## <u>ΥCΠΕΧΗ ΦИЗИЧЕСКИХ НАУК</u>

### ПРИБОРЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

## Спектрометры для мягкого рентгеновского диапазона на основе апериодических отражательных решёток и их применение

### Е.Н. Рагозин, Е.А. Вишняков, А.О. Колесников, А.С. Пирожков, А.Н. Шатохин

Статья посвящена истории создания, свойствам, разработке, применению и перспективам развития VLS-спектрометров мягкого рентгеновского диапазона (2-300 Å), т.е. спектрометров с отражательными дифракционными решётками (так называемыми VLS-решётками — Varied Line-Space gratings), у которых шаг монотонно меняется на апертуре по заданному закону. Важная особенность VLS-спектрометров скользящего падения состоит в том, что спектр формируется на почти плоской поверхности, перпендикулярной (либо слабо наклонной) по отношению к дифрагирующим пучкам, что делает их совместимыми с современными приборами с зарядовой связью (ПЗС-детекторами). VLS-спектрометры применяются для спектроскопии лабораторной и астрофизической плазмы, в том числе для диагностики релятивистской лазерной плазмы, для измерения ширины линии рентгеновского лазера, регистрации высоких гармоник лазерного излучения, излучения быстрых электрических разрядов и других лабораторных источников рентгеновского излучения. Приборы на основе VLS-решёток успешно применяются в рефлектометрии/метрологии, рентгеновском флуоресцентном анализе и микроскопии с использованием синхротронного излучения, излучения лазеров на свободных электронах и излучения лазерной плазмы, а также в эмиссионной спектроскопии, совмещённой с электронным микроскопом. В последние годы активно идёт разработка специализированных VLS-спектрометров для исследования электронной структуры различных материалов и молекул методом спектроскопии резонансного неупругого рентгеновского рассеяния под действием синхротронного излучения. Тенденции последних лет — создание VLS-решёток с многослойным отражающим покрытием и расширение рабочего спектрального диапазона в сторону "нежных" рентгеновских лучей с энергией ħ∞ ~ 1,5−6 кэВ, причём в некоторых проектах ставится цель достичь разрешающей способности  $\sim 10^5$  в диапазоне  $\hbar \omega \sim 1$  кэВ.

Ключевые слова: мягкое рентгеновское излучение, апериодическая отражательная дифракционная решётка (VLSрешётка), спектрометр с плоским полем, сканирующий спектрометр/монохроматор, стигматический (изображающий) спектрометр

PACS numbers: 07.60.-j, 07.85.-m, 07.85.Fv, 07.85.Nc, 07.87.+v, 42.79.-e DOI: https://doi.org/10.3367/UFNr.2020.06.038799

### Содержание

- 1. Введение. Краткая историческая справка (523).
- 2. Уравнения, описывающие фокусирующие свойства VLS-решёток (523).

## Е.Н. Рагозин $^{(1,*)}$ , Е.А. Вишняков $^{(1)}$ , А.О. Колесников $^{(1,2)}$ , А.С. Пирожков $^{(3)}$ , А.Н. Шатохин $^{(1)}$

- Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Ленинский просп. 53, 119991 Москва, Российская Федерация
   Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет), Институтский пер. 9, 141701 Долгопрудный, Московская область, Российская Федерация
- <sup>(3)</sup> Kansai Photon Science Institute (KPSI), National Institutes for Quantum and Radiological Science and Technology (QST), 8-1-7 Umemidai, Kizugawa, Kyoto, 619-0215 Japan E mail. (\*) arragazin@mail.com

E-mail: (\*) enragozin@gmail.com

Статья поступила 25 апреля 2020 г., после доработки 27 июня 2020 г.

- 3. Вогнутая VLS-решётка и её применение. Спектрометр скользящего падения с плоским полем. Спектрограф Харады (525).
- Плоская VLS-решётка и её применение. Сканирующий монохроматор/спектрометр скользящего падения с высоким/сверхвысоким разрешением (528).
- Спектрометры для регистрации резонансного неупругого рентгеновского рассеяния (529).
- 6. Решётки для "нежных" рентгеновских лучей (531).
- Применение VLS-спектрометров в астрономии в области вакуумного ультрафиолета (533).
- Ренттеновский спектрометр на основе отражательной зонной пластинки (534).
- 9. Отечественные VLS-спектрометры для мягкого рентгеновского диапазона (535).

9.1. Изображающий (стигматический) спектрограф на область длин волн 12-30 нм. 9.2. Сканирующий спектрометр/монохроматор на область длин волн ~ 5-33 нм. 9.3. Спектрометр с плоским полем на область длин волн 5-27,5 нм.

- 10. Технологии изготовления VLS-решёток (540).
- 11. Заключение (541).
- Список литературы (541).

<sup>©</sup> Е.Н. Рагозин, Е.А. Вишняков, А.О. Колесников, А.С. Пирожков, А.Н. Шатохин 2021

#### 1. Введение. Краткая историческая справка

В 1882 г. Г.А. Роуланд задумал совместить диспергирующие свойства плоской дифракционной решётки (ДР) с фокусирующим действием вогнутого зеркала [1]. Он обнаружил, что вогнутые решётки обладают замечательным свойством: если вогнутую решётку поместить касательно к окружности с радиусом, равным половине радиуса решётки, то спектр точечного источника, помещённого на эту окружность, будет фокусироваться на этой же окружности. Эта окружность получила название круга Роуланда, а такая конфигурация источникрешётка была названа схемой Роуланда и послужила основой большинства вакуумных спектрографов<sup>1</sup> [1, 2]. При помощи своего гравировального станка Роуланд нарезал совершенные решётки<sup>2</sup> с частотой линий до  $\sim 1690$  мм<sup>-1</sup>. Переход к спектрографам со скользящим падением излучения на решётку [4] позволил спектроскопистам освоить мягкий рентгеновский (МР) (2-300 Å) диапазон спектра. Вопросам спектроскопии в вакуумной области спектра посвящён обзор Б. Эдлена, опубликованный в журнале УФН в 1966 г. [5]. Многие десятилетия — почти в течение века — усилия изготовителей решёток были направлены на поддержание максимальной эквидистантности штрихов, так как эквидистантность штрихов классических решёток означала высокую разрешающую способность и ассоциировалась с их качеством.

