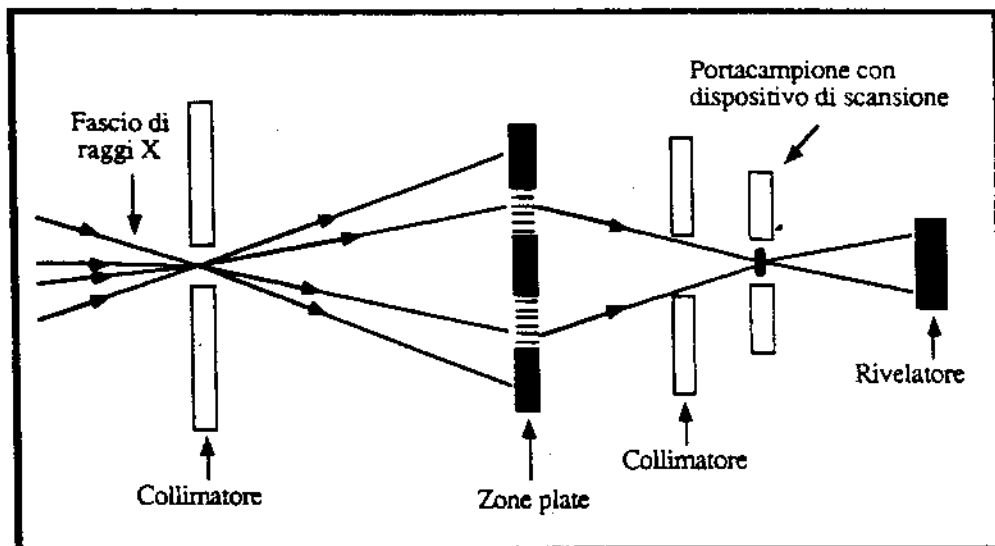


FIG. 3 - STXM : Scanning Transmission X-ray Microscope.

Per quanto possa apparire lento e laborioso, il metodo a scansione presenta notevoli vantaggi. Si presta infatti facilmente alla registrazione delle immagini guidata dal calcolatore e all'analisi chimica pixel per pixel; consente di lasciare comodamente il campione in aria, mentre il fascio di raggi X compie quasi tutto il proprio cammino sotto vuoto; si basa su di un sistema ottico centrato, riducendo pertanto al minimo le aberrazioni; infine, consente di diminuire i livelli di dose ceduta al campione rispetto a quelli dell'IXM.

Soprattutto la relativa semplicità del sistema ottico e la possibilità di lavorare con il campione in aria, hanno orientato le nostre preferenze verso quest'ultimo tipo di strumento.

IL PROGETTO MICROX

Un microscopio a scansione utilizzando la radiazione di sincrotrone può essere schematicamente suddiviso in tre parti:

- la sorgente e la linea di trasporto del fascio
- il sistema di focalizzazione
- il sistema di scansione;

è inoltre necessario disporre di un opportuno sistema di rivelazione.

Due sono attualmente i sistemi di focalizzazione usati in questo tipo di strumento. Il primo utilizza come elemento di focalizzazione una 'lente' per raggi X costituita da un reticolo circolare a zone di Fresnel - Zone Plate (ZP) (Fig. 4) -, il secondo si basa su di un sistema ottico ad incidenza normale che costituisce un obiettivo alla Schwarzschild⁽⁶⁾.

Il primo sistema è di uso più semplice, crea meno problemi di allineamento ed è quello che a tutt'oggi ha fornito i migliori risultati sperimentali^(7,8,9). Per questi motivi lo abbiamo scelto per il nostro microscopio.

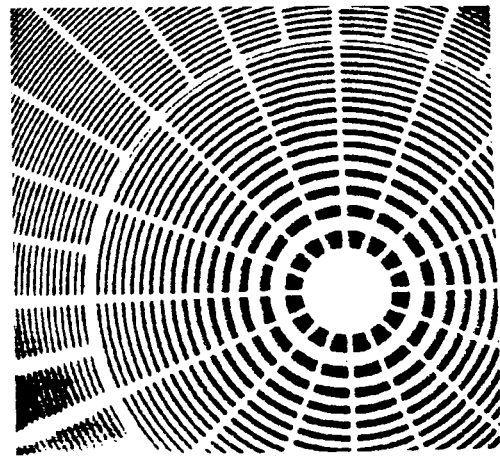


FIG. 4 - Particolare di una Zone plate di 1000 μ m di diametro (x100).

Una ZP necessita di radiazione parzialmente monocromatica per il suo funzionamento, abbiamo pertanto dovuto progettare e realizzare un opportuno monocromatore, operante nella regione spettrale di interesse. In questo senso abbiamo operato una scelta diversa rispetto a quella fatta da altri gruppi sperimentali, che utilizzano monocromatori a reticolo ad incidenza radente, ed abbiamo optato per un monocromatore a multilayer, che unisce il vantaggio di una maggiore semplicità geometrica a quello di un buon compromesso tra riflettività e bandapassante.

Dal punto di vista dell'intensità incidente sul campione il parametro più rilevante è la potenza coerente inviata sulla ZP, proporzionale alla brillantezza della sorgente, pertanto, in linea di principio, la sorgente ideale per questo tipo di sistema è costituita da un onduttore installato su di una macchina a bassa emittanza.

La nostra sorgente in tal senso non è ideale, essendo costituita da un wiggler installato su di una macchina di emittanza non particolarmente bassa. Tuttavia il flusso relativamente elevato proveniente dalla 'famiglia' di sorgenti del wiggler e la grande distanza tra sorgente ed apparato hanno consentito di ottenere valori ancora accettabili di potenza coerente.

Per il sistema di scansione del campione ci siamo uniformati alla scelta 'classica' – e, per quanto ci risulta, attualmente senza alternative – di un sistema di movimentazione piezoelettrico.

Infine, per quanto riguarda il sistema di rivelazione, ci siamo orientati verso un dispositivo a stato solido, basandoci sui promettenti risultati ottenuti in tal senso presso il microscopio a raggi X installato a Daresbury⁽¹⁰⁾.

Ovviamente, nella realizzazione ed installazione dello strumento abbiamo dovuto tenere conto delle particolari condizioni sperimentali in cui ci trovavamo a lavorare. In particolare è stato necessario installare al termine della linea, un sistema di centraggio del fascio per tener conto degli spostamenti dello stesso, causati dalle diverse energie di lavoro dell'acceleratore (1.2 GeV e 1.5 GeV). Inoltre, poichè sulla stessa linea, serialmente al nostro apparato, è installato un sistema per esperimenti di litografia a raggi X, è stato necessario progettare il microscopio in maniera da poterlo rimuovere agevolmente dal fascio senza perdite di allineamento e si è dovuto installare un sistema di 'by-pass' che consentisse di eliminare – o inserire – dal fascio una finestra di Berillio, necessaria negli esperimenti di litografia, senza pregiudicare le condizioni di vuoto lungo la linea.

