

Centre Énergie Matériaux Télécommunications

Alignment Techniques for Stacking X-Ray Fresnel Zone Plates Beyond the Diffraction Limit

By
Siqi Wang

Mémoire ou thèse présenté(e) pour l'obtention du grade de
Maître ès Sciences (M.Sc.)
en sciences de Master's in Energy and Material Sciences

Jury d'évaluation

Président du jury et
examineur interne

Sharif Sadaf
Institut National de la Recherche
Scientifique

Examineur externe

Xiaoye Chen
Applied Nanotools Inc.

Examineur interne

Sharif Sadaf
Institut National de la Recherche
Scientifique

Directeur de recherche

Jinyang Liang
Institut National de la Recherche
Scientifique

ACKNOWLEDGEMENTS

I would like to thank, first and foremost, my thesis Advisor Prof. Jinyang Liang for his patient guidance, helpful suggestions, and encouragement in my research and daily life. I cannot finish this dissertation without his contributions. Also, I would like to thank my group colleagues for their guidance and suggestions.

I would like to sincerely thank Applied Nanotool Inc. for their support and assistance during my research. Their resources and guidance have been invaluable in completing this thesis.

Finally, I would like to thank my family and friends for their love, support, and encouragement.

RÉSUMÉ

L'empilement de plaques à zone de Fresnel (FZP) est une approche prometteuse pour améliorer l'efficacité de diffraction dans la focalisation et l'imagerie des rayons X. Cependant, la fabrication de nanostructures FZP de très grande épaisseur reste difficile. L'alignement physique de deux ou plusieurs FZP permet d'augmenter l'épaisseur effective et l'efficacité de diffraction, mais les méthodes existantes sont limitées par la disponibilité des sources de rayons X, les degrés de liberté contrôlables, la précision d'alignement et la friction due au contact. D'autres approches, comme le double-patterning direct, sont contraintes par l'épaisseur réalisable et présentent un risque d'effondrement structurel.

Pour surmonter ces défis, cette thèse présente un système de nano-alignement tout-optique à double illumination (DIANA). Exploitant les caractéristiques nanométriques des puces FZP, DIANA utilise un éclairage cohérent en réflexion pour réaliser une interférométrie laser, permettant un ajustement précis de l'inclinaison et du lacet. Il utilise également un éclairage incohérent en transmission pour un nano-alignement à fort contraste, basé sur des échelles de Vernier et des franges de moiré. Ce système a démontré, pour la première fois, l'empilement réussi de deux FZP avec une précision d'alignement meilleure que 30 nm, offrant un fort potentiel d'amélioration des performances des optiques à rayons X.

Mots-clés : Plaque de zone de Fresnel, optique des rayons X, alignement au niveau nanométrique, microscopie optique, franges de moiré, système de contrôle automatique, lithographie, traitement numérique d'images, interférences à inclinaison égale, plateforme de nanopositionnement

ABSTRACT

Fresnel zone plate (FZP) stacking is an approach to enhance diffraction efficiency in X-ray focusing and imaging. However, it is not feasible to manufacture nano structures in FZPs with such high thickness. By physically aligning multiple FZPs, FZP stacking increases the effective thickness and optical efficiency.

Existing methods face limitations related to X-ray source availability, controlled degrees of freedom, alignment accuracy, and contact-induced friction. Other methods, such as direct double-patterning, face constraints regarding the achievable thickness and risk structural collapse. To overcome these challenges, this thesis reports a double-illumination all-optical nano-alignment (DIANA) system. Leveraging the nano-patterned characteristics of X-ray FZP chips, DIANA uses coherent illumination in reflection mode to implement laser interferometry for precise tilt and yaw adjustment. Additionally, it employs incoherent illumination in transmission mode for high-contrast nano-alignment using Vernier scales and moiré fringes. This thesis presents the development and application of the DIANA system, which, for the first time, successfully demonstrated the stacking of two X-ray FZPs with alignment accuracy better than 30 nm. This approach to stacking FZP chips has the potential to overcome bottlenecks in the field of X-ray optics and significantly enhance the performance of FZPs.

Keywords : Fresnel zone plate, X-ray optics, nanometer-level alignment, optical microscopy, moiré fringes, automatic control system, lithography, digital image processing, equal inclination interference, nanopositioning stage

SOMMAIRE RÉCAPITULATIF

Techniques d'alignement pour l'empilement de plaques de zone de Fresnel pour rayons X au-delà de la limite de diffraction

Informations générales sur l'alignement des plaques de zones de Fresnel (FZP)

L'efficacité de diffraction des plaques de Fresnel (FZP)

Les plaques de zones de Fresnel (FZP) sont des dispositifs optiques utilisés pour focaliser ou diffracter la lumière, en particulier dans des applications impliquant les rayons X, la lumière visible ou d'autres longueurs d'onde (Anderson, Olynick et al. 2000). Contrairement aux lentilles classiques qui reposent sur la réfraction — inefficace pour les rayons X en raison de l'indice de réfraction très faible des matériaux et de leur tendance à absorber les rayons X — les FZP focalisent les rayons X par diffraction, ce qui les rend idéales pour l'imagerie ou la focalisation à haute résolution. Fabriquées sur une membrane transparente aux rayons X (par exemple, Si_3N_4 ou SiC) montée sur une puce en silicium, les FZP à rayons X sont constituées d'anneaux circulaires concentriques (appelés zones de Fresnel) alternant entre des zones transparentes et opaques (Wu, Hwu et al. 2012). Le faisceau incident de rayons X, diffracté par les zones opaques faites de matériaux à haut numéro atomique et déphasants (par exemple, Au, Ni, Pt, W), peut être focalisé à certaines distances par interférence constructive. Comparées à d'autres optiques de focalisation des rayons X [telles que les lentilles réfractives composées (Snigirev, Kohn et al. 1996, Seiboth, Schropp et al. 2017), les optiques capillaires (Kumakhov 2000, Koch, Jozwiak et al. 2018), les miroirs de Kirkpatrick–Baez (Mimura, Handa et al. 2010, Hudec 2011) et les lentilles multicouches de Laue (Conley, Bouet et al. 2016, Bajt, Prasciolu et al. 2018)], les FZP offrent une solution beaucoup plus compacte avec une résolution spatiale comparable (Lider 2017). Elles sont donc devenues des composants optiques essentiels dans de nombreuses applications (Ice, Budai et al. 2011), incluant l'instrumentation avancée (Pascarelli, Mathon et al. 2006, Geilhufe, Pfau et al. 2014, Lider 2017), la nanolithographie (Solak 2006), et l'astronomie (Zhang, Liu et al. 2020).

Parmi les paramètres techniques d'une FZP, l'efficacité de diffraction est d'une grande importance. Des FZP très efficaces peuvent considérablement réduire le temps d'acquisition, ce qui permet des expériences plus rapides et réduit ainsi les dommages dus aux radiations sur les échantillons (Gleber, Wojcik et al. 2014, Hémonnot et Köster 2017). Pour une efficacité optimale, chaque zone doit provoquer un déphasage de π (demi-longueur d'onde) sur les rayons X

incidents. Toutefois, étant donné que la variation de l'indice de réfraction pour les rayons X est très faible dans la plupart des matériaux, l'obtention d'un tel déphasage π nécessite une épaisseur de matériau importante, en particulier pour les rayons X durs. Pour atteindre cet objectif tout en maintenant une haute résolution spatiale, une FZP doit présenter des structures à rapport d'aspect élevé, avec des largeurs de zones extérieures comparables à la résolution souhaitée du système (Tamura, Yasumoto et al. 2006). Cependant, les zones à rapport d'aspect élevé requises pour une grande efficacité et une haute résolution dépassent souvent les capacités de fabrication en nanolithographie (Chen 2015), ce qui entraîne la flexion, la distorsion, voire l'effondrement des structures spatiales. Cette contrainte limite l'efficacité de diffraction des FZP dans le domaine des rayons X mous et la réduit encore davantage dans la gamme des rayons X durs (Nöhammer, Hoszowska et al. 2003).

Vers des FZP à rapport d'aspect élevé

Diverses techniques de nanofabrication ont été développées pour produire des FZP à rapport d'aspect élevé (Sanli, Jiao et al. 2018). Par exemple, des FZP multicouches peuvent être fabriquées en enrobant séquentiellement un substrat cylindrique [tel qu'une fibre de verre (Keskinbora, Robisch et al. 2014) ou une lumière capillaire (Je et Jung 2024)] par dépôt de couches atomiques de matériaux à haut et bas numéro atomique, avec des épaisseurs adaptées aux largeurs des zones de Fresnel, puis en les tranchant à l'aide d'un faisceau d'ions focalisé (Kamijo, Suzuki et al. 2003, Mayer, Keskinbora et al. 2013, Sanli, Keskinbora et al. 2015). Bien que cette méthode permette d'atteindre des rapports d'aspect de plusieurs centaines pour des dimensions spatiales de quelques dizaines de nanomètres (Mohacsi, Vartiainen et al. 2017), elle nécessite un contrôle d'épaisseur extrêmement rigoureux. En raison de la lenteur du dépôt, les FZP produites ont souvent une ouverture relativement petite, ce qui limite leur distance de travail et donc leur applicabilité (Chang et Sakdinawat 2014). Pour obtenir à la fois une grande ouverture et un rapport d'aspect élevé, la lithographie électronique conventionnelle a été combinée à la gravure chimique assistée par métal pour effectuer une gravure profonde du silicium avec un rapport d'aspect supérieur à 100:1 (Maser, Lai et al. 2002). Toutefois, l'utilisation du silicium comme support entraîne une absorption importante des rayons X.

Une alternative prometteuse pour augmenter l'épaisseur structurelle consiste à fabriquer les FZP sous forme de structures empilées (Aristov, Isoyan et al. 2007), en plaçant une FZP au-dessus d'une autre sur la même puce. Lorsque ces couches sont alignées latéralement à moins d'un tiers de la largeur de la dernière zone, et longitudinalement dans le champ proche optique, elles fonctionnent efficacement comme un seul élément optique d'épaisseur accrue (Maser, Lai et al.

2002). En théorie, cette approche permettrait d'atteindre des rapports d'aspect très élevés, limités uniquement par le nombre de couches pouvant être précisément alignées. En pratique, elle rencontre cependant de nombreux défis, notamment les difficultés d'alignement, le risque d'effondrement et d'autres problèmes de traitement. Une autre méthode consiste à fabriquer les FZP de chaque côté d'une membrane (Mohacsi, Vartiainen et al. 2015). Bien que cette méthode simplifie certains aspects de la fabrication, elle peut engendrer des problèmes d'échelle, comme le retrait des matériaux à faible numéro atomique pendant le traitement (Yurgens, Koch et al. 2020).

Technique d'empilement de FZP

Au-delà des techniques sophistiquées d'empilement à base de fabrication, une approche plus directe consiste à aligner et empiler plusieurs puces de FZP standard (Shastri, Maser et al. 2001). Sans perturber le processus de fabrication éprouvé, cette méthode exploite la disponibilité et la qualité élevée des FZP standards. Pour atteindre une précision d'alignement au nanomètre près, une méthode consiste à réaliser l'alignement à l'aide de la microscopie par contraste de phase aux rayons X (Li et Jacobsen 2018). En particulier, les rayons X transmis à travers l'empilement de FZP sont filtrés par une ouverture de tri des ordres. La diffraction d'ordre un sélectionnée est convertie en lumière visible par un scintillateur, puis enregistrée par un système de microscopie optique. Les FZP peuvent ainsi être empilées avec précision en surveillant la position du premier ordre de diffraction (Feng, Feser et al. 2007) ou en visualisant l'interférence des rayons X (Maser, Lai et al. 2002, Snigireva, Snigirev et al. 2007). Depuis les premières réussites au début des années 2000 (Gleber, Wojcik et al. 2014), l'empilement de FZP à rayons X a connu un développement substantiel (Feng, Feser et al. 2007, Snigireva, Snigirev et al. 2007, Wojcik, Gleber et al. 2015). Un empilement allant jusqu'à six FZP a été démontré, améliorant l'efficacité de diffraction d'un facteur 15,7 à 27 keV par rapport à une FZP unique (Wojcik, Gleber et al. 2015). Toutefois, les sources de rayons X, notamment les synchrotrons, présentent un coût d'exploitation élevé, une disponibilité limitée, et nécessitent une formation spécialisée ainsi qu'une manipulation délicate d'un équipement soumis à des risques de radiation ionisante. Toutes ces limitations freinent le développement et la généralisation de l'empilement de FZP par rayons X.

Ces limitations peuvent être contournées par l'alignement optique utilisant la lumière visible (Reid 1984, Creath et Wyant 1992, Liu, Wang et al. 2022). Les franges de moiré sont un outil clé pour détecter des déplacements de l'ordre du nanomètre (Jiang, Wang et al. 2023). En manifestant une fréquence de battement dans l'espace, elles permettent la détection de déplacements

minuscules au-delà de la limite de diffraction optique (Coltharp et Xiao 2012). De plus, cette méthode est universellement applicable à une grande variété de sources lumineuses, et ces caractéristiques remarquables ont favorisé l'adoption généralisée des franges de moiré comme technique d'alignement précise dans la lithographie avancée (Ghazanfarian, Chen et al. 1998, Wang et Suga 2007, Wang, Taniyama et al. 2009). Intégrée à de nombreux instruments de nano-impression (Mühlberger, Bergmair et al. 2007) et de lithographie par proximité (Zhu, Hu et al. 2012), la métrologie à franges de moiré a atteint une précision d'alignement de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres (Li, Wu et al. 2006).

Néanmoins, les systèmes d'alignement optique existants à franges de moiré rencontrent des difficultés lorsqu'ils sont appliqués à l'empilement de FZP à rayons X. D'abord, la plupart des techniques utilisées en lithographie fonctionnent en mode réflexion. En raison de la forte réflectivité optique de la couche d'amorçage sous le motif, les franges de moiré obtenues présentent un faible contraste, ce qui réduit la précision d'alignement. Par ailleurs, bien que les franges de moiré offrent une mesure latérale très sensible, elles sont moins sensibles aux ajustements d'inclinaison et nécessitent des méthodes auxiliaires. Par exemple, une tentative consistait à placer des microbilles de 10 μm de diamètre entre deux puces FZP, puis à les presser pour assurer le parallélisme (Batzner 2015). Cependant, en l'absence de rétroaction optique, la précision d'alignement en inclinaison n'a pas pu être vérifiée, et le contact entre microbilles et puces a induit des frottements lors des ajustements latéraux, réduisant la précision d'alignement et risquant d'endommager les puces.

Pour résoudre ces problèmes, cette thèse développe un système d'alignement nano-optique tout-optique à double illumination (DIANA) pour un empilement sans contact de deux puces FZP à rayons X durs. En tirant parti de la couche d'amorçage hautement réfléchissante des FZP, l'interférométrie laser est utilisée en mode réflexion pour ajuster l'inclinaison avec une précision de 0,3 mrad. Par ailleurs, un alignement quadruple à franges de moiré, assisté par un alignement géométrique d'images, est mis en œuvre en mode transmission pour atteindre une précision d'alignement inférieure à 30 nm sur les axes x et y , et 100 μrad en *roulis*.

Puces FZP

Configuration des puces FZP

Dans ce système, les deux puces FZP en silicium sont d'abord alignées, puis assemblées à l'aide d'un adhésif. Pour atténuer l'impact potentiel de la gravité sur l'écoulement de l'adhésif — ce qui pourrait compromettre la précision de l'alignement après la mise en place — les deux puces sont positionnées parallèlement à l'établi horizontal, l'une au-dessus de l'autre. La taille typique d'une puce FZP en silicium est de 5 mm × 5 mm. La puce supérieure est découpée à 4 mm × 4 mm, ce qui facilite l'application de l'adhésif le long des bords lors des étapes suivantes.

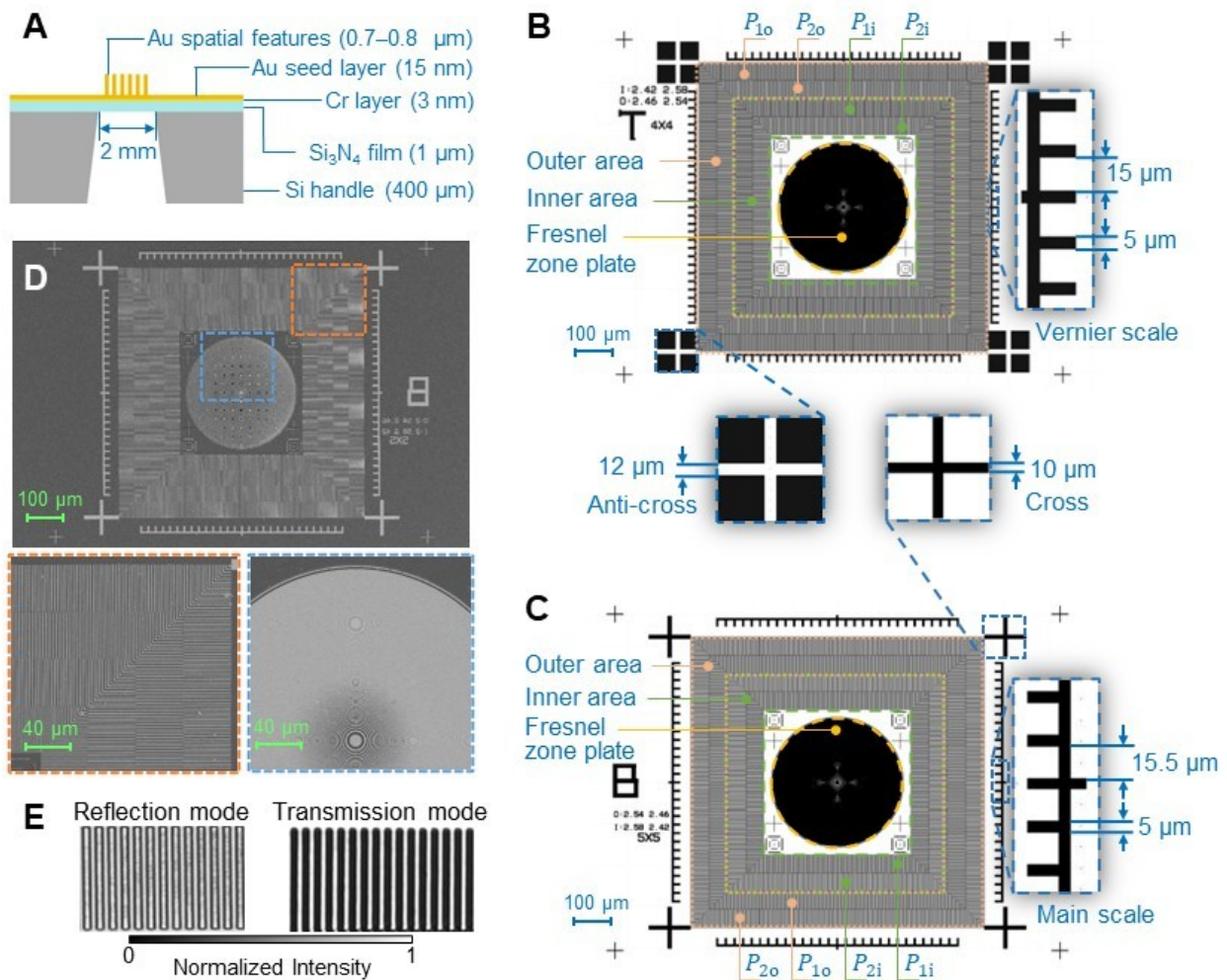


Figure 2.1 Conception et fabrication des puces à plaques de zones de Fresnel (FZP).