В 1893 г. М. Корню установил, что равномерное изменение шага отражательной дифракционной решётки по её апертуре приводит к изменению кривизны волнового фронта дифрагированных пучков [6]. Он обнаружил, что плоская решётка с требуемым систематическим изменением шага, используемая в коллимированном падающем пучке, будет фокусировать дифрагированный пучок. В 1970-1980-е годы к идее использовать фокусирующие свойства апериодических решёток обратились Т. Харада [7–10], М. Хеттрик и Дж. Андервуд [11, 12]. В наши дни решётки с шагом, монотонно изменяющимся на апертуре по заданному закону, получили название VLS-решёток (Varied Line-Space gratings), причём используются как плоские, так и вогнутые VLS-решётки. Область их применения в оптике и спектроскопии МРобласти спектра весьма широка.

В настоящее время VLS-решётки широко применяются в разнообразных специализированных спектрометрах для исследования эмиссионных спектров лазерной плазмы и плазмы быстрых электрических разрядов, астрофизике, в каналах синхротронного излучения, метрологии, рефлектометрии, рентгеновском флуоресцентном анализе и микроскопии с использованием синхротронов, лазеров на свободных электронах (ЛСЭ) и других источников излучения, при анализе биологических

объектов и др. Важная особенность спектрометров на основе VLS-решёток состоит в том, что спектр формируется на плоской поверхности, перпендикулярной (либо слабо наклонной) по отношению к дифрагирующим пучкам. Это делает их совместимыми с современными твердотельными детекторами с электрическим считыванием изображения (в частности, с матричными приборами с зарядовой связью (ПЗС) с обратной засветкой (backsideilluminated CCDs)) и плоской чувствительной поверхностью. Некоторые схемы с VLS-решётками строят стигматические спектральные изображения в MP-диапазоне спектра.

Создание VLS-решёток, наряду с многослойными зеркалами, свободновисящими пропускающими решётками, френелевскими зонными пластинками и т.п., стало частью ренессанса рентгеновской оптики [13].

При обозначении поддиапазонов вакуумного диапазона электромагнитного спектра мы следуем монографии Дж. Сэмсона [2], который к МР-излучению относит интервал длин волн 2–300 Å. В последние годы небольшой интервал длин волн (приблизительно 2–8 Å, или 6– 1,5 кэВ), примыкающий к жёсткому рентгеновскому диапазону, называют также "нежным" рентгеновским диапазоном (tender X-rays).

Цель настоящего обзора — показать, какие новые возможности предоставляют плоские и вогнутые VLSрешётки по сравнению с классическими решётками с эквидистантными штрихами, привести примеры использования VLS-решёток в современном эксперименте и метрологии MP-диапазона, отметить тенденции развития VLS-спектрометрии, а также кратко рассказать о начале работ в этом направлении в Отделе спектроскопии ФИАН (Физического института им. П.Н. Лебедева РАН).

# 2. Уравнения, описывающие фокусирующие свойства VLS-решёток

Фокусирующие свойства и аберрации VLS-решётки (плоской, вогнутой) могут быть установлены с помощью принципа Ферма, что требует вычисления функции оптической длины пути F(P). Мы ограничимся рассмотрением сферических вогнутых и плоских VLSрешёток с переменным шагом и прямолинейными штрихами, являющимися пересечением поверхности решётки с плоскостями, параллельными плоскости xz (рис. 1). Для простоты мы игнорируем форму штрихов ДР, полагая их линиями нулевой ширины. Реальная форма штриха была бы существенна при нахождении распределения интенсивности в спектре. Поместим начало прямоугольной системы координат в центр вогнутой ДР; точка C(R, 0, 0) — центр сферы, на которой изготовлена ДР; ось х направлена по нормали к решётке, ось у перпендикулярно штрихам. Плоскость ху называется главной плоскостью. A(x, y, z), B(x', y', z') и P(u, w, l)обозначают соответственно точечный источник (например, освещённую точку входной щели), его спектральное изображение и какую-либо точку штриха на поверхности ДР. Штрихи классической ДР эквидистантны по хорде решётки (в направлении у), переменная и принимает лишь дискретные значения, так что отношение w/d принимает ряд целых значений, где  $d = p^{-1}$  — постоянная ДР (период), р — постоянная частота штрихов. В случае VLS-решётки частоту штрихов удобно пред-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Термины "спектрограф" и "спектрометр" используются как синонимы.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Роуланд считал, что его станок пригоден для нарезания решёток и со вдвое-втрое большей частотой линий. При этом он утверждал, что такие решётки будут бесполезны. Сообщение об открытии вакуумного ультрафиолетового (ВУФ) излучения было опубликовано В. Шуманом одиннадцатью годами позже [3]. Современные отражательные и пропускающие решётки, используемые в вакуумной области спектра, достигают по частоте линий ~  $10^4$  мм<sup>-1</sup>.