LA SORGENTE E LA LINEA

I raggi X utilizzati dal nostro strumento sono quelli prodotti dal wiggler di Adone e raccolti dalla linea BX2L⁽¹¹⁾ del laboratorio PWA dei LNF. Due parametri rilevanti per l'esperimento sono le dimensioni orizzontale e verticale del pacchetto di elettroni, che nel wiggler sono rispettivamente: $\sigma_x = 1.83$ mm, $\sigma_z = 0.087$ mm (nell'ipotesi del 10% di accoppiamento)⁽¹²⁾. Un altro parametro rilevante è la distanza tra la sorgente e l'apparato (in particolare la ZP) che è di circa 35m. Lungo la linea BX2L è installato uno specchio in oro ad incidenza radente (1.5° di angolo d'incidenza) che elimina tutta la componente di alta energia della radiazione prodotta nel wiggler, lasciando passare la radiazione con lunghezza d'onda maggiore di 0.4 nm.

IL MONOCROMATORE

Il monocromatore da noi progettato e realizzato è basato sulla riflessione da parte di due multilayer. Un multilayer è essenzialmente un cristallo artificiale, generalmente realizzato con tecniche di sputtering^(13,14,15), costituito da una successione ordinata di strati composti alternatamente da materiali con grande e piccolo indice di rifrazione. Il suo funzionamento^(16,17,18) è basato sulla riflessione della radiazione incidente che avviene all'interfaccia tra i due materiali e sull'interferenza costruttiva che ha luogo quando molte di queste interfacce vengono sovrapposte con una opportuna spaziatura. Agendo sulla scelta della coppia di materiali e sullo spessore degli strati è possibile costruire dei veri e propri cristalli artificiali, che funzionano come elementi monocromatori anche in regioni spettrali dove non esistono cristalli naturali con l'opportuno parametro reticolare. Inoltre, svariati risultati sperimentali^(19,20) hanno dimostrato che i multilayer, operanti nella regione dei raggi X molli,

risultano nel tempo molto meno danneggiati dalla radiazione rispetto ai cristalli organici utilizzabili negli stessi intervalli spettrali.

Nel nostro caso abbiamo usato multilayer di W/Si (realizzati dalla OVONICS, Michigan, USA), costituiti da 200 coppie di strati, con parametro reticolare d - spaziatura tra due strati con lo stesso indice di rifrazione - pari a 25.3\AA , depositati su di un substrato di silicio. Per ottenere la riflessione solo degli ordini dispari - e minimizzare così il contributo degli ordini superiori - abbiamo inoltre richiesto che $d_w = d_{Si} = d/2$. La riflettività teorica del nostro sistema, alla lunghezza d'onda di 2 nm è dell'ordine del 2% e la bandapassante ($\lambda/\Delta\lambda$) è dell'ordine di 80.

Il nostro monocromatore utilizza la riflessione da parte dei due multilayer in configurazione parallela. Per quanto una doppia riflessione comporti una diminuzione dell'intensità, rispetto alla riflessione singola, ha il vantaggio, accoppiata ad un opportuno sistema di regolazione della distanza tra le due facce riflettenti, di produrre un fascio di uscita fisso in direzione ed in quota in tutto l'intervallo spettrale di lavoro, minimizzando i già critici problemi di allineamento del successivo sistema ottico. Inoltre, un sistema di 'tilt', installato su di uno dei due cristalli, consente non solo l'allineamento tra le facce, ma anche la possibilità di restringere la banda passante naturale dei multilayer e di eliminare un eventuale contributo di ordini superiori.

Il sistema di movimentazione dei multilayer, che ovviamente include una rotazione goniometrica per la variazione dell'angolo d'incidenza e quindi della lunghezza d'onda selezionata, è mostrato in Fig. 5.

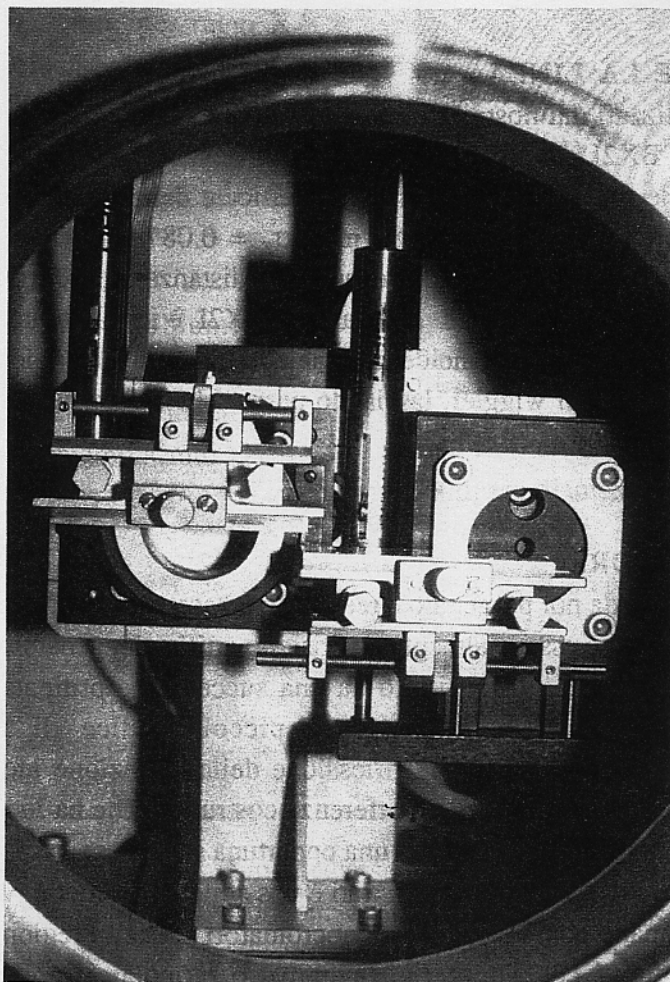


FIG. 5 - Interno del monocromatore a doppio 'multilayer'.

Il monocromatore include un sistema di fenditure in ingresso ed un monitor fluorescente per la visualizzazione del fascio in uscita. Il tutto è contenuto in una camera da vuoto in cui è possibile ottenere una pressione minima di 2×10^{-5} mbar – valore limite imposto dal degasamento dei micromovimenti di posizionamento dei multilayer –.

Il sistema da vuoto installato sul monocromatore è stato scelto con lo scopo di ottenere un rapido 'duty cycle' di svuotamento, di minimizzare le vibrazioni e di avere a che fare con un sistema il più possibile 'pulito', al fine di evitare il danneggiamento delle superfici riflettenti dovuto al 'cracking' di idrocarburi prodotti dallo stesso sistema da vuoto. Per questo è stata scelta una pompa turbomolecolare a sospensione magnetica da 400 l/s il cui sistema di pre-vuoto è costituito da una pompa a membrana ed una molecolare.