(A) Schéma en vue latérale. (B–C) Schémas en vue de dessus des motifs conçus sur la puce FZP supérieure (B) et inférieure (C). P_{1i} , P_{2i} , P_{10} , P_{20} , périodes des réseaux dans les zones intérieure et extérieure. (D) Images en microscopie électronique à balayage d'une puce FZP inférieure fabriquée, avec un facteur de grossissement de 86× (en haut) et deux zones locales indiquées par les encadrés flous et orange sur l'image du haut, avec des grossissements de 377× (en bas à gauche) et 383× (en bas à droite). (E) Images en

microscopie optique d'une zone locale du réseau fabriqué sur la puce FZP, en mode réflexion (à gauche) et en mode transmission (à droite).

Un schéma en vue latérale de ces puces est présenté à la Figure 2.1A. Un substrat en silicium (Si) d'une épaisseur de 400 μm est utilisé comme support. Une fenêtre carrée de 2 mm $\times$ 2 mm est creusée en son centre afin de conserver une zone suffisamment grande pour l'inscription des motifs. Un film de Si_3N_4 d'une épaisseur de 1 μm est déposé sur le support en silicium. Au-dessus de la couche de Si_3N_4 , une couche de chrome (Cr) de 3 nm d'épaisseur et une couche d'amorçage en or (Au) de 15 nm d'épaisseur sont plaquées afin d'assurer la connexion et le soutien de toutes les structures spatiales en or d'une hauteur de 0,7 à 0,8 μm .

Tableau 0.1 Spécifications des paires de réseaux conçues pour les puces FZP (j = i or o)

Paramètres	Zone intérieure	Zone extérieure
Pas (fréquence spatiale) du réseau 1	$P_{1i} = 2.42 \mu\text{m}$ (413.2 lp/mm)	$P_{1o} = 2.46 \mu\text{m}$ (406.5 lp/mm)
Pas (fréquence spatiale) du réseau 2	$P_{2i} = 2.58 \mu\text{m}$ (387.6 lp/mm)	$P_{2o} = 2.54 \mu\text{m}$ (393.7 lp/mm)
Pas (fréquence spatiale) des franges de moiré [a]	$P_{mi} = 39 \mu\text{m}$ (25.6 lp/mm)	$P_{mo} = 78 \mu\text{m}$ (12.8 lp/mm)
Facteur de grossissement des franges de moiré [b]	$M_{mi} = 31.25$	$M_{mo} = 62.5$
Plage de mesure des franges de moiré [c]	$R_{mi} \in [-0.624, 0.624] \mu\text{m}$	$R_{mo} \in [-0.624, 0.624] \mu\text{m}$

[a] $P_{mj} = P_{1j}P_{2j}/|P_{1j} - P_{2j}|$

[b] $M_{mj} = (P_{1j} + P_{2j})/|P_{1j} - P_{2j}|$

[c] $R_{mj} \in 0.5 \times [-P_{mj}/M_{mj}, P_{mj}/M_{mj}]$

Les schémas en vue de dessus de la puce supérieure et de la puce inférieure sont présentés respectivement dans les Figures 2.1B et 2.1C. Dans notre expérience, une FZP de 310 μm de diamètre avec une zone périphérique de 100 nm de largeur est placée au centre des deux puces. Des motifs et des repères d'alignement, dont la logique de conception est détaillée dans la section suivante, sont ajoutés en périphérie. En particulier, des réseaux avec des périodes de $P_{1i} = 2.42 \mu\text{m}$, $P_{2i} = 2.58 \mu\text{m}$, $P_{1o} = 2.46 \mu\text{m}$, et $P_{2o} = 2.54 \mu\text{m}$ sont placés dans les zones intérieure et extérieure des deux puces afin de générer des franges de moiré (voir les détails dans le Tableau 2.1). Sur les quatre côtés de la périphérie de la puce supérieure se trouvent des échelles de

Vernier (Kwan 2011) avec une plus petite division de $15\text{ }\mu\text{m}$. Les milieux de ces échelles sont alignés avec le centre de la FZP. En correspondance, sur la puce inférieure, les échelles principales sont placées avec une plus petite division de $15,5\text{ }\mu\text{m}$. Aux quatre coins, des marqueurs anti-croix avec un écart de $12\text{ }\mu\text{m}$ sont placés sur la puce supérieure, tandis que des marqueurs en croix d'une largeur de $10\text{ }\mu\text{m}$ sont positionnés sur la puce inférieure. Tous ces éléments de motif sont conçus pour réduire progressivement l'imprécision d'alignement jusqu'au niveau requis.

Justification de la conception des puces FZP

L'objectif global de l'alignement est d'empiler les deux puces FZP face à face et en proximité avec une précision équivalente à $1/3$ de la plus fine caractéristique spatiale (Snigireva, Snigirev et al. 2007), ce qui correspond à une précision d'environ 30 nm pour les FZP utilisées dans ce travail. Pour atteindre cet objectif, nous visons à ajuster six degrés de liberté — incluant les axes x , y , z , ainsi que les angles de *roulis*, *inclinaison* et *lacet*. Avant de procéder aux ajustements en x , y , et *roulis*, il est nécessaire de corriger d'abord les paramètres z , *inclinaison* et *lacet*, afin de garantir que la distance entre les deux puces soit suffisamment faible et qu'elles restent parallèles. En particulier, les erreurs de *inclinaison* et de *lacet* doivent être inférieures à 5 mrad , et la distance entre les puces doit être réduite à l'ordre de quelques dizaines de micromètres. À cette proximité, les deux puces peuvent être clairement imagées, et les franges de moiré deviennent bien visibles — une condition essentielle pour le bon déroulement des étapes suivantes. Les ajustements en x , y et *roulis* sont ensuite effectués de manière grossière à l'aide des quatre marqueurs croix/anti-croix, puis affinés avec les échelles de Vernier et principales. Ce processus permet de ramener les erreurs d'alignement à $\pm 0,5\text{ }\mu\text{m}$ sur les axes x et y , et à $\pm 1,25\text{ mrad}$ en rotation — toutes comprises dans la plage de mesure des franges de moiré. Ces trois degrés de liberté sont ensuite corrigés de manière fine à l'aide des motifs de moiré, permettant d'atteindre une précision de 30 nm sur les axes x et y , et de $100\text{ }\mu\text{rad}$ en rotation.

Pour générer des franges de moiré adaptées, deux réseaux unidimensionnels aux pas similaires sont conçus pour les puces FZP. Plus précisément, leur superposition module la lumière transmise avec un pas spatial correspondant à la différence entre les fréquences des deux réseaux (Zhu, Hu et al. 2013). L'objectif est de réduire autant que possible la période du réseau afin d'obtenir un agrandissement maximal des franges de moiré. Lorsque la seconde puce est positionnée à la première distance d'auto-imagerie de Talbot par rapport à la première, les franges de moiré présentent un contraste maximal. Lorsque la longueur d'onde de la lumière λ

est comparable à, ou inférieure à, la période du réseau d , la distance de Talbot z_T pour la diffraction en champ proche est donnée par la formule suivante:

Équation 0.1 – Distance de Talbot pour la diffraction en champ proche

$$z_T = \frac{d^2}{2\lambda} \left(1 + \sqrt{1 + \frac{4\lambda^2}{d^2}} \right)$$

Comme l'indique la formule, une période de réseau plus petite entraîne une réduction de la distance de Talbot. Par conséquent, la distance entre les deux puces est minimisée autant que possible afin d'optimiser le grossissement. Toutefois, afin d'éviter d'éventuels dommages dus à la poussière ou à des débris, une séparation minimale de 10 à 20 μm est maintenue pour des raisons physiques. En tenant compte de l'effet Talbot et de l'utilisation d'une lumière de 617 nm, le pas moyen des réseaux est estimé à environ 2,5 μm .

Pour déterminer le déplacement relatif des deux puces FZP dans la direction perpendiculaire aux rainures des réseaux, il est nécessaire d'avoir une paire de réseaux sur chaque puce. Sur l'une des puces, deux réseaux sont placés côte à côte dans la direction des rainures, tandis que sur l'autre puce, les positions des deux réseaux sont inversées. Leur superposition génère deux jeux de franges de moiré avec le même pas. Pour produire des franges de moiré ayant un pas adapté, les deux réseaux sont conçus avec des périodes très proches. En cas de déplacement latéral entre les deux puces, les deux ensembles de franges de moiré se déplacent en sens opposé. Comme indiqué dans le Tableau 2.1, en mesurant le déplacement Δ_j et en utilisant le facteur de grossissement des franges de moiré M_{mj} , le désalignement peut être calculé selon la formule suivante:

Équation 0.2 – Désalignement des franges de moiré à partir du déplacement mesuré

$$\delta_j = \Delta_j / M_{mj},$$

où $j = i$ ou o indique respectivement la zone intérieure ou extérieure.

Les périodes des réseaux situés dans la zone intérieure (c'est-à-dire P_{1i} et P_{2i}) et dans la zone extérieure (c'est-à-dire P_{1o} et P_{2o}) sont déterminées en prenant soigneusement en compte le facteur de grossissement (M_{mj}) ainsi que le pas des franges de moiré (P_{mj}). Une différence plus faible entre les deux pas de réseau augmente simultanément ces deux paramètres, ce qui améliore la sensibilité à l'erreur d'alignement pendant l'acquisition des données, mais réduit la capacité d'extraction d'information lors du post-traitement. C'est pourquoi deux paires de réseaux

avec des combinaisons de pas différentes sont placées dans les zones intérieure et extérieure, afin d'évaluer la précision de l'alignement, comme détaillé dans le Tableau 2.1.

Fabrication and inspection of FZP chips

Les puces FZP conçues ont été fabriquées à l'aide de la lithographie par faisceau d'électrons à 100 keV. La qualité des motifs nanométriques obtenus a été confirmée par microscopie électronique à balayage (voir Figure 2.1D). Après la fabrication, les réseaux ont été examinés au microscope optique, en mode réflexion et en mode transmission. En mode réflexion, une forte réflectivité a été observée à la fois pour les réseaux et pour la couche d'amorçage en or, ce qui fait que les variations d'intensité n'apparaissent qu'aux interfaces des rainures (panneau gauche de la Figure 2.1E). En revanche, en mode transmission, les structures complètes des rainures sont clairement visibles, comme illustré dans le panneau droit de la Figure 2.1E. Ces observations indiquent que, pour les puces FZP destinées aux applications en rayons X, il est possible d'obtenir: des franges de moiré à contraste élevé en mode transmission; et des figures d'interférence à contraste élevé en mode réflexion.

System design

Double Illumination All-optical Nano-Alignment (DIANA)

En se basant sur les exigences du nano-alignement ainsi que sur la caractérisation des puces FZP fabriquées, un système d'Alignement Nano-Optique Tout-Optique à Double Illumination (DIANA) a été développé, tel que représenté schématiquement à la Figure 2.2A. Le système DIANA se compose de quatre parties principales: un microscope optique équipé de sources lumineuses cohérentes et incohérentes, des modules de contrôle de mouvement, des supports de précision pour les deux puces FZP, un logiciel de pilotage, ainsi que des composants auxiliaires pour le collage des puces.

La source lumineuse cohérente utilisée est un laser à onde continue (CW) de longueur d'onde $\lambda_c = 532 \text{ nm}$ (CNI, Green-532-200 mW). Après expansion et collimation par les lentilles L1 (Thorlabs, LC2265) et L2 (Thorlabs, LA1433), le faisceau est dirigé par les miroirs M1 à M4, traverse la lentille de tube L3 (Thorlabs, LA1708), puis est réfléchi par un séparateur de faisceau (Thorlabs, CM1-BP145B1) pour générer une focalisation dans le plan focal arrière d'un objectif longue distance de travail 10× (Thorlabs, MY10X-803), monté sur un support cinématique (Thorlabs, KC1XY) permettant un réglage d'inclinaison et de lacet de $\pm 4^\circ$. Ce montage permet une illumination à grand champ avec un champ de vision (FOV) de 2 mm de diamètre, adaptée à l'imagerie en mode réflexion des puces FZP. Parallèlement, le système DIANA intègre une source

incohérente — une diode électroluminescente (LED) de longueur d'onde centrale $\lambda_{ic} = 617 \text{ nm}$ (Thorlabs, M617L5), fonctionnant en mode transmission. Le faisceau divergent émis passe à travers les lentilles L4 (Thorlabs, LA1509) et L5 (Thorlabs, LA1433) pour éclairer les puces avec un champ de vision équivalent à celui de l'illumination cohérente. L'éclairage réfléchi cohérent ou l'éclairage transmis incohérent est collecté par le même objectif, puis transmis à travers le séparateur de faisceau et une lentille de tube L6 (Thorlabs, AC254-200-A-ML), afin de former une image de l'objet sur une caméra CMOS (Edmund Optics, BFS-U3-200S6M-C).

Pour positionner avec précision les deux puces FZP face à face, le système DIANA utilise une platine de micro-positionnement à 6 axes fabriquée en interne pour la puce supérieure, et une platine de nano-positionnement à 6 axes (Thorlabs, MAX603D) pour la puce inférieure. La puce supérieure est fixée à l'aide de deux petits morceaux de ruban adhésif double face sur un support imprimé en 3D (voir Figure 2.2B). Ce support est monté sur un dispositif de rotation à 4 axes (Thorlabs, KS1RS), offrant un ajustement en rotation sur 360° ainsi qu'un réglage d'inclinaison et de lacet de $\pm 4^\circ$. Le dispositif de rotation est lui-même fixé sur une platine de translation x - y - z (KeenSo, SEMX80-AS), avec une course linéaire de 25 mm. L'ensemble ainsi constitué forme une platine de micro-positionnement à 6 axes, montée sur un rail de guidage (Thorlabs, XT95SP-500), ce qui permet une manipulation aisée pour le chargement de la puce supérieure.

La puce inférieure est fixée sur un autre support imprimé en 3D (voir Figure 2.2C) à l'aide de ruban adhésif double face. Ce support est monté sur une plaque d'extension, elle-même connectée à la platine de nano-positionnement. Cette platine permet une précision de 1 nm pour les mouvements de translation selon les axes x , y et z , et une précision de $0,018 \mu\text{rad}$ pour les ajustements de *inclinaison*, de *lacet* et de *roulis*. Un schéma des deux puces fixées à leurs supports et éclairées simultanément en mode cohérent et incohérent est présenté en Figure 2.2D, tandis que les photographies des puces installées sont montrées en Figure 2.2E et Figure 2.2F. Après l'alignement, les deux puces sont collées à l'aide d'un adhésif photopolymérisable aux UV, exposé à une lumière UV de 365 nm, afin de former l'ensemble empilé final.

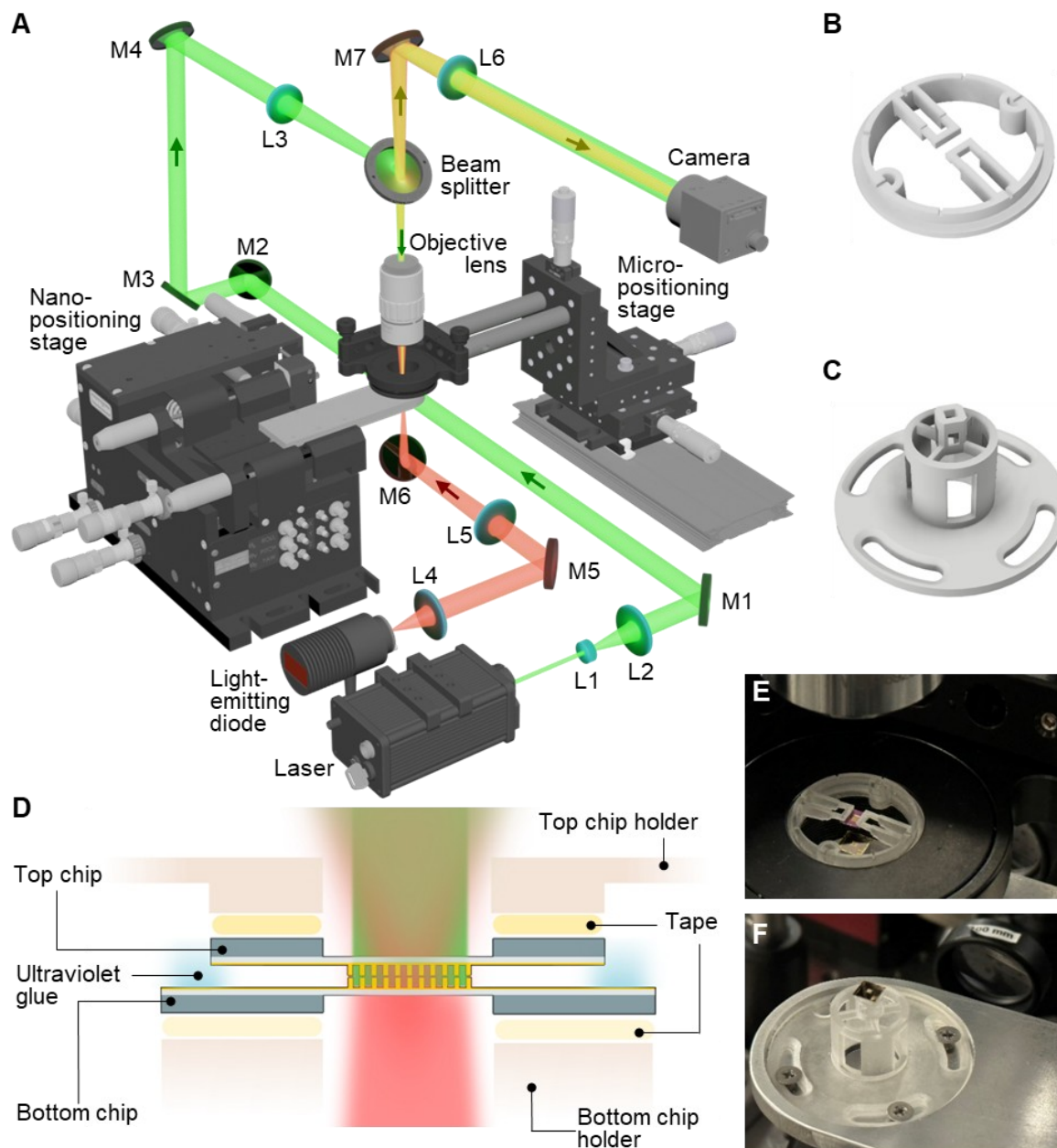


Figure 2.2 Alignement nano-optique tout-optique à double illumination (DIANA).

(A) Schéma du système. L1–L6 : lentilles ; M1–M7 : miroirs. (B–C) Conception des supports pour les puces FZP supérieure (B) et inférieure (C). (D) Vue latérale de la configuration de maintien des puces. (E–F) Photographies des puces FZP supérieure (E) et inférieure (F) montées.

Évaluation des performances du système DIANA

L'évaluation a commencé par l'utilisation de l'éclairage incohérent afin d'inspecter la qualité d'imagerie des puces FZP fabriquées. Comme le montre la Figure 2.3A, les deux puces peuvent être clairement imagées à l'aide du système DIANA. Pour quantifier la résolution spatiale, un bord d'une structure sur la puce inférieure est imagé (voir image de gauche de la Figure 2.3B). La

fonction de diffusion de bord (Edge Spread Function, ESF) moyenne selon l'axe x est analysée, et son écart type est calculé (image centrale de la Figure 2.3B). Ensuite, la fonction de diffusion linéaire (Line Spread Function, LSF) est obtenue par dérivation de l'ESF. Après un ajustement par interpolation gaussienne, la largeur à mi-hauteur (Full Width at Half Maximum, FWHM) de la LSF est estimée à $1,2\ \mu\text{m}$, ce qui représente la résolution spatiale du système (image de droite de la Figure 2.3B). En utilisant cette résolution comme critère, et en tenant compte des spécifications des réseaux (voir Tableau 2.1), la précision théorique de l'alignement est estimée à $38,3\ \text{nm}$ pour la zone intérieure et $19,2\ \text{nm}$ pour la zone extérieure.

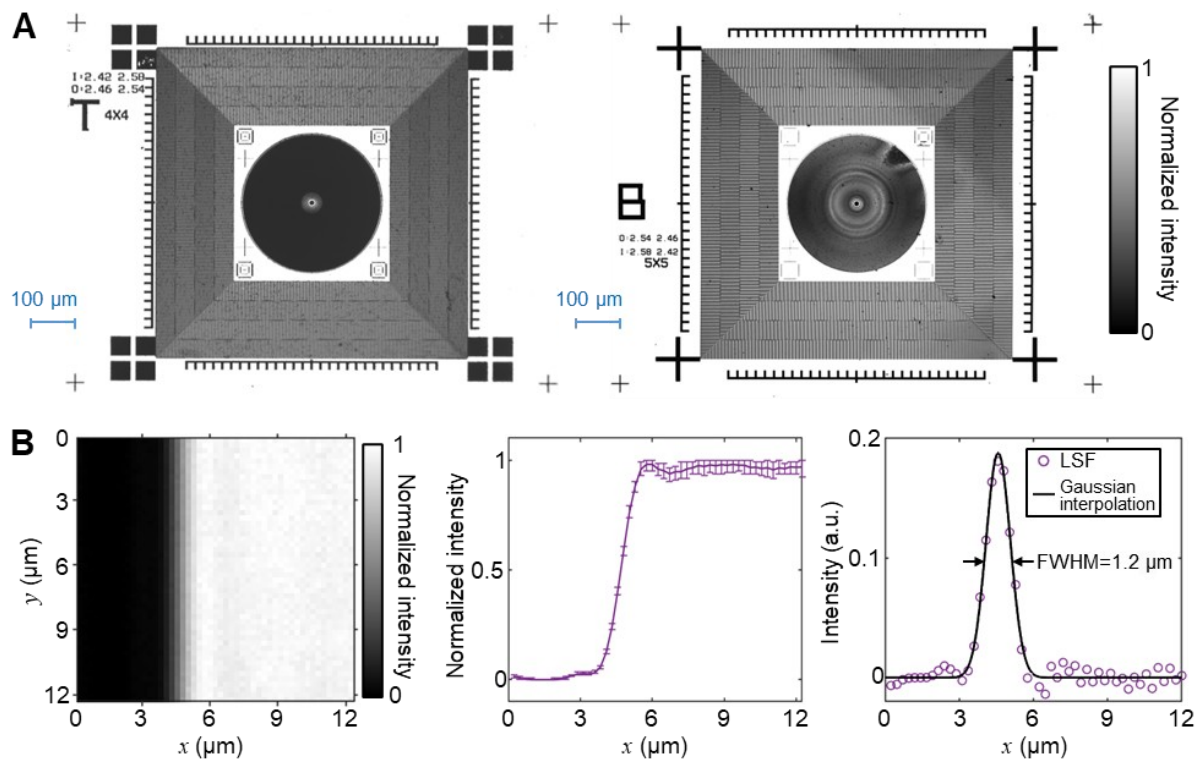


Figure 2.3 Quantification des performances du système DIANA.

(A) Images des puces FZP supérieure (gauche) et inférieure (droite) sous illumination incohérente. (B) Évaluation de la résolution spatiale. Gauche : image d'un bord. Centre : fonction de diffusion de bord moyenne. Barre d'erreur : écart type. Droite : fonction de diffusion linéaire avec interpolation gaussienne.

Procédure d'alignement

Alignement en inclinaison et lacet

Dans la première étape de cette procédure, le *inclinaison* et le *lacet* sont ajustés à l'aide de l'interférométrie laser. Sous illumination cohérente en mode réflexion, la couche d'amorçage en or (Au), hautement réfléchissante sur les deux puces, génère des franges d'interférence à

inclinaison égale. L'angle de désalignement en *inclinaison* ou *lacet* est calculé selon la formule suivante:

Équation 0.3 – Angle de désalignement en inclinaison (ou en lacet)

$$\gamma = (N\lambda_c) / 2w,$$

où N est le nombre de franges dans la direction x ou y , λ_c est la longueur d'onde du laser à onde continue (CW), et w est la longueur (ou la largeur) du champ de vision (FOV).

Des résultats représentatifs de cette étape sont présentés dans la figure 2.4. Dans un premier temps, en ajustant la platine de micro-positionnement, les désalignements ont été réduits à 4,4 mrad pour le *inclinaison* et 3,1 mrad pour le *lacet*, comme illustré dans la figure 2.4A. Ensuite, l'alignement est affiné en réglant la platine de nano-positionnement jusqu'à ce qu'aucune frange d'inclinaison égale ne soit visible dans le champ de vision (voir figures 2.4B–C). Les désalignements résiduels sont alors calculés à 0,3 mrad pour le *inclinaison* et 0,2 mrad pour le *lacet*, ce qui indique que la différence de profondeur sur l'ensemble du champ de vision est inférieure à $\lambda_c/2$. Un tel niveau de parallélisme n'entraîne qu'une distorsion de projection sub-nanométrique dans les directions x et y à l'intérieur du champ de vision cible, satisfaisant ainsi aux exigences de précision d'alignement.

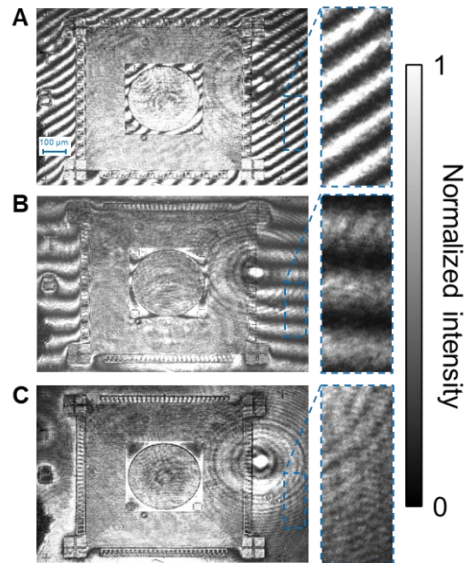


Figure 2.4 Interférométrie laser pour l'alignement en inclinaison et en lacet.

(A) Franges d'interférence générées par un désalignement en *inclinaison* et en *lacet*. (B) Franges d'interférence générées par un désalignement uniquement en *lacet*. (C) Motif d'interférence après achèvement de l'alignement en *inclinaison* et en *lacet*.

Alignement grossier en x , y et en rotation

Les désalignements en x , y et en *roulis* sont définis pour décrire le déplacement relatif de la puce supérieure par rapport à la puce inférieure. Cette convention est représentée par le système de coordonnées illustré dans la figure 2.5A. Le réglage grossier commence par l'ajustement successif des axes x , y et de la *roulis* afin d'aligner les croix sur la puce inférieure avec les anti-croix sur la puce supérieure dans les quatre coins. Pour évaluer quantitativement la précision de l'alignement, la figure 2.5B présente l'intensité normalisée de huit profils linéaires sélectionnés (notés l_i – l_{viii} dans la figure 2.5A). Ces profils d'intensité ne sont pas symétriques par rapport au centre de la barre sur les croix correspondantes, ce qui indique un décalage de position entre les croix et les anti-croix. Les ajustements en x , y et en *roulis* sont effectués de manière itérative jusqu'à ce que la somme des différences d'intensité sur l'ensemble des profils soit minimisée.

Deuxièmement, à l'aide d'un logiciel personnalisé de calcul et de contrôle d'alignement (détaillé en annexe), les échelles de Vernier sur la puce supérieure et les échelles principales sur la puce inférieure, situées sur les quatre côtés, sont utilisées pour ajuster automatiquement la position des deux puces. Huit profils linéaires sélectionnés, centrés sur les milieux des échelles Vernier/principales (notés l_1 – l_8 dans la figure 2.5A), sont analysés par paires. Les bords des motifs spatiaux dans ces profils sont extraits par différentiation (figure 2.5C). La paire échelle Vernier/échelle principale la mieux alignée est déterminée en calculant la moyenne des écarts entre chaque paire de pics des courbes rouge et bleue. Les écarts de position sur les quatre côtés sont calculés comme étant de $-0,2\ \mu\text{m}$ (haut), $-1,7\ \mu\text{m}$ (droite), $1,2\ \mu\text{m}$ (bas) et $0\ \mu\text{m}$ (gauche), avec une incertitude de $\pm 0,5\ \mu\text{m}$ déterminée par la différence entre la plus petite division de l'échelle principale ($15,5\ \mu\text{m}$) et celle des échelles de Vernier ($15\ \mu\text{m}$). Ainsi, les désalignements en x , y et en *roulis* sont évalués à $0,50\ \mu\text{m}$, $-0,85\ \mu\text{m}$ et $-2,04\ \text{mrad}$ respectivement. Après plusieurs cycles d'ajustement, les désalignements en x et y sont réduits à $\pm 0,5\ \mu\text{m}$ et le désalignement en rotation à $\pm 1,25\ \text{mrad}$, satisfaisant ainsi les critères de l'alignement grossier.

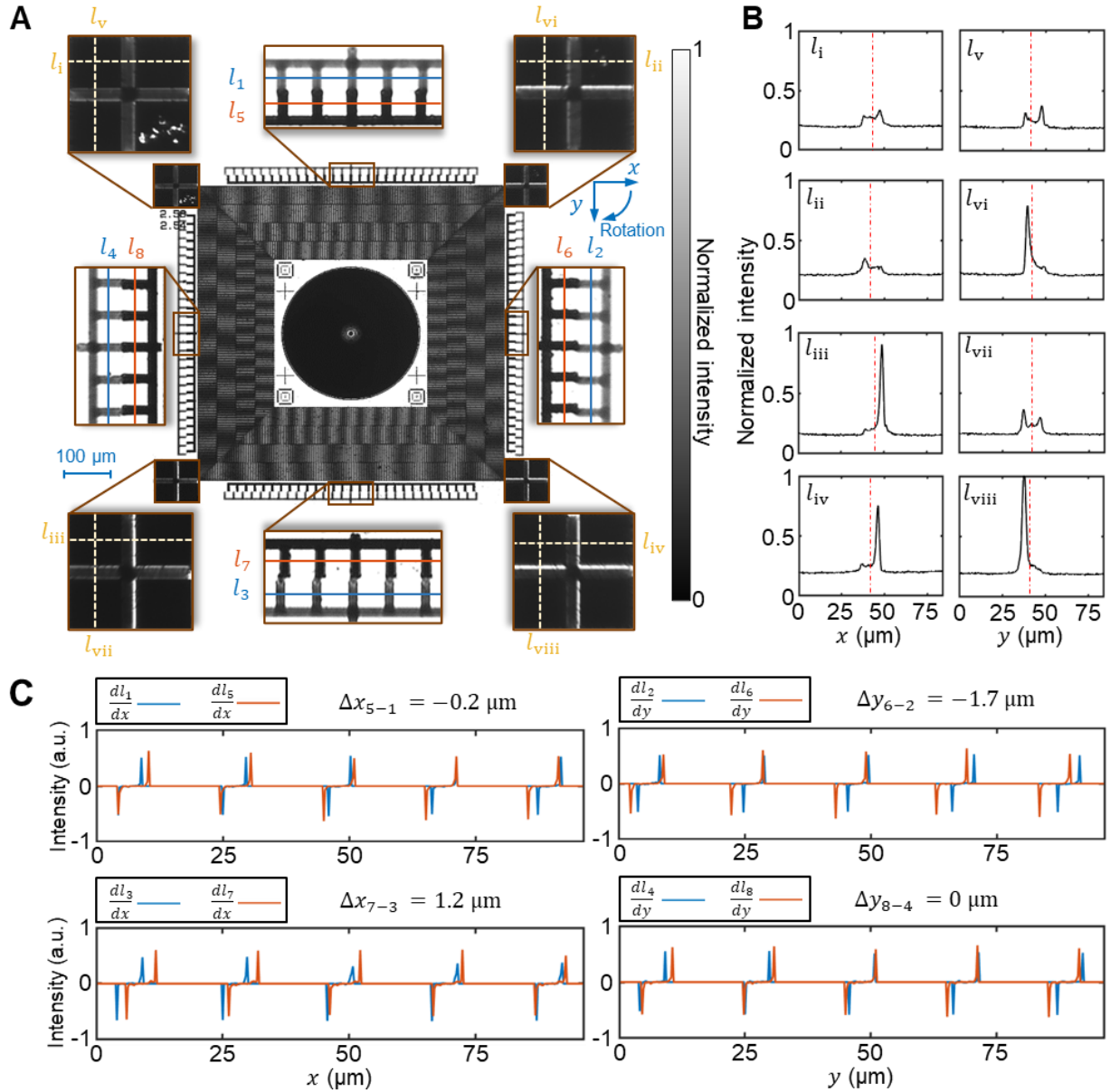


Figure 2.5 Analyse de l'alignement grossier en x , y et en roulis.

(A) Image représentative de deux puces FZP empilées pendant l'alignement. $l_i - l_{viii}$: profils linéaires des croix et anti-croix ; $l_1 - l_4$: profils linéaires des échelles principales ; $l_5 - l_8$: profils linéaires des échelles de Vernier. (B) Analyse des profils linéaires $l_i - l_{viii}$. (C) Analyse de la différentiation spatiale des profils linéaires $l_1 - l_8$ par paires.

Alignement fin en x , y et en rotation

Après l'alignement grossier, un alignement fin visant une précision de 30 nm est réalisé en analysant les franges de moiré générées par les paires de réseaux situées dans les zones intérieure et extérieure. Les franges de moiré provenant des deux zones sur les quatre côtés sont d'abord extraites. Deux exemples sont présentés dans les encadrés de la figure 2.6A. Les profils

d'intensité des franges de moiré sont ensuite obtenus en moyennant les images extraites dans la direction parallèle aux rainures des réseaux (figure 2.6B). Ces courbes sont transformées par une transformée de Fourier. Dans l'exemple présenté en figure 2.6C, le pic à 13,2 lp/mm est produit par les franges de moiré, tandis que les pics à 390,4 lp/mm et 403,7 lp/mm correspondent aux spécifications des deux réseaux situés dans la zone extérieure (voir tableau 2.1). Afin d'améliorer la précision de l'extraction des franges de moiré, les spectres de Fourier sont filtrés en passe-bas à l'aide d'un filtre de Butterworth sans modulation de phase (figure 2.6C). Le résultat filtré (lignes pointillées dans la figure 2.6B) est ensuite ajusté à l'aide de sinusoides à fréquence unique (lignes pleines verte et noire dans la figure 2.6B), dont la période correspond à celle des franges de moiré extraites. La vérification expérimentale de la capacité de cette méthode à détecter des déplacements à l'échelle nanométrique est détaillée en annexe.

Dans l'analyse suivante, les différences de phase (notées $\Delta\varphi_j$) entre les franges de moiré dans les zones intérieure et extérieure sont calculées, puis converties en désalignements mesurés selon la relation suivante :

Équation 0.4 – Désalignement mesuré des franges de moiré

$$\Delta_j = \frac{\Delta\varphi_j P_{mj}}{2\pi}$$

Dans cet exemple, la différence de phase des franges de moiré est calculée à $-0,61$ rad, ce qui correspond à un décalage de $-7,48 \mu\text{m}$ de A_{ob} par rapport à A_{oa} . Le désalignement est ainsi déterminé à -120 nm. Le même traitement est appliqué aux régions droite, supérieure et inférieure de la zone extérieure, donnant des désalignements de -387 nm, 335 nm et 628 nm respectivement. En moyennant les désalignements des régions gauche et droite, le désalignement en y est estimé à -254 nm. De même, le désalignement en x est obtenu en moyennant les régions supérieure et inférieure, soit 482 nm. Enfin, le désalignement en rotation (roulis) est calculé à partir de la différence entre les désalignements gauche et droite (ou haut et bas), divisée par la distance entre les deux régions (soit $619 \mu\text{m}$), ce qui donne $-0,43$ mrad (ou $-0,47$ mrad pour les régions supérieure et inférieure). Les mêmes calculs sont effectués à partir des régions intérieures pour confirmer la fiabilité des données obtenues. Ces résultats de désalignement sont ensuite utilisés comme rétroaction pour ajuster la position de la puce inférieure via la platine de nano-positionnement. À l'aide du logiciel de calcul et de contrôle d'alignement (voir annexe), plusieurs itérations d'alignement en x , y et en *roulis* sont réalisées jusqu'à ce que les franges de moiré dans les zones intérieure et extérieure soient alignées sur les quatre côtés.

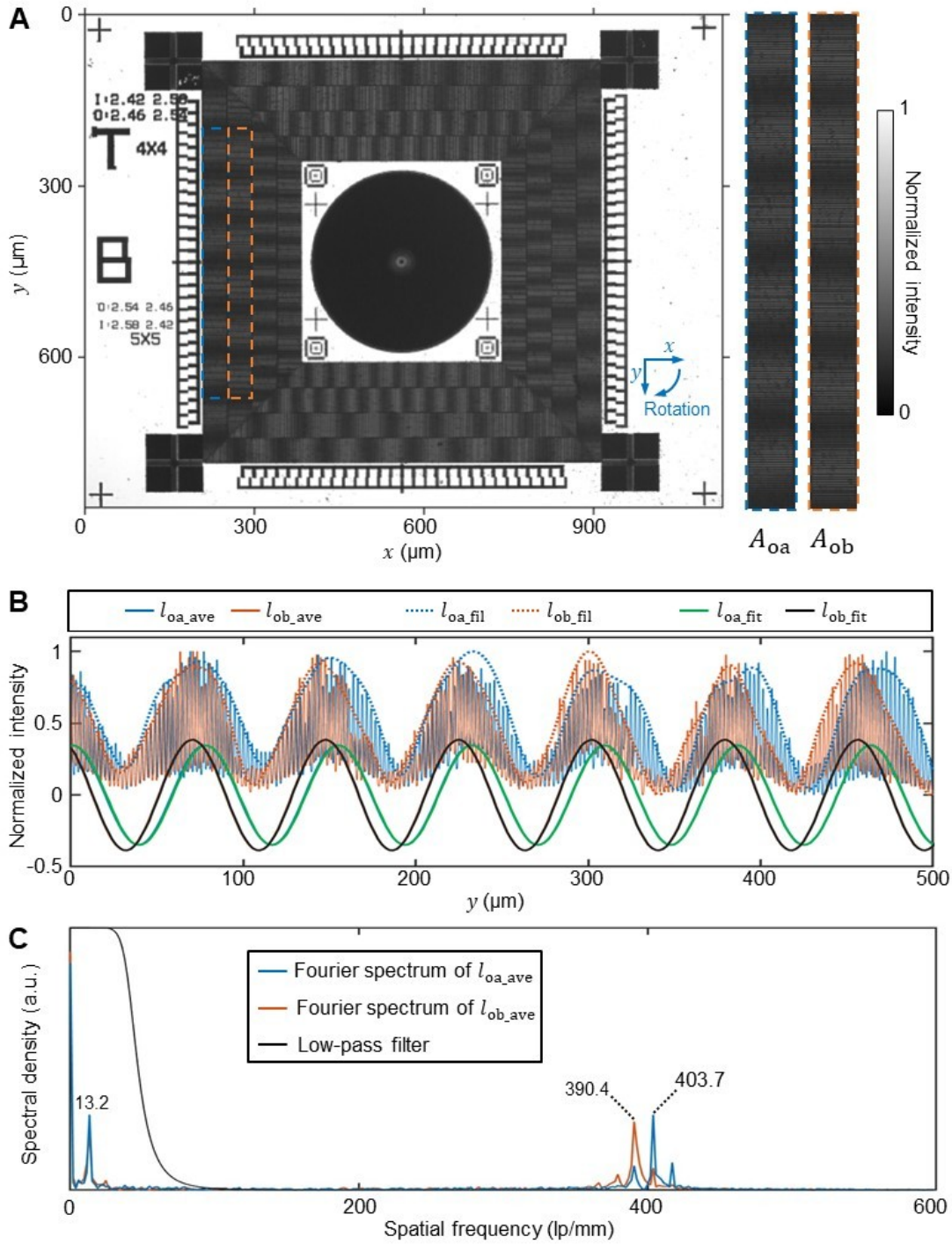


Figure 2.6 Analyse de l'alignement fin en x , y et en *roulis*.