**Рис. 1.** Вогнутая дифракционная решётка: точки A и B — точечный источник излучения и его спектральное изображение, создаваемое решёткой; C(R, 0, 0) — центр сферы, O — центр решётки; *r* и *r'* — длины проекций отрезков AO и BO на главную плоскость *xy*;  $\alpha$  — угол падения;  $\beta$  — угол дифракции. Шаг VLS-решётки монотонно изменяется на апертуре. В общем случае следует различать расстояние до горизонтального (спектрального) фокуса  $r'_h$  и вертикального фокуса  $r'_y$ .

#### ставлять в виде полинома

$$p(w) = p_0 + p_1 w + p_2 w^2 + p_3 w^3 + \dots,$$
(1)

причём dn/dw = p(w), где n(w) — номер штриха.

Точка В есть спектральное изображение точки А. Согласно принципу Ферма, точка В расположена таким образом, что функция  $F(P) - m\lambda n(w)$  является экстремальной относительно небольших смещений P, а именно  $\partial F/\partial w = m\lambda p(w)$  и  $\partial F/\partial l = 0$ . Если бы этим условиям можно было удовлетворить одновременно для любой пары w и l, то B была бы точкой идеального фокуса. Однако вогнутая ДP не даёт идеального изображения. Точка пересечения луча, дифрагирующего в точке P(u, w, l), с произвольной гладкой поверхностью, проходящей через точку B, слабо зависит от координат точки B.

Функция оптической длины пути имеет вид F = AP + PB. Будем считать, что источник находится вблизи главной плоскости и для суммы AP + PB воспользуемся разложением из работы [14]. Тогда, применяя принцип Ферма, получим:

$$\begin{aligned} \partial l & \left[ r \left( \frac{1}{r} + \frac{r^2}{r^2} \right)^{-1} + r' \left( \frac{1}{r} + \frac{r'^2}{r^2} \right)^{-1} \\ & + l \left( \frac{1}{r} - \frac{\cos \alpha}{R} + \frac{1}{r'} - \frac{\cos \beta}{R} \right) - \\ & - \frac{l}{2} \left[ \frac{z^2}{r^2} \left( \frac{3}{r} - \frac{\cos \alpha}{R} \right) + \frac{z'^2}{r'^2} \left( \frac{3}{r'} - \frac{\cos \beta}{R} \right) \right] \dots = 0, \quad (3) \end{aligned}$$

где p(w) даётся выражением (1). В уравнении (2) мы отбросили члены разложения, содержащие ненулевые степени *l* и степени *w* выше первой, а в уравнении (3) члены разложения, содержащие ненулевые степени *w* и степени *l* выше первой. Последовательно приравнивая к нулю разные члены разложений (2) и (3), можно получить уравнения дифракции центрального луча (т.е. луча, проходящего через точку O) и определить положение параксиальных фокусов.

Уравнения, определяющие направление дифракции центрального луча, совпадают с выражениями для дифракции на классической ДР, поскольку они получаются в пределе  $w \to 0$ ,  $l \to 0$  (учитываем, что  $(1 + z^2/r^2)^{-1/2} = \cos \theta$ ):

$$\cos\theta(\sin\alpha + \sin\beta_0) = m\lambda p_0, \qquad (4)$$

$$\theta = -\theta_0' \,. \tag{5}$$

Здесь угол  $\beta_0$  называется углом дифракции центрального луча АО и равен углу между проекцией дифрагированного луча ОВ на главную плоскость и нормалью к решётке ОС, а  $\theta'_0$  — угол, который луч ОВ составляет с главной плоскостью. Уравнения (4), (5) описывают направление дифракции центрального луча, уравнение (4) часто называют уравнением дифракционной решётки. Оно означает также, что направление дифракции каждого луча определяется местной (локальной) частотой штрихов.

Приравнивание к нулю коэффициента при w в (2) даёт

$$\frac{\cos^2 \alpha}{r} - \frac{\cos \alpha}{R} + \frac{\cos^2 \beta}{r'_{\rm h}} - \frac{\cos \beta}{R} - m\lambda p_1 = 0.$$
(6)

Этим уравнением описывается положение горизонтального (спектрального) фокуса  $r'_h$  для тонкого горизонтального веера параксиальных лучей вокруг АОВ. Оно отличается от уравнения для классической решётки (4) тем, что появляется член  $m\lambda p_1$ . Положение вертикального фокуса  $r'_v$ , т.е. фокуса для вертикального веера параксиальных лучей вокруг АОВ, по-прежнему описывается уравнением

$$\frac{1}{r} - \frac{\cos \alpha}{R} + \frac{1}{r_v'} - \frac{\cos \beta}{R} = 0,$$
 (7)

которое получается, если приравнять к нулю второй (линейный по l) член в  $\partial F/\partial l = 0$ . Вертикальный фокус почти всегда не совпадает с горизонтальным (астигматизм дифракционной решётки). Единственным нетривиальным решением, при котором оба параксиальных фокуса сферической эквидистантной ДР совпадают, является установка Водсворта [2].

В случае плоской ДР ( $R \to \infty$ ) уравнения (6), (7) имеют вид

$$\frac{\cos^2 \alpha}{r} + \frac{\cos^2 \beta}{r_{\rm h}^\prime} - m\lambda p_1 = 0, \qquad (8)$$

$$\frac{1}{r} + \frac{1}{r_v'} = 0.$$
 (9)

Таким образом, положение спектрального фокуса зависит от величины производной  $dp(w)/dw = p_1$ , что придаёт фокусирующую способность в ненулевых порядках дифракции даже плоской дифракционной решётке. С помощью коэффициентов  $p_2$  и  $p_3$  из (1) минимизируются меридиональная кома и сферическая аберрация соответственно [15].