Sui multilayer sono state eseguite delle misure preliminari con un tubo a raggi X al fine di stimare sperimentalmente la riflettività, la banda passante e l'effettiva assenza degli ordini pari. Le misure, effettuate alla lunghezza d'onda di 1.54 \AA risultano in buon accordo con i valori teorici stimati per la stessa lunghezza d'onda.

Allo scopo di effettuare una taratura in energia del monocromatore si sono eseguite delle misure di assorbimento su di un campione di alluminio.

All'uscita del monocromatore è installata una speciale finestra – fornitaci dal King's College di Londra – che separa l'ambiente sotto vuoto da quello a pressione atmosferica in cui si trova il resto dell'apparato. Essa è costituita da una membrana di Si_3N_4 ⁽²¹⁾, con un'area di 4 mm^2 ed uno spessore di 100 nm , che consente il passaggio della radiazione con una trasmissione di circa il 70% (Fig. 6) nell'intervallo spettrale di lavoro. La finestra è collegata al monocromatore mediante un soffiato dotato di movimento (X,Y,Z), per il centraggio della stessa.

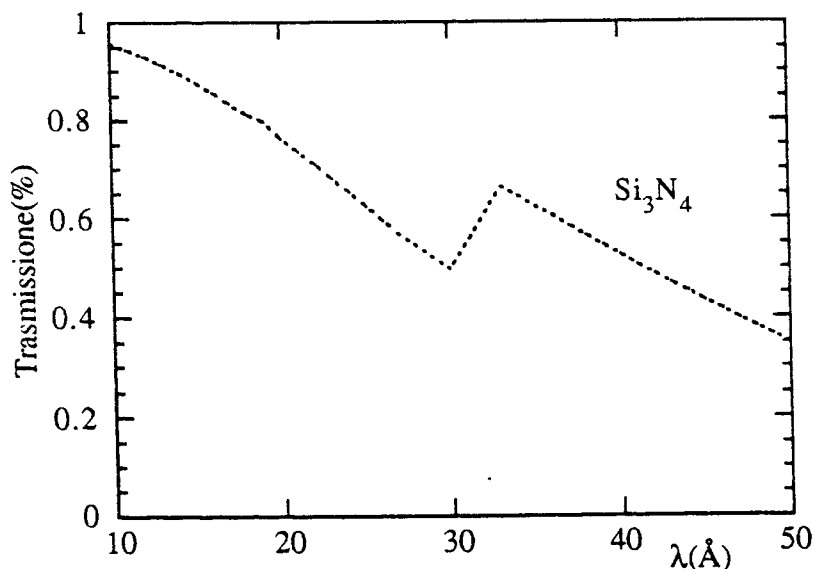


FIG. 6 – Trasmissione della finestra di Si_3N_4 da 100 nm .

IL SISTEMA DI FOCALIZZAZIONE

La focalizzazione del fascio di raggi X è ottenuta mediante una ZP. Essa è costituita da una successione di anelli concentrici (zone) di materiali alternatamente trasparenti e non, alla radiazione. La spaziatura tra gli anelli (δ_N) diminuisce all'aumentare della distanza dal centro secondo la relazione:

$$\delta_N = r_N / 2N \quad (1)$$

in cui r_N è il raggio della N-ma zona, in maniera da generare una struttura simile a quella riportata schematicamente in Fig. 7.

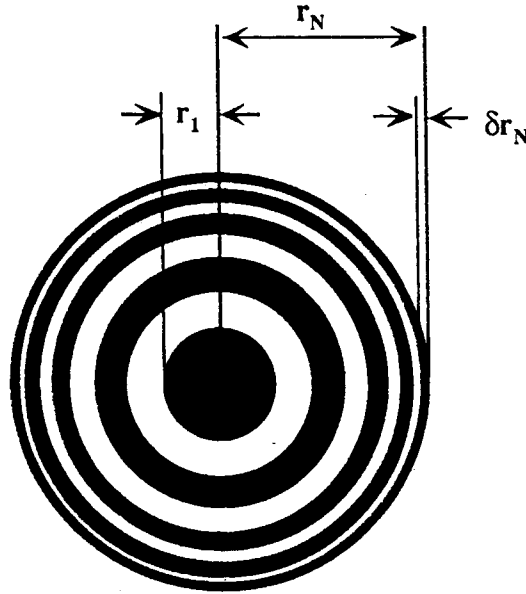


FIG. 7 - Schematizzazione di una Zone plate.

Una ZP è in grado di produrre un numero infinito di ordini di diffrazione, con la proprietà che un fascio incidente di raggi X paralleli, viene focalizzato sull'asse ottico ad una distanza f data dalla relazione:

$$f = (r^2 - r_1^2) / (m \cdot N \cdot \lambda) \quad (2)$$

dove m è l'ordine di diffrazione, r è il raggio della ZP, r_1 quello della prima zona, N il numero delle zone e λ è la lunghezza d'onda della radiazione incidente.

In pratica, fissato un ordine di diffrazione, per N sufficientemente elevato (≥ 100) una ZP si comporta per i raggi X come una lente sottile per il visibile, ed è pertanto in grado di rimpicciolire (o ingrandire) un'immagine, che nel nostro caso è la sorgente di radiazione

Se la sorgente di radiazione monocromatica è 'diffraction limited' cioè soddisfa la relazione:

$$d \Theta_{ZP} \approx \lambda \quad (3)$$

dove d è la dimensione della sorgente e Θ_{ZP} è l'angolo sotteso dalla ZP, allora la sorgente stessa viene vista come un punto e lo spot prodotto dalla ZP è un pattern di Airy⁽²⁾ la cui larghezza a metà altezza è data da:

$$\delta(\text{FWHM}) = 1.22 \delta_N/m. \quad (4)$$

in cui δ_N è lo spessore dell'ultima zona. Per ottenere, quindi, in condizioni diffraction limited, immagini ad alta risoluzione sono necessarie ZP con zone esterne molto piccole.

Tutte le considerazioni precedenti valgono in caso di radiazione monocromatica. Tuttavia esiste una condizione di tolleranza sulla bandapassante della radiazione incidente all'interno della quale gli effetti dovuti all'aberrazione cromatica non degradano la risoluzione data dalla (4).

La condizione di tolleranza è data dall'espressione:

$$\lambda/\Delta\lambda \geq r_N/2\delta_N \quad (5)$$

L'efficienza (ϵ) della ZP – ossia il rapporto tra il flusso centrato nella posizione focale ed il flusso totale (I_0) incidente su di essa – è data da:

$$\epsilon = I_m / I_0 = (1/m\pi)^2 \quad m = +1, +3, \dots \quad (6)$$

dove m rappresenta l'ordine di diffrazione e I_m le intensità diffratte ai vari ordini. Il primo di questi ordini chiaramente contiene la maggiore intensità, valutabile intorno al 10%, ed è quello che viene generalmente utilizzato. Di fatto l'efficienza reale è generalmente inferiore ed a causa di difetti nella realizzazione delle ZP e di altri effetti, in genere non supera il 3%.