(A) Deux puces FZP empilées pendant l'alignement fin. Encadrés : vues agrandies de deux zones de réseaux extraites, A_{0a} et A_{0b} , dans la région gauche, montrant les franges de moiré. (B) Profils linéaires utilisés pour l'analyse de l'alignement fin dans les zones sélectionnées de (A). l_{0a_ave} et l_{0b_ave} : profils linéaires moyennés ;

l_{oa_fil} et l_{ob_fil} : profils linéaires obtenus par filtrage passe-bas de l_{oa_ave} et l_{ob_ave} ; l_{oa_fit} et l_{ob_fit} : profils linéaires obtenus par ajustement sinusoïdal de l_{oa_fil} et l_{ob_fil} , sans composante continue (DC). (C) Spectres de Fourier de l_{oa_ave} et l_{ob_ave} avec le filtre passe-bas appliqué.

Analyse des puces FZP alignées

La qualité de l'alignement est analysée en utilisant les critères établis pour les alignements grossier et fin. Un exemple de puces alignées est présenté dans la figure 3.1A. Les profils en coupe des quatre coins montrent des pics équilibrés (figure 3.1B), ce qui suggère que toutes les croix sont alignées avec les anti-croix. Par ailleurs, l'analyse des échelles de Vernier et des échelles principales sur les quatre côtés indique un désalignement de $\pm 0,5 \mu\text{m}$ (figure 3.1C). Concernant l'analyse des franges de moiré, les résultats obtenus dans les zones intérieure et extérieure sont cohérents sur chaque côté (figure 3.1D), et les désalignements calculés pour chaque région sont présentés dans le tableau 3.1. Les désalignements en x , y et en *roulis*, calculés à partir des deux zones, sont regroupés dans le tableau 3.2. D'après les résultats issus de la zone extérieure, les désalignements sont de 4,3 nm en x , de -4,1 nm en y , et de 71,5 μrad en *roulis*. L'inexactitude résiduelle observée dans les résultats calculés est attribuée à la résolution d'échantillonnage et au rapport signal/bruit.

Tableau 3.1 Désalignement expérimentalement déterminé dans chaque région par l'analyse des franges de moiré

Régions	Zone intérieure ($M_{mi} = 31.3$)		Zone extérieure ($M_{mo} = 62.5$)	
	$\Delta_i (\mu\text{m})$	$\delta_i (\text{nm})$	$\Delta_o (\mu\text{m})$	$\delta_o (\text{nm})$
Haut	-0.34	-2.6	-1.92	-7.4
Bas	4.56	35.0	4.15	15.9
Gauche	-2.9	-22.7	7.44	28.6
Droite	-1.42	-10.9	-9.55	-36.7

Tableau 3.2 Désalignements calculés en x , y et en *roulis*

Désalignement		$x (\text{nm})$	$y (\text{nm})$	<i>Roulis</i> (μrad)
Approche				
Échelles de Vernier/échelles principales		[-500, 500]	[-500, 500]	[-1250, 1250]
Franges de moiré	Zone intérieure	16.2	-16.8	-29.3
	Zone extérieure	4.3	-4.1	-71.5

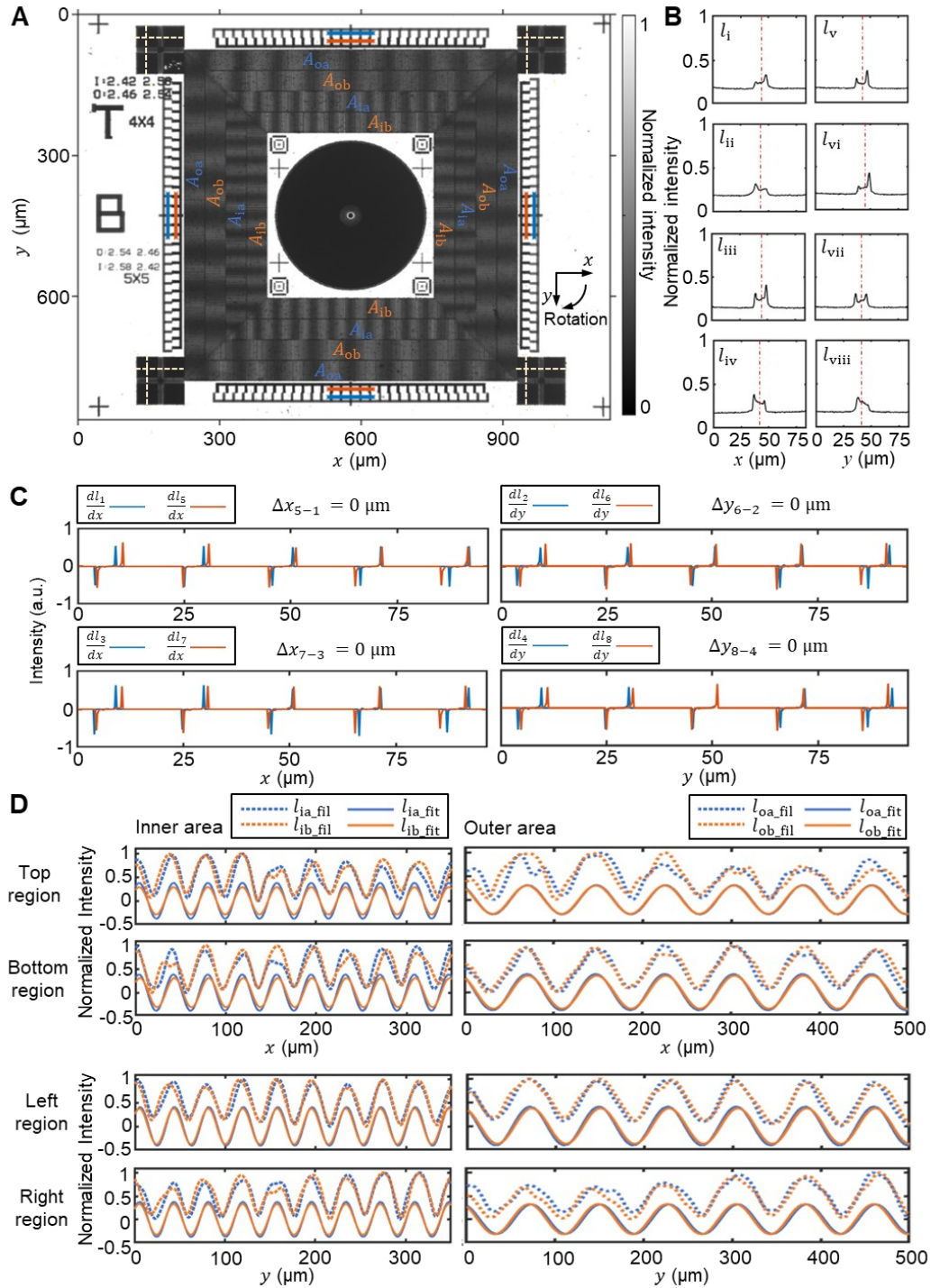


Figure 3.1 Analyse des puces FZP alignées.

(A) Deux images de puces alignées. A_{ia} et A_{ib} indiquent les régions sélectionnées dans la zone intérieure pour l'analyse des franges de moiré. (B) Coupes transversales des croix situées aux coins. (C) Différentiation spatiale des lignes des échelles principales et des échelles de Vernier marquées dans (A). (D) Extraction des

franges dans les zones intérieure et extérieure. l_{ia_fil} , l_{ib_fil} , l_{ia_fit} et l_{ib_fit} ont la même signification que l_{oa_fil} , l_{ob_fil} , l_{oa_fit} et l_{ob_fit} de la figure 2.6, mais correspondent aux régions sélectionnées dans la zone intérieure.

Processus de collage

Avant l'alignement fin en x , y et en *roulis*, un adhésif photopolymérisable à haute viscosité (Norland Products, NOA68T) est injecté sur les bords gauche et droit des deux puces à l'aide d'un système pneumatique de dépose de colle. Le mouvement de la seringue est contrôlé par un bras robotisé à 3 axes conçu sur mesure. Une fois la procédure d'alignement terminée, une lumière UV de 365 nm éclaire les puces pendant 10 minutes afin de polymériser l'adhésif. Un endoscope et une caméra sont utilisés pour surveiller le processus d'application de la colle. Pendant l'application de l'adhésif, les variations en x , y et en *roulis* sont calculées et compensées. Une fois l'adhésif complètement durci, l'ensemble de la puce est soulevé et détaché du support de la puce inférieure.

Conclusions et discussion

Dans ce mémoire, le système DIANA a été développé afin de permettre l'empilement de deux puces FZP pour rayons X avec une précision de l'ordre du nanomètre, et ce de manière sans contact. La conception des motifs, combinée à l'illumination cohérente et incohérente, exploite les caractéristiques des puces FZP pour rayons X, permettant l'intégration de l'interférométrie laser, de l'alignement géométrique par image et de la métrologie à franges de moiré pour un contrôle précis de la position des deux puces selon cinq degrés de liberté. Le système a démontré une précision d'alignement inférieure à 30 nm dans les directions x et y , et 100 μ rad en *roulis*. Un nouveau système est actuellement en cours de développement chez ANT Inc., où tous les axes sont motorisés, un bras robotisé est installé pour le processus de collage, et toutes les étapes d'alignement sont contrôlées par un logiciel intégré. L'objectif est de transformer le système DIANA en un dispositif compatible avec une ligne de production de nanofabrication, capable d'assurer la production en série de puces FZP empilées à haute efficacité de diffraction.

Les travaux futurs porteront sur l'exploration des applications. Un système d'inspection aux rayons X est en cours de planification pour mesurer l'efficacité absolue des FZP empilées, en comparaison avec des FZP simples. Plus précisément, les échantillons, accompagnés d'un diaphragme de tri des ordres, seront placés dans un diffractomètre à rayons X afin de mesurer le flux énergétique total et le flux du faisceau de diffraction d'ordre un. D'après les simulations (Inc.), l'empilement de deux FZP de 750 nm d'épaisseur permettrait d'augmenter l'efficacité de

diffraction de 14,1 % à 30,1 % à une énergie photonique de 8,39 keV. Ainsi, l'objectif expérimental du système d'inspection aux rayons X est d'observer une augmentation de l'efficacité de diffraction par rapport à l'efficacité pratique d'une FZP simple (soit 5–10 %). Par ailleurs, nous étudierons la possibilité d'empiler deux FZP double-face, afin d'améliorer davantage l'efficacité de diffraction à des niveaux d'énergie photonique plus élevés. En tant que plateforme d'alignement nano-optique tout-optique générique, le système DIANA peut également être appliqué à d'autres domaines, notamment la génération de FZP multi-niveaux par alignement de plusieurs FZP binaires aux tailles de motifs différentes, ainsi qu' à l'alignement d'autres dispositifs optiques pour rayons X.

TABLE OF CONTENTS

ACKNOWLEDGEMENTS	III
RÉSUMÉ.....	V
ABSTRACT	VII
SOMMAIRE RÉCAPITULATIF	1
TABLE OF CONTENTS	XXIII
LIST OF FIGURES.....	XXV
LIST OF TABLES	XXVII
LIST OF EQUATIONS.....	XXIX
LIST OF ABBREVIATIONS.....	XXXI
1 INTRODUCTION.....	1
1.1 THE DIFFRACTION EFFICIENCY OF FRESNEL ZONE PLATE (FZPs).....	1
1.2 TOWARDS HIGH-ASPECT-RATIO FZPs	2
1.3 FZPs STACKING TECHNIQUE	2
2 METHODS.....	5
2.1 FZP CHIPS.....	5
2.1.1 Configuration of the FZP chips.....	5
2.1.2 Design rationale of the FZP chips	7
2.1.3 Fabrication and inspection of FZP chips.....	9
2.2 SYSTEM DESIGN	10
2.2.1 Double Illumination All-optical Nano-Alignment (DIANA)	10
2.2.2 Evaluation of the DIANA system's performance	12
2.3 ALIGNMENT PROCEDURE	14
2.3.1 Tilt-yaw alignment.....	14
2.3.2 Coarse alignment for x, y, and rotation.....	15
2.3.3 Fine alignment for x, y, and rotation	17
3 RESULTS	21
3.1 ANALYSIS OF ALIGNED FZP CHIPS	21
3.2 GLUING PROCESS	23
4 CONCLUSIONS AND DISCUSSION.....	25
5 PUBLICATIONS	27
6 BIBLIOGRAPHY.....	29
7 APPENDIX.....	33
7.1 FZP EFFICIENCY.....	33
7.2 ALIGNMENT AUTOMATION	33

7.3	VERIFICATIONS OF THE SENSING OF NANOMETER-LEVEL DISPLACEMENT	34
-----	--	----

LIST OF FIGURES

FIGURE 2.1	DESIGN AND FABRICATION OF THE FRESNEL ZONE PLATE (FZP) CHIPS.	5
FIGURE 2.2	DOUBLE-ILLUMINATION ALL-OPTICAL NANO-ALIGNMENT (DIANA).....	12
FIGURE 2.3	QUANTIFICATION OF THE DIANA SYSTEM'S PERFORMANCE.	13
FIGURE 2.4	LASER INTERFEROMETRY FOR TILT-YAW ALIGNMENT.	15
FIGURE 2.5	ANALYSIS OF COARSE ALIGNMENT OF x , y , AND ROTATION.....	16
FIGURE 2.6	ANALYSIS OF THE FINE ALIGNMENT OF x , y , AND <i>roll</i>	19
FIGURE 3.1	ANALYSIS OF ALIGNED FZP CHIPS.	22
FIGURE 7.1	FIRST ORDER DIFFRACTION EFFICIENCY.....	33
FIGURE 7.2	AUTOMATIC CONTROL SOFTWARE FOR DIANA.	34
FIGURE 7.3	SENSING CAPABILITY OF MOIRÉ FRINGES TO 15-NM-STEP MOVEMENT.	35

LIST OF TABLES

TABLE 2.1	SPECIFICATIONS OF THE GRATING PAIRS DESIGNED FOR THE FZP CHIPS (J = I OR O).....	6
TABLE 3.1	EXPERIMENTALLY DETERMINED MISMATCH IN EACH REGION USING MOIRÉ-FRINGE ANALYSIS	21
TABLE 3.2	CALCULATED MISALIGNMENTS OF x , y , AND <i>roll</i>	21

LIST OF EQUATIONS

EQUATION 2.1 – TALBOT DISTANCE FOR NEAR-FIELD DIFFRACTION	8
EQUATION 2.2 – MAGNIFICATION RATIO OF THE MOIRÉ FRINGES.....	8
EQUATION 2.3 – MEASUREMENT RANGE OF THE MOIRÉ FRINGES.....	9
EQUATION 2.4 – MISALIGNMENT OF THE MOIRÉ FRINGES FROM THE MEASURED DISPLACEMENT	9
EQUATION 2.5 – TILT (OR YAW) MISALIGNMENT ANGLE	14
EQUATION 2.4 – MEASURED MISALIGNMENT OF THE MOIRÉ FRINGES	17
EQUATION 7.1 – TILT (OR YAW) MISALIGNMENT ANGLE	33

LIST OF ABBREVIATIONS

Abbreviations	Full names
FZPs	Fresnel Zone Plates
DIANA	Double Illumination All-optical Nano-Alignment
CW	Continuous-Wave
FOV	Field of View
UV	Ultraviolet
ESF	Edge spread function
LSF	Line spread function
FWHM	Full Width at Half Maximum
DC	Direct Current

1 INTRODUCTION

1.1 The diffraction efficiency of Fresnel zone plate (FZPs)

Fresnel zone plates (FZPs) are optical devices used to focus or diffract light, particularly in applications involving X-rays, visible light, or other wavelengths (Anderson, Olynick et al. 2000). Conventional lenses rely on refraction, which is ineffective for X-rays because materials have a very low refractive index and tend to absorb X-rays. In contrast, Fresnel zone plates focus X-rays through diffraction, making them ideal for high-resolution X-ray focusing or imaging. Fabricated on an X-ray transparent membrane (e.g., Si_3N_4 and SiC) on a silicon chip, X-ray FZPs are composed of concentric circular rings (called Fresnel zones) alternating between being transparent and opaque (Wu, Hwu et al. 2012). The incident X-ray beam, diffracted by the opaque zones made from high-Z-number phase-shifting materials (e.g., Au, Ni, Pt, and W), can be focused on certain distances by constructive interference. Compared to other X-ray focusing optics [e.g., compound refractive lenses (Snigirev, Kohn et al. 1996, Seiboth, Schropp et al. 2017), capillary optics (Kumakhov 2000, Koch, Jozwiak et al. 2018), Kirkpatrick–Baez mirrors (Mimura, Handa et al. 2010, Hudec 2011), and multilayer Laue lenses (Conley, Bouet et al. 2016, Bajt, Prasciolu et al. 2018)], FZPs offer a much more compact solution with a comparable spatial resolution (Lider 2017). Thus, they have become key X-ray optical components for diverse applications (Ice, Budai et al. 2011), including advanced instrumentation (Pascarelli, Mathon et al. 2006, Geilhufe, Pfau et al. 2014, Lider 2017), nanolithography (Solak 2006), and astronomy (Zhang, Liu et al. 2020).

Among the technical parameters of an FZP, the diffraction efficiency is of great importance. Highly efficient FZPs can largely decrease the acquisition time, which enables faster experiments and thus reduces the radiation damage to specimens (Gleber, Wojcik et al. 2014, Hémonnot and Köster 2017). For optimal efficiency, each zone should impart a π (half-wavelength) phase shift to the incident X-rays. However, because the refractive index decrement for X-rays in most materials is very small, achieving this π shift requires a significant material thickness, especially in the hard X-ray region. To accomplish this goal while maintaining high spatial resolution, an FZP is required to have high-aspect-ratio structures, with the outermost zone widths comparable to the desired resolution of the system (Tamura, Yasumoto et al. 2006). However, high-aspect-ratio zones required for high efficiency and high resolution often exceed the fabrication capability of nanolithography (Chen 2015), resulting in the bending, distortion, and/or collapse of spatial

structures. This constraint limits the diffraction efficiency of FZPs in the soft X-ray regime and rapidly further decreases toward the hard X-ray range (Nöhammer, Hoszowska et al. 2003).