Для увеличения эффективности ДР в области  $\lambda < 300$  Å прибегают к скользящему падению излучения на решётку. Тогда удобно пользоваться скользящими углами падения  $\varphi = \pi/2 - \alpha$  и дифракции  $\psi = \pi/2 + \beta$ , отсчитываемыми от касательной к ДР в её центре. При этом уравнения (4), (6) и (7) принимают вид

$$\cos\theta(\cos\varphi - \cos\psi) = m\lambda p_0, \qquad (10)$$

$$\frac{\sin^2 \varphi}{r} - \frac{\sin \varphi}{R} + \frac{\sin^2 \psi}{r'_{\rm h}} - \frac{\sin \psi}{R} = m\lambda p_1 \,, \tag{11}$$

$$\frac{1}{r} - \frac{\sin \varphi}{R} + \frac{1}{r'_{\rm v}} - \frac{\sin \psi}{R} = 0.$$
 (12)

В этом случае углы дифракции также будут скользящими, а выражение (12) даёт мнимый вертикальный фокус  $r'_v < 0$ , если только источник не удалён на большое расстояние от решётки или, тем более, не является мнимым (не является сходящимся пучком). Это означает, что в вертикальном направлении дифрагированные пучки будут расходящимися, а спектральные изображения получатся астигматическими.

## 3. Вогнутая VLS-решётка и её применение. Спектрометр скользящего падения с плоским полем. Спектрограф Харады

В схеме Роуланда дифрагированное излучение падает на фокальную поверхность под малым скользящим углом, равным углу дифракции  $\psi(\lambda)$ . Это делает классическую роуландовскую схему несовместимой с современными матричными ПЗС-детекторами: установка детектора перпендикулярно дифрагирующим лучам приводит к потере спектрального разрешения или значительному сужению рабочего спектрального диапазона, а установка по касательной к кругу Роуланда вызывает ослабление сигнала из-за увеличения поглощения в мёртвом слое детектора и отражения от его поверхности.

Для эффективного использования вогнутой решётки совместно с ПЗС-детектором следовало так изменить фокальную кривую, чтобы на ней появился прямолинейный участок, ориентированный почти нормально к дифрагирующим пучкам. На рисунке 2 показано семейство фокальных кривых, соответствующих различным значе-



**Рис. 2.** Семейство спектральных (горизонтальных) фокальных кривых, соответствующих различным значениям параметра  $p_1$  (полуметровый спектрограф класса Харады). Расстояния по осям даны в мм, значения  $p_1$  — в мм<sup>-2</sup>. Начало координат совпадает с центром VLS-решётки (R = 6 м,  $p_0 = 1200$  мм<sup>-1</sup>,  $\varphi = 3^\circ$ , r = 252 мм).



**Рис. 3.** Спектрограф Харады [9]. Сферическая VLS-решётка (R = 5649 мм) с  $p_0 = 1200 \text{ мм}^{-1}$  создаёт плоский участок фокальной кривой в диапазоне длин волн 50–200 Å и диапазоне углов падения излучения на детектор 7°–13°. Шаг решётки изменяется от 0,99 до 0,69 мкм на апертуре 50 мм.

ниям параметра  $p_1$  для VLS-решётки с R = 6 м и  $p_0 = 1200 \text{ мм}^{-1}$  при  $\varphi = 3^\circ$  и расстоянии между входной щелью и решёткой 252 мм [16]. Наклонные прямые указывают направление дифракции излучения различной длины волны. Видно, что при  $p_1 = 8,0 \text{ мм}^{-2}$  участок фокальной кривой между лучами с  $m\lambda \approx 50$  и 275 Å достаточно хорошо аппроксимируется отрезком прямой, перпендикулярным горизонтальной оси, совпадающей с касательной к центру решётки (начало координат). Плоская чувствительная поверхность детектора должна совмещаться с этим отрезком.

Пионером в этом направлении стал Т. Харада (Hitachi, Япония), который рассчитал полуметровый спектрограф с плоским полем в области 50–200 Å на основе VLS-решётки (рис. 3) и создал программно управляемый механический гравировальный станок, позволявший нарезать плоские и вогнутые VLS-решётки с частотой штрихов до 10000 мм<sup>-1</sup> и минимальным инкрементом шага 0,2 Å [8, 10]. Полуметровый спектрограф Харады был продемонстрирован в действии при регистрации спектров лазерной плазмы [9], стал коммерчески доступен и получил широкое распространение в мире.

Форма спектральной фокальной поверхности прибора зависит только от отношения коэффициентов  $p_1/p_0$ , угла скользящего падения  $\phi$ , радиуса кривизны решётки *R* и расстояния от входной щели до центра решётки *r*. Можно также убедиться, что компенсация аберраций происходит при определённых значениях отношений  $p_2/p_0$  и  $p_3/p_0$  для фиксированного угла дифракции. Следовательно, пропорциональное увеличение или уменьшение всех коэффициентов решётки не изменит изображение спектральной линии при одном и том же угле дифракции, но поменяет длину волны, ему соответствующую. Это означает, что, рассчитав удачную геометрию прибора для какой-либо области длин волн, её можно перенести на другую область длин волн простым пропорциональным масштабированием всех членов разложения p(w) (1) (при условии, что эффективность решётки будет достаточной при данном  $\varphi$ ) [17].