Per eliminare il contributo dell'ordine zero – ordine non diffratto –, che è circa il 50% di I_0 nella zona di focalizzazione, le ZP vengono costruite con una ostruzione centrale di materiale assorbente ('central stop'), il cui diametro può andare dal 10% al 50% del diametro totale della ZP. Gli ordini di diffrazione superiori al primo vengono eliminati mediante un collimatore o 'pinhole' di pulizia posto tra la ZP ed il fuoco (Fig. 8).

Sono state ottenute ZP con spessori dell'ultima zona inferiori al decimo di micron^(22,23) e questo era inizialmente il valore di riferimento per la risoluzione ottenibile con il nostro strumento. In pratica le ZP attualmente disponibili in commercio ed utilizzabili per i nostri scopi hanno uno spessore dell'ultima zona maggiore di questo valore. In particolare noi abbiamo usato una ZP autosupportata in oro (acquistata dalla Heidenhain GmbH, Traunreut, Austria) con le seguenti caratteristiche: 0.5 μm di spessore, 110 μm di diametro, blocco centrale di 6.63 μm di raggio, costituita da 68 zone di cui l'ultima ha una larghezza di 0.4 μm . Affinchè la condizione di monocromaticità (5) sia soddisfatta per la nostra ZP, è necessario che $\lambda/\Delta\lambda$ sia dell'ordine di 100, un valore leggermente maggiore di quello fornito dal nostro monocromatore – ciò comporta un piccolo contributo di aberrazione cromatica, come discusso in dettaglio nel paragrafo relativo ai risultati sperimentali –. Inoltre la nostra ZP sottende un angolo di circa 3.1×10^{-3} mrad rispetto alla sorgente e, date le dimensioni di quest'ultima la (3) è rispettata solo in verticale se non si introducono opportuni collimatori tra la sorgente e la ZP.

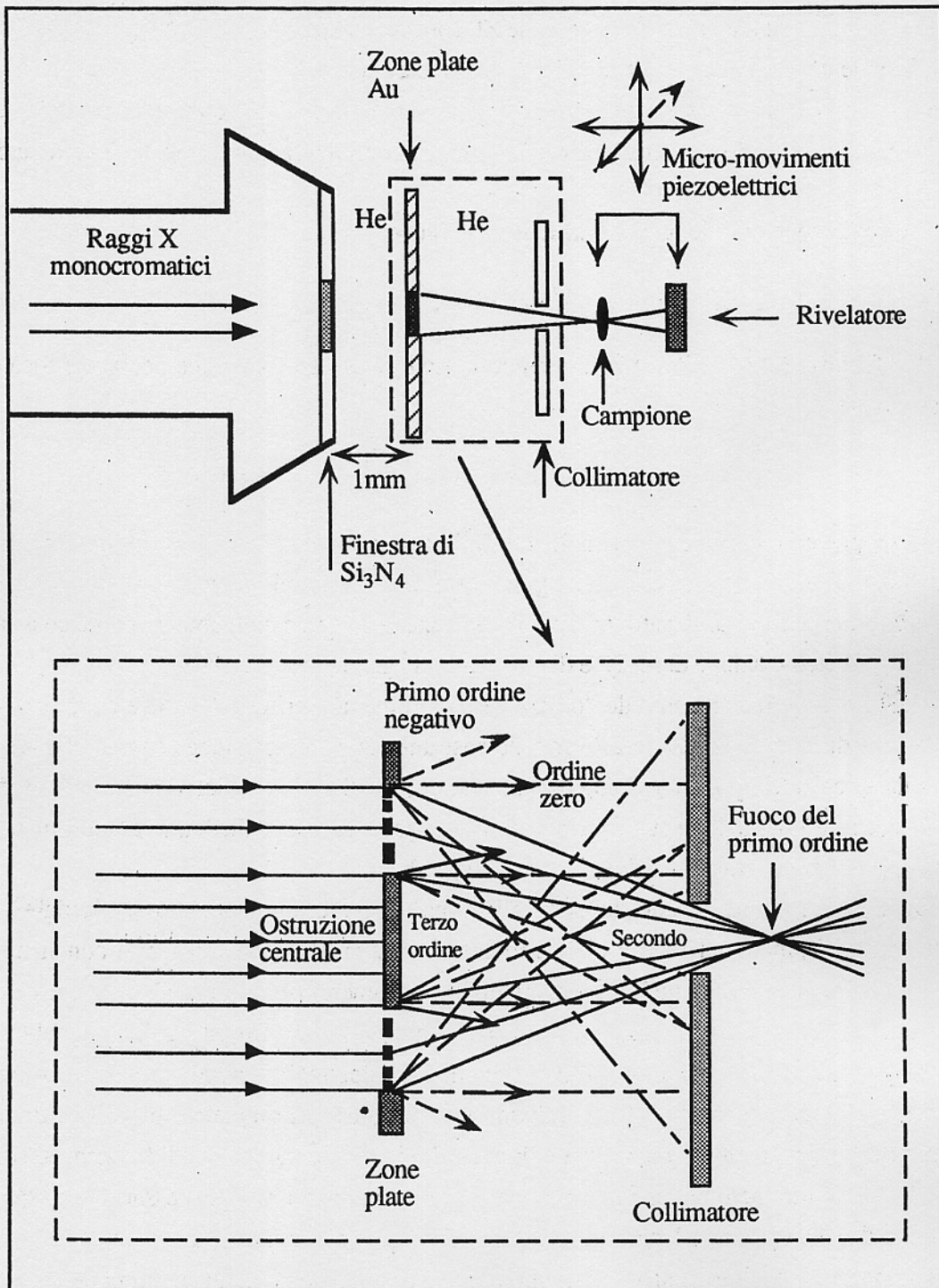


FIG. 8 - Visione schematica del microscopio e del sistema Zone plate - collimatore.

IL SISTEMA DI ALLINEAMENTO E DI SCANSIONE

La seconda parte del microscopio, costituita da ZP, pinhole per la selezione del primo ordine, campione e rivelatore, è montata su di un tavolo di basalto antivibrazione, indipendente dal monocromatore. Sul tavolo è stata fissata una slitta, sulla quale è installato tutto l'apparato montato su banco ottico, che in tal modo può essere inserito e rimosso dalla traiettoria del fascio. Sul banco ottico sono stati collocati i movimenti fini e grezzi di allineamento ed un microscopio ottico utilizzato per il preallineamento.

