Conception d'un microscope X dans la fenêtre de l'eau pour la biologie

3e Journée Couches Minces Optiques

Catherine BURCKLEN
Directeur de thèse : Franck DELMOTTE
Co-encadrants : Raymond MERCIER & Sébastien DE ROSSI

Institut d'Optique
Groupe Optique XUV & Surfaces Optiques

But de ma thèse

- Equipex **Morphoscope** :
  - Plateforme d'étude de la morphogénèse
  - → Microscope X haute résolution sur une ligne synchrotron dédiée

- D'ici la fin de ma thèse :
  - Progrès sur les barrières technologiques
  - Rassembler et repousser les limites des compétences du groupe et des ateliers d'optique de précision et de mécanique

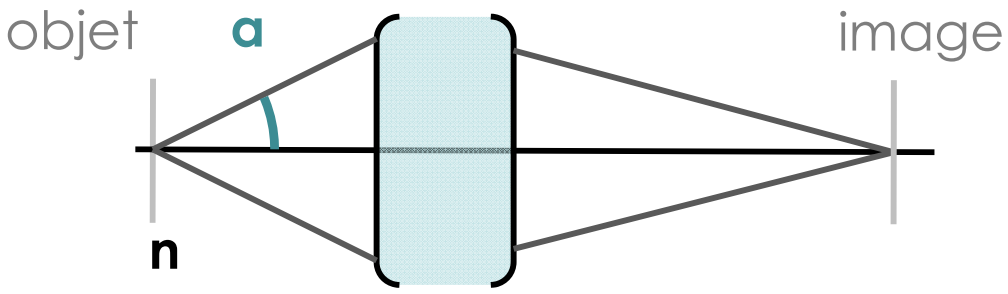
Sommaire

1. **Présentation de la microscopie X**
2. Résultats
    1. Design optique
    2. Revêtements multicouches
3. Conclusion

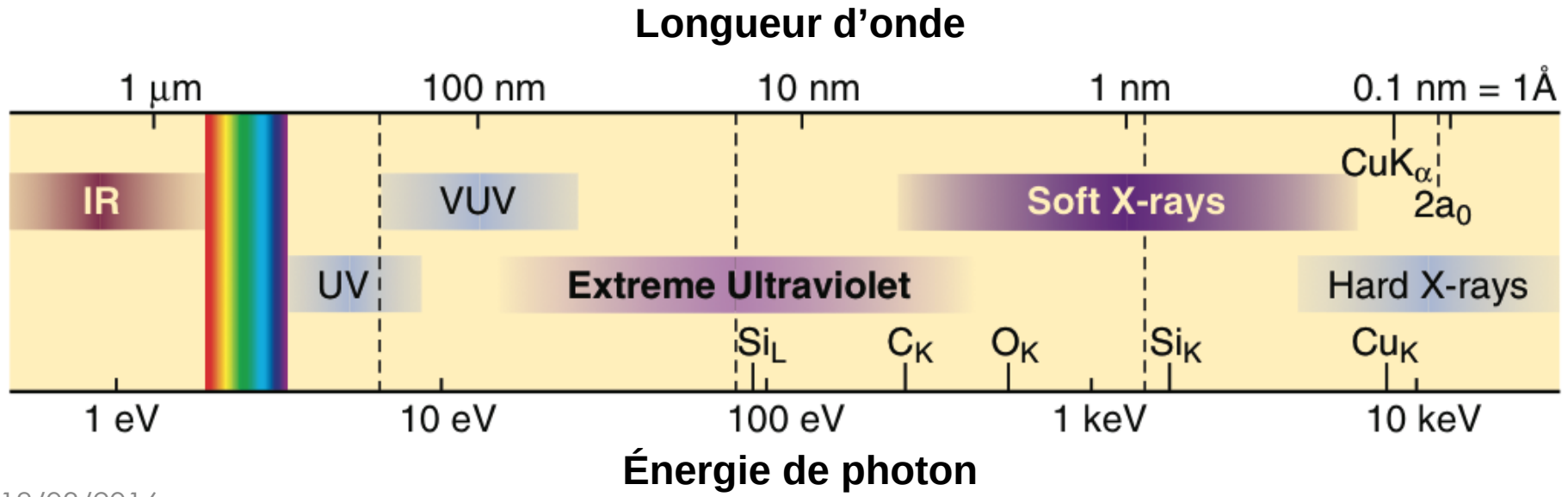
Pourquoi utiliser les rayons X?

- Résolution (imagerie « conventionelle »)

$$\delta x \approx \frac{\lambda}{2\,NA}$$

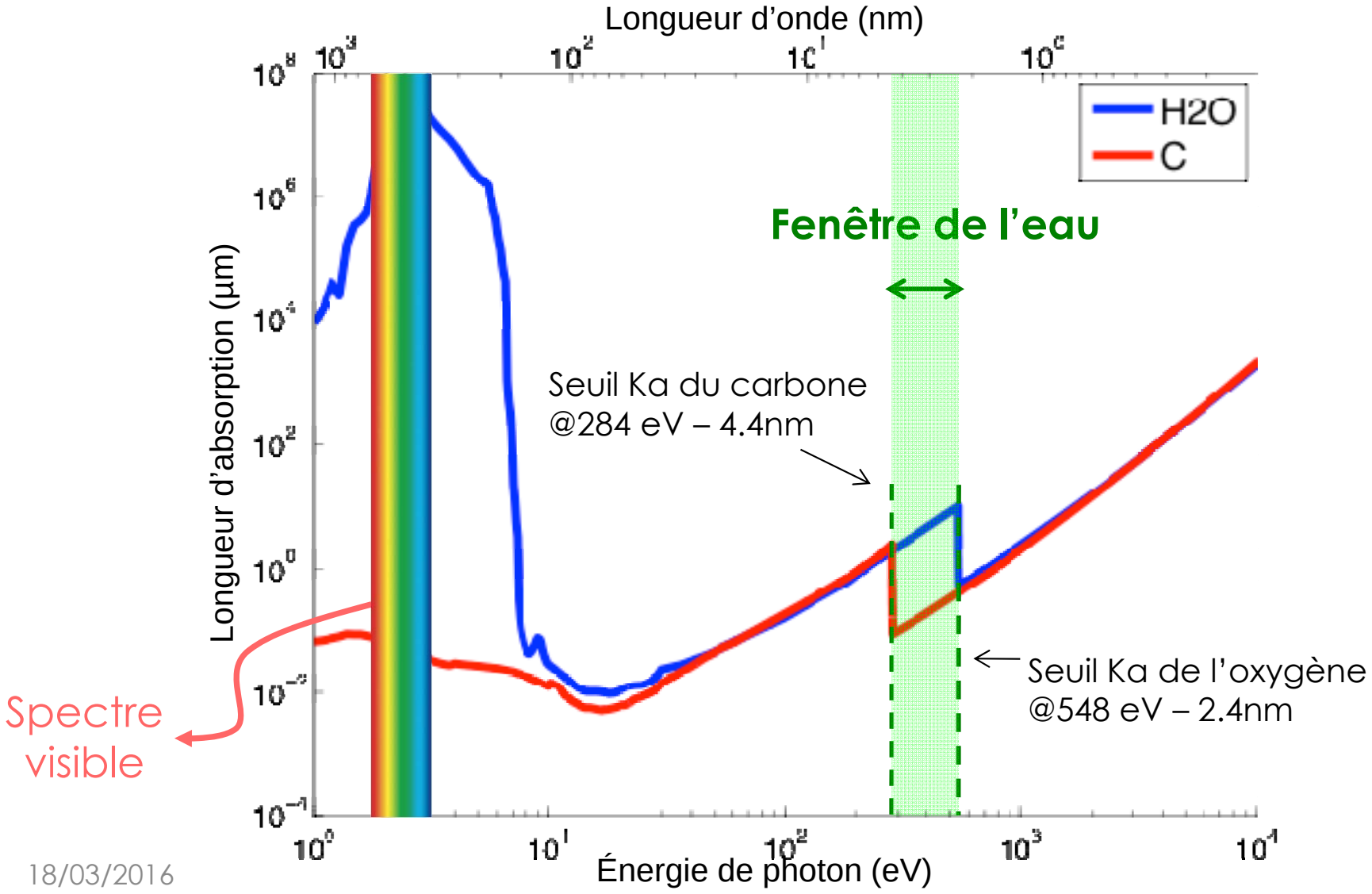


Avec $NA = n \sin\alpha$



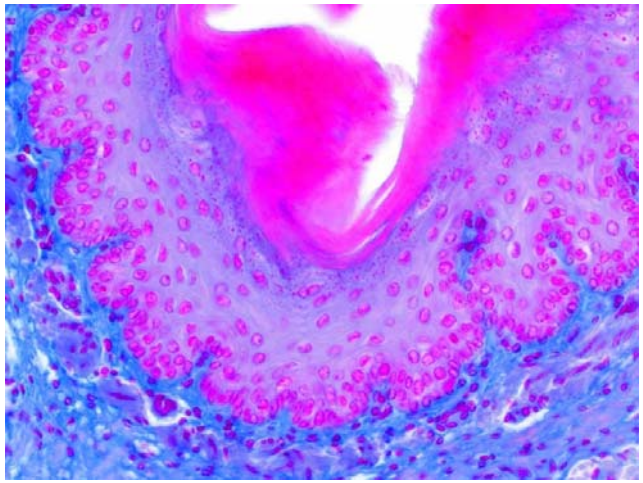
Pourquoi utiliser les rayons X?

- Contraste : la fenêtre de l'eau



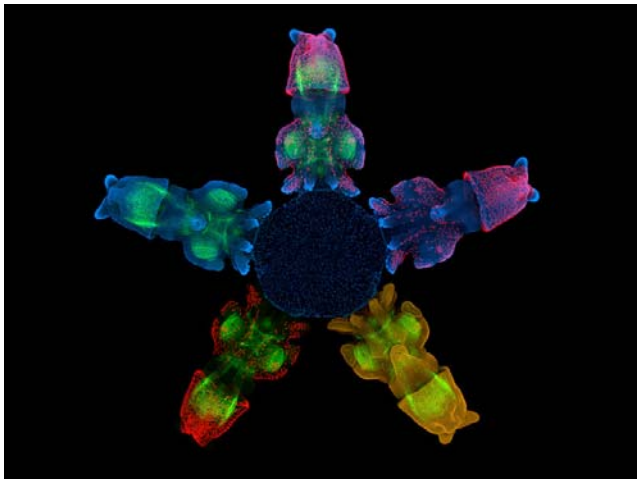
Pourquoi utiliser les rayons X?

Microscopie visible « conventionelle »



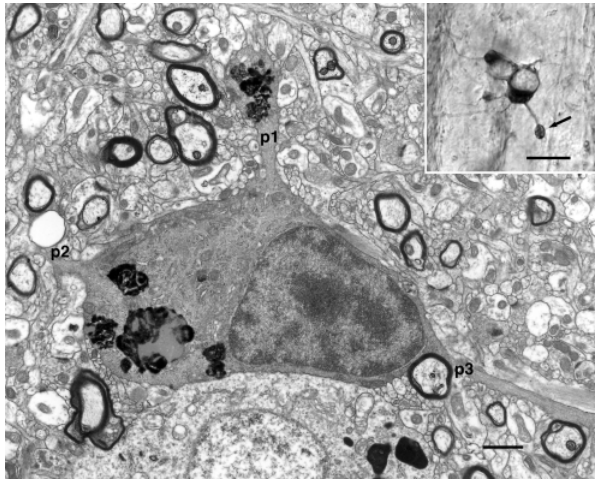
Guinea pig eusophagus (www.zeiss.com)

Microscopie confocale



Squid embryo, courtesy of Marine Biological Laboratory, Woods Hole, MA.

Microscopie électronique



Oligodendrocyte of a monkey (A. Peters, Frontiers in Neuroanatomy 2009; 3: 11)

Microscopie X dans la fenêtre de l'eau

☺

- Contraste naturel
- Haute résolution
- Tomographie

☹

- Dose
- Environnement sous vide
- Besoin de sources brilliantes

Comment faire un microscope X?

"Nothing refracts, nothing transmits"

M. MacDonald

- @λ= 3 nm pour SiO_2 :
  - Indice de réfraction : ≈ 0.9978
  - Longueur d'absorption : ≈ 0.5 µm

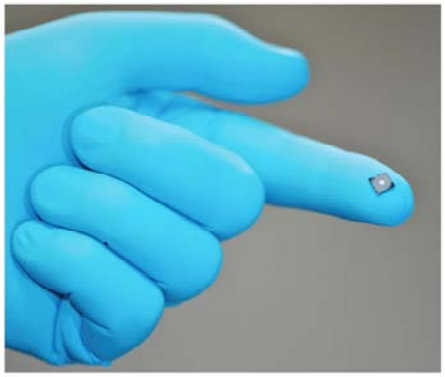
→ **Pas de lentille réfractive!**

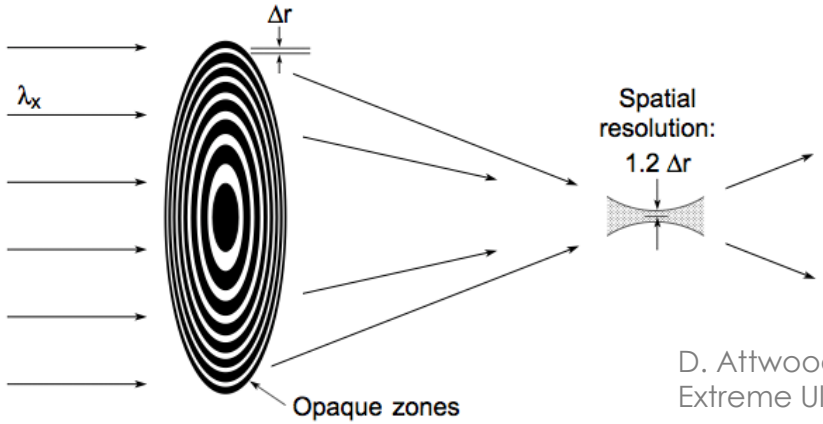
  - Réflexion normale : ≈0.0001%

- 2 sortes de composants optiques :
  - Diffractifs → lentilles à zones de Fresnel
  - Réflectifs → **miroirs multicouches**

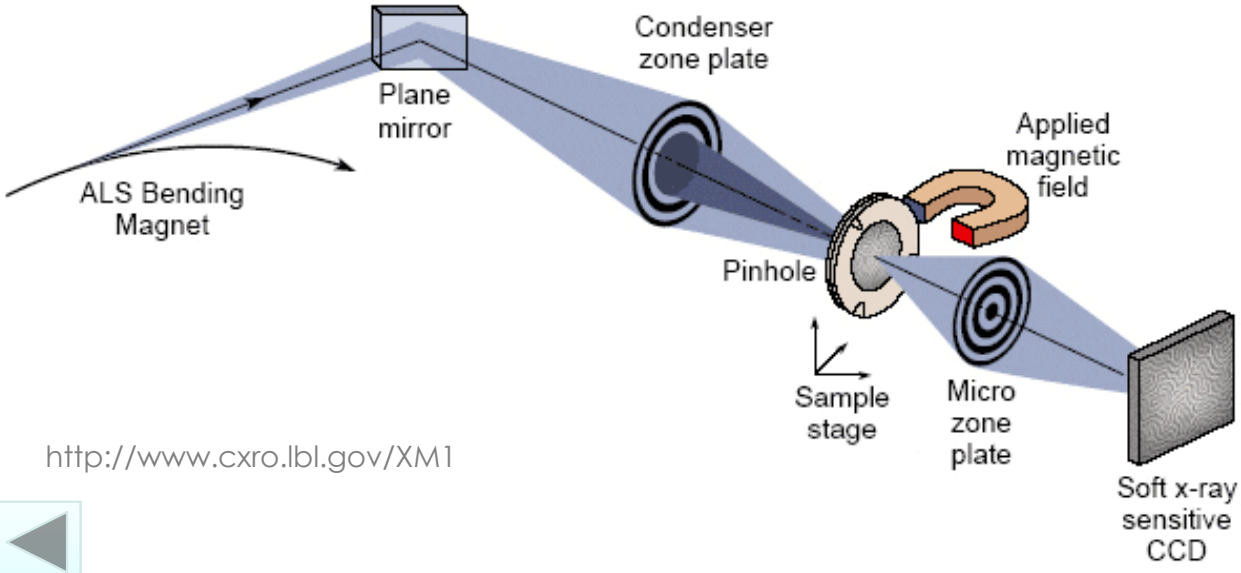
Microscope à composants diffractifs

- Composants diffractifs : "lentilles" à zones de Fresnel





D. Attwood, "Soft X-Rays and Extreme Ultraviolet Radiation"



http://www.cxro.lbl.gov/XM1

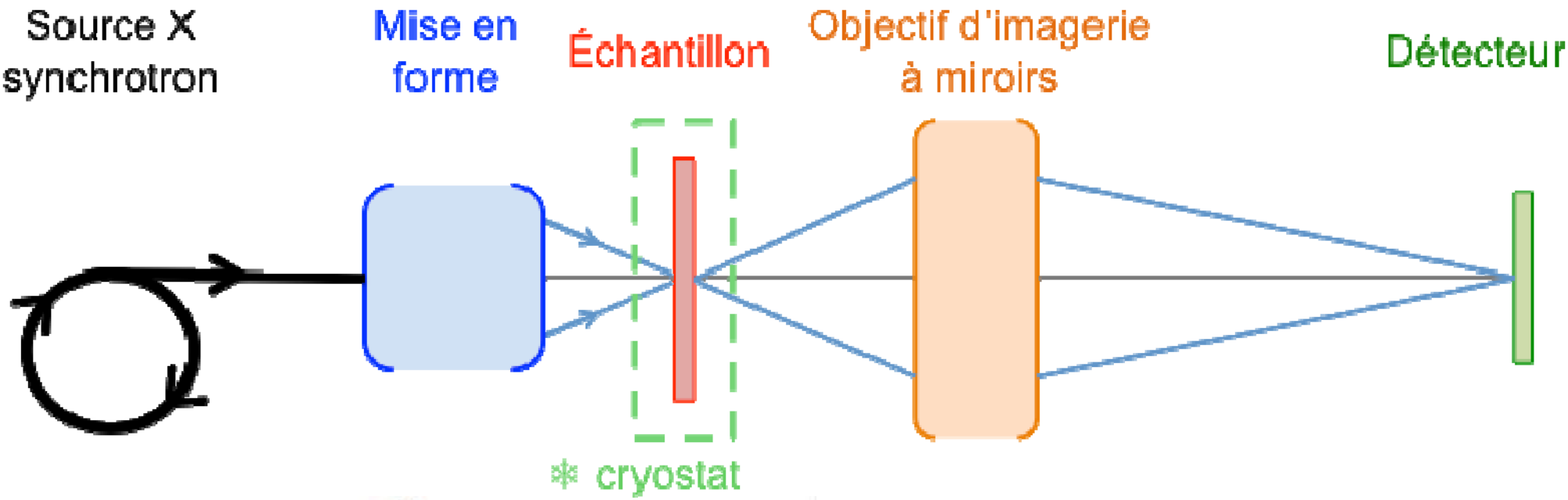
Parametres	**Typical values**
Diamètre	*<0.1 mm*
Focale	*0.5-1.5 mm*
Nombre de zones	*100-1000*
Épaisseur min de la zone	15-50 nm
Efficacité de diffraction	(5...30)%

VDI/VDE 5575 Blatt 5:2009-02 Röntgenoptische Systeme, Transmissionszonenplatten

Sommaire

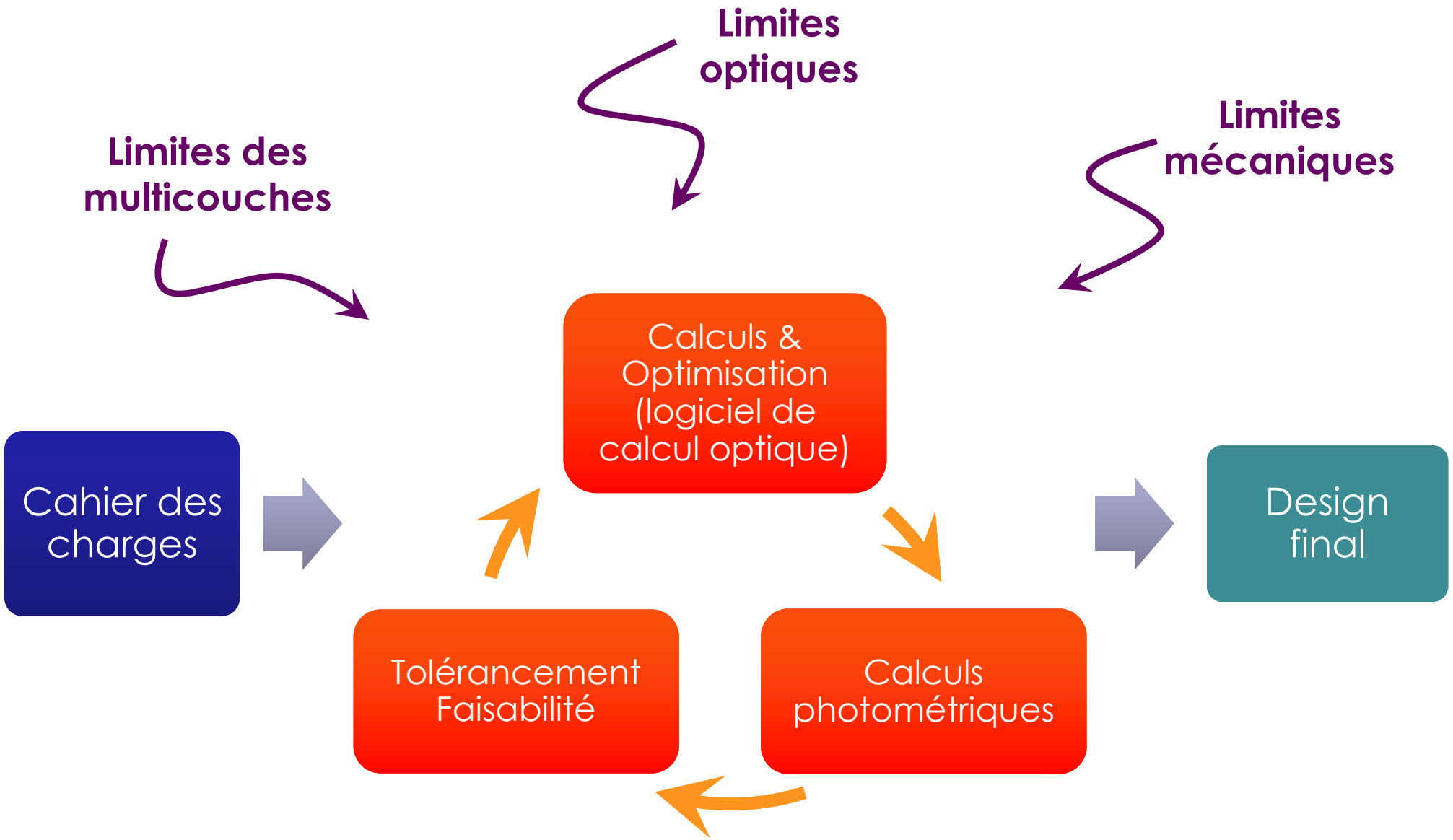
1. Présentation de la microscopie X
2. **Résultats**
    1. **Design optique**
    2. Revêtements multicouches
3. Conclusion

Cahier des charges du microscope



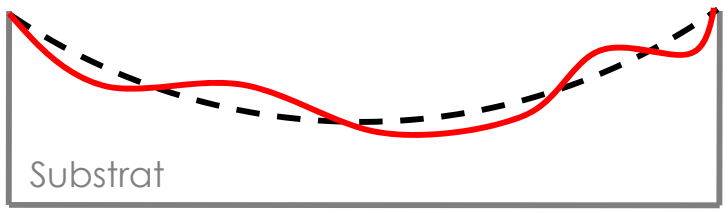
- Résolution sub 100nm
- Longueur d'onde : 2.4 nm – 4.4 nm
- Frontale ≈cm
- Champ : qlq 10 µm
- Sous vide

Procédure d'optimisation du design optique



Le problème des erreurs de forme

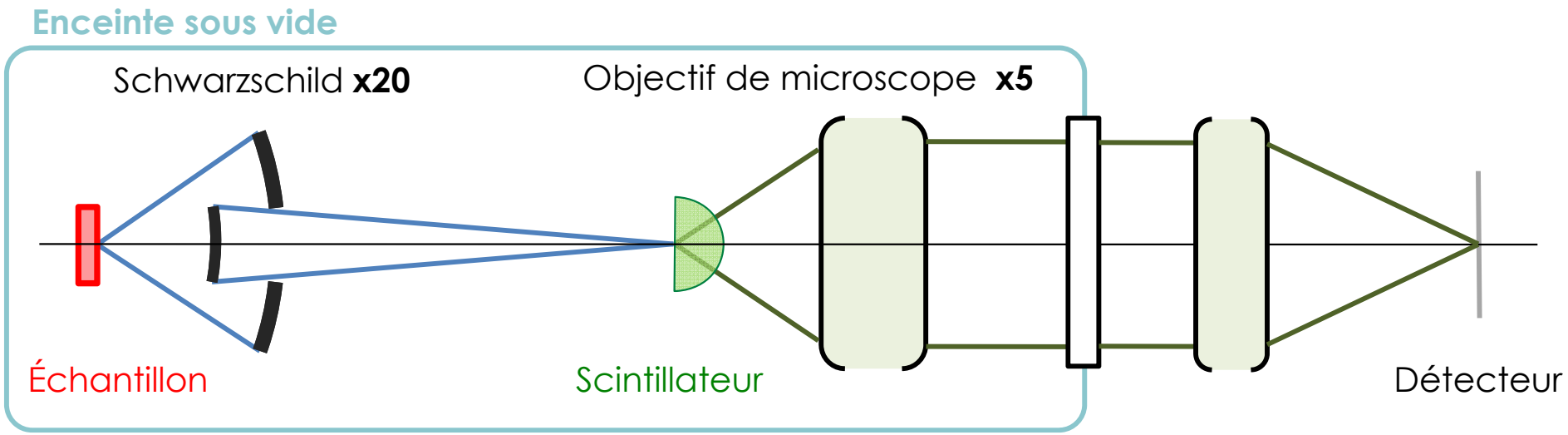
- Superpolissage manuel à la poix
- Limites du polissage
  - Erreurs de forme ≈1 nm RMS → **λ/3 !**
  - Rugosité ≈1Å



Sphère parfaite

Surface réelle (avec erreurs de forme)

Design optique du microscope

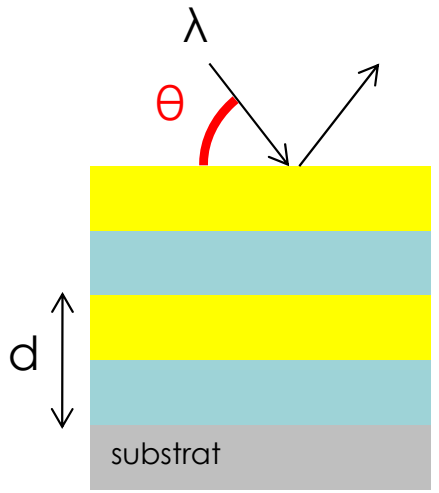


- Résolution visée : **sub-100 nm**
- NA = 0.15, λ=3.2 nm
- Grandissement **x100**
- Encombrement ≈ **1m**

Sommaire

1. Présentation de la microscopie X
2. **Résultats**
    1. Design optique
    2. **Revêtements multicouches**
3. Conclusion

Revêtements multicouches



- Loi de Bragg au 1er ordre

$$\lambda = 2dn_{eff}\sin\theta$$

- Dans la fenêtre de l'eau
  - Proche incidence normale → d≈λ/2
    → épaisseur des couches **< 1 nm**!
  - Matériaux : Cr/Sc

    Seuil L du Sc : hν=398.7eV / λ=3.11 nm

Multicouches dans la fenêtre de l'eau

- Assez faibles réflectivités!

14.5% near-normal incidence reflectance of Cr/Sc x-ray multilayer mirrors for the water window

F. Erriksson et al., Opt Lett. 2003 Dec 15;28(24):2494-6

Progress in short period multilayer coatings for water window applications

E.M. Gullikson et al., conférence PXRMS (Japon, 2006)

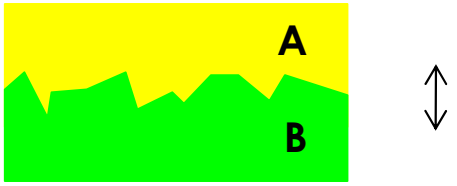
Réflectivité de 32% (10° incidence, proche seuil Sc) ; non publié!

Multicouches dans la fenêtre de l'eau

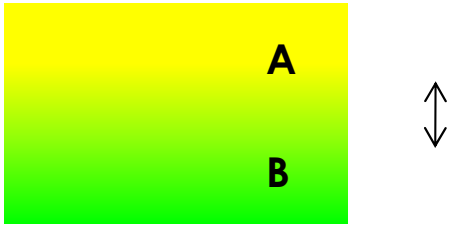
- Influence de la qualité des interfaces

Interface parfaite

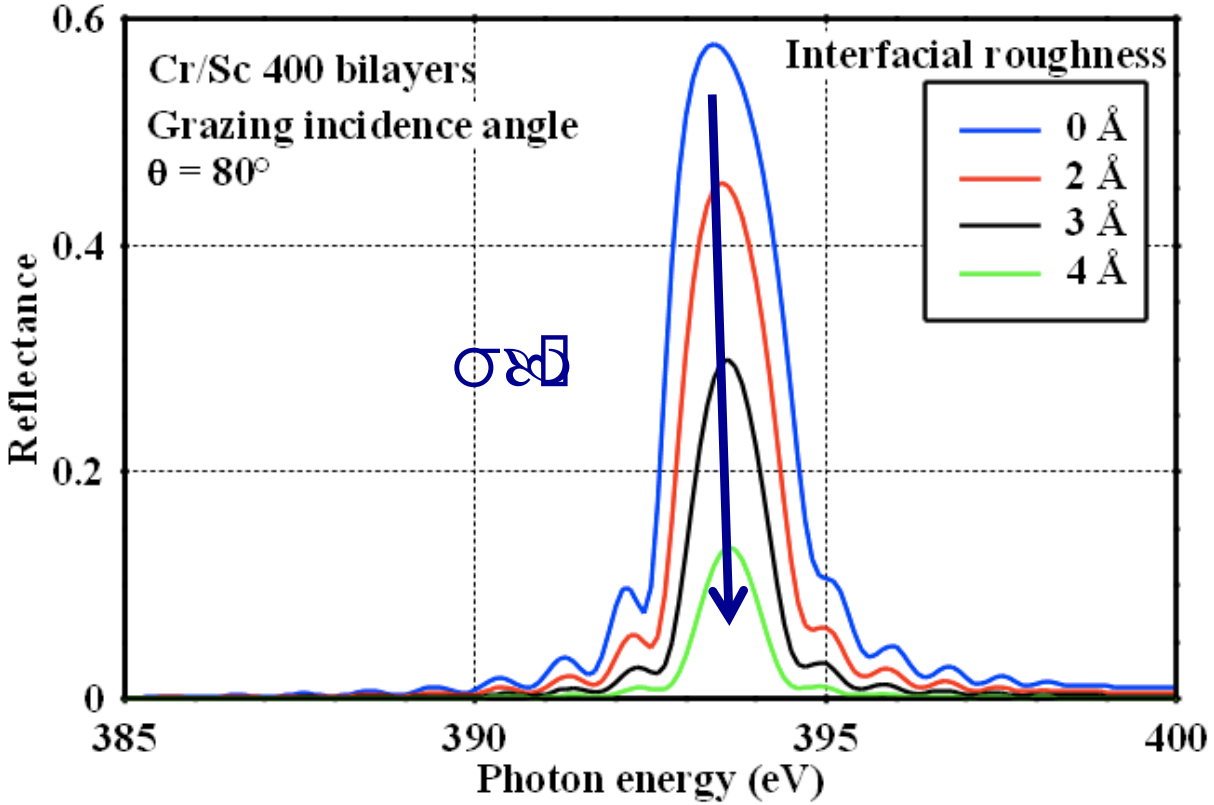
Interface avec rugosité



Interface avec interdiffusion



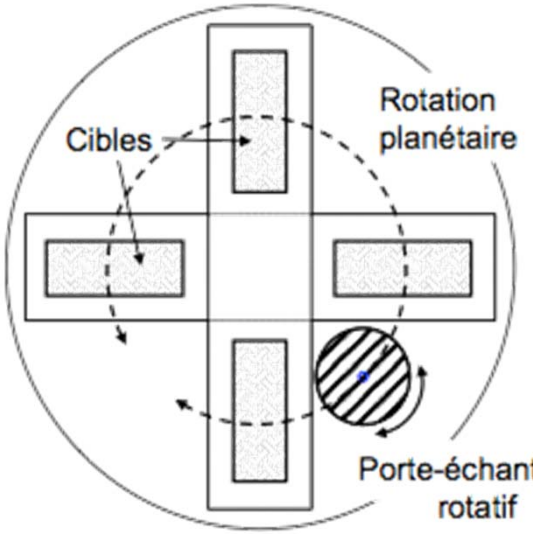
Simulation



Fabrication & Métrologie au LCF

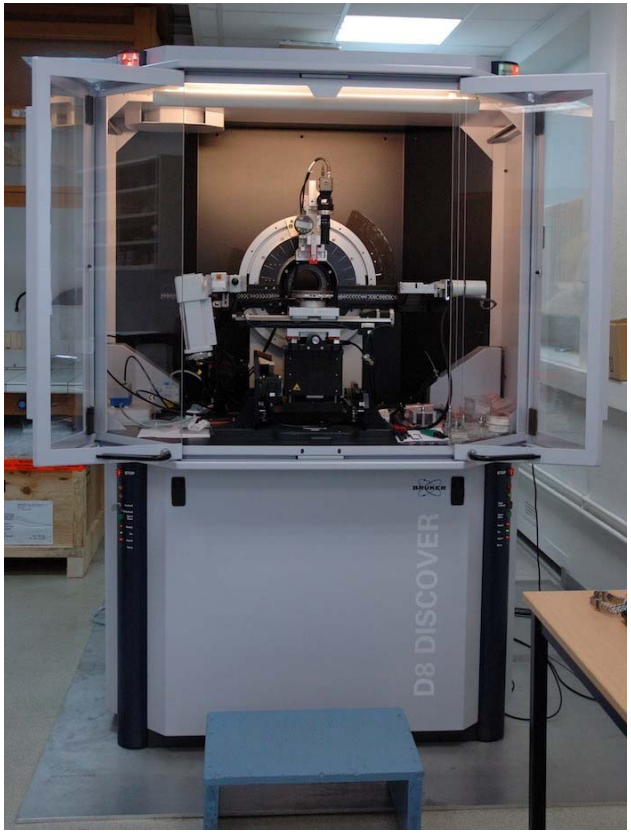
Pulvérisation cathodique magnétron : MP800S (Plassys)

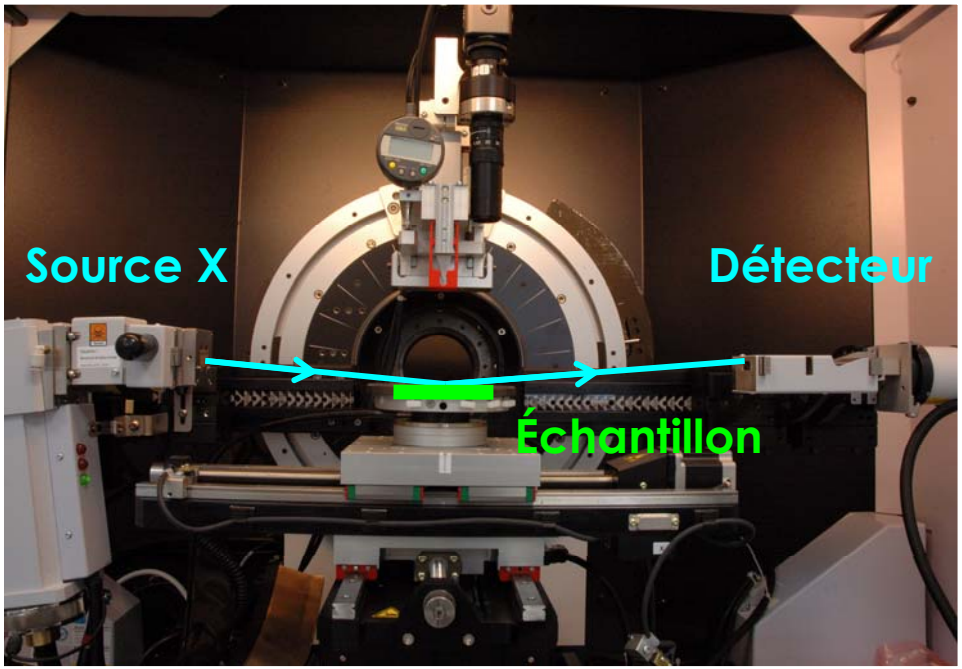
- 4 cibles (2DC, 2RF)
- Pression résiduelle ≤10^{-8} mbar
- Pression de travail entre 0.6 et 10mTorr
- Gaz : Ar, N_2, O_2

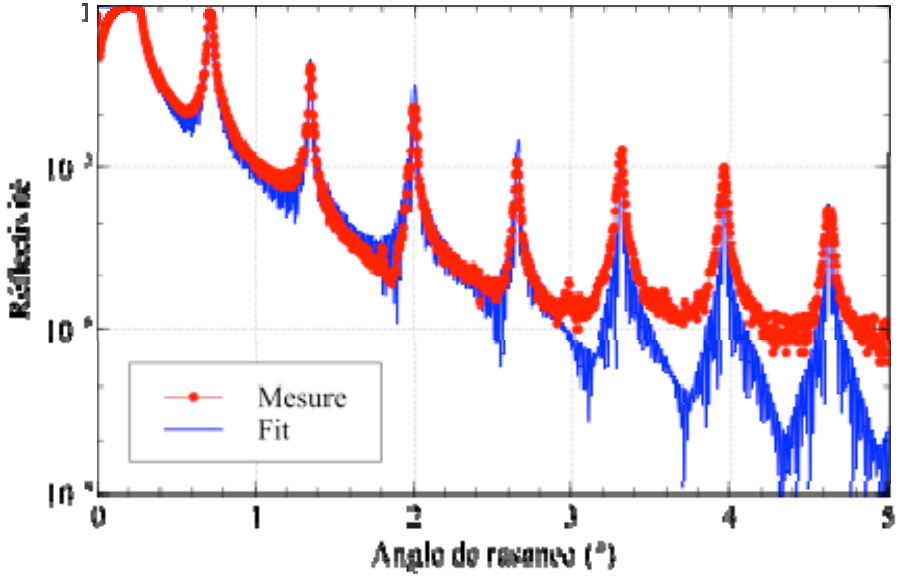


Fabrication & Métrologie au LCF

Réflectomètre X rasant (Bruker Discover D8)





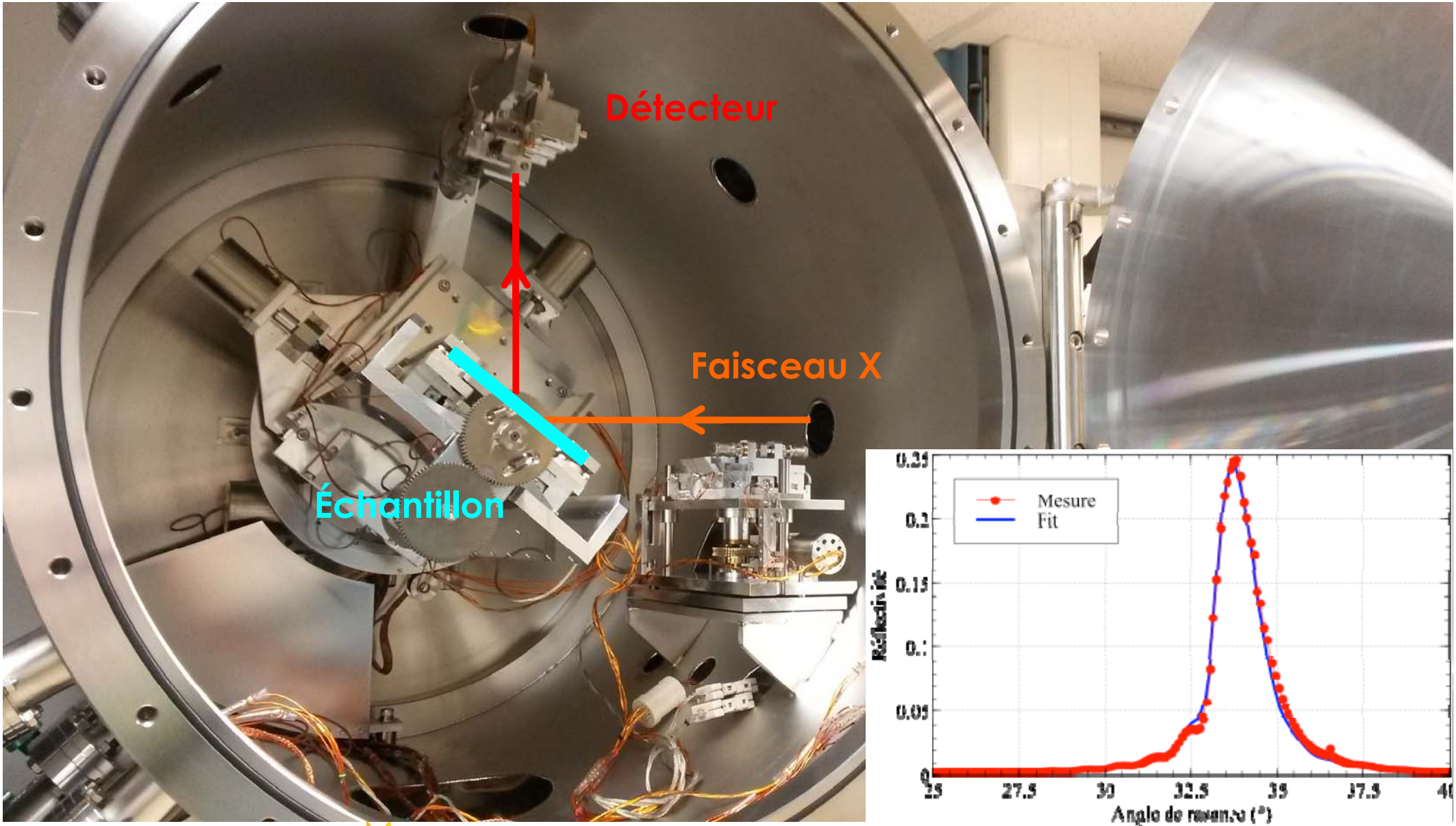


- Source Cu K-a (0.154nm – 8keV)
- Mesure θ-2θ
  - épaisseurs, rugosités

INSTITUT d'OPTIQUE GRADUATE SCHOOL ParisTech

Métrologie à la longueur d'onde

Métrologie à la longueur d'onde



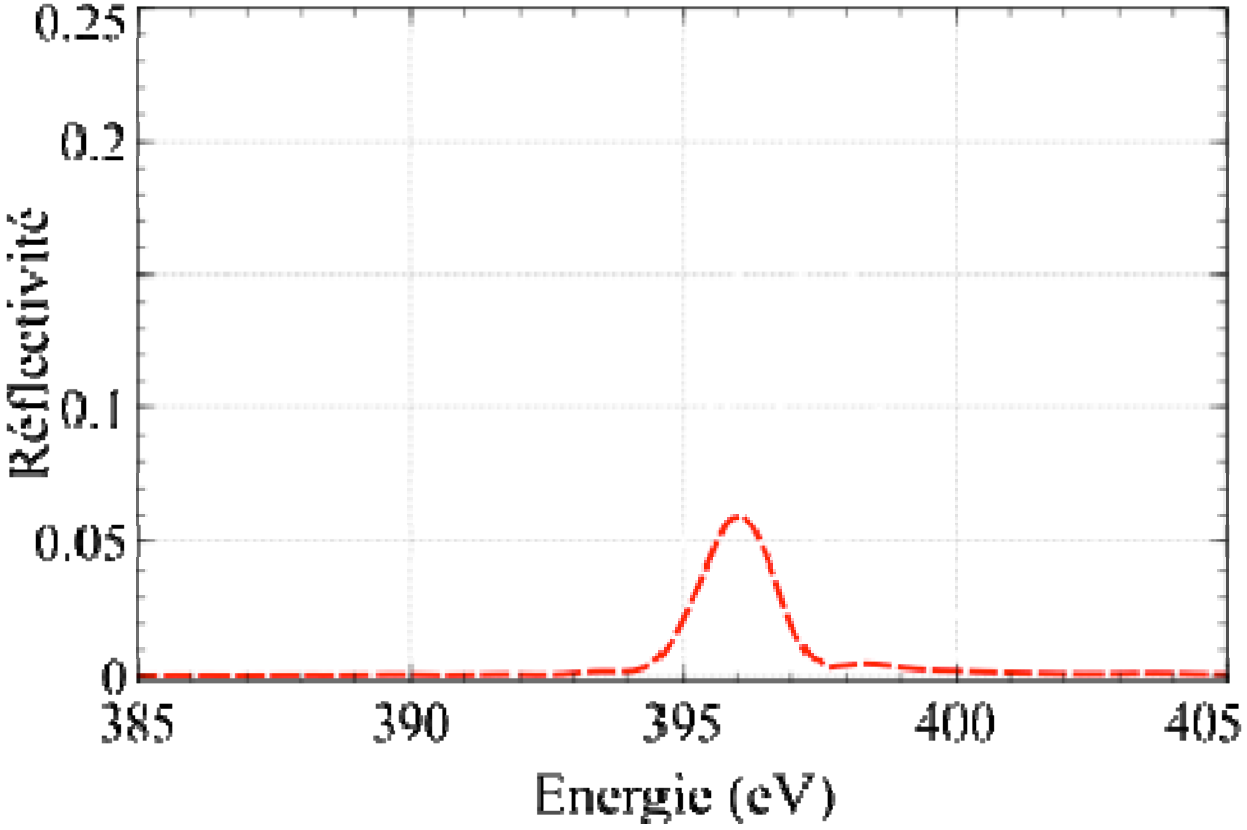
Quelques résultats

- Dépôts Cr/Sc
  - Simples
  - Avec ajout de couches barrières en B_4C
  - Avec ajout d'azote pendant le dépôt du Cr
  - Avec les couches barrières en B_4C **ET** la nitruration du Cr

Quelques résultats

- Résultats des multicouches contenant du Cr nitruré

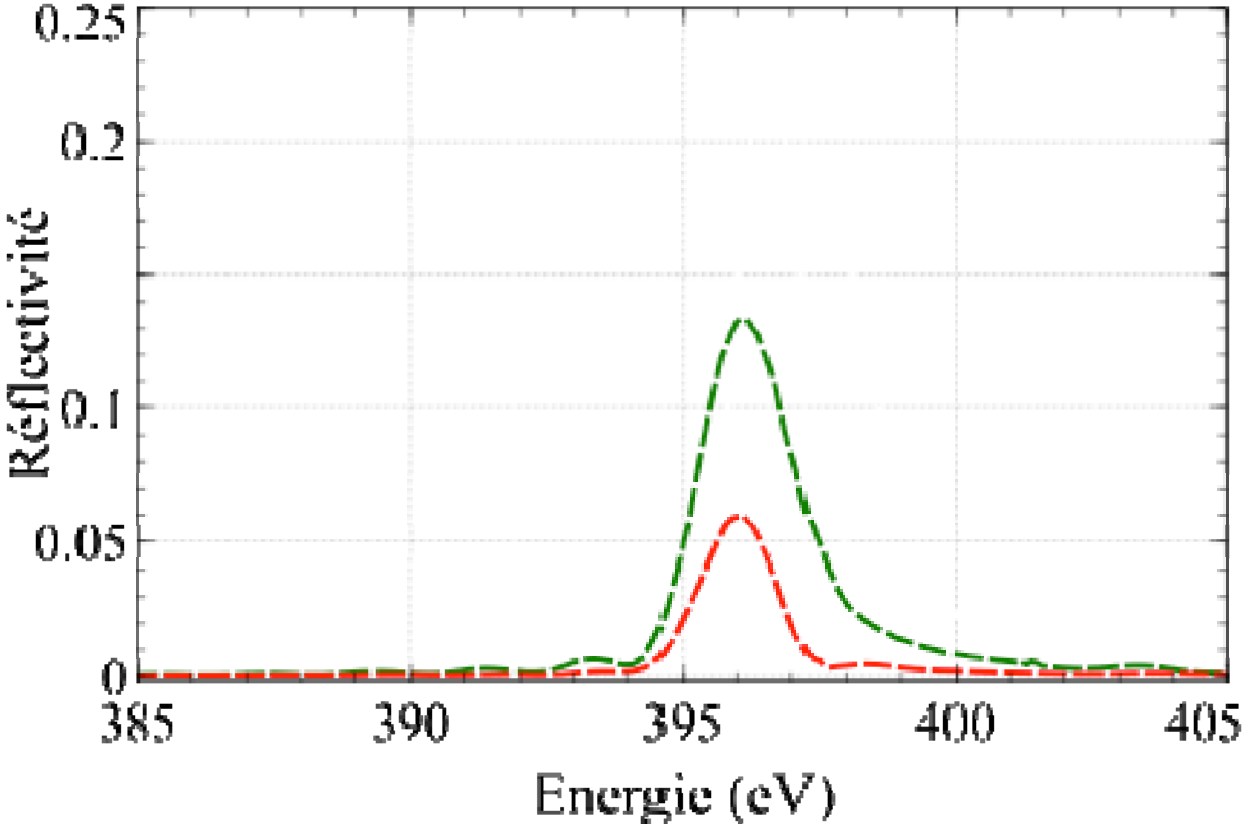
200 périodes sans barrière



Quelques résultats

- Résultats des multicouches contenant du Cr nitruré

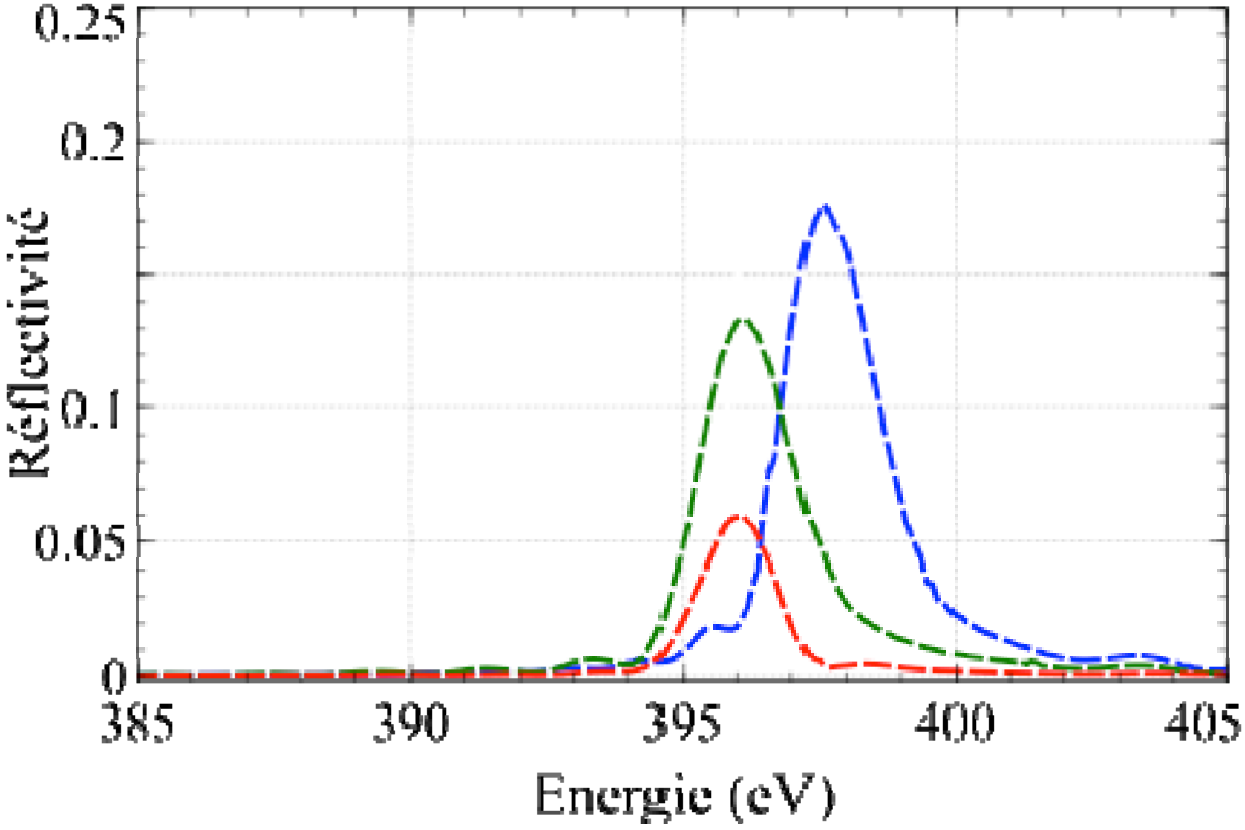
200 périodes sans barrière



200 périodes avec barrières

Quelques résultats

- Résultats des multicouches contenant du Cr nitruré



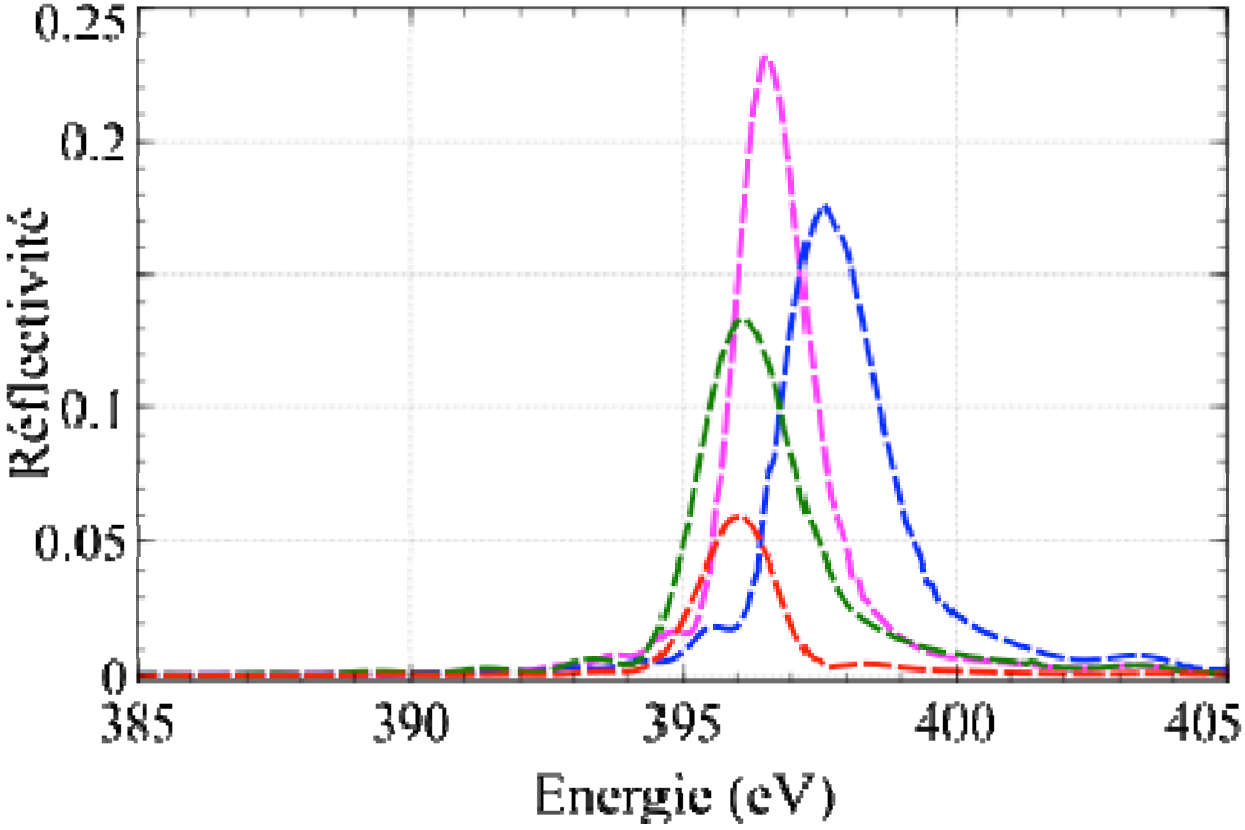
200 périodes sans barrière

300 périodes avec barrières

200 périodes avec barrières

Quelques résultats

- Résultats des multicouches contenant du Cr nitruré



400 périodes avec barrières

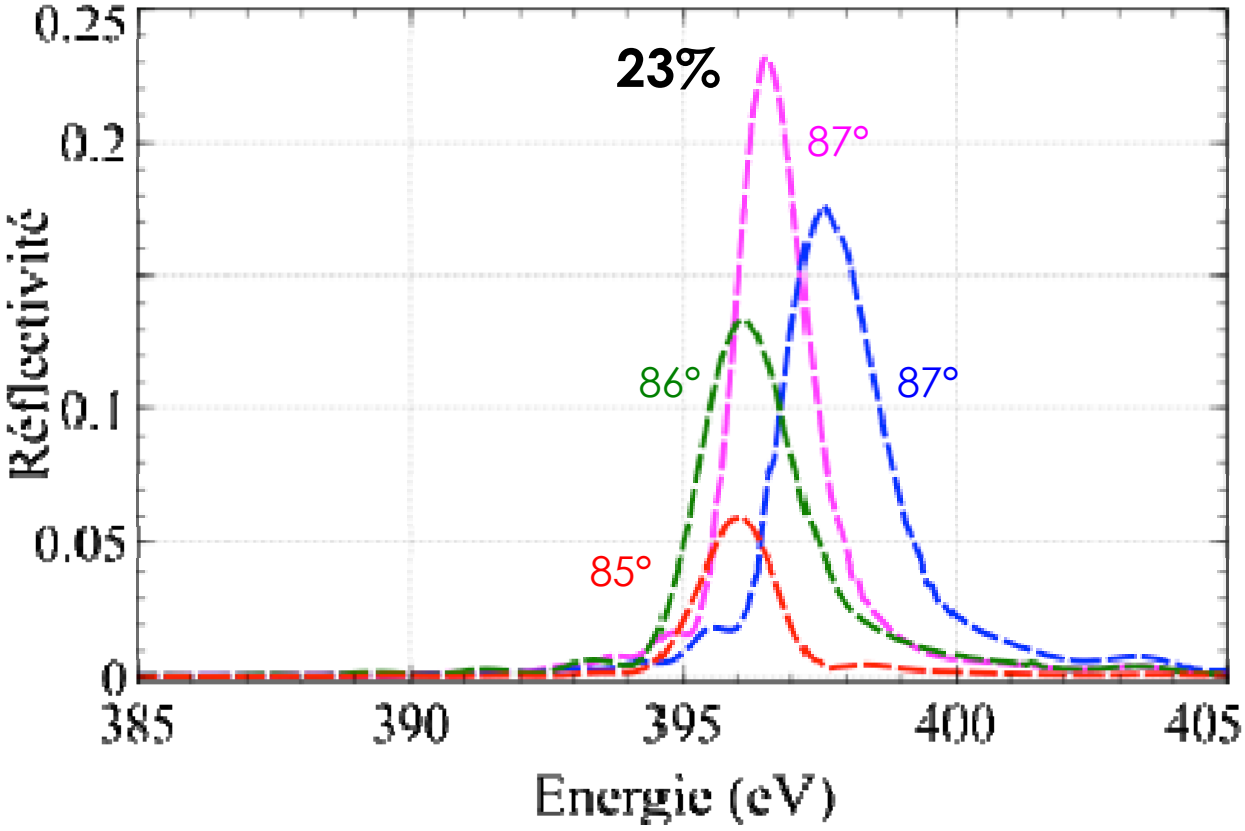
300 périodes avec barrières

200 périodes avec barrières

200 périodes sans barrière

Quelques résultats

- Résultats des multicouches contenant du Cr nitruré



400 périodes avec barrières

300 périodes avec barrières

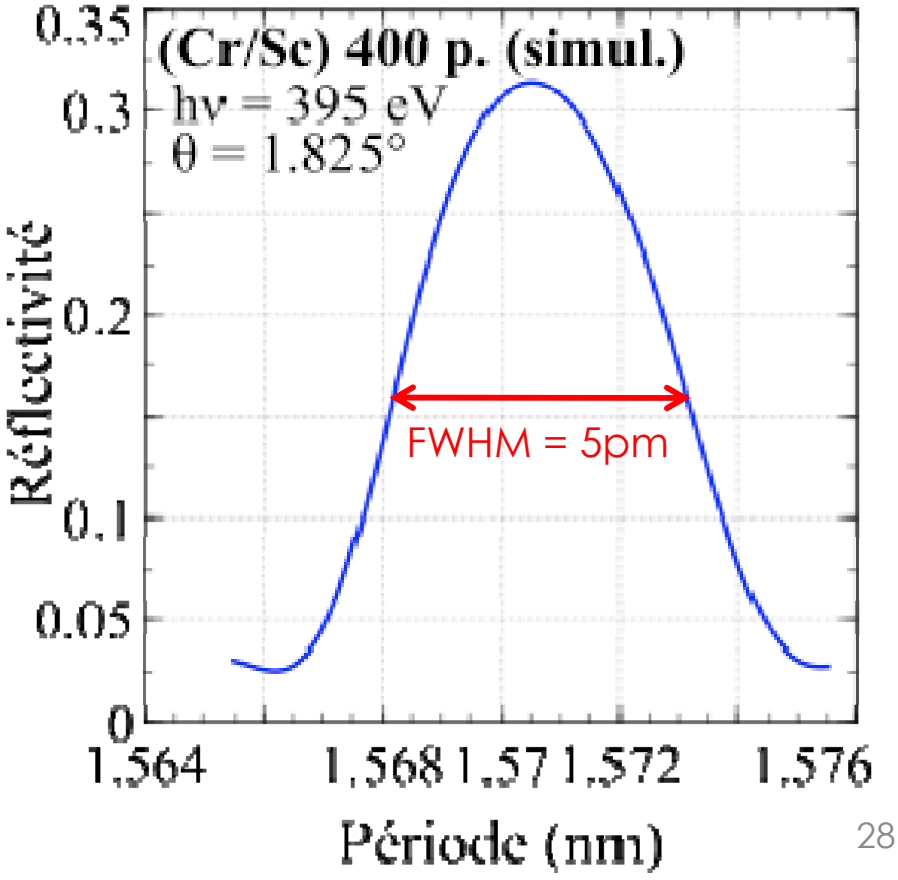
200 périodes avec barrières

200 périodes sans barrière

Période : 1.565 nm, rugosité moyenne ≈ 4 Å

Contraintes additionnelles

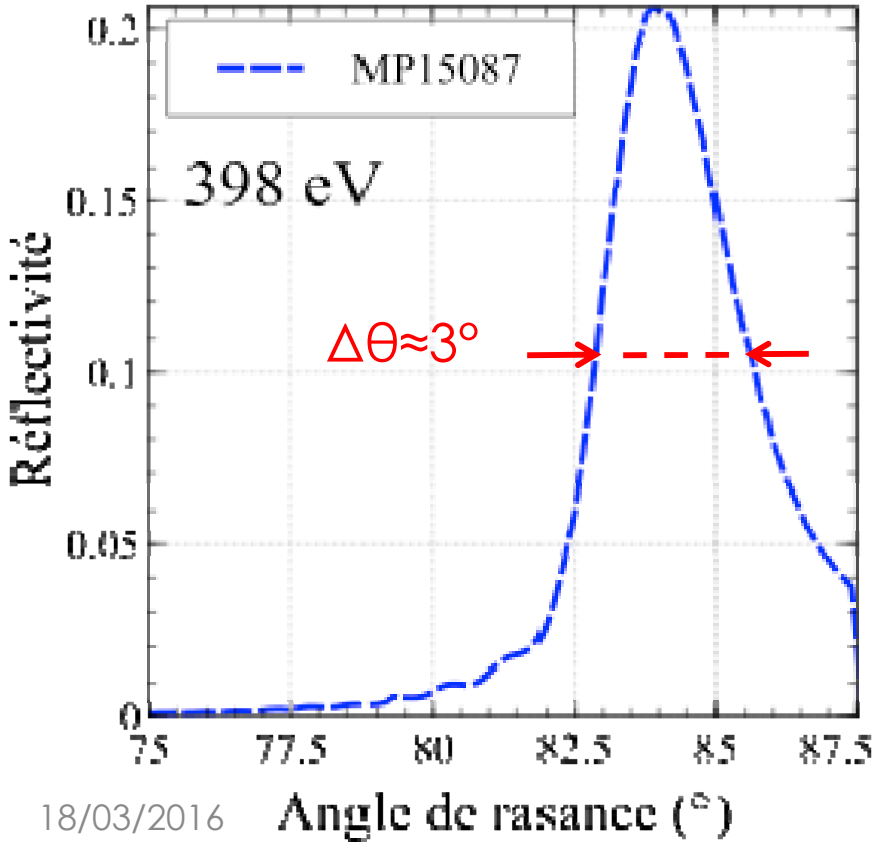
- Répétabilité
  - Même longueur d'onde réfléchie pour les deux miroirs!
- Uniformité
  - **±0.15%** sur toute la surface du miroir (Ø84 mm pour le primaire)

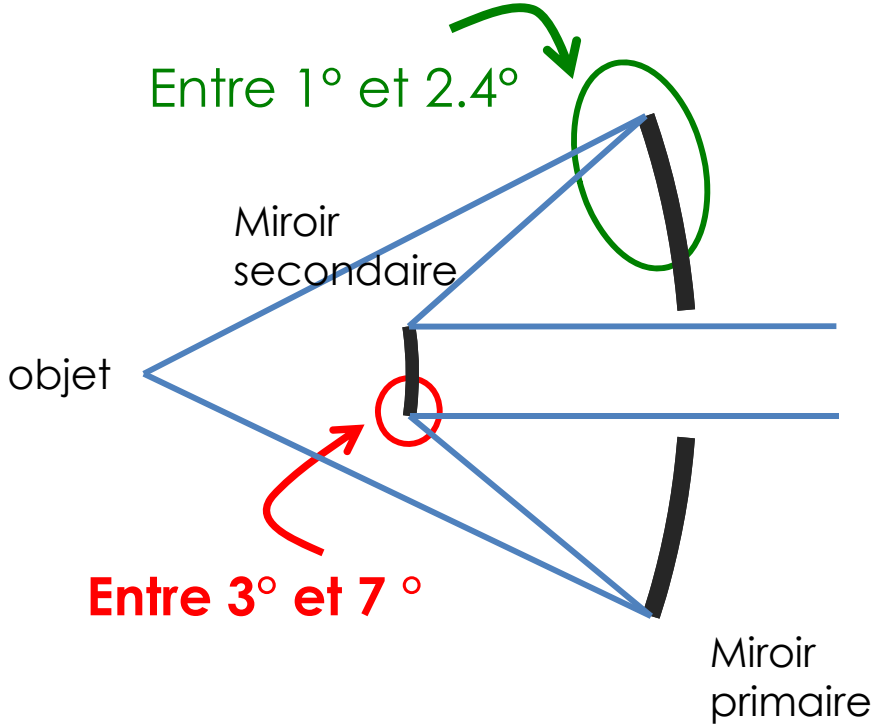


Contraintes additionnelles

- **Gradient latéral de période** pour le miroir secondaire

Bande passante angulaire < Variation de l'angle d'incidence





Conclusion

- Design
- Multicouches
  - Étude des matériaux
  - Étude uniformité et gradient

  À faire
- Mécanique
- Polissage et métrologie des surfaces
- Métrologie au LCF

  À faire
- Métrologie X

  À faire

Merci pour votre attention!

Équipe XUV & Surfaces Optiques
Frank DELMOTTE
Sébastien DE ROSSI
Raymond MERCIER
Evgueni MELTCHAKOV
Marc ROULLIAY
Arnaud JÉRÔME
Françoise VARNIÈRE
Françoise BRIDOU
Bruno PARDO
Maël DELHINGER

Atelier d'optique de précision
Sophie COUMAR et Christian BEURTHE

Atelier de mécanique
André GUILBAUD