



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113205899 B

(45) 授权公告日 2023. 02. 28

(21) 申请号 202110449952.1

(22) 申请日 2021.04.25

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 113205899 A

(43) 申请公布日 2021.08.03

(73) 专利权人 中国工程物理研究院激光聚变研究中心
地址 621000 四川省绵阳市游仙区绵山路64号八所

(72) 发明人 魏来 陈勇 范全平 杨祖华 刘东晓

(74) 专利代理机构 成都佳划信知识产权代理有限公司 51266
专利代理师 史姣姣

(51) Int.Cl.
G21K 1/02 (2006.01)

(56) 对比文件
CN 102047344 A, 2011.05.04
CN 104765086 A, 2015.07.08
CN 111373297 A, 2020.07.03
CN 103765253 A, 2014.04.30
CN 101515044 A, 2009.08.26
CN 110823843 A, 2020.02.21

CN 1148178 A, 1997.04.23

CN 104698520 A, 2015.06.10

CN 108680978 A, 2018.10.19

CN 111769425 A, 2020.10.13

CN 103901515 A, 2014.07.02

CN 101271169 A, 2008.09.24

CN 108231507 A, 2018.06.29

CN 108646329 A, 2018.10.12

CN 103901519 A, 2014.07.02

CN 111708113 A, 2020.09.25

CN 1977191 A, 2007.06.06

CN 102687072 A, 2012.09.19

CN 105700134 A, 2016.06.22

CN 110146947 A, 2019.08.20

CN 102914930 A, 2013.02.06

US 2009098366 A1, 2009.04.16

EP 0359179 A2, 1990.03.21

US 2003231395 A1, 2003.12.18

JP 2019095494 A, 2019.06.20

WO 2021037549 A1, 2021.03.04

WO 2009146371 A1, 2009.12.03

EP 1726994 A2, 2006.11.29

JP 2001033641 A, 2001.02.09

(续)

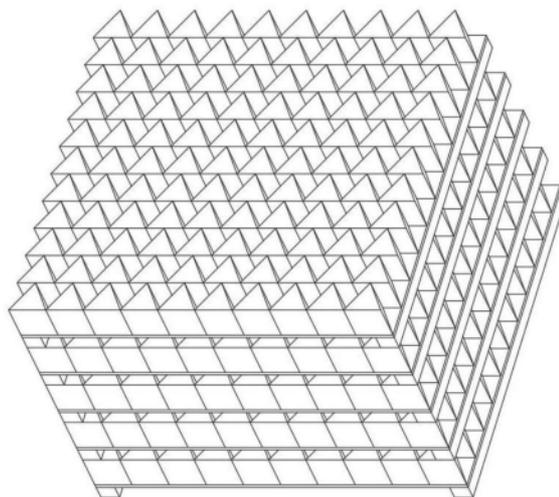
审查员 简黎

权利要求书1页 说明书4页 附图4页

(54) 发明名称
一种X射线折射闪耀光栅及制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种X射线折射闪耀光栅,包括从下至上依次堆叠的数层光栅基板;任一光栅基板包括支撑基底,以及周期阵列排布、且结构相同的多个微纳棱柱。通过上述方案,本发明具有高衍射效率、高角色散率、高信噪比等优点,在X射线光学技术领域具有很高的实用价值和推广价值。



CN 113205899 B

[接上页]

(56) 对比文件

翁永超 等.反射式单级衍射光栅.《物理学报》.2012,第61卷(第15期),第154203-1-5页.

朱效立等.高线密度X射线透射光栅的制作工艺.《半导体学报》.2007,(第12期),

朱效立等.33331p/mm X射线透射光栅的研

制.《光学学报》.2008,(第06期),

S. Rutishauser et al..Fabrication of two-dimensional hard X-ray diffraction gratings.《Microelectronic Engineering》

.2012,第12-16页.

1. 一种X射线折射闪耀光栅,其特征在于,包括从下至上依次堆叠的数层光栅基板;任一层光栅基板包括支撑基底,以及周期阵列排布、且结构相同的多个微纳棱柱,所述微纳棱柱的水平截面为三角形或梯形,

当所述微纳棱柱的水平截面为三角形,且三角形的一边与光栅周期方向垂直,所述三角形与微纳棱柱周期阵列排布方向垂直的一边的两个底角 α_1 、 α_2 满足以下公式:

$$m\lambda/d=M\delta(1/\tan\alpha_1+1/\tan\alpha_2);$$

$$\delta=1-n;$$

其中,m表示闪耀级次, λ 表示所需闪耀的X射线波长,M表示每个周期内包含的棱柱数目,d表示光栅周期,n表示微纳棱柱在波长 λ 下的折射率实部;

当所述微纳棱柱的水平截面为梯形,且梯形的上底、下底与光栅周期方向垂直;所述梯形的上底的长度小于下底的长度,所述梯形的下底的两个底角 α_3 、 α_4 满足以下公式:

$$m\lambda/d=M\delta(1/\tan\alpha_3+1/\tan\alpha_4);$$

$$\delta=1-n;$$

其中,m表示闪耀级次, λ 表示所需闪耀的X射线波长,M表示每个周期内包含的棱柱数目,d表示光栅周期,n表示微纳棱柱在波长 λ 下的折射率实部。

2. 根据权利要求1所述的一种X射线折射闪耀光栅,其特征在于,所述微纳棱柱周期阵列排布呈矩形点阵。

3. 根据权利要求1所述的一种X射线折射闪耀光栅,其特征在于,所述光栅为透射光栅;所述X射线折射闪耀光栅的周期方向与X射线入射方向垂直,且微纳棱柱的截面法线与X射线入射方向垂直。

4. 根据权利要求1所述的一种X射线折射闪耀光栅,其特征在于,所述微纳棱柱和支撑基底采用硅、铬、氮化硅、镁、铝、锆、塑料、SU-8光刻胶其中之一的材料。

5. 一种根据权利要求1~4任一项所述的X射线折射闪耀光栅的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

根据所需闪耀的X射线求得X射线折射闪耀光栅的周期参数,得到待加工的光栅图形;

在双面抛光的待加工的光栅基板上镀一层20nm金膜,在金膜上涂制一层70nm-100nm光刻胶;根据光栅图形并利用电子束光刻和光刻胶显影,得到光栅光刻胶图形;

采用离子束刻蚀将光栅光刻胶图形转移到金膜上,并去除残留的光刻胶,得到折射闪耀光栅的金纳米结构;

采用金属催化化学腐蚀法,以折射闪耀光栅的金纳米结构作为局部阴极,并浸没在4.5mol/L氟化氢和0.15mol/L双氧水的混合溶液中,利用垂直方向的腐蚀,得到光栅基板;

采用堆叠数层光栅基板获得X射线折射闪耀光栅。

一种X射线折射闪耀光栅及制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及X射线光学技术领域,尤其是一种X射线折射闪耀光栅及制备方法。

背景技术

[0002] 硬X射线(光子能量10keV-100keV)具有极强的穿透能力,是诊断高温高密度等离子体状态的有效手段,也是进行多种物质结构解析的重要探针。硬X射线色散元件是各类X射线光谱诊断仪器、单色化束线及实验站的核心器件,实现色散、选能、分束等多种功能,在激光驱动惯性约束聚变、X射线天文、高能同步辐射、硬X射线自由电子激光等科学工程中,发挥着关键作用。晶体、多层膜镜等元件被广泛应用于硬X射线光束色散调控和谱学测量。随着X射线光子能量的提升,这些器件效率降低,系统准直难度增大,亟需探索发展新型X射线色散机制和元器件技术。

[0003] X射线透射光栅是一种重要的色散元件,相比晶体、多层膜等元件具有轻量化、集成化、光谱范围宽、衍射效率高、系统对准方便等优点,得到广泛的应用。但是,现有技术中的X射线光栅主要工作在软X射线能段,在硬X射线能段,所有已知材料的折射率实部都非常接近1,虚部非常小($\sim 10^{-6}$),这种相移吸收二元性给色散调控带来极大的困难。发展高效率、高分辨、高信噪比硬X射线透射光栅,是多个大科学工程迫切需要的,也是当前X射线光学和微纳加工领域的研究热点。

[0004] 目前,国内外在X射线透射光栅和纳米器件的制备上做了许多的工作,透射光栅器件也展现了其轻量化、集成化的优势。但在硬X射线能段应用仍然存在着一系列瓶颈问题:首先,依靠栅条高度和高线密度实现X射线振幅和相位调制的色散方式将矛盾完全集中在高宽比参数上,随着X射线能点的提升,这种方法难以为继,过大的高宽比结构非常不稳定,容易坍塌,成品率低,给应用操作带来极大的困难;其次,传统透射光栅一个明显的缺陷就是0级占据了衍射能量的很大一部分,导致1级谱强度较低,信噪比不高,而硬X射线的直穿本底又会进一步降低信噪比。

[0005] 因此,急需要提出一种高衍射效率、高角色散率、高信噪比的新型透射光栅元件。

发明内容

[0006] 针对上述问题,本发明的目的在于提供一种X射线折射闪耀光栅及制备方法,本发明采用的技术方案如下:

[0007] 一种X射线折射闪耀光栅,包括从下至上依次堆叠的多层光栅基板;任一层光栅基板包括支撑基底,以及周期阵列排布、且结构相同的多个微纳棱柱。

[0008] 进一步地,所述微纳棱柱周期阵列排布呈矩形点阵。

[0009] 进一步地,所述光栅基板为透射光栅;所述X射线折射闪耀光栅的周向方向与X射线入射方向垂直,且微纳棱柱的截面法线与X射线入射方向垂直。

[0010] 更进一步地,所述微纳棱柱的水平截面为三角形或梯形。

[0011] 更进一步地,所述微纳棱柱的水平截面为三角形,且三角形的一边与光栅周期方

向垂直。

[0012] 更进一步地,所述微纳棱柱的水平截面为梯形,且梯形的上底、下底与光栅周期方向垂直;所述梯形的上底的长度小于下底的长度。

[0013] 优选地,所述三角形与微纳棱柱周期阵列排布方向垂直的一边的两个底角 α_1 、 α_2 满足以下公式:

$$m\lambda/d = M\delta(1/\tan\alpha_1 + 1/\tan\alpha_2)$$

$$\delta = 1 - n$$

[0014] 其中,m表示闪耀级次, λ 表示所需闪耀的X射线波长,M表示每个周期内包含的棱柱数目,d表示光栅周期,n表示微纳棱柱在波长 λ 下的折射率实部。

[0015] 优选地,所述梯形的下底的两个底角 α_1 、 α_2 满足以下公式:

$$m\lambda/d = M\delta(1/\tan\alpha_1 + 1/\tan\alpha_2)$$

$$\delta = 1 - n$$

[0018] 其中,m表示闪耀级次, λ 表示所需闪耀的X射线波长,M表示每个周期内包含的棱柱数目,d表示光栅周期,n表示微纳棱柱在波长 λ 下的折射率实部。

[0019] 优选地,所述微纳棱柱和支撑基底采用硅、铬、氮化硅、镁、铝、锆、塑料、SU-8光刻胶其中之一的材料。

[0020] 一种X射线折射闪耀光栅的制备方法,包括以下步骤:

[0021] 根据所需闪耀的X射线求得X射线折射闪耀光栅的周期参数,得到待加工的光栅图形;

[0022] 在双面抛光的待加工的光栅基板上镀一层20nm金膜,在金膜上涂制一层70nm-100nm光刻胶;

[0023] 根据光栅图形并利用电子束光刻和光刻胶显影,得到光栅光刻胶图形;

[0024] 采用离子束刻蚀将光栅光刻胶图形转移到金膜上,并去除残留的光刻胶,得到折射闪耀光栅的金纳米结构;

[0025] 采用金属催化化学腐蚀法,以折射闪耀光栅的金纳米结构作为局部阴极,并浸没在4.5mol/L含氟化氢和0.15mol/L双氧水的混合溶液中,利用垂直方向的腐蚀,得到光栅基板;

[0026] 采用堆叠数层光栅基板获得X射线折射闪耀光栅。

[0027] 与现有技术相比,本发明具有以下有益效果:

[0028] (1) 本发明通过采用周期微纳结构对X射线的复合折射效应使得光栅单缝衍射的主极大方向发生偏转,通过调节相关参数,可以使特定波长的单缝主极大方向与光栅某个高级衍射方向相同,实现闪耀的效果,从而提升光栅衍射效率、角色散率和测谱信噪比。

[0029] (2) 本发明巧妙的采用大量周期排布的截面为三角形或梯形的微纳棱柱,其具有结构简单、易于加工、衍射特性对单个微纳棱柱加工精度不敏感的优点;

[0030] 综上所述,本发明具有高衍射效率、高角色散率、高信噪比等优点,在X射线光学技术领域具有很高的实用价值和推广价值。

附图说明

[0031] 为了更清楚地说明本发明实施例的技术方案,下面将对实施例中所需使用的附图作简单介绍,应当理解,以下附图仅示出了本发明的某些实施例,因此不应被看作是对保护

范围的限定,对于本领域技术人员来说,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他相关的附图。

- [0032] 图1为本发明的X射线折射闪耀光栅的结构示意图。
 [0033] 图2为本发明的三角形棱柱基元中的折射示意图。
 [0034] 图3为本发明的多层堆叠X射线折射闪耀光栅结构示意图。
 [0035] 图4为本发明多层堆叠X射线折射闪耀光栅的衍射示意图。
 [0036] 图5为本发明的X射线折射闪耀光栅的衍射特性计算机仿真结果。
 [0037] 图6为本发明的X射线折射闪耀光栅色散方向的衍射强度分布图。
 [0038] 图7为本发明的X射线折射闪耀光栅的加工制作流程示意图。

具体实施方式

[0039] 为使本申请的目的、技术方案和优点更为清楚,下面结合附图和实施例对本发明作进一步说明,本发明的实施方式包括但不限于下列实施例。基于本申请中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动的前提下所获得的所有其他实施例,都属于本申请保护的范围。

[0040] 实施例

[0041] 如图1至图7所示,本实施例提供了一种X射线折射闪耀光栅及其制备方法,其中,X射线折射闪耀光栅包括:支撑基底;位于所述基底上的多个形状和尺寸相同的微纳棱柱结构;其中,所述多个棱柱呈周期性排列;所述周期性排列的棱柱点阵类型为简单矩形点阵或有心矩形点阵;所述棱柱截面为三角形;所述棱柱的三角形截面的某一条边与光栅周期方向垂直;所述折射闪耀光栅的周期为d。在本实施例中折射闪耀光栅通过多层堆叠装配;另外,折射闪耀光栅的材质为硅或铬或氮化硅或镁或铝或锗或塑料或SU-8光刻胶($C_{22}O_4H_{24}$)。

[0042] 需要说明的是,本实施例不限定所述棱柱截面的具体结构,可以是等腰三角形,也可以是非等腰的三角形,也可以是等腰梯形,也可以是非等腰的梯形;本实施例所述棱柱截面在光栅周期方向的宽度,可以小于光栅周期d,也可以等于光栅周期d;本发明实施例不限定棱柱截面在垂直光栅周期方向的宽度。

[0043] 在本实施例中,所述棱柱截面为等腰三角形,等腰三角形的高为d,光栅周期也为d,棱柱高度为D。如图1所示,在支撑基底上包含有周期排列的截面为等腰三角形的棱柱阵列,阵列点阵为简单矩形点阵。其中,棱柱三角形截面与光栅周期方向垂直的边上的两个底角 α_1 、 α_2 , $\beta=\pi/2-\alpha_2$,棱柱中某条X射线与水平方向夹角为 θ ,在棱柱/空气界面折射后,X射线与水平方向夹角为 $\theta+\Delta\theta_2$, $n=1-\delta$ 为棱镜材料的实部。如图2所示,根据折射定律可知:

$$[0044] \quad (1-\delta) \sin(\beta-\theta) = \sin(\beta-\theta-\Delta\theta_2)$$

[0045] 由于 δ 很小,X射线单次折射的偏折角度很小: $\Delta\theta_2 \ll \beta$, $\theta \ll \beta$ 。因此单个棱柱/空气界面的角度偏转可简化得到: $\Delta\theta_2 \approx \delta/\tan\alpha_2$,那么在通过一个棱柱后,角度偏转为 $\Delta\theta \approx \delta(1/\tan\alpha_1+1/\tan\alpha_2)$;通过M个棱镜后(M表示每个周期内包含的棱柱数目),总体角度偏转为:

$$[0046] \quad \Delta\theta_M \approx M\delta(1/\tan\alpha_1+1/\tan\alpha_2)$$

$$[0047] \quad \delta=1-n$$

[0048] 光栅m级衍射角约为 $\phi_m \approx m\lambda/d$,其中 λ 为X射线波长,d为光栅周期,通过设置微纳棱柱阵列的结构参数,使得 $\phi_m = \Delta\theta_M$,即发生了m级闪耀,利用高阶闪耀,可以有效提升硬X

射线衍射效率和角色散率。另外,本实施例的 n 表示微纳棱柱在波长 λ 下的折射率实部。

[0049] 如图3至图4所示,本实施例的折射闪耀光栅周期为500nm,棱柱截面为等边三角形,每个周期内包含有2668个棱柱,棱柱高度均为100 μm ,材料为硅,波长为0.0413nm的X射线在硅材料中的折射率实部 $\delta=5.37\times 10^{-7}$,波长为0.0413nm的X射线经过2668个微纳基元的偏折角 $\theta_M=1.7\times 10^{-3}\text{rad}$,与这块光栅的20级衍射角相同,即可以实现20级闪耀。

[0050] 图5为本实施例提供的X射线折射闪耀光栅的衍射特性计算机仿真结果,图中 x 代表衍射平面与光栅平面的 ξ 轴平行的方向,即色散方向, y 代表衍射平面与光栅平面的 η 轴平行的方向;图6为本实施例提供的X射线折射闪耀光栅的在0.0413nm波长的X射线照射下 x 方向的衍射强度分布图。其中,横轴代表衍射级次,纵轴为归一化衍射强度。从图中可以直观的看出本发明实施例提供的X射线折射闪耀光栅的衍射效果与所预期的一致,在 x 轴上20级衍射强度显著高于其他衍射级次,衍射效率达到79%。因此本发明实施例提供的X射线折射闪耀光栅可以作为硬X射线单色仪或者光谱仪的分光元件使用,能够有效避免0级透射光的问题,同时有效提升衍射效率。

[0051] 如图7所示,本实施例的X射线折射闪耀光栅的制备方法,包括以下步骤:

[0052] (1) 根据所需闪耀的X射线求得X射线折射闪耀光栅的周期参数,得到待加工的光栅图形;

[0053] (2) 在双面抛光的待加工的光栅基板上镀一层20nm金膜,在金膜上涂制一层70nm-100nm光刻胶;

[0054] (3) 根据光栅图形并利用电子束光刻和光刻胶显影,得到光栅光刻胶图形;

[0055] (4) 采用离子束刻蚀将光栅光刻胶图形转移到金膜上,并去除残留的光刻胶,到折射闪耀光栅的金纳米结构;

[0056] (5) 采用金属催化化学腐蚀法,以折射闪耀光栅的金纳米结构作为局部阴极,并浸没在4.5mol/L含氟化氢和0.15mol/L双氧水的混合溶液中,利用垂直方向的腐蚀,得到光栅基板;

[0057] (6) 采用堆叠数层光栅基板获得X射线折射闪耀光栅。

[0058] 上述实施例仅为本发明的优选实施例,并非对本发明保护范围的限制,但凡采用本发明的设计原理,以及在此基础上进行非创造性劳动而作出的变化,均应属于本发明的保护范围之内。

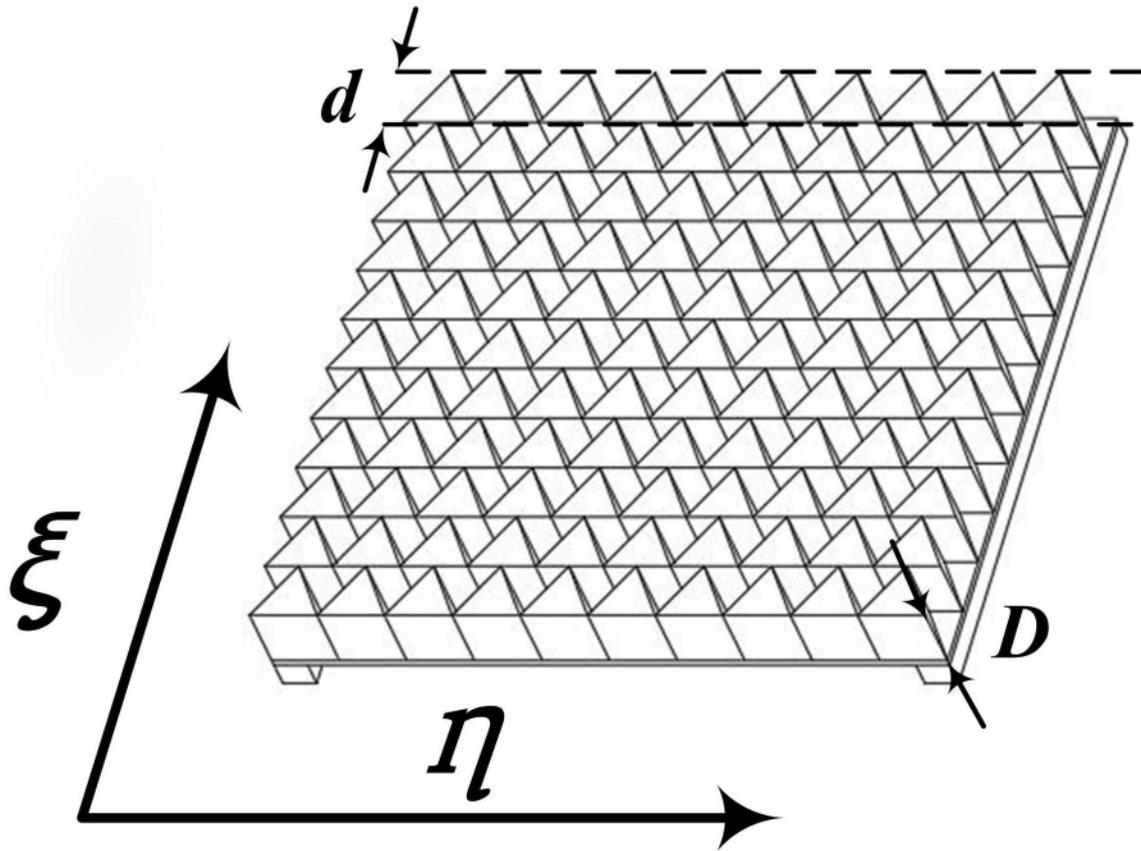


图1

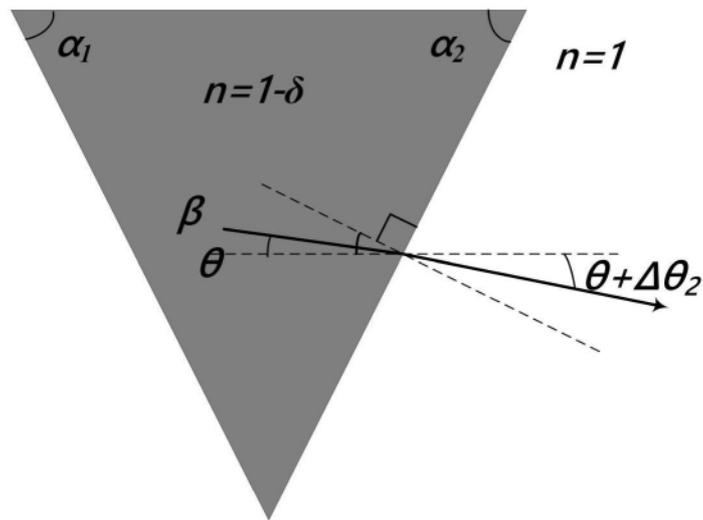


图2

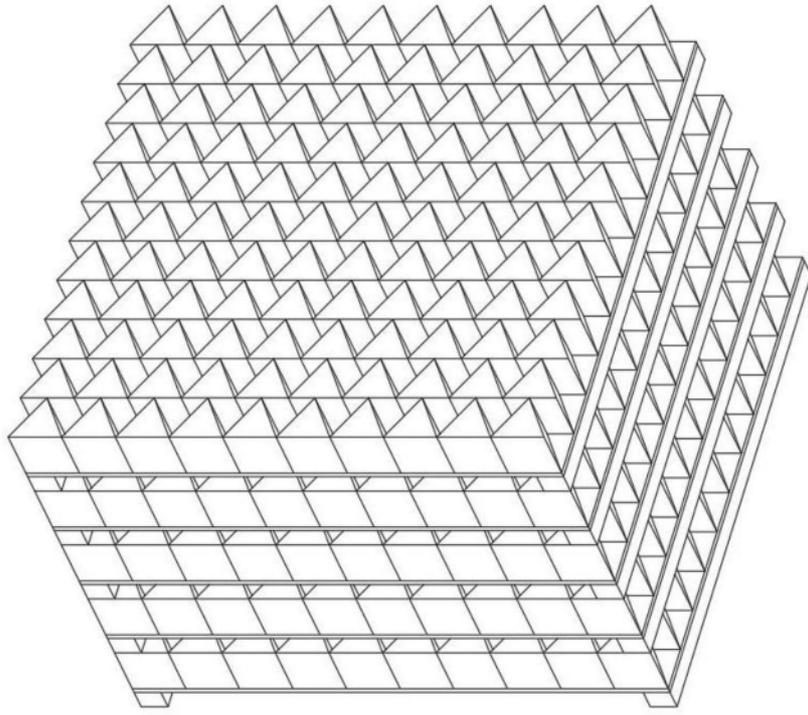


图3

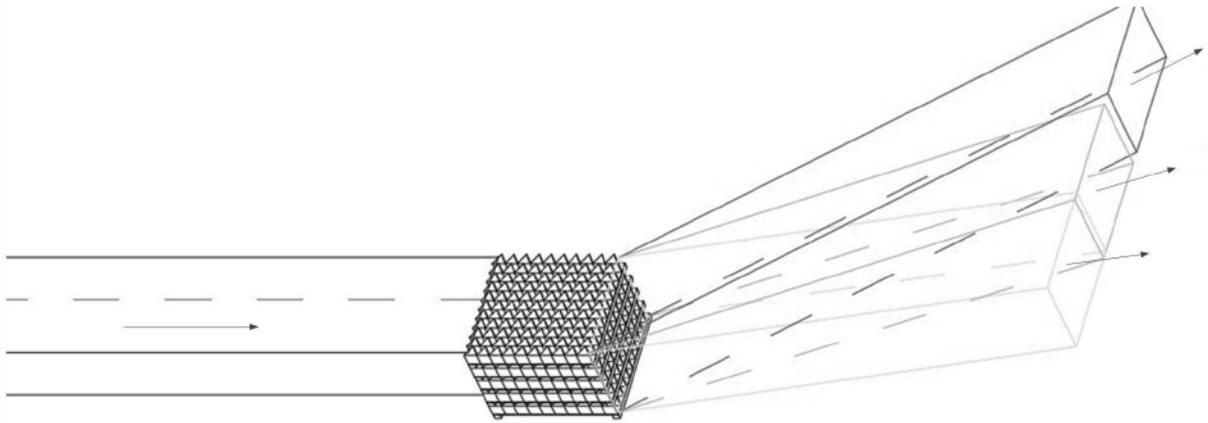


图4

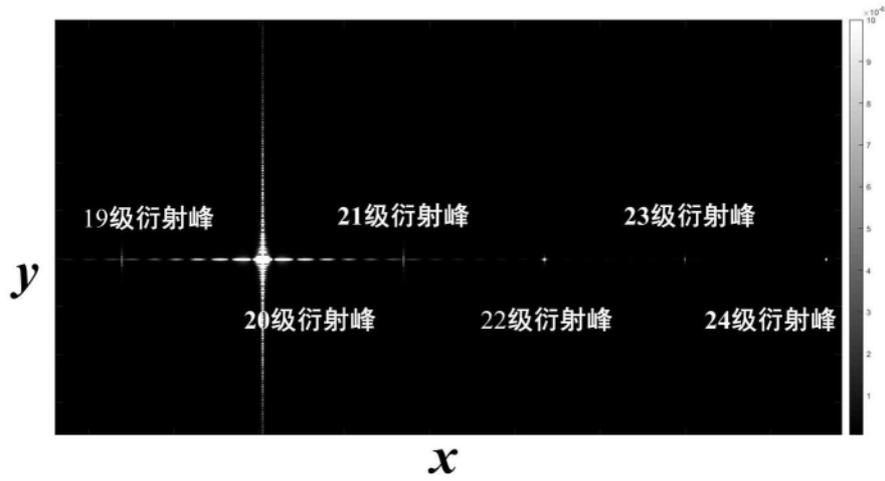


图5

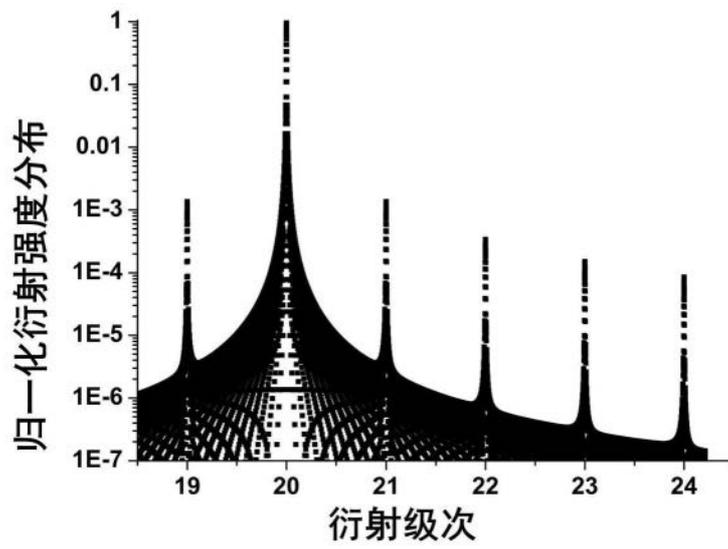


图6

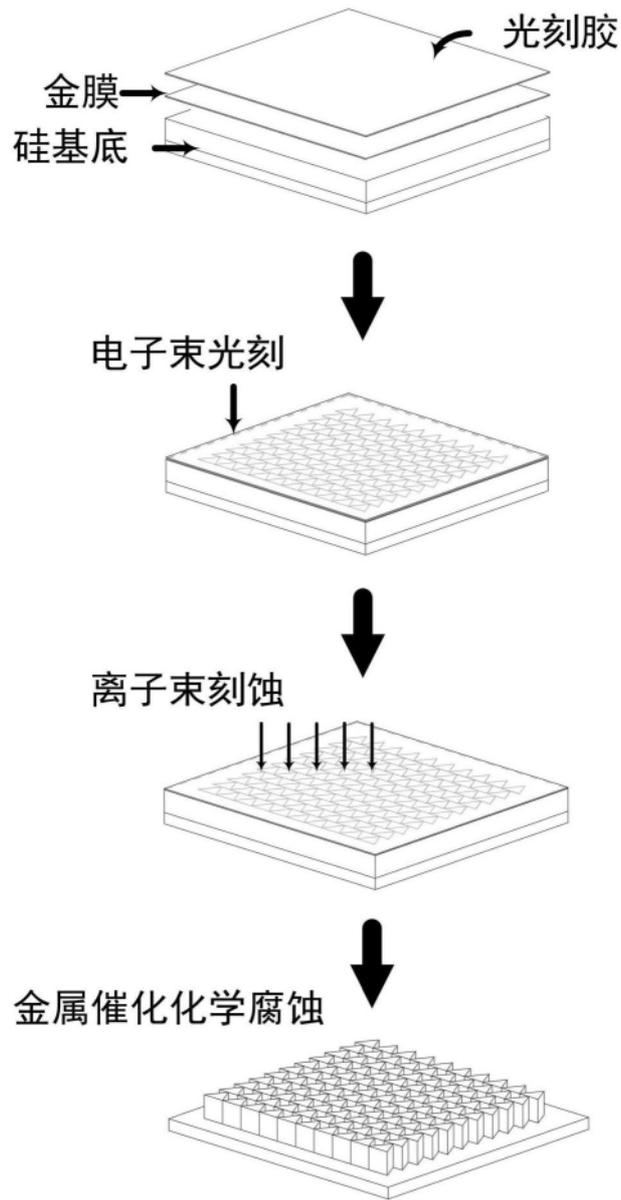


图7