La Fig. 9 mostra il complesso sistema di posizionamento di ZP, pinhole e campione.

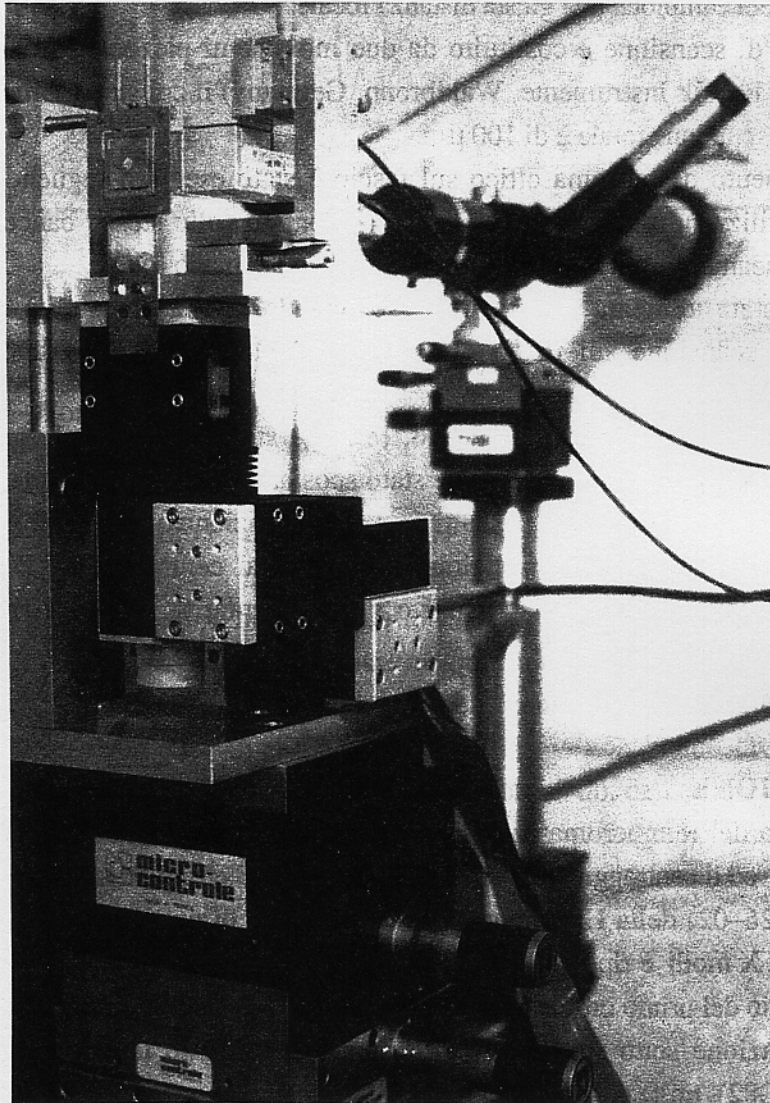


FIG. 9 – Sistema di posizionamento.

Un primo sistema di movimenti ortogonali (secondo l'asse Z del fascio e gli assi X ed Y normali a quest'ultimo) consente l'allineamento della ZP sul fascio ed il suo posizionamento nella immediata vicinanza della finestra – al fine di minimizzare le perdite di radiazione dovute all'assorbimento dell'aria –. La precisione consentita da questi movimenti (manuali) è di $10 \mu\text{m}$, sufficiente per le operazioni di centraggio, considerando il diametro della ZP ($110 \mu\text{m}$) e le dimensioni minime previste del fascio, pari a circa $100 \mu\text{m}$.

La ZP è montata su di un opportuno supporto con un 'tilt' secondo due angoli ortogonali

Un secondo sistema di tre movimenti ortogonali, solidale al primo, consente il posizionamento del collimatore o pinhole di pulizia sull'asse ottico della ZP ed alla opportuna distanza da questa. Questi movimenti sono motorizzati e lavorano con una precisione submicrometrica, considerando le dimensioni del pinhole (5 μm) che deve essere posizionato con notevole precisione rispetto al 'central stop' dell ZP.

Su questo secondo sistema è fissato un ulteriore blocco di movimenti ortogonali (manuali), necessari alla centratura del sistema di scansione sul fascio uscente dal pinhole ed al posizionamento del campione alla giusta distanza focale.

Il sistema di scansione è costituito da due movimenti piezoelettrici ad alta tensione (acquistati dalla Physik Instrumente, Waldbronn, Germany) il cui step minimo (teorico) è di 0.1 μm e la cui escursione totale è di 100 μm .

L'allineamento del sistema ottico sul fascio è stato eseguito seguendo un'opportuna procedura ed utilizzando un microscopio ottico montato sullo stesso banco in maniera da conservare l'allineamento con l'asse del fascio al variare del piano focale.

La ZP è stata allineata sul fascio, posizionando in sua prossimità il rivelatore ed eseguendo una scansione sul piano ortogonale al fascio fino ad ottenere il massimo dell'intensità trasmessa.

A questo punto, in assenza di fascio, la ZP è stata centrata nel campo focale del microscopio ottico, quindi il microscopio è stato spostato secondo l'asse ottico in maniera da poter mettere a fuoco il pinhole e quest'ultimo è stato posizionato in modo che il centro della sua apertura coincidesse con la posizione occupata dal centro della ZP nel campo del microscopio. Questa procedura ha richiesto svariati tentativi prima di fornire le volute condizioni di allineamento.

LA RIVELAZIONE

La taratura del monocromatore, il centraggio del fascio monocromatico rispetto alla finestra di uscita ed il centraggio iniziale della ZP sono stati effettuati utilizzando un fotodiodo di GaAsP (G1126-02) della Hamamatsu. La responsività di questo diodo in funzione della energia dei raggi X molli è riportata in Ref. 24.

Il centraggio del primo ordine di diffrazione della ZP rispetto al collimatore di pulizia e le misure di risoluzione sono state invece effettuate utilizzando un diodo a valanga di Si (Hamamatsu S2382), utilizzato come contatore d'impulsi, in quanto per i bassi flussi in gioco era necessario utilizzare un rivelatore di conteggi ad alta efficienza

I diodi a valanga⁽¹⁰⁾, come mostrato in Fig. 10, si pongono come valida alternativa rispetto ai contatori proporzionali a flusso di gas inizialmente utilizzati come rivelatori nei microscopi a scansione⁽²⁵⁾; essi hanno una buona efficienza, sono molto compatti e meno costosi dei contatori proporzionali. Un diodo a valanga, utilizzato in regime di breakdown, si comporta come un Geiger-Müller, fornendo per ogni fotone in ingresso un impulso di altezza indipendente dall'energia del fotone.

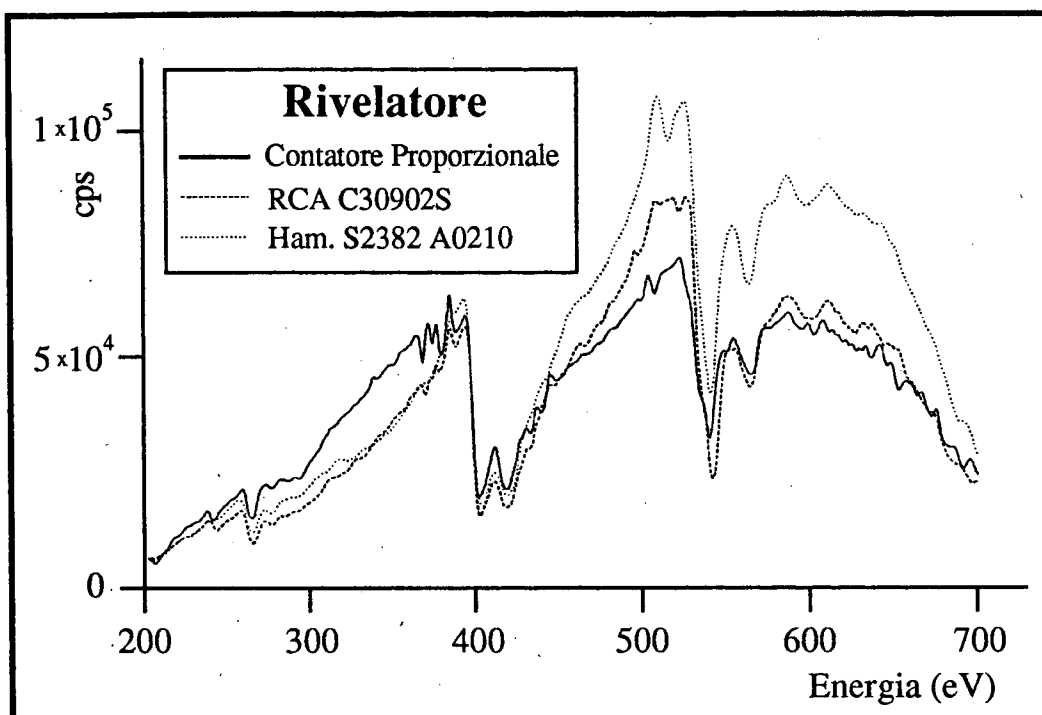


FIG. 10 – Confronto tra diodi a valanga ed un contatore proporzionale a gas ottimizzato per microscopia con raggi X molli (Ref. 10).

Per utilizzare questo diodo abbiamo rimosso la sua finestra e lo abbiamo schermato in modo da escludere effetti dovuti a luce visibile. Quindi lo abbiamo polarizzato inversamente con una tensione di 160 V, di 10 V maggiore della tensione di breakdown e collegato ad una resistenza da 200 K Ω , necessaria per effettuare un 'quenching' passivo dell'impulso di corrente di breakdown e ripristinare le condizioni di lavoro della zona attiva del rivelatore. I bassi valori del flusso in uscita dalla ZP – mai superiori ai 10^4 cps – non hanno creato problemi di saturazione al nostro sistema. Il segnale in uscita dal fotodiodo, dell'ordine di alcuni Volts, e quindi sufficientemente elevato da non richiedere ulteriore amplificazione è stato inviato ad una scala di conteggio attraverso un discriminatore.

RISULTATI SPERIMENTALI E DISCUSSIONE

Risoluzione del sistema

Le misure preliminari eseguite sul flusso in uscita dal nostro sistema hanno evidenziato che, lavorando nelle condizioni 'diffraction limited', ovvero con un collimatore di circa 50 μm all'ingresso del monocromatore, le intensità erano troppo basse per ottenere un accettabile rapporto segnale/rumore in tempi di acquisizione ragionevoli.

Si è pertanto dovuto accettare un compromesso tra la risoluzione ottenibile dal sistema e l'intensità del flusso uscente.

I test di risoluzione, nel seguito riportati, sono stati eseguiti con un collimatore di 300 μm di diametro, pertanto in condizioni non 'diffraction limited' sul piano orizzontale.

In queste condizioni ci attendevamo uno spot asimmetrico con dimensione verticale abbastanza vicina al limite di risoluzione teorico, dato da: $\delta = 1.22 \times (0.4) \mu\text{m} = 0.5 \mu\text{m}$ e dimensione orizzontale alquanto maggiore. Una stima di quest'ultima dimensione può essere eseguita considerando la ZP come una lente demagnificante, con demagnificazione data da $M^{-1} \approx f/p$ (in cui f è la distanza focale della ZP e p la distanza sorgente - ZP). Assumendo le dimensioni della sorgente su riportate si ottiene:

$$\delta x = M^{-1} \cdot \sigma_x(\text{FWHM}) = 6.4 \times 10^{-4} \cdot 4.3 \text{mm} = 2.7 \mu\text{m}.$$

In Fig. 11 e Fig. 12 sono mostrati rispettivamente i risultati sperimentali relativi alle misure della risoluzione verticale ed orizzontale del micro-spot prodotto dalla ZP. Questa caratterizzazione geometrica è stata sperimentalmente effettuata usando il metodo del 'knife-edge' ed è stata più volte ripetuta. Il metodo consiste nell'utilizzare una opportuna laminetta metallica, con la quale viene fatta una scansione fine del fascio nel fuoco della ZP. Il flusso di fotoni registrato dal rivelatore, da un certo valore massimo scende fino a zero, quando il fascio risulta totalmente coperto dalla lamina. La distanza che la lamina deve percorrere perchè il flusso vada dal valore massimo a zero, fornisce misura della dimensione del fuoco: la larghezza a metà altezza (FWHM) dello spot è data dalla distanza di scansione coperta per ridurre il flusso trasmesso dal 79.5% al 20.5% del valore massimo⁽²⁶⁾.

Le larghezze a metà altezza misurate sul piano verticale ed orizzontale sono risultate pari a $(1.2 \pm 0.2) \mu\text{m}$ ed a $(5 \pm 0.5) \mu\text{m}$ rispettivamente.

La discrepanza tra i valori calcolati e quelli sperimentalmente misurati è a nostro parere attribuibile a due cause principali:

1. L'aberrazione cromatica;
2. Le effettive dimensioni della sorgente.

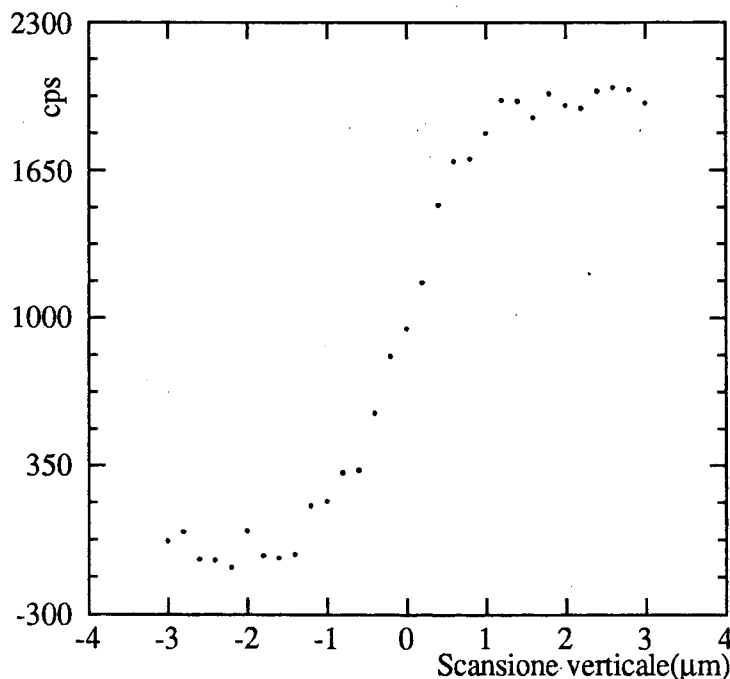


FIG. 11 - Scansione verticale del micro-spot prodotto dalla Zone plate.

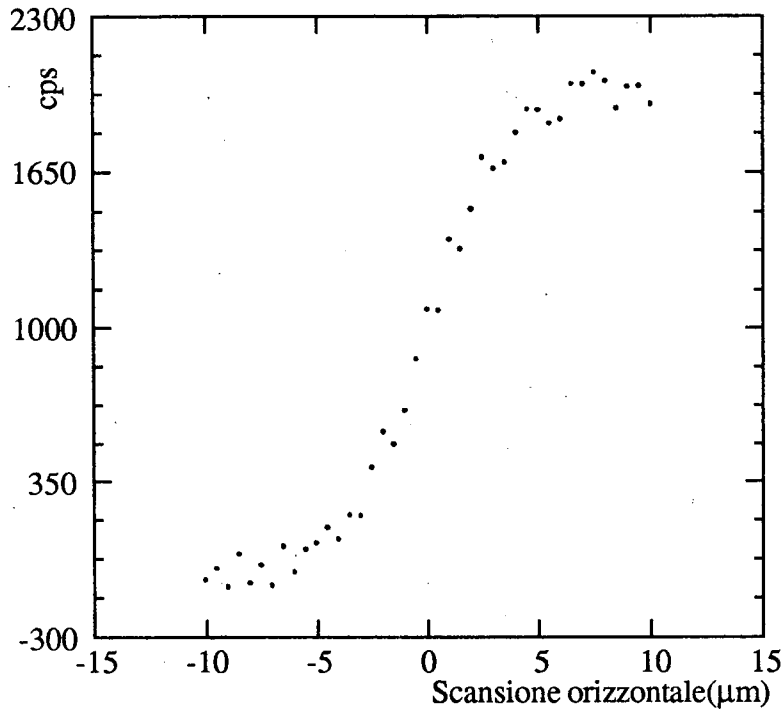


FIG. 12 – Scansione orizzontale del micro-spot prodotto dalla Zone plate.

Il primo contributo è dovuto al fatto che la radiazione uscente dal monocromatore non soddisfa la Eq. 1, dato che $\lambda/\delta\lambda \approx 80$ e questo introduce, sia sul piano verticale che su quello orizzontale un contributo di aberrazione cromatica trasversa dato dalla relazione:

$$\delta_c \approx r_N(\delta\lambda/\lambda) = 4N\delta r_N(\delta\lambda/\lambda).$$

che nel nostro caso fornisce un valore di circa $1.36\mu\text{m}$.

Sommando quadraticamente ai valori aspettati questo contributo si ottengono i valori $d_v = 1.45\mu\text{m}$ e $d_h = 3.3\mu\text{m}$ per la dimensione verticale e quella orizzontale dello spot.

Alcuni tentativi di ridurre questo effetto, stringendo la bandapassante del monocromatore tramite un piccolo spostamento dal parallelismo dei due multilayer, hanno portato ad una notevole riduzione del flusso, già non particolarmente intenso, fino a valori tali da non consentire di effettuare test di risoluzione significativi.

Mentre il valore ottenuto per la dimensione verticale è in buon accordo con quello effettivamente misurato, la discrepanza sul piano orizzontale è a nostro parere imputabile al fatto che probabilmente le reali dimensioni della sorgente si discostano dai valori teorici utilizzati nelle nostre valutazioni. Inoltre c'è da tener conto del fatto che il wiggler è una sorgente complessa, formata in pratica da una famiglia di sorgenti distribuita su di una notevole estensione spaziale e che pertanto non sono trascurabili effetti di profondità di campo che di fatto aumentano le dimensioni della sorgente osservata.

Flusso

L'intensità del micro-spot, misurata utilizzando il sistema di rivelazione precedentemente descritto, a 20Å, è risultata dell'ordine di $F_S \approx 5 \times 10^3$ f/s con una corrente circolante di circa 50 mA.

Questo valore è estrapolato dal numero di conteggi effettivamente registrato, tenendo conto di un'efficienza di rivelazione di circa il 30%.

Questo dato sperimentale (F_S) può essere confrontato con il valore teorico del flusso (F_T) uscente dal sistema ottico del microscopio a scansione:

$$F_T = F_w \cdot R \cdot R_{LSM} \cdot T \cdot T_1 \cdot T_2 \cdot \alpha_x \cdot \alpha_z \cdot \epsilon \quad (\text{f/s})$$

dove $F_w = 4.7 \times 10^{12}$ f/(s.mradh.0.1%BW) è il flusso del wiggler a 20Å, con 50 mA di corrente circolante, $R=0.7$ è la riflettività dello specchio del BX2L, R_{LSM} è la riflettività del monocromatore a multilayer, $T_1=0.8$ è la trasmissione della finestra di Si_3N_4 , $T_2=0.04$ è la trasmissione della miscela aria+He, $\alpha_x=2.9 \times 10^{-3}$ mrad è la accettazione orizzontale della ZP, $\alpha_z=3.3 \times 10^{-3}$ è la frazione di divergenza angolare verticale sottesa dalla ZP ed infine ϵ è la efficienza di trasmissione, al primo ordine, della ZP.

Considerando per la ZP una efficienza al primo ordine $\epsilon \sim 3\%$ ed una riflettività stimata del 15% per ogni singolo multilayer si ottiene:

$$F_T = 8.5 \times 10^3 \quad (\text{f/s})$$

La differenza tra il valore calcolato e quello effettivamente misurato è a nostro parere imputabile alla riflettività dei multilayer, probabilmente più bassa di quella utilizzata nel calcolo, ed alla minore efficienza della ZP.

CONCLUSIONI

Sullo strumento da noi realizzato non è stato possibile effettuare ulteriori interventi, volti a migliorare le caratteristiche geometriche e d'intensità del micro-spot, a causa del limitato tempo macchina disponibile. Non è stato neppure possibile, a causa dell'interruzione dell'attività di Adone, eseguire dei test su oggetti campione, nelle condizioni di intensità e risoluzione ottenute. Tuttavia i nostri risultati hanno mostrato che, pur con i dovuti limiti di prestazione, è possibile realizzare un microscopio a raggi X anche disponendo di una sorgente non concepita per questo tipo di applicazioni. Inoltre, alcune innovazioni da noi introdotte, come l'uso di un monocromatore a multilayer, si sono rivelate efficaci e potrebbero essere prese in considerazione nella realizzazione di nuovi microscopi che si pongano tra i loro obiettivi la possibilità di effettuare una scansione in lunghezza d'onda per applicazioni di microspettroscopia.

RINGRAZIAMENTI

Desideriamo ringraziare per la collaborazione e per l'assistenza prestata per tutta la durata dell'esperimento i tecnici A. Grilli e A. Raco. Un ringraziamento particolare va a S. Simeoni che ci ha aiutati a progettare e ha poi personalmente realizzato alcuni tra i pezzi più complessi del microscopio. Ringraziamo ancora il Dott. F. Boscherini che ci ha permesso di utilizzare la sorgente convenzionale di raggi X del gruppo PULS per eseguire i test sui multilayer.

Ringraziamo soprattutto il Prof. E. Burattini per l'incoraggiamento, per l'assistenza scientifica e morale che ci ha prestato durante questi quattro anni e per la possibilità che ci ha dato di realizzare il microscopio appoggiandoci al laboratorio PWA.

BIBLIOGRAFIA

- (1) J. Kirz e H. Rarback, *Rev. Sci. Instrum.* **56**, 1(1985).
- (2) A.G. Michette, *Rep. Prog. Phys.* **51**, 1525 (1988).
- (3) M.R. Howells, J. Kirz e D. Sayre, *Le Scienze* **272**, 58 (1991).
- (4) M.R. Howells, J. Kirz e D. Sayre and G. Schmahl, *Physics Today* **6**, 2 (1985).
- (5) J. Kirz, *Synch. Rad. News* **2**, 17(1991).
- (6) J.H. Underwood, R.C.C. Perera, J.B. Kortright, P.J. Baston, C. Capasso, S.H. Liang, W. Ng, A.K. Ray-Chaudhuri, R.K. Cole, Z.Y. Guo, J. Wallace, J. Welna, G. Margaritondo, F. Cerrina, G. De Stasio, D. Mercanti e M.T. Ciotti, in **X-ray microscopy III**, eds. A.G. Michette, G.R. Morrison e C.J. Buckley (Spinger Verlag, Berlin 1992) vol. **67**, pag. 220.
- (7) S. Williams, C. Jacobsen, J. Kirz, S. Lamm e J. Van't Hof, in **X-ray microscopy III**, eds. A.G. Michette, G.R. Morrison e C.J. Buckley (Spinger Verlag, Berlin 1992) vol. **67**, pag. 408.
- (8) J.R. Gilbert, J. Pine, J. Kirz, C. Jacobsen, S. Williams, C.J. Buckley e H. Rarbach, in **X-ray microscopy III**, eds. A.G. Michette, G.R. Morrison e C.J. Buckley (Spinger Verlag, Berlin 1992) vol. **67**, pag. 388.
- (9) S.S. Rothman, K.K. Goncz e B.W. Loo, Jr., in **X-ray microscopy III**, eds. A.G. Michette, G.R. Morrison e C.J. Buckley (Spinger Verlag, Berlin 1992) vol. **67**, pag. 373.
- (10) J.R. Palmer e G.R. Morrison 'The use of Avalanche Photodiodes for the detection of Soft X-rays' Private Communication.
- (11) E. Burattini, A. Grilli, A. Balerna, E. Bernieri, S. Simeoni, C. Mencuccini e C. Quian-Hong, *Rev. Sci. Instrum.* **60**, 2133 (1989).
- (12) R. Coisson, S. Guiducci e M.A. Preger, *Nuclear Instrum. and Methods* **201**, 3 (1982)
- (13) T.W. Barbee, *SPIE* **563**, 1(1985).
- (14) J.H. Underwood, T.W. Barbee e D.C.Keith, *Proc.Soc. Photo-Opt. Instrum. Eng.* **184**, 123 (1979).
- (15) J.H. Underwood e T.W. Barbee, *Appl. Opt.* **20**, 3027(1981).
- (16) P. Lee, *Optics Comm.*, **37**, 159(1981).
- (17) B.L. Henke, J.Y. Uejio, R.E. Tackaberry e H.T. Yamada, *SPIE* **563**, 201(1985)
- (18) E. Spiller, *Appl. Opt.* **15**, 2333(1976).
- (19) R. Day, J. Grosso, R. Bartlett e T.W. Barbee, *Nuclear Instrum. and Methods* **208**, 245(1983).
- (20) M.P. Bruijn, J. Verhoeven, M.J. Van Der Wiel, G. Van Der Laan, J.B. Goedkoop, J.C. Fuggle e A.A. Macdowell, *Nuclear Instrum. and Methods* **A253**, 135(1986).
- (21) P.A.F. Anastasi e R.E. Burge, in **X-ray microscopy III**, eds. A.G. Michette, G.R. Morrison e C.J. Buckley (Spinger Verlag, Berlin 1992) vol. **67**, pag. 341.
- (22) E.H. Anderson e D. Kern, in **X-ray microscopy III**, eds. A.G. Michette, G.R. Morrison e C.J. Buckley (Spinger Verlag, Berlin 1992) vol. **67**, pag. 75.
- (23) P.S. Charalambous e D. Morris, in **X-ray microscopy III**, eds. A.G. Michette, G.R. Morrison e C.J. Buckley (Spinger Verlag, Berlin 1992) vol. **67**, pag. 79.
- (24) M. Kühne, M. Krumrey e E. Tegeler, in **X-ray microscopy III**, eds. A.G. Michette, G.R. Morrison e C.J. Buckley (Spinger Verlag, Berlin 1992) vol. **67**, pag. 321.
- (25) H. Rarback, D. Shu, S.C. Feng, H. Ade, J. Kirz, I. McNulty, D.P. Kern, T.H.P. Chang, Y. Vladimirovsky, N. Iskander, D. Attwood, K. McQuaid e S. Rothman, *Rev. Sci. Instrum.* **59**, 52 (1988).
- (26) C.J. Buckley, in **X-ray microscopy II**, ed. D. Sayre, M. Howells, J. Kirz e H. Rarback (Spinger Verlag, Berlin, 1988), vol. **56**, pag. 146.