1.2 Towards high-aspect-ratio FZPs

Various nano-fabrication techniques have been developed to produce high-aspect-ratio FZPs (Sanli, Jiao et al. 2018). For example, multilayer FZPs can be fabricated by sequentially coating a cylindrical substrate [e.g., a glass fiber (Keskinbora, Robisch et al. 2014) and a capillary lumen (Je and Jung 2024)] via atomic layer deposition of high-Z-number and low-Z-number materials with proper thicknesses according to the Fresnel zone widths, followed by focus-ion-beam slicing (Kamijo, Suzuki et al. 2003, Mayer, Keskinbora et al. 2013, Sanli, Keskinbora et al. 2015). Although capable of producing hundreds-to-one aspect ratios on tens-of-nanometer spatial features (Mohacsi, Vartiainen et al. 2017), this method requires demanding thickness control in the deposition processes. Limited by the slow deposition speed, the produced FZPs often have a relatively small aperture size, resulting in a short working distance that impedes their applicability (Chang and Sakdinawat 2014). To obtain a large aperture and a high aspect ratio, conventional electron beam lithography has teamed up with metal-assisted chemical etching to deep-etch silicon with a >100:1 aspect ratio (Maser, Lai et al. 2002). Nonetheless, using silicon as a scaffold can lead to high X-ray absorption.

An attractive alternative to increasing the structure thickness is to fabricate FZPs in a layered configuration (Aristov, Isoyan et al. 2007), placing one FZP on top of another on the same chip. When these layers are aligned laterally within one-third of the outermost zone's width and longitudinally within the optical near field, they effectively function as a single optical element with greater effective thickness (Maser, Lai et al. 2002). In principle, this approach could achieve very high aspect ratios, limited only by the number of FZP layers that can be precisely aligned. In practice, however, this method faces significant challenges, including alignment difficulties, the risk of collapse, and other processing issues. An alternative method involves fabricating FZPs on opposite sides of a membrane (Mohacsi, Vartiainen et al. 2015). Although this double-sided approach simplifies some aspects of fabrication, it may introduce scaling problems, such as shrinkage of the low-Z-number material during processing (Yurgens, Koch et al. 2020).

1.3 FZPs stacking technique

Besides using sophisticated fabrication-based stacking techniques, a more direct approach is to align and stack multiple standard FZP chips (Shastri, Maser et al. 2001). Without disrupting the

mature fabrication procedure, this approach leverages the high availability and high quality of standard FZPs. To achieve the alignment precision of nanometer level, one method involves performing the alignment by using X-ray phase-contrast microscopy (Li and Jacobsen 2018). In particular, the X-ray transmitted through the FZP stack is filtered by an order sorting aperture. The selected first-order diffraction is converted by a scintillator to visible light, which is then recorded by an optical microscopy setup. FZPs can be accurately stacked by monitoring the location of the first diffraction order (Feng, Feser et al. 2007) or imaging the X-ray interference (Maser, Lai et al. 2002, Snigireva, Snigirev et al. 2007). Since its first success in the early 2000s (Gleber, Wojcik et al. 2014), X-ray-based FZP stacking has made substantial development (Feng, Feser et al. 2007, Snigireva, Snigirev et al. 2007, Snigireva, Snigirev et al. 2007, Wojcik, Gleber et al. 2015). A stack of up to six FZPs has been demonstrated, which improves the diffraction efficiency by 15.7 times at 27 keV compared to the single-FZP counterpart (Wojcik, Gleber et al. 2015). However, the X-ray light sources, especially the synchrotrons, have high operation expenses and limited availability. They also require sophisticated training and equipment handling in a working environment in which the ionized radiation could pose potential harm to health. All these limitations have increasingly hindered the further development and mass implementation of X-ray-based FZP stacking.

The limitations imposed by X-rays can be circumvented by using optical alignment with visible light (Reid 1984, Creath and Wyant 1992, Liu, Wang et al. 2022). Moiré fringes are a key tool for detecting nanometer-scale movement (Jiang, Wang et al. 2023). By manifesting the beat frequency in space, they enable sensing of minute displacements beyond the optical diffraction limit (Coltharp and Xiao 2012). Moreover, this method is universally applicable to a wide range of light sources, and these salient features have driven the widespread adoption of moiré fringes as an accurate alignment technique in advanced lithography (Ghazanfarian, Chen et al. 1998, Wang and Suga 2007, Wang, Taniyama et al. 2009). Integrated into many nanoimprint (Mühlberger, Bergmair et al. 2007) and proximity lithography (Zhu, Hu et al. 2012) instruments, moiré-fringe-based metrology has achieved alignment accuracy on the order of tens of nanometers (Li, Wu et al. 2006).

Nonetheless, existing optical moiré-fringe alignment systems face difficulties when applied to X-ray FZP stacking. First, most techniques implemented in lithography apparatus operate in reflection mode. Due to the high optical reflectivity of seed layer under the pattern, the resulting moiré fringes exhibit low contrast, reducing alignment accuracy. Meanwhile, although moiré fringes offer highly sensitive lateral displacement measurements, they are less sensitive to tilt-

yaw adjustments and require auxiliary methods. For example, one attempt involved distributing 10- μm -diameter microbeads along the edge between two FZP chips and pressing them together for parallelism (Batzer 2015). However, lacking optical feedback, the tilt-yaw alignment accuracy was not verified, and contact between microbeads and chips induced friction during lateral adjustments, leading to limited alignment accuracy and potential chip damage.

To solve these problems, this thesis develops double-illumination all-optical nano-alignment (DIANA) for contactless stacking of two hard X-ray FZP chips. Leveraging the highly reflective seed layer on the FZP chip, laser interferometry is employed in reflection mode for tilt-yaw adjustment with an accuracy of 0.3 mrad. Additionally, quadruple moiré-fringe alignment, assisted by geometric image alignment, is implemented in transmission mode to achieve alignment accuracy of under 30 nm in the x and y directions and 100 μrad in rotation.

2 METHODS

2.1 FZP chips

2.1.1 Configuration of the FZP chips

In this system, the two FZP silicon chips are first aligned, and then bonded together using adhesive. To mitigate the potential impact of gravity on the adhesive flow, which could compromise the alignment precision after the chips are aligned, the two chips are placed parallel to the horizontal workbench, one positioned above the other. The typical size of the FZP silicon chip is 5 mm x 5 mm. The top chip is diced to 4 mm x 4 mm, facilitating more convenient adhesive application along the edges in the subsequent steps.

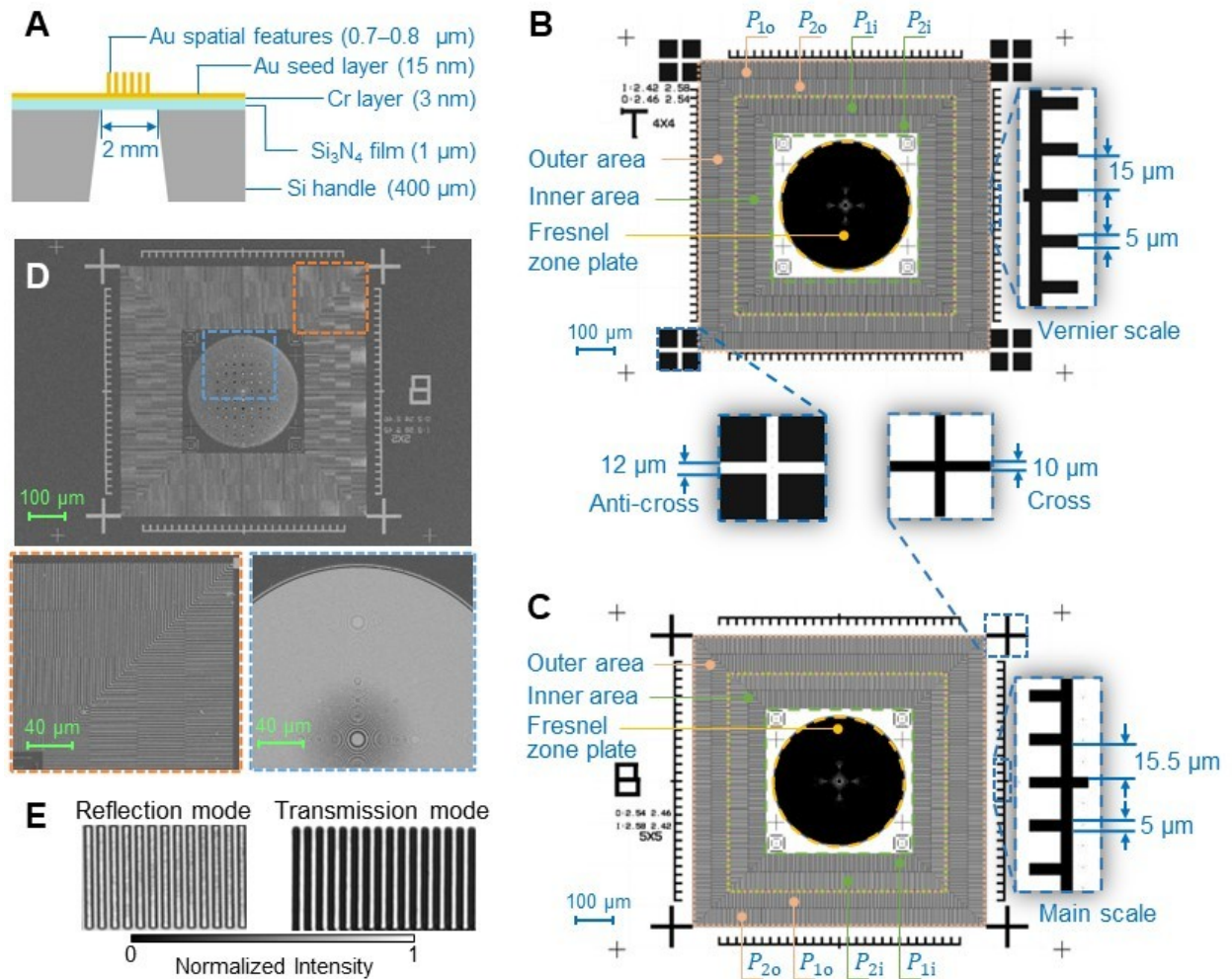


Figure 2.1 Design and fabrication of the Fresnel zone plate (FZP) chips.

(A) Side-view schematic. (B–C) Top-view schematic of the designed patterns on the top (B) and the bottom (C) FZP chips. P_{1i} , P_{2i} , P_{1o} , P_{2o} , periods of gratings in the inner and outer areas. (D) Scanning electron microscopy images of a fabricated bottom FZP chip with magnification ratios of 86 $\times$ (top) and two local areas

marked by the blur and oranges boxes in the top image with the magnification ratio of 377× (bottom left) and 383× (bottom right). (E) Optical microscopy images of a local area of the fabricated grating on the FZP chip in reflection mode (left) and transmission mode (right).

A side-view schematic of these chips is shown in Figure 2.1A. A 400-μm-thick Si substrate is used as the handle. A 2 mm × 2 mm square window is hollowed out in the middle to maintain a sufficiently large area for patterning. A 1-μm-thick Si₃N₄ film is deposited above the Si handle. Above the Si₃N₄ layer, a 3-nm-thick Cr layer and a 15-nm-thick Au seed layer are plated to connect and support all spatial features made of Au with a height of 0.7–0.8 μm. The Cr/Au seed layer serves to enhance adhesion (Cr) and provide a conductive base (Au) for subsequent gold electroplating/electroforming. Given that the fabrication precision of our zone plates ranges from 30 to 100 nm, structures with a height of 700–800 nm exhibit aspect ratios below 30:1, which remains within the practical limits of current nanofabrication techniques. However, further increasing the structure height by a factor of two or three would lead to excessively high aspect ratios, which significantly elevates the risk of mechanical instability or collapse during fabrication and handling.

Table 2.1 Specifications of the grating pairs designed for the FZP chips (j = i or o)

Parameters	Inner area	Outer area
Pitch (spatial frequency) of Grating 1	$P_{1i} = 2.42 \mu\text{m}$ (413.2 lp/mm)	$P_{1o} = 2.46 \mu\text{m}$ (406.5 lp/mm)
Pitch (spatial frequency) of Grating 2	$P_{2i} = 2.58 \mu\text{m}$ (387.6 lp/mm)	$P_{2o} = 2.54 \mu\text{m}$ (393.7 lp/mm)
Pitch (spatial frequency) of moiré fringes [a]	$P_{mi} = 39 \mu\text{m}$ (25.6 lp/mm)	$P_{mo} = 78 \mu\text{m}$ (12.8 lp/mm)
Magnification ratio of moiré fringes [b]	$M_{mi} = 31.25$	$M_{mo} = 62.5$
Measurement range of moiré fringes [c]	$R_{mi} \in [-0.624, 0.624] \mu\text{m}$	$R_{mo} \in [-0.624, 0.624] \mu\text{m}$

[a] $P_{mj} = P_{1j}P_{2j}/|P_{1j} - P_{2j}|$

[b] $M_{mj} = (P_{1j} + P_{2j})/|P_{1j} - P_{2j}|$

[c] $R_{mj} \in 0.5 \times [-P_{mj}/M_{mj}, P_{mj}/M_{mj}]$

Top-view schematics of the top chip and the bottom chip are shown in Figure 2.1B and Figure 2.1C, respectively. In our experiment, an FZP with a 310-μm diameter and a 100-nm-wide outermost zone is placed in the center of both chips. Alignment patterns and markers, whose

design rationale is detailed in the next section, are added to the periphery. In particular, gratings with periods of $P_{1i} = 2.42 \mu\text{m}$, $P_{2i} = 2.58 \mu\text{m}$, $P_{1o} = 2.46 \mu\text{m}$, and $P_{2o} = 2.54 \mu\text{m}$ are placed in the inner and outer areas of both chips to generate moiré fringes (see details in Table 2.1). At four sides of the periphery of the top chip are Vernier scales (Kwan 2011) with the smallest division of $15 \mu\text{m}$. The mid-points of these Vernier scales are aligned with the FZP center. Correspondingly, on the bottom chip, the main scales are placed with the smallest division of $15.5 \mu\text{m}$. At the four corners, anti-cross markers with a gap of $12 \mu\text{m}$ are placed on the top chip, and cross markers with a width of $10 \mu\text{m}$ are placed on the bottom chip. All of these pattern features are designed to progressively reduce the alignment precision to the required level.

2.1.2 Design rationale of the FZP chips

The optical performance of stacked Fresnel zone plates is highly sensitive to misalignment. Even slight lateral or angular deviations between the plates can lead to significant degradation in diffraction efficiency and image resolution. Therefore, precise alignment is critical to ensure coherent constructive interference and high-resolution imaging. The overall goal of alignment is to stack the two FZP chips face-to-face in proximity with an accuracy of $1/3$ of the finest spatial feature (Snigireva, Snigirev et al. 2007), which requires an accuracy of $\sim 30 \text{ nm}$ for the FZPs used in this work. To achieve this goal, we intend to adjust six degrees of freedom—including x , y , z , $roll$, $tilt$, and yaw . Before x , y , and $roll$ adjustments are made, the z , $tilt$, and yaw must be adjusted first to ensure that the distance between the two chips is sufficiently small and that they remain parallel. In particular, the $tilt$ and yaw misalignments are required to be less than 5 mrad and the inter-chip distance should be reduced to the tens-of-micrometer level. At this proximity, both chips can be clearly imaged and moiré fringes are clearly visible, which is crucial for the successful execution of the subsequent steps. Then x , y , and $roll$ adjustments are initially performed in a coarse alignment using the four cross/anti-cross markers, followed by the Vernier/main scales. This process reduces the misalignments to $\pm 0.5 \mu\text{m}$, $\pm 0.5 \mu\text{m}$, and $\pm 1.25 \text{ mrad}$, respectively, all of which fall within the measurement range of the moiré fringes. These three degrees of freedom are then further refined in a fine alignment using the moiré patterns, achieving an accuracy of 30 nm in the x and y directions and $100 \mu\text{rad}$ in rotation.

To generate suitable moiré fringes, two one-dimensional gratings with similar pitches are designed for the FZP chips. Specifically, their superposition modulates the transmitted light with a spatial pitch corresponding to the difference in the frequencies of both gratings (Zhu, Hu et al. 2013). The objective is to minimize the grating period as much as possible to achieve a higher magnification of the moiré fringes. When the second chip is positioned at the first Talbot self-

imaging distance from the first chip, the moiré fringes will exhibit maximum contrast. When the wavelength of light λ is comparable to or smaller than the grating period d , the Talbot distance z_T for near-field diffraction is given by the formula:

Equation 2.1 – Talbot distance for near-field diffraction

$$z_T = \frac{d^2}{2\lambda} \left(1 + \sqrt{1 + \frac{4\lambda^2}{d^2}} \right)$$

As indicated by the formula, a smaller grating period results in a reduced Talbot distance. Consequently, the distance between the two chips is minimized to the smallest possible extent in order to optimize the magnification. However, to prevent potential damage from dust or debris, a minimum separation of 10-20 μm is maintained due to physical constraints. Considering the Talbot effect and the use of 617-nm light, the average pitch of the gratings is calculated to be approximately 2.5 μm .

To determine the relative displacement of the two FZP chips along the direction perpendicular to the grating grooves, a pair of gratings is required on each chip. On one chip, two gratings are placed adjacently along the direction of the grating grooves, while on the other chip, the two gratings are swapped in position. Their superposition generates two sets of moiré fringes with the same pitch. To produce moiré fringes with suitable pitch, two gratings are designed with similar pitches. The magnification and measurement range of the moiré fringes are determined by the pitch and relative configuration of the two gratings. When two gratings with slightly different periods, denoted p_1 and p_2 , are overlaid, their interference generates moiré fringes—large-scale patterns that are extremely sensitive to small relative displacements. As shown in Table 2.1, the fundamental fringe period P_m resulting from the superposition of the two gratings is given by Table 2.1 [a]. In the event of lateral displacement between the two chips, the two sets of moiré fringes shift in opposite directions. If one pattern moves relative to the other by a small displacement Δx , the moiré fringe pattern shifts with a magnified displacement ΔX . In the case where both gratings are arranged to move relative to each other (e.g., counter-directional motion or one fixed and one moving), the magnification factor M_m is:

Equation 2.2 – Magnification ratio of the moiré fringes

$$M_m = \Delta X / \Delta x = (p_1 + p_2) / |p_1 - p_2|$$

This shows that even small relative movements between gratings can result in large, easily measurable shifts in the moiré pattern. However, due to the periodic nature of moiré fringes, the maximum measurable displacement is limited to the extent over which the fringe pattern remains

unambiguous—i.e., within one moiré fringe period. The maximum unambiguous displacement, or measurement range, is thus given by:

Equation 2.3 – Measurement range of the moiré fringes

$$\Delta x_{\max} = P_m / M_m = (p_1 \cdot p_2) / (p_1 + p_2)$$

Thus, the measurement range is shown in Table 2.1 [c]. Therefore, the moiré system presents a trade-off: higher sensitivity (larger magnification) results in a narrower unambiguous measurement range. Both the magnification and range are entirely determined by the pitches of the two gratings. By measuring the displacement Δ_j and using the magnification ratio of the moiré fringes M_{mj} , the misalignment is calculated by:

Equation 2.4 – Misalignment of the moiré fringes from the measured displacement

$$\delta_j = \Delta_j / M_{mj},$$

where $j = i$ or o specifies the inner or outer area.

The pitches of the inner area grating sets (i.e., P_{1i} and P_{2i}) and the outer area grating sets (i.e., P_{1o} and P_{2o}) are determined by carefully considering the magnification ratio (i.e., M_{mj}) and the pitch of the moiré fringes (denoted by P_{mj}). A smaller difference between the two grating pitches simultaneously increases both parameters, enhancing the misalignment detection capability during data acquisition while reducing the ability to extract information during post-processing. Therefore, two pairs of gratings with different pitch combinations are placed in the inner and outer areas to evaluate alignment accuracy, as detailed in Table 2.1.

2.1.3 Fabrication and inspection of FZP chips

The designed FZP chips were fabricated by using 100-keV electron beam lithography. The high-quality nanoscale features were verified by using scanning electron microscopy RAITH150 Two EBL System (Figure 2.1D). The working distance of the SEM images is 6.8 mm, Extra High Tension is 15.00 kV and magnification ratios are 86x, 377x, 383x, respectively. After fabrication, the gratings were examined under an optical microscope in both reflection mode and transmission mode. The former revealed a high reflection of both the gratings and the Au seed layer. While 15 nm is near the threshold where gold films begin to exhibit partial transparency, our reflectometry data (or observed alignment signals) indicate that the film remains sufficiently reflective for optical alignment purposes under our experimental conditions. The reflectivity is expected to be lower than bulk Au, but still adequate for detecting interference or alignment signals. As a result, intensity differences only show at the groove boundaries (left panel of Figure 2.1E). On the contrary, complete grating grooves can be seen in transmission mode, as shown in the right panel

of Figure 2.1E. These results suggest that for the X-ray FZP chips, high-contrast moiré fringes could be produced by using the transmission mode while high-contrast interference patterns could be produced by using the reflection mode.

2.2 System design

2.2.1 Double Illumination All-optical Nano-Alignment (DIANA)

Based on the requirements of nano-alignment and the characterization of the fabricated FZP chips, the Double Illumination All-optical Nano-Alignment (DIANA) system is developed, schematically shown in Figure 2.2A. The DIANA system consists of four parts: an optical microscope with incoherent and coherent light sources, motion control modules, precise supports for both FZP chips, software control, and auxiliary components for chip gluing.

The coherent light source is a Continuous-Wave (CW) laser at $\lambda_c = 532 \text{ nm}$ (CNI, Green-532-200mw). After expansion and collimation using lenses L1 (Thorlabs, LC2265) and L2 (Thorlabs, LA1433), the beam is directed by mirrors M1–M4, passes through the tube lens L3 (Thorlabs, LA1708), and is reflected by a beam splitter (Thorlabs, CM1-BP145B1) to generate a focus on the back focal plane of a long working distance 10× objective lens (Thorlabs, MY10X-803) mounted with a kinematic mount (Thorlabs, KC1XY) with $\pm 4^\circ$ tilt and yaw adjustment. This scheme produces wide-field illumination with a 2-mm-diameter Field of View (FOV) to the FZP chips for reflection-mode imaging. Meanwhile, the DIANA system incorporates incoherent illumination of a light-emitting diode with a central wavelength of $\lambda_{ic} = 617 \text{ nm}$ (Thorlabs, M617L5) working in transmission mode. The diverging output beam passes through the lenses L4 (Thorlabs, LA1509) and L5 (Thorlabs, LA1433) to illuminate the chips with an FOV the same as that of coherent illumination in size. The reflected coherent illumination or the transmitted incoherent illumination is collected by the same objective lens, transmitted through the beam splitter and a tube lens L6 (Thorlabs, AC254-200-A-ML) to form an image of the object on a CMOS camera (Edmund Optics, BFS-U3-200S6M-C).

To accurately position the two FZP chips facing each other, the DIANA system employs a homebuilt 6-axis micro-positioning stage for the top chip and a 6-axis nano-positioning stage (Thorlabs, MAX603D) for the bottom chip. The top chip is glued onto a 3D-printed holder (Figure 2.2B) by two small pieces of double-sided tape. The holder is placed in a 4-axis rotation mount (Thorlabs, KS1RS), providing 360° rotation adjustment and a $\pm 4^\circ$ tilt-yaw adjustment. The 4-axis rotation mount is attached to an x - y - z translation stage (KeenSo, SEMX80-AS) with a 25-mm

linear travel range. This assembled 6-axis micro-positioning stage is placed on a rail (Thorlabs, XT95SP-500) to conveniently load the top chip.

The bottom chip is secured another 3D-printed holder (Figure 2.2C) using double-sided tape. This holder is attached to an extension plate connected to the nano-positioning stage. The nano-positioning stage provides an accuracy of 1 nm for the translation motions in the x , y , and z directions and 0.018 μrad for the *tilt*, *yaw*, and *roll* adjustments. A schematic of the two chips connected to the holders under both illuminations is shown in Figure 2.2D, and photos of loaded chips are shown in Figure 2.2E and Figure 2.2F. After the alignment, the two chips are glued using an ultraviolet (UV) curing adhesive under 365 nm UV light to produce the stacked unit.

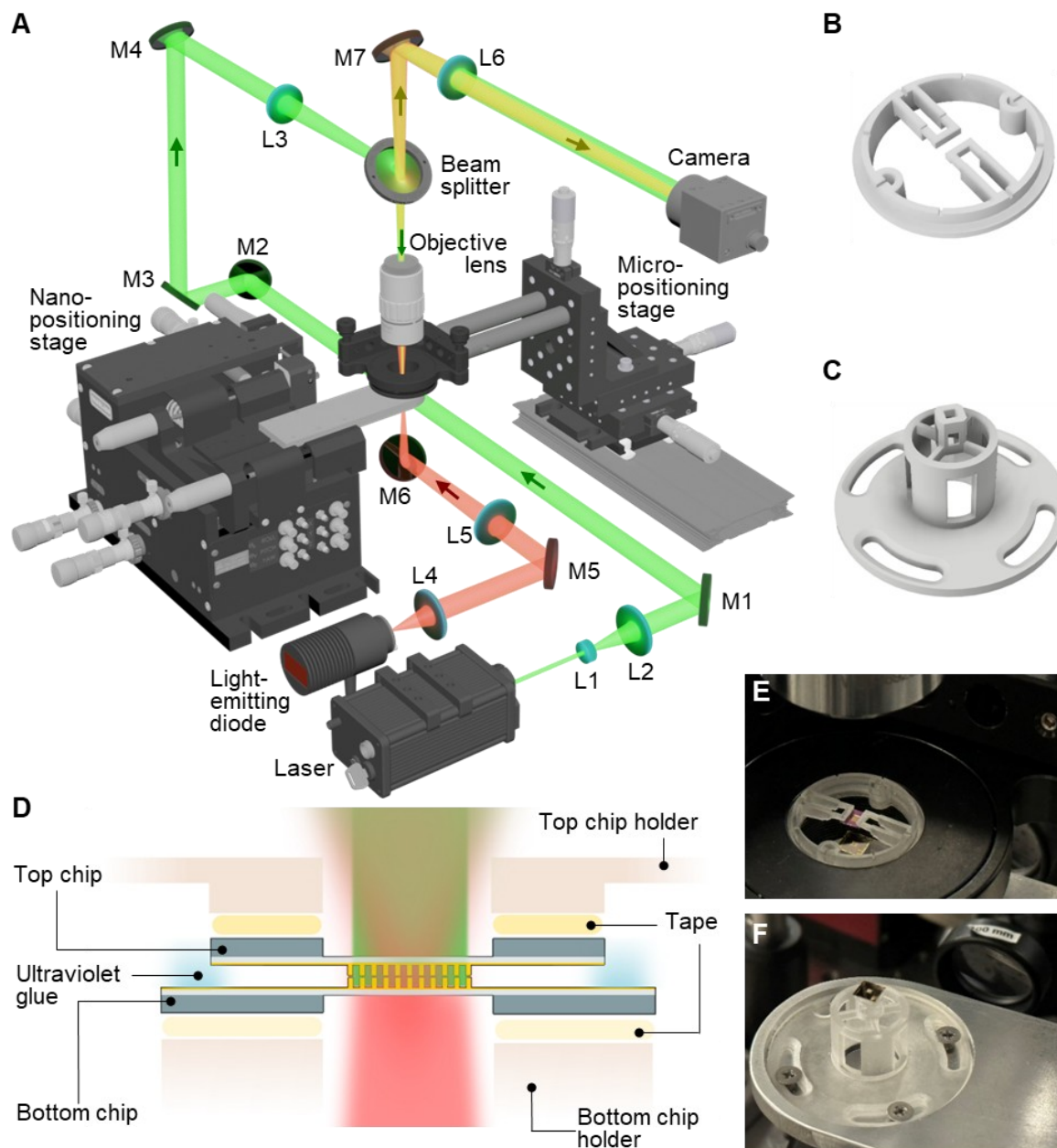


Figure 2.2 Double-illumination all-optical nano-alignment (DIANA).

(A) System schematic. L1–L6, lenses; M1–M7, mirrors. (B–C) Design of the holders for the top (B) and the bottom (C) FZP chips. (D) Side view of the configuration of chip holding. (E–F) Photos of the loaded top (E) and bottom (F) FZP chips.

2.2.2 Evaluation of the DIANA system's performance

The system was first constructed, and an experiment was designed to characterize its actual imaging resolution. This evaluation then served as the basis for estimating the alignment accuracy. The evaluation started by using incoherent illumination to inspect the imaging quality of fabricated FZP chips. As shown in Figure 2.3A, both chips can be clearly imaged by the DIANA system. To

quantify the spatial resolution, an edge of a spatial feature on the bottom chip is imaged, shown in the left image of Figure 2.3B. The averaged Edge Spread Function (ESF) in x -axis is analyzed, and the standard deviation is calculated, shown in the middle image of Figure 2.3B. Then, the Line Spread Function (LSF) is obtained by taking the derivative of the ESF. Fitted by Gaussian interpolation, the Full Width at Half Maximum (FWHM) of this LSF is calculated to be $1.2\ \mu\text{m}$, which represents the system spatial resolution (right image of Figure 2.3B). The alignment accuracy is calculated by dividing the system's spatial resolution ($1.2\ \mu\text{m}$, obtained from the LSF FWHM) by the moiré magnification. Using the spatial resolution as the criterion and the grating specifications (see Table 2.1), the theoretical alignment accuracy is estimated to be $38.3\ \text{nm}$ for the inner area and $19.2\ \text{nm}$ for the outer area.

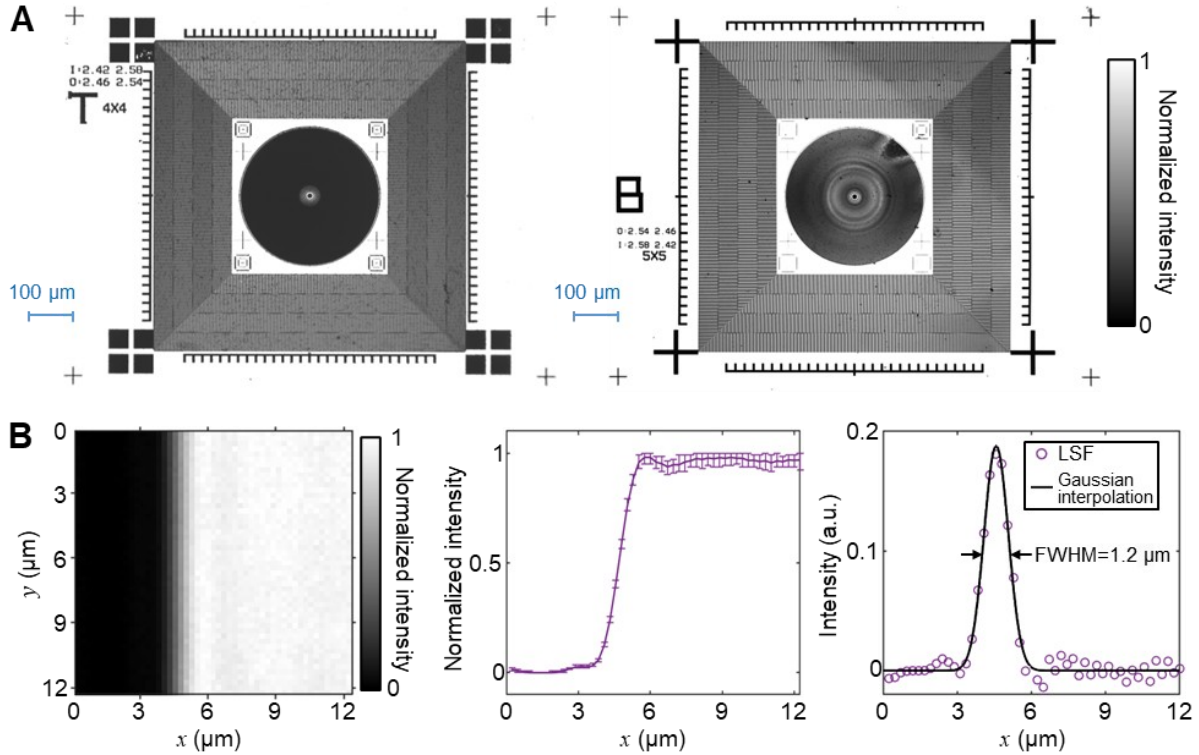


Figure 2.3 Quantification of the DIANA system's performance.

(A) Images of the top (left) and bottom (right) FZP chips under incoherent illumination. (B) Evaluation of spatial resolution. Left: Image of an edge. Middle: Averaged edge spread function. Error bar: standard deviation. Right: Line spread function with Gaussian interpolation.

2.3 Alignment procedure

2.3.1 Tilt-yaw alignment

We used optical interferometry to measure the tilt and yaw angles, and adjusted them accordingly to achieve the most challenging part of the alignment — keeping the two chips parallel and in close proximity. As the first step in this procedure, *tilt* and *yaw* are adjusted by using laser interferometry. The interference fringes referred to here are equal-inclination fringes produced by reflections between two nearly parallel surfaces. Under the coherent illumination in reflection mode, the highly reflective Au seed layer on both chips generated interference fringes of equal inclination. These circular or curved fringes are highly sensitive to angular misalignment. By observing the fringe shape and spacing, we can detect and minimize tilt and yaw between the components. Each fringe corresponds to a path length difference of one wavelength due to the round-trip optical path. Therefore, the spacing between fringes indicates the rate of change in optical thickness perpendicular to the fringes, which directly relates to the tilt angle. When the surfaces are well aligned, the fringes become widely spaced or disappear entirely. The *tilt* (or *yaw*) misalignment angle is calculated by:

Equation 2.5 – Tilt (or yaw) misalignment angle

$$\gamma = (N\lambda_c) / 2w,$$

where N is the number of the fringes in the x or y direction, λ_c is the wavelength of the CW laser, and w is the length (or width) of the Field of View (FOV).

Representative results for this step are shown in Figure 2.4. First, by adjusting the micro-positioning stage, the misalignments are reduced to 4.4 mrad for *tilt* and 3.1 mrad for *yaw*, respectively (Figure 2.4A). Then, the alignment is performed by tuning the nano-positioning stage until there are no fringes of equal inclination can be seen in the FOV (Figure 2.4B–C). The *tilt* and *yaw* misalignments are calculated to be 0.3 mrad and 0.2 mrad, respectively, indicating the depth difference over the FOV is within $\lambda_c/2$. This level of parallelism can only induce a sub-nanometer projection distortion in the x and the y directions within the targeted FOV, thus satisfying the alignment accuracy.

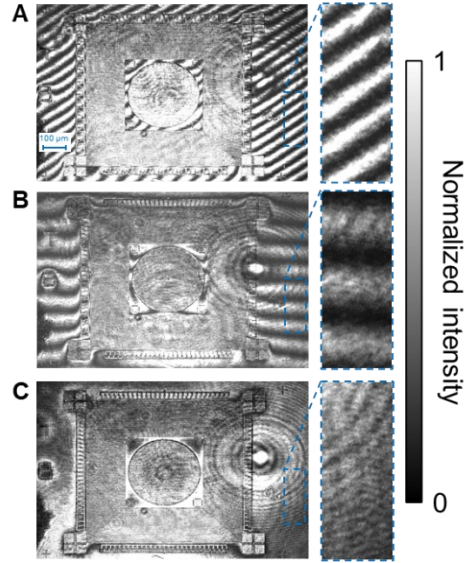


Figure 2.4 Laser interferometry for tilt-yaw alignment.

(A) Interference fringes produced by misalignment in both *tilt* and *yaw*. (B) Interference fringes produced by misalignment only in *yaw*. (C) Interference pattern after completing the tilt-yaw alignment.

2.3.2 Coarse alignment for x , y , and rotation

Misalignments in x , y , and *roll* are defined to describe the relative displacement of the top chip to the bottom chip. This convention is reflected by the coordinate system shown in Figure 2.5A. The coarse alignment is started by adjusting the x , y , and *roll* in sequence to align the crosses on the bottom chip with the anti-crosses on the top chip in four corners. To quantitatively evaluate the alignment accuracy, in Figure 2.5B, the normalized intensity of eight selected line profiles (marked as l_1 – l_{viii} in Figure 2.5A) are plotted. These intensity profiles are not symmetric with respect to the bar center on the corresponding crosses, indicating position mismatches between the crosses and anti-crosses. The alignments of x , y , and *roll* are performed iteratively until the sum of the intensity differences across all line profiles is minimized.

Second, using customized alignment calculation and control software, (detailed in Appendix), Vernier scales on the top chip and main scales on the bottom chip on four sides are used to automatically adjust the position of the two chips. Eight selected line profiles, centered by the mid-points of the Vernier/main scales (marked as l_1 – l_8 in Figure 2.5A) are analyzed in pairs. The edges of the spatial features in these line profiles are obtained by differentiation (Figure 2.5C). The most precisely aligned Vernier/main scale pair is determined by averaging the deviation between each pair of peaks of the red and blue lines. The position deviations on all four sides are calculated to be $-0.2\ \mu\text{m}$ (top), $-1.7\ \mu\text{m}$ (right), $1.2\ \mu\text{m}$ (bottom), and $0\ \mu\text{m}$ (left) with an $\pm 0.5\ \mu\text{m}$ uncertainty determined by the difference between the smallest division of the main scale (i.e.,

15.5 μm) and that of the Vernier scales (i.e., 15 μm). In this way, the misalignments in x , y , and $roll$ are determined to be 0.50 μm , -0.85 μm , and -2.04 mrad, respectively. After several rounds of adjustments, the misalignments in x and y are reduced to be within $\pm 0.5 \mu\text{m}$ and the rotation misalignment within $\pm 1.25 \text{ mrad}$ to satisfies the goals of coarse alignment.

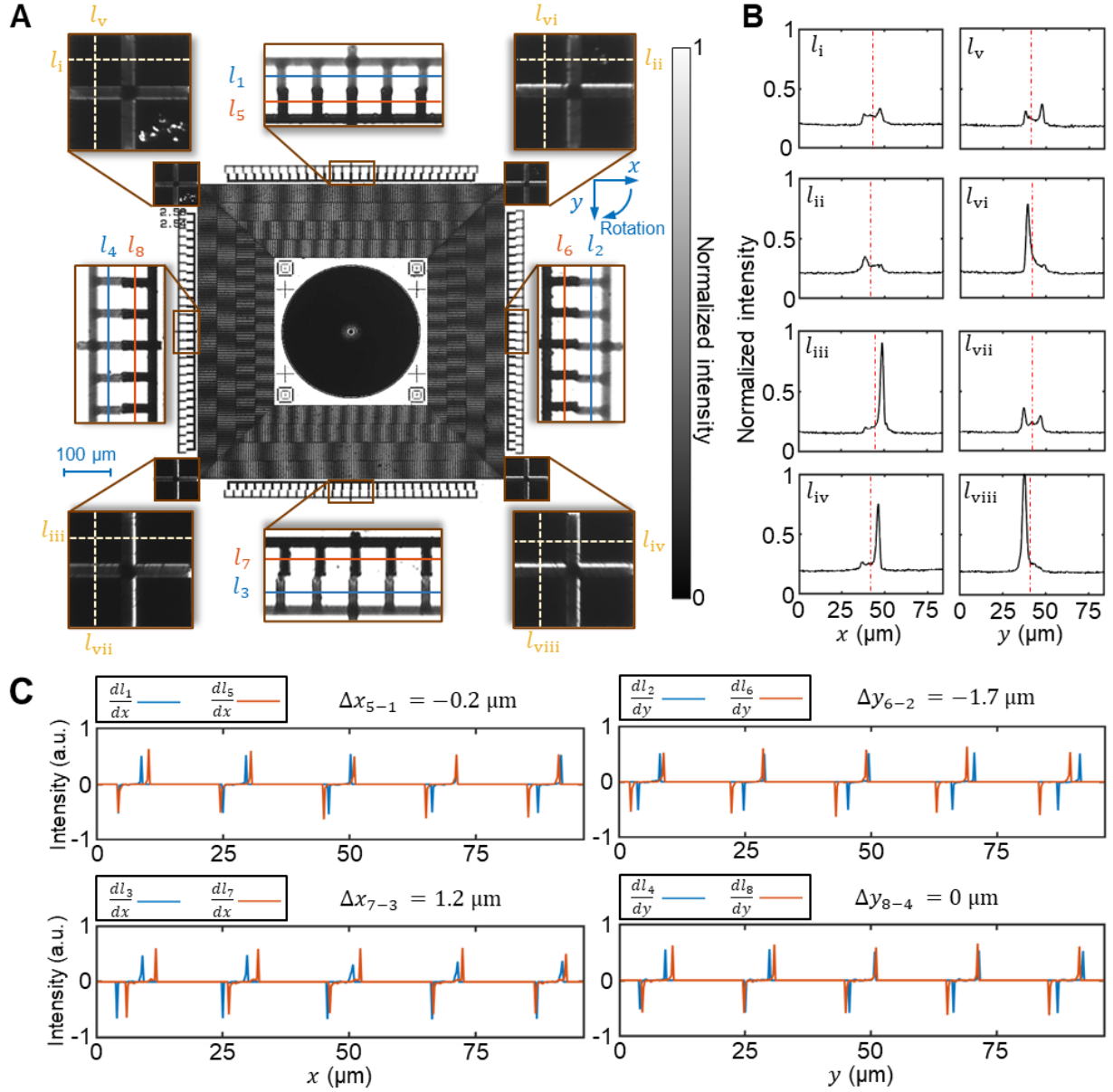


Figure 2.5 Analysis of coarse alignment of x , y , and rotation.

(A) Representative image of two stacked FZP chips during the alignment. $l_1 - l_{viii}$, line profiles of the crosses and anti-crosses; $l_1 - l_4$, line profiles of the main scales; $l_5 - l_8$, line profiles of the Vernier scales. (B) Analysis of line profiles $l_1 - l_{viii}$. (C) Analysis of spatial differentiation of the line profiles $l_1 - l_8$ in pairs.

2.3.3 Fine alignment for x, y, and rotation

After the coarse alignment, the fine alignment with the goal of 30-nm accuracy is performed by analyzing the moiré fringes generated by the grating pairs in the inner and outer areas. The moiré fringes from both areas on all four sides are first cropped out. Two examples are shown in the insets of Figure 2.6A. Then, the intensity profiles of the moiré fringes are obtained by averaging the cropped images along the direction parallel to the grating grooves (Figure 2.6B). These curves are Fourier transformed. In the example shown in Figure 2.6C, the peak at 13.2 lp/mm is produced by the moiré fringes, while the peaks at 390.4 lp/mm and 403.7 lp/mm are matched with the specifications of the corresponding two gratings in the outer area (see Table 2.1). To ensure accurate phase calculation, local fringe periods are first extracted through curve fitting and then averaged to obtain a stable reference period. This step compensates for slight variations in fringe spacing, which may lead to phase errors if a direct Fourier-based method is applied without correction. Fitting improves the robustness of phase extraction, especially in the presence of non-uniform fringe patterns. To improve the accuracy of moiré-fringe extraction, the Fourier spectra are low-pass filtered by a Butterworth filter with no phase modulation (Figure 2.6C). The filtered result (shown as the dotted lines Figure 2.6B) are further fitted by single-frequency sinusoids (shown as the green and black solid lines in Figure 2.6B), whose period is given by the extracted moiré fringes. The experimental verification of the capability of this approach to sense nanometer-level displacement is detailed in Appendix.

In the ensuing analysis, the phase differences is calculated (denoted by $\Delta\varphi_j$) between the moiré fringes in the inner and outer areas, which are transferred to the measured misalignment by:

Equation 2.6 – Measured misalignment of the moiré fringes

$$\Delta_j = \frac{\Delta\varphi_j P_{mj}}{2\pi}$$

In this example, the phase difference of moiré fringes is calculated to be -0.61 rad, which corresponds to a mismatch of -7.48 μm from A_{ob} compared to A_{oa} . Hence, the misalignment is determined to be -120 nm. The same process is performed with the right, top, and bottom regions of the outer area, which yields misalignments of -387 nm, 335 nm, and 628 nm, respectively. By averaging the misalignment in the left and right regions, the y misalignment is obtained to be -254 nm. Similarly, the x misalignment is calculated by averaging the top and bottom regions to be 482 nm. Finally, the *roll* misalignment is calculated by the difference between the left and right (or top and bottom) misalignments and divided by the distance between the two regions (i.e., 619 μm), which yields -0.43 mrad (or -0.47 mrad for the top and bottom regions). The same

calculations are made based on the inner regions to demonstrate the credibility of the obtained data. These misalignment results are used as feedback to the nano-positioning stage for adjusting the bottom chip's position accordingly. Using the alignment calculation and control software (see Appendix), several rounds of x , y , and $roll$ alignment are performed until the inner and outer moiré fringes are aligned on all four sides.

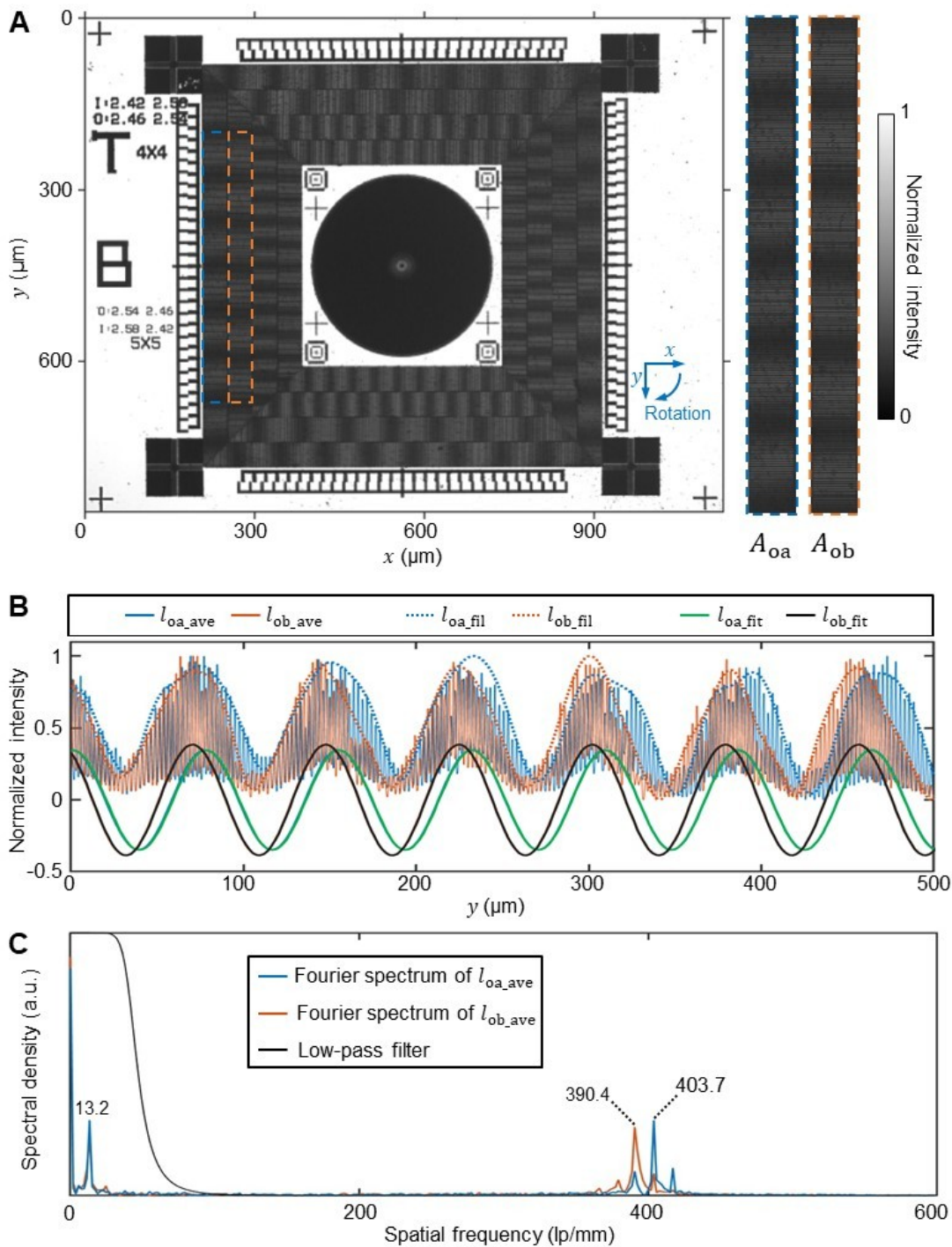


Figure 2.6 Analysis of the fine alignment of x , y , and $roll$.

(A) Two stacked FZP chips during fine alignment. Insets: Zoom-in views of two cropped grating areas A_{oa} and A_{ob} in the left region showing moiré fringes. (B) Line profiles used in the fine alignment analysis for the selected areas in (A). l_{oa_ave} and l_{ob_ave} , averaged line profiles; l_{oa_fil} and l_{ob_fil} , line profiles by low-pass-filtering l_{oa_ave} and l_{ob_ave} ; l_{oa_fit} and l_{ob_fit} , line profiles by using sinusoidally fitting of l_{oa_fil} and l_{ob_fil} without the Direct Current (DC) term. (C) Fourier spectra of l_{oa_ave} and l_{ob_ave} with the employed low-pass filter.

3 RESULTS

3.1 Analysis of aligned FZP chips

The quality of alignment is analyzed by using criteria established for the coarse and fine alignments. An example of aligned chips is shown in Figure 3.1A. The cross-section profiles of the four corners show balanced peaks (Figure 3.1B), suggesting that all crosses are aligned with anti-crosses. Meanwhile, the analysis of Vernier/main scales on all four sides shows a misalignment of $\pm 0.5 \mu\text{m}$ (Figure 3.1C). For moiré-fringe analysis, on each side, the results of inner and outer areas are well matched (Figure 3.1D) with the calculated misalignment from each region in Table 3.1. The misalignments in x , y , and $roll$ calculated from both areas are shown in Table 3.2. Based on the results from the outer area, the misalignments are 4.3 nm in x , -4.1 nm in y , and 71.5 μrad in $roll$. The residual inaccuracy of the calculated results is attributed to sampling resolution and signal-to-noise ratio.

Table 3.1 Experimentally determined mismatch in each region using moiré-fringe analysis

Regions	Inner area ($M_{mi} = 31.3$)		Outer area ($M_{mo} = 62.5$)	
	$\Delta_i (\mu\text{m})$	$\delta_i (\text{nm})$	$\Delta_o (\mu\text{m})$	$\delta_o (\text{nm})$
Top	-0.34	-2.6	-1.92	-7.4
Bottom	4.56	35.0	4.15	15.9
Left	-2.9	-22.7	7.44	28.6
Right	-1.42	-10.9	-9.55	-36.7

Table 3.2 Calculated misalignments of x , y , and $roll$

Misalignment		$x (\text{nm})$	$y (\text{nm})$	$Roll (\mu\text{rad})$
Approach				
	Vernier/Main scales	[-500, 500]	[-500, 500]	[-1250, 1250]
	Moiré fringes			
	Inner area	16.2	-16.8	-29.3
	Outer area	4.3	-4.1	-71.5

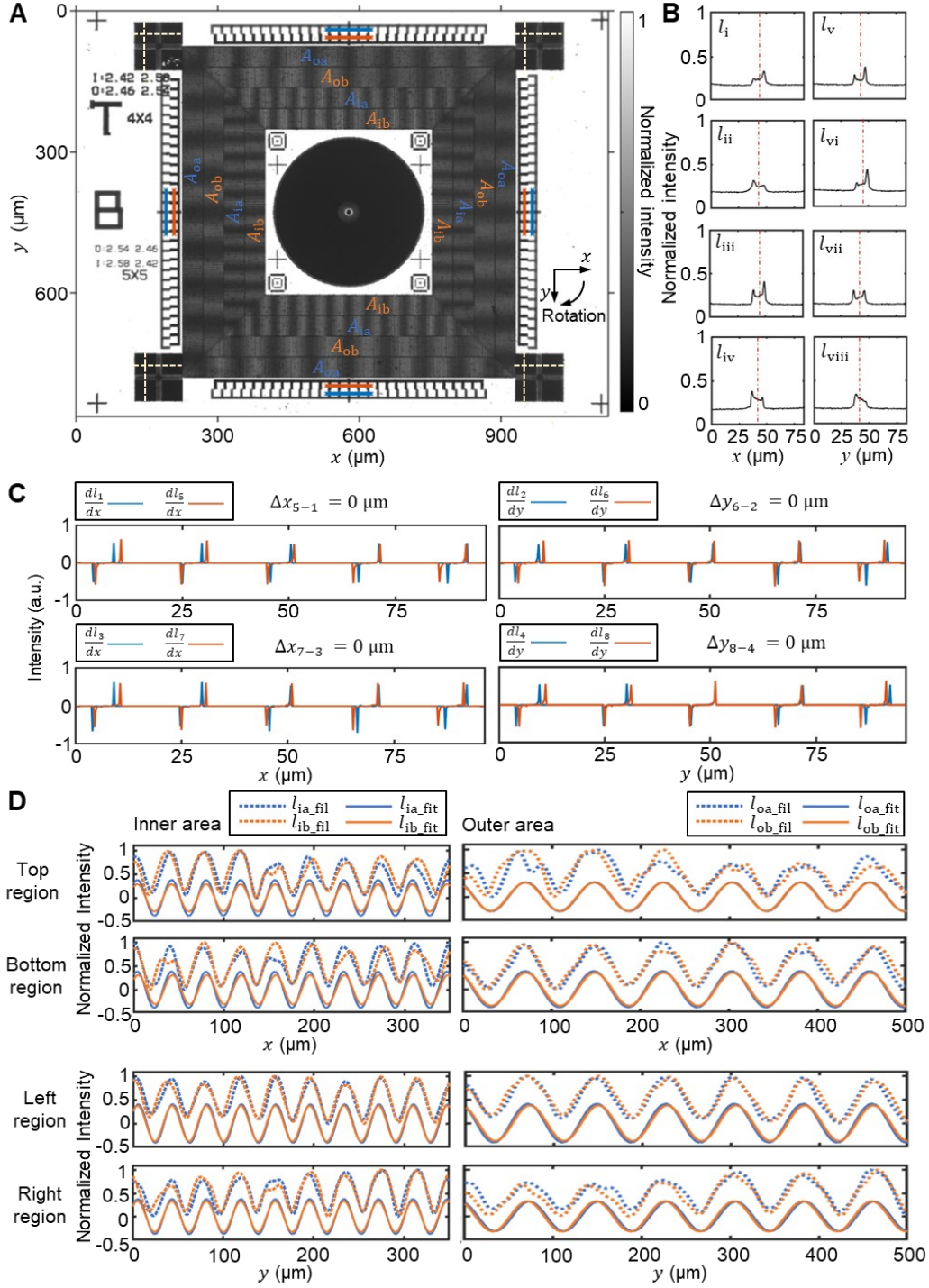


Figure 3.1 Analysis of aligned FZP chips.

(A) Two aligned chip images. A_{ia} and A_{ib} indicates the selected regions from the inner area for moiré fringe analysis. (B) Cross-sections of the corner crosses. (C) Spatial differentiation of the lines of main scales and the Vernier scales marked in (A). (D) Fringe extractions of the inner and outer areas. l_{ia_fil} , l_{ib_fil} , l_{ia_fit} , and l_{ib_fit} have the same meaning as l_{oa_fil} , l_{ob_fil} , l_{oa_fit} , and l_{ob_fit} in Figure 2.6 but are for selected regions from the inner area.

3.2 Gluing process

Before the fine alignment of x , y , and $roll$, a high viscosity UV curing adhesive (Norland Products, NOA68T) is injected on the left and right edges of the two chips by the pneumatic glue dispensing system. The movement of the syringe is controlled by a hand-built 3-axis robotic arm. After the completion of the alignment procedure, 365-nm UV light illuminates the chips for 10 minutes to cure the adhesive. To maintain alignment during the bonding and curing process, the system was programmed to actively re-calculate and correct alignment every 5 seconds. This ensured real-time compensation for any drift or stress-induced displacement. One endoscope and one camera are used for monitoring the glue process. Meanwhile applying the adhesive, changes in x , y , and $roll$ are calculated and compensated. After the adhesive is fully cured, the chip assembly is lifted up and detached from the bottom chip holder.

4 CONCLUSIONS AND DISCUSSION

In this thesis the DIANA system is developed that enables stacking two X-ray FZP chips with nanometer-level accuracy in a non-contact manner. The pattern design combined with coherent and incoherent illumination leverage the characteristics of the X-ray FZP chips, allowing the integration of laser interferometry, geometric-image alignment, and moiré-fringe metrology for accurate control of the positions of both chips in five degrees of freedom. This system has demonstrated the alignment accuracy of sub-30 nm in the x and y directions and 100 μ rad in *roll*. Meanwhile a new system is under development at ANT Inc., with all stages changed to motorized ones, a robotic arm installed for gluing procedure, and all alignment steps controlled by an integrated software. The goal is to retrofitting the DIANA system into a nanofabrication facility with a stable mass production ability of high diffraction efficiency stacked FZPs.

Future work will be carried out in the aspects of application exploration. An X-ray inspection system is planned to build for examining the absolute efficiency of stacked FZPs, compared with single FZPs. In particular, the samples together with an order sorting aperture will be put in an X-ray diffractometer device and measure the total energy flux and the energy flux of the first order diffraction beam. From simulations (Inc.), the stacking of two 750-nm-thick FZPs could enhance the diffraction efficiency from 14.1% to 30.1% at the photon energy of 8.39 keV. Thus, experimentally, the goal of X-ray inspection is to observe an increase in diffraction efficiency from the practical diffraction efficiency (i.e., 5–10%) of a single FZP. Besides, we will explore the possibility of stacking two double-sided FZPs to further improve the diffraction efficiency at higher photon-energy levels. As a generic all-optical nano-alignment platform, DIANA can be readily applied to other applications, including generation of a multi-level FZP via alignment of multiple binary FZPs with different feature sizes, and the alignment of all other X-ray optics devices.

5 PUBLICATIONS

Journal Publications:

- [1] **Wang, S.**, et al. "Double-illumination all-optical nanoalignment for stacking X-ray Fresnel zone plates." *Advanced Devices & Instrumentation*.
- [2] Jiang, C., Kilcullen, P., Lai, Y., **Wang, S.**, Ozaki, T. & Liang, J. (2022). "Multi-scale band-limited illumination profilometry for robust three-dimensional surface imaging at video rate." *Opt. Express* 30: 19824–19838.

Conference:

- [1] **Wang, S.**, Jiang, C. & Liang, J. (2023). "Nano-scale alignment for stacked Fresnel zone plates based on Moiré fringe method." *Photonics North 2023*, Montréal, Canada.

Patent:

- [1] **Wang, S.**, et al. (2024). "U.S. Provisional Patent Application No. 63/605,290." Filed November 20, 2024.

6 BIBLIOGRAPHY

- [1] Anderson, E. H., et al. (2000). "Nanofabrication and diffractive optics for high-resolution x-ray applications." *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena* 18(6): 2970-2975.
- [2] Aristov, V., et al. (2007). "Study of optical properties of x-ray system based on two zone plates." *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 575(1-2): 238-241.
- [3] Bajt, S., et al. (2018). "X-ray focusing with efficient high-NA multilayer Laue lenses." *Light: Science & Applications* 7(3): 17162-17162.
- [4] Batzer, A.-K. (2015). *Optical Alignment Method for Stacking High Resolution Zone Plates*. School of Engineering Sciences, KTH Royal Institute of Technology: 57.
- [5] Chang, C. and A. Sakdinawat (2014). "Ultra-high aspect ratio high-resolution nanofabrication for hard X-ray diffractive optics." *Nature Communications* 5(1): 4243.
- [6] Chen, Y. (2015). "Nanofabrication by electron beam lithography and its applications: A review." *Microelectronic Engineering* 135: 57-72.
- [7] Coltharp, C. and J. Xiao (2012). "Superresolution microscopy for microbiology." *Cellular Microbiology* 14(12): 1808-1818.
- [8] Conley, R., et al. (2016). "Multilayer Laue lens: A brief history and current status." *Synchrotron Radiation News* 29(4): 16-20.
- [9] Creath, K. and J. Wyant (1992). *Moiré and fringe projection techniques. Optical shop testing*. 2: 653-685.
- [10] Feng, Y., et al. (2007). "Nanofabrication of high aspect ratio 24nm x-ray zone plates for x-ray imaging applications." *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena* 25(6): 2004-2007.
- [11] Geilhufe, J., et al. (2014). "Monolithic focused reference beam X-ray holography." *Nature Communications* 5(1): 3008.
- [12] Ghazanfarian, A. A., et al. (1998). "Exploiting structure of wafer distortion in global alignment." *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena* 16(6): 3642-3646.
- [13] Gleber, S.-C., et al. (2014). "Fresnel zone plate stacking in the intermediate field for high efficiency focusing in the hard X-ray regime." *Optics Express* 22(23): 28142-28153.
- [14] Hémonnot, C. Y. and S. Köster (2017). "Imaging of biological materials and cells by X-ray scattering and diffraction." *ACS Nano* 11(9): 8542-8559.

- [15] Hudec, R. (2011). Kirkpatrick-Baez x-ray optics: a review. EUV and X-Ray Optics: Synergy between Laboratory and Space II, SPIE.
- [16] Ice, G. E., et al. (2011). "The race to x-ray microbeam and nanobeam science." *Science* 334(6060): 1234-1239.
- [17] Inc., A. N. "Zone Plate Calculator." Retrieved 01/26, 2025, from <https://www.appliednt.com/zpcalc/>.
- [18] Je, J. H. and J. Jung (2024). Method for manufacturing X-ray/γ-ray focusing optical system using atomic layer deposition, UChicago Argonne LLC. US11919264B2.
- [19] Jiang, W., et al. (2023). "Lithography alignment techniques based on moiré fringe." *Photonics* 10(4): 351.
- [20] Kamijo, N., et al. (2003). "Microbeam of 100 keV x ray with a sputtered-sliced Fresnel zone plate." *Review of Scientific Instruments* 74(12): 5101-5104.
- [21] Keskinbora, K., et al. (2014). "Multilayer Fresnel zone plates for high energy radiation resolve 21 nm features at 1.2 keV." *Optics Express* 22(15): 18440-18453.
- [22] Koch, R. J., et al. (2018). "Nano focusing of soft X-rays by a new capillary mirror optic." *Synchrotron Radiation News* 31(4): 50-52.
- [23] Kumakhov, M. A. (2000). "Capillary optics and their use in x-ray analysis." *X-Ray Spectrometry: An International Journal* 29(5): 343-348.
- [24] Kwan, A. (2011). "Vernier scales and other early devices for precise measurement." *American Journal of Physics* 79(4): 368-373.
- [25] Li, K. and C. Jacobsen (2018). "More are better, but the details matter: combinations of multiple Fresnel zone plates for improved resolution and efficiency in x-ray microscopy." *Journal of Synchrotron Radiation* 25(4): 1048-1059.
- [26] Li, N., et al. (2006). "Sub-20-nm alignment in nanoimprint lithography using Moire fringe." *Nano Letters* 6(11): 2626-2629.
- [27] Lider, V. (2017). "Zone plates for X-ray focusing." *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques* 11: 1113-1127.
- [28] Lider, V. V. (2017). "X-ray microscopy." *Physics-uspekhi* 60(2): 187.
- [29] Liu, M., et al. (2022). "Developing Graphene-Based Moiré Heterostructures for Twistronics." *Advanced Science* 9(1): 2103170.
- [30] Maser, J., et al. (2002). Near-field stacking of zone plates in the x-ray range. *Design and Microfabrication of Novel X-Ray Optics*, SPIE.

- [31] Mayer, M., et al. (2013). "Efficient focusing of 8 keV X-rays with multilayer Fresnel zone plates fabricated by atomic layer deposition and focused ion beam milling." *Journal of Synchrotron Radiation* 20(3): 433-440.
- [32] Mimura, H., et al. (2010). "Breaking the 10 nm barrier in hard-X-ray focusing." *Nature Physics* 6(2): 122-125.
- [33] Mohacsi, I., et al. (2015). "High resolution double-sided diffractive optics for hard X-ray microscopy." *Optics Express* 23(2): 776-786.
- [34] Mohacsi, I., et al. (2017). "Interlaced zone plate optics for hard X-ray imaging in the 10 nm range." *Scientific Reports* 7(1): 43624.
- [35] Mühlberger, M., et al. (2007). "A Moiré method for high accuracy alignment in nanoimprint lithography." *Microelectronic Engineering* 84(5-8): 925-927.
- [36] Nöhammer, B., et al. (2003). Zoneplates for hard X-rays with ultra-high diffraction efficiencies. *Journal de Physique IV (Proceedings)*, EDP sciences.
- [37] Pascarelli, S., et al. (2006). "Energy-dispersive absorption spectroscopy for hard-X-ray micro-XAS applications." *Journal of Synchrotron Radiation* 13(5): 351-358.
- [38] Reid, G. (1984). "Moiré fringes in metrology." *Optics and Lasers in Engineering* 5(2): 63-93.
- [39] Sanli, U. T., et al. (2018). "3D Nanofabrication of High-Resolution Multilayer Fresnel Zone Plates." *Advanced Science* 5(9): 1800346.
- [40] Sanli, U. T., et al. (2015). Overview of the multilayer-Fresnel zone plate and the kinoform lens development at MPI for Intelligent Systems. *EUV and X-ray Optics: Synergy between Laboratory and Space IV*, SPIE.
- [41] Seiboth, F., et al. (2017). "Perfect X-ray focusing via fitting corrective glasses to aberrated optics." *Nature Communications* 8(1): 14623.
- [42] Shastri, S., et al. (2001). "Microfocusing of 50 keV undulator radiation with two stacked zone plates." *Optics Communications* 197(1-3): 9-14.
- [43] Snigirev, A., et al. (1996). "A compound refractive lens for focusing high-energy X-rays." *Nature* 384(6604): 49-51.
- [44] Snigireva, I., et al. (2007). "Focusing high energy X-rays with stacked Fresnel zone plates." *physica status solidi (a)* 204(8): 2817-2823.
- [45] Snigireva, I., et al. (2007). Hard X-ray focusing by stacked Fresnel zone plates. *Advances in X-Ray/EUV Optics and Components II*, SPIE.
- [46] Snigireva, I., et al. (2007). Stacked Fresnel Zone Plates for High Energy X-rays. *AIP Conference Proceedings*, American Institute of Physics.

- [47] Solak, H. H. (2006). "Nanolithography with coherent extreme ultraviolet light." *Journal of Physics D: Applied Physics* 39(10): R171.
- [48] Tamura, S., et al. (2006). "New approaches to fabrication of multilayer Fresnel zone plate for high-energy synchrotron radiation X-rays." *Vacuum* 80(7): 823-827.
- [49] Wang, C. and T. Suga (2007). "Measurement of alignment accuracy for wafer bonding by moiré method." *Japanese Journal of Applied Physics* 46(4S): 1989.
- [50] Wang, C., et al. (2009). "High-precision alignment for low-temperature wafer bonding." *Journal of The Electrochemical Society* 156(3): H197.
- [51] Wojcik, M. J., et al. (2015). Stacking multiple zone plates for efficient hard x-ray focusing at the Advanced Photon Source. *X-Ray Nanoimaging: Instruments and Methods II*, SPIE.
- [52] Wu, S.-R., et al. (2012). "Hard-X-ray zone plates: recent progress." *Materials* 5(10): 1752-1773.
- [53] Yurgens, V., et al. (2020). "Measurement and compensation of misalignment in double-sided hard X-ray Fresnel zone plates." *Journal of Synchrotron Radiation* 27(3): 583-589.
- [54] Zhang, H., et al. (2020). "Large aperture diffractive optical telescope: A review." *Optics & Laser Technology* 130: 106356.
- [55] Zhu, J., et al. (2012). "Alignment method based on matched dual-grating moiré fringe for proximity lithography." *Optical Engineering* 51(11): 113603-113603.
- [56] Zhu, J., et al. (2013). "Four-quadrant gratings moiré fringe alignment measurement in proximity lithography." *Optics Express* 21(3): 3463-3473.

7 APPENDIX

7.1 FZP efficiency

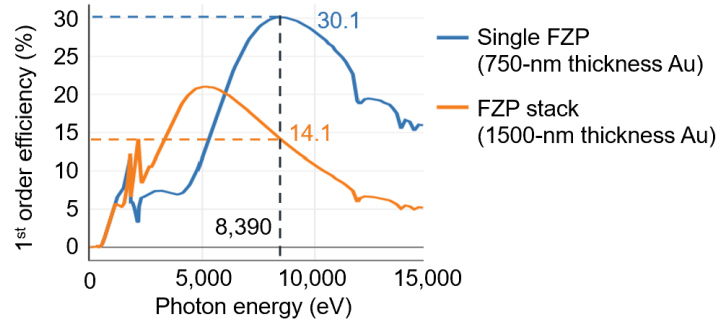


Figure 7.1 First order diffraction efficiency.

A numerical simulation is conducted using Zone Plate calculator (Inc.) as in Figure 7.1. The thicknesses of the Si₃N₄ membrane and the Au features of the single Fresnel zone plate (FZP) was set to 1000 nm and 750 nm, respectively. The first order diffraction efficiency was calculated by using Fresnel diffraction theory combined with attenuation effects due to material absorption:

Equation 7.1 – Tilt (or yaw) misalignment angle

$$\eta = \frac{\sin(\pi\delta t/\lambda)}{(\pi\delta t/\lambda)} e^{-\frac{2\beta t}{\lambda}}$$

Where δ and β are the real and imaginary parts of the complex refractive index of the zone material, respectively, t is the thickness of the zone material, and λ is the wavelength of the incident light.

The first order diffraction efficiency under photon energy ranging from 0–15 keV is shown in Figure 7.3. At the most commonly used energy of 8 keV, the stacking of two 750-nm-thick FZPs enhances the diffraction efficiency from 14.1% to 30.1%.

7.2 Alignment automation

Automatic control software is developed with MATLAB to help perform the alignment process. The software integrates camera image acquisition, misalignment calculation, and control of the nano-positioning stage. It calculates both the coarse misalignments and the fine misalignments with Vernier/main scales and moiré fringes. An iterative alignment procedure is developed to mitigate the mechanical errors. A screenshot of the software user interface is shown in Figure

7.2A. Figure 7.2B shows an example of the convergence of misalignments of x , y , and $roll$ under the iterative alignment process.

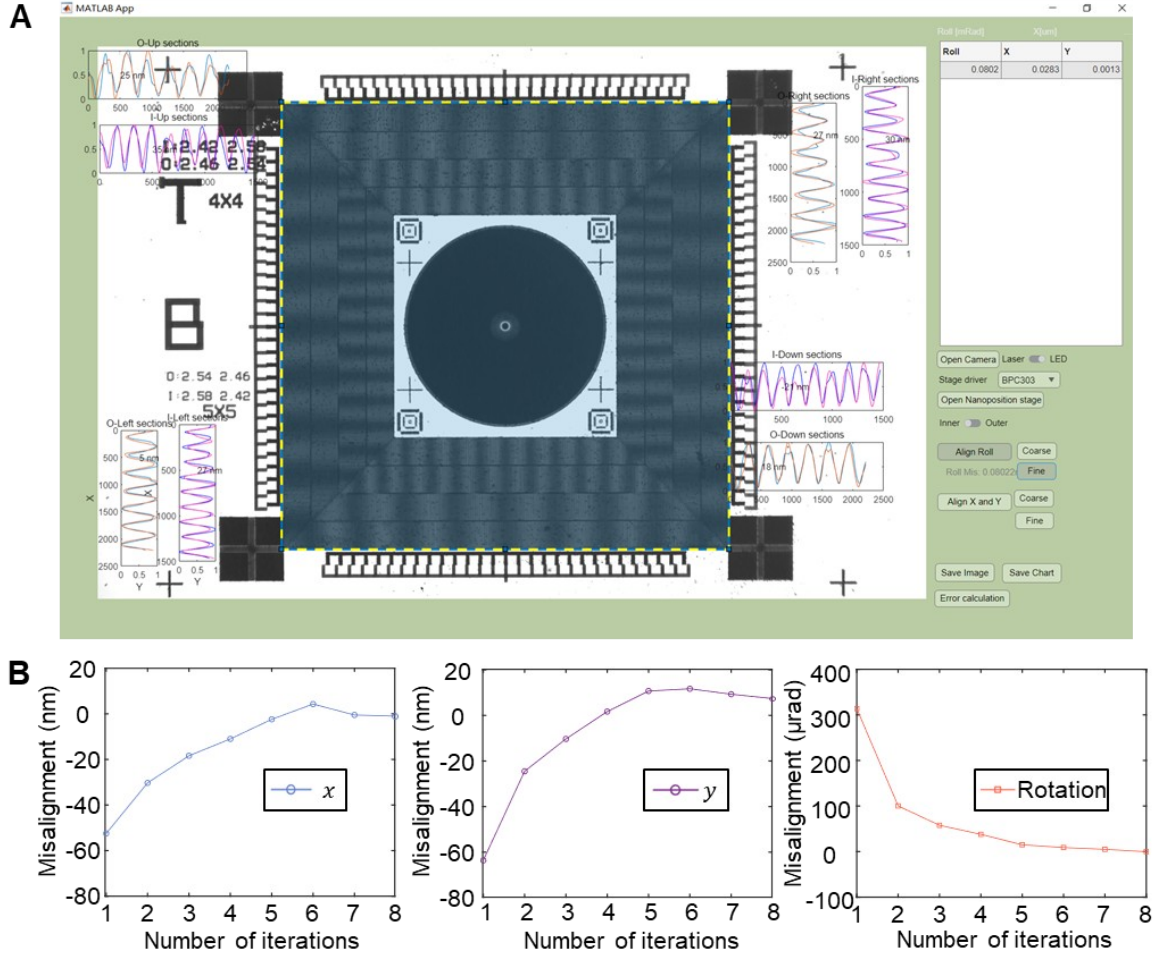


Figure 7.2 Automatic control software for DIANA.

(A) Screenshot of the MATLAB user interface developed in MATLAB. (B) Convergence of misalignments in x , y , and $roll$ in an iterative alignment process.

7.3 Verifications of the sensing of nanometer-level displacement

To verify the sensing capability of moiré fringes, movement feedback from the nano-positioning stage close-loop and the calculated results using moiré fringes from both the inner and outer areas are recorded. The step size of the nano-positioning stage movement was set to 15 nm. The actual step size from the feedback reading as well as the calculated step sizes by using the moiré fringes are plotted in Figure 7.3. The difference is quantified as -1.82 ± 6.94 nm for the inner area and 1.31 ± 7.38 nm for the outer area. These results verify that the misalignment is less than ± 15 nm, which validates the nano-alignment capability of the moiré-fringe approach.

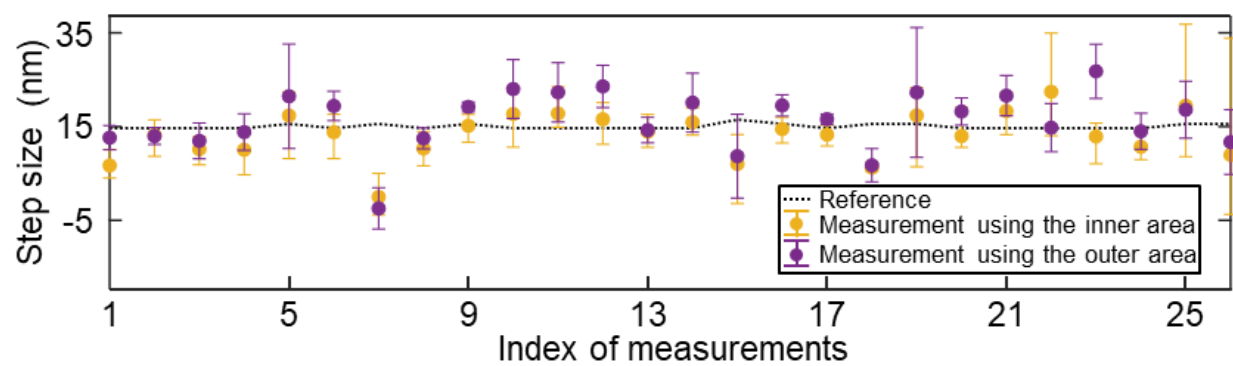


Figure 7.3 Sensing capability of moiré fringes to 15-nm-step movement.
Error bar: standard deviation.