Примером современного использования спектрографа Харады может служить регистрация высоких гармоник лазерного излучения, генерируемых в релятивистской лазерной плазме гелия под действием излучения мультитераваттного фемтосекундного лазера J-KAREN (Япония) с интенсивностью в фокусе свыше 10<sup>18</sup> Вт см<sup>-2</sup> (рис. 4) [18, 19]. Тороидальное зеркало скользящего падения отображает источник MP-излучения на вход спектрографа Харады (горизонтальный фокус), тогда как вертикальный фокус находится на детекторе. При этом



Рис. 4. Регистрация высоких гармоник, генерируемых в лазерной плазме гелия под действием излучения мультитераваттного фемтосекундного лазера [18]. Спектр гармоник, лежащих в далёкой ВУФи МР-области, регистрируется спектрографом Харады с дополнительным тороидальным зеркалом скользящего падения.



**Рис. 5.** (а) Типичный спектр гармоник, генерируемых в лазерной плазме гелия под действием излучения мультитераваттного фемтосекундного титан-сапфирового лазера, полученный при мощности лазерного излучения  $P_0 = 9$  ТВт и максимальной плотности электронов  $n_e = 4,7 \times 10^{19}$  см<sup>-3</sup> [18]. (б) Результаты обработки двух выбранных участков спектра. Вертикальные линии показывают положение гармоник  $n_h \omega_f$  базовой частоты  $\omega_f = 0,885\omega_0$ , где  $\omega_0$  частота лазерного излучения. Наивысший номер чётко различимой гармоники  $n_h^* = 126$  (показано кружком).

генерируются как чётные, так и нечётные гармоники, и их частоты кратны базовой частоте  $\omega_f$ , несколько меньшей несущей частоты излучения фемтосекундного титансапфирового лазера (рис. 5). Высокое качество зарегистрированных спектров позволило сформулировать гипотезу: гармоники генерируются сингулярностями плотности, образующимися при многопотоковом движении плазмы. Экспериментальное подтверждение этой гипотезы дано в работе [20], где были зарегистрированы изображения и спектры когерентных точечных источников в спектральном диапазоне 12–20 нм. Такие источники — частный случай более общего явления, получившего название BISER (Burst Intensification by Singularity Emitting Radiation) [20].

Для регистрации гармоник использовалась также и бесщелевая версия VLS-спектрометра. В Лаборатории Резерфорда–Эплтона (Великобритания) создан бесщелевой трёхканальный VLS-спектрометр с плоским полем на область 5–90 нм, одно из назначений которого — оценить угловое распределение излучения гармоник [21] (рис. 6). Три зеркала скользящего падения, которым придана форма эллиптических цилиндров, перехватывают излучение гармоник, идущее под углами  $0 \pm 13$ ,



Рис. 6. Трёхканальный бесщелевой изображающий спектрометр с плоским фокальным полем и решёткой Харады. (Адаптировано из [21].)

 $46 \pm 21$  и  $108 \pm 35$  мрад. Зеркала скрещены по отношению к решётке и каждое строит одномерное изображение рентгеновского источника на детекторе, тогда как VLSрешётка (R = 5649 мм, апертура  $W = 50 \times 30$  мм, производство Hitachi) строит его диспергированные спектральные изображения, сфокусированные в скрещенном направлении. Таким образом, прибор является стигматическим (изображающим) спектрометром с плоским полем. В дальнейшем использовалась и VLS-решётка с  $p_0 = 2400$  мм<sup>-1</sup> [22].

Для регистрации излучения в области  $\lambda < 50$  Å были изготовлены спектрографы на основе VLS-решёток (R == 15,92 м) с  $p_0 = 2400$  мм<sup>-1</sup> и золотым покрытием [22, 23], причём в распоряжении исследователей были как гравированные решётки, так и решётки, созданные методом интерференционной литографии (ИЛ). В схеме VLS-спектрографа расстояния щель-решётка (237 мм) и решётка-детектор (235 мм) были такими же, как в работе [9] (см. рис. 3), однако угол скользящего падения составлял 1,35°. В работе [22] с помощью VLS-решётки, созданной методом ИЛ, при скользящем угле 1,35° зарегистрированы характеристические К-линии кислорода (23,6 Å), магния (9,89 Å) и кремния (7,13 Å), а также измерена её эффективность в диапазоне 8-45 Å. На длине волны ~ 10 Å эффективность решётки составила более 1,5 % в первом порядке дифракции. Отмечено, что решётка, изготовленная методом ИЛ, в области  $\lambda < 45$  Å эффективнее гравированной решётки. Рабочий диапазон этих VLS-спектрографов примыкает к "нежному" рентгеновскому диапазону. При облучении углеродной мишени импульсами Nd:YAG-лазера длительностью 150 пс с энергией до 0,25 Дж были зарегистрированы линии Н- и Не-подобных ионов углерода, а также резонансные линии ионов О VII и О VIII (19 A) [23]. Ширина линии 1s-2p иона C VI (33,7 A) соответствовала разрешающей способности  $\lambda/\delta\lambda = 277$ .

Спектрограф на основе сферической VLS-решётки, совмещённый с электронным микроскопом, используется также в эмиссионной спектроскопии MP-диапазона (SXES-спектроскопии) [24–26]. При этом излучение возбуждается сфокусированым электронным пучком, что позволяет регистрировать спектры с высоким пространственным разрешением. Применение VLS-решёток даёт возможность существенно повысить спектральное разрешение и чувствительность приборов при детектировании примесей и определении химических связей. Комбинация электронного микроскопа с MP-спектрографом широко используется в материаловедении, при разработке новых

Таблица	1. Параметры	VLS-решёток для S>	XES-спектроскопии [26]
---------	--------------	--------------------	------------------------

Диапазон энергий, эВ	50-200	155-350	300-2200	2000-4000
Диапазон длин волн, нм	25-6	8,0-3,5	4,13-0,56	0,62-0,31
Скользящий угол падения, °	4	2,93	1,35	1,35
$p_0,  { m MM}^{-1}$	1200	1200	2400	2400
Радиус кривизны, мм	3960	5606	13800	11200
Проекция отрезка источник – центр ДР на ось у, мм	236,69			
Расстояние по оси у между центром ДР и плоскостью детектора, мм	233,50			
Покрытие	Au	Ni	Au	Многослойное Мо/С, период 5,2 нм, 30 периодов [26]

накопителей энергии (например, литий-ионных аккумуляторов) и т.п.

В работе [26] для SXES-спектроскопии разработан полуметровый спектрограф с четырьмя сменными сферическими VLS-решётками, покрывающими диапазон шириной почти два порядка по длинам волн (табл. 1). Рабочий спектральный диапазон начинается от К-линии Li (54 эВ) и захватывает, в частности, М-линии Pt:  $M_{\alpha}$  (2050 эВ) и  $M_{\beta}$  (2127 эВ). Разрешающая способность прибора измерялась в экспериментах с лазерно-плазменным источником линейчатого излучения и составила ~ 1000 вблизи энергии 40 эВ и не менее 700 около К-линии Li. Был зарегистрирован К-спектр металлического лития, возбуждаемого в электронном микроскопе.

Приборы SEM-SXES (Scanning Electron Microscope – Soft X-ray Emission Spectrometer) коммерчески доступны [27].

Практическое спектральное разрешение VLS-спектрометра скользящего падения с плоским полем (см. рис. 3) определяется линейной дисперсией и пространственным разрешением детектора. Численно оно приблизительно равно произведению удвоенного размера ячейки (пикселя) детектора *s* и обратной линейной дисперсии  $d\lambda/dx$ :

$$\delta\lambda \approx 2s \frac{d\lambda}{dx}$$
, rge  $\frac{d\lambda}{dx} = \frac{\cos^2\psi}{L} \frac{d\lambda}{d\psi} = \frac{\cos^2\psi\sin\psi}{Lmp}$ , (13)

а L — расстояние ДР-детектор, измеренное по оси y. Множитель соs<sup>2</sup>  $\psi$  связан с тем, что излучение падает на детектор не вполне по нормали, и фактически он несуществен. При прочих равных условиях разрешающая способность  $\lambda/\delta\lambda$  убывает с уменьшением длины волны. Из уравнения (13) видно, что поддержать высокую разрешающую способность можно, увеличивая расстояние ДР-детектор и частоту линий решётки, а также уменьшая величину *s*, причём два последних фактора ограничены технологически<sup>3</sup>. Ещё одна возможность состоит в уменьшении угла  $\psi$  за счёт использования внешнего

порядка дифракции  $(m < 0, \psi < \phi)$ . Однако вследствие углового увеличения,

$$\left|\frac{\mathrm{d}\psi}{\mathrm{d}\varphi}\right| = \frac{\sin\varphi}{\sin\psi} > 1\,,\tag{14}$$

требуется уменьшить ширину входной щели, что уменьшает освещённость спектральных линий и предъявляет повышенные требования к спектральной яркости источника. Этот подход был реализован в спектрометрах класса Хеттрика – Андервуда с плоской VLS-решёткой (см. далее раздел 4).

Что касается увеличения расстояния ДР-детектор, то это использовано в VLS-спектрографе скользящего падения ( $\phi \sim 2^{\circ}$ ) с плоским полем на область 10–50 Å, созданном в Ливерморской национальной лаборатории им. Э. Лоуренса (LLNL, США) [28, 29]. Использовалась VLS-решётка с большим радиусом кривизны (R = 44,3 м) и  $p_0 = 2400 \text{ мм}^{-1}$ . Частота штрихов изменялась на апертуре от 2270 до 2540 мм<sup>-1</sup>. Сильная линейная дисперсия достигалась за счёт значительно большего, по сравнению с [9], расстояния решётка-детектор. Общая длина прибора составила около 3 м. Спектрометр разработки LLNL [28] предназначен для регистрации спектров MPизлучения, возбуждаемых в электромагнитной ловушке (ЕВІТ), создающей и удерживающей многозарядные ионы. Отмечалось, что спектрометр обеспечивает более высокую разрешающую способность в указанной области спектра (600 на  $\lambda = 16$  Å и 1200 на  $\lambda = 35$  Å), чем существующие решёточные спектрометры, а также дополняет коротковолновые кристаллические спектрографы с точки зрения охвата спектрального диапазона и поляризационно-независимого отклика. Позднее созданный в LLNL VLS-спектрометр на область 10-50 А применялся для регистрации спектров возбуждаемых в лазерной плазме различных мишеней [29]. В качестве детектора использовалась охлаждаемая ПЗС-матрица. В [29] приводятся превосходные спектры серий Лаймана Н- и Не-подобных ионов кислорода (включая диэлектронные сателлиты), возбуждаемые при воздействии лазерного излучения на лавсановую плёнку толщиной 3 мкм и слой аэрогеля толщиной 300 мкм с плотностью 50 мг см $^{-3}$ . Достигнута спектральная разрешающая способность более 1200 в области  $\lambda \sim 19$  Å.

Увеличение расстояния ДР-детектор предполагается также в RIXS-спектрометрах (резонансного неупругого рентгеновского рассеяния) для реализации разрешающей способности 10<sup>4</sup> – 10<sup>5</sup> (см. далее раздел 5).

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> В некоторых случаях существует возможность получения субпиксельного разрешения. Например, при регистрации стационарного процесса этого можно добиться, сдвигая детектор на малую долю размера пикселя и каждый раз регистрируя контур спектральной линии, с последующим решением обратной задачи. Другая возможность состоит в небольшом повороте оси матрицы детектора относительно однородной по высоте спектральной линии. В обоих случаях возможности метода, как обычно, ограничены шумами.

## 4. Плоская VLS-решётка и её применение. Сканирующий монохроматор/ спектрометр скользящего падения с высоким/сверхвысоким разрешением

Другим классом востребованных приборов МР-диапазона являются монохроматоры/спектрометры с высоким спектральным разрешением, постоянным углом отклонения и неподвижной входной и выходной щелью (детектором); перестройка частоты осуществляется поворотом плоской VLS-решётки. Идея такого подхода была высказана в работе Хеттрика и Андервуда [11]. В режиме монохроматора на выходе прибора помещается щель, а в режиме сканирующего спектрометра устанавливается детектор с пространственным разрешением (например, ПЗС). В последнем случае при фиксированных углах поворота решётки хорошие фокусировка и спектральное разрешение сохраняются в довольно широких спектральных интервалах, ширина которых зависит от конкретной схемы. Например, в сканирующем спектрометре/монохроматоре, описанном в разделе 9.2, этот интервал составляет приблизительно  $\pm 10$  Å. Сканирующий спектрометр Хеттрика-Андервуда является прибором с плоским полем, у которого фокальная кривая почти перпендикулярна дифрагирующим лучам, что делает его идеально совместимым с современными ПЗС-детекторами. Благодаря указанной совокупности свойств сканирующие спектрометры/монохроматоры с плоской VLS-решёткой (спектрометры Хеттрика) получили широкое распространение и стали коммерчески доступными [30].

С точки зрения эксперимента использование приборов с постоянными направлениями входа и выхода излучения, т.е. с постоянным углом отклонения  $\Omega$  и постоянными расстояниями до входной и выходной щели (или до детектора излучения), более предпочтительно, чем использование приборов, для перестройки длины волны которых необходимо значительно изменять схему всей установки. В схеме с постоянным углом отклонения угол падения центрального луча на решётку связан с длиной волны выражениями

$$\varphi = \frac{\Omega}{2} - \arcsin \frac{mp_0 \lambda}{2 \sin(\Omega/2)}, \qquad (15)$$
$$m\lambda = \frac{2 \sin(\Omega/2) \sin(\Omega/2 - \varphi)}{p_0},$$

которые следуют из уравнения дифракционной решётки соз  $\varphi$  – соз  $\psi = m\lambda p_0$  при наложении условия постоянства угла отклонения  $\varphi + \psi = \Omega$ . При наклонном, и тем более при скользящем, падении излучения на решётку внутренние и внешние порядки дифракции используются поразному<sup>4</sup>. Особенность использования внешнего порядка дифракции в схеме с постоянным углом отклонения, как известно, состоит в том, что переход к более коротким волнам происходит при меньших скользящих углах падения на решётку, позволяя поддерживать коэффициент отражения на достаточно высоком уровне.



Рис. 7. Схема сканирующего спектрометра/монохроматора класса Хеттрика–Андервуда. Фокусирующее зеркало направляет сходящийся пучок на плоскую VLS-решётку. Для минимизации аберраций сходящегося пучка входная щель расположена на круге Роуланда, связанном с зеркалом.

Пусть частота штрихов решётки меняется вдоль апертуры по закону  $p = p_0 + p_1 w$ . Сферическое зеркало скользящего падения направляет сходящийся пучок на плоскую VLS-решётку, строя изображение (горизонтальный фокус) входной щели позади решётки на расстоянии  $r_h$  от её центра (рис. 7). Горизонтальный фокус дифрагированного излучения располагается на расстоянии  $r'_h$ , определяемом формулой (11) при  $R = \infty$ , где нам удобно считать  $r_h$  положительным:

$$m\lambda p_1 = -\frac{\sin^2 \varphi}{r_{\rm h}} + \frac{\sin^2 \psi}{r_{\rm h}'} \,. \tag{16}$$

Условие постоянства расстояния  $r'_h$  можно выполнить для двух длин волн  $\lambda_{1,2}$  при неизменном расстоянии до фокуса исходного пучка в схеме с постоянным углом отклонения. Потребовав выполнения этого условия для одинаковых  $p_1$  и  $r'_h$  для двух длин волн  $\lambda_{1,2}$ , получим жёсткую связь на  $r'_h$ :

$$r'_{\rm h} = r_{\rm h} \, \frac{\lambda_2 \sin^2 \psi_1 - \lambda_1 \sin^2 \psi_2}{\lambda_2 \sin^2 \varphi_1 - \lambda_1 \sin^2 \varphi_2} \,. \tag{17}$$

При этом коэффициент  $p_1$  перестаёт быть свободным параметром:

$$p_{1} = \frac{1}{m\lambda_{1}} \left( -\frac{\sin^{2} \varphi_{1}}{r_{h}} + \frac{\sin^{2} \psi_{1}}{r_{h}'} \right) =$$
$$= \frac{1}{m\lambda_{2}} \left( -\frac{\sin^{2} \varphi_{2}}{r_{h}} + \frac{\sin^{2} \psi_{2}}{r_{h}'} \right),$$
(18)

а с учётом связи <br/>  $m\lambda_{1,2}=(\cos \varphi_{1,2}-\cos \psi_{1,2})/p_0$ получаем соотношение

$$\frac{r'_{\rm h}}{r_{\rm h}} = \frac{(\cos\varphi_2 - \cos\psi_2)\sin^2\psi_1 - (\cos\varphi_1 - \cos\psi_1)\sin^2\psi_2}{(\cos\varphi_2 - \cos\psi_2)\sin^2\varphi_1 - (\cos\varphi_1 - \cos\psi_1)\sin^2\varphi_2} \,.$$
(19)

Из выражений (15) и (19) видно, что можно выбрать угол отклонения  $\Omega$  и углы падения  $\varphi_{1,2}$  (или, что то же самое, длины волн  $\lambda_{1,2}$ ) при фиксированном  $p_0$ . После фиксации указанных параметров можно произвольно выбрать габариты прибора (с учётом того, что  $r'_h/r_h$  уже задано соотношением (19)) и тем самым задать коэффициент  $p_1$ выражением (18). Замечательно, что при повороте решётки величина  $r'_h$  лишь незначительно изменяется в пироком диапазоне длин волн, включающем интервал ( $\lambda_1, \lambda_2$ ). В монохроматоре с плоской VLS-решёткой пирина геометрического изображения точечного источника во всём рабочем диапазоне, превышающем октаву по длине волны, меньше дифракционной ширины.

Первый сканирующий спектрометр с плоской VLSрешёткой с  $p_0 = 1800 \text{ мм}^{-1}$  длиной 6 м был создан авто-

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> По определению, внутренними порядками дифракции называются те, которые отклоняются от нулевого в сторону падающего пучка, а внешними порядками — те, которые отклоняются в противоположную сторону.



**Рис. 8.** Рефлектометр на основе монохроматора со сменными плоскими VLS-решётками (G1–G3), использующего синхротронное излучение: M1, M2 — сферические зеркала скользящего падения, M3 цилиндрическое зеркало скользящего падения,  $\Omega = 8^{\circ}$ . (Адаптировано из [32].)

рами работы [12], где была продемонстрирована сверхвысокая разрешающая способность в широком диапазоне длин волн:  $\sim 16000$  в области  $\sim 130$  Å,  $\sim 35000$  в области  $\sim 160$  Å и  $\sim 16000$  в области 208 Å. Обратная линейная дисперсия составила соответственно 0.158, 0,125 и 0,071 Å мм<sup>-1</sup>. В измерениях использовались узкие спектральные линии ионов Al IV (130 и 160 Å) и Ne IV (208 Å), возбуждаемые в тлеющем разряде в продольном магнитном поле (разряде Пеннинга). Впоследствии сканирующий спектрометр неоднократно использовался в эксперименте. Одно из самых впечатляющих применений приборов этого типа — измерение ширины линии излучения рентгеновского лазера на переходе Ne-подобного иона Se XXV (206,38 Å) [31]. Было продемонстрировано сужение лазерной линии  $\lambda = 206,38$  A от  $50 \pm 10$  мÅ до 10 мÅ при увеличении длины усиливающей среды (протяжённости плазмы многозарядных ионов Se XXV) от 0,5 до 6 см.

Благодаря постоянству фокусного расстояния в сочетании с постоянством угла отклонения монохроматоры этого класса заняли прочное место в рефлектометрах в МР-каналах синхротронного излучения. Одна из таких схем приведена на рис. 8, где монохроматор входит в состав рефлектометра [32]. Для покрытия максимально широкого диапазона длин волн (9,5–250 Å, или 50–1300 эВ) использовались три сменные VLS-решётки со средними частотами линий  $p_0 = 300, 600$  и 1200 мм<sup>-1</sup>.

Для исследования электронной структуры конденсированного вещества методом фотоэлектронной спектроскопии с угловым разрешением (Angle-Resolved Photoelectron Spectroscopy, ARPES) на синхротроне в Шанхае спроектирован канал излучения, включающий VLSмонохроматор на область энергий 7-791 эВ [33]. В VLSмонохроматоре используются три плоские VLS-решётки с  $p_0 = 190 \text{ мм}^{-1}$  (ДР1, 7–104 эВ), 620 мм<sup>-1</sup> (ДР2, 17– 244 эВ) и 2000 мм<sup>-1</sup> (ДРЗ, 55-791 эВ). Схема этого монохроматора отлична от использованной в работе [32]: зеркало перед решёткой плоское, фокусировка в плоскости дисперсии целиком возложена на VLS-решётку, а сканирование по длине волны осуществляется согласованным поворотом зеркала и решётки. Расчётная разрешающая способность, хотя и зависит от длины волны для каждой решётки, оказывается достаточно высокой. Для решёток ДР1-ДР3 в указанных диапазонах энергии она изменяется в пределах  $(8,3-7,3) \times 10^3$ ,  $(2,4-1,8) \times 10^4$  и  $(3,8-2,1) \times 10^4$  соответственно.



**Рис. 9.** VLS-решётка с переменной глубиной профиля штриха. (Адаптировано из [33].)

Как известно, оптимальная глубина профиля штриха зависит от длины волны. Поэтому в [33] для увеличения эффективности планируется использовать решётки, у которых глубина профиля изменяется вдоль штриха (рис. 9). Предполагается сдвигать решётку вдоль оси *z* при сканировании по длинам волн, подставляя под падающий пучок области решётки с различной глубиной профиля. На практике будет использоваться решётка с непрерывно меняющейся глубиной.

В том же ряду стоит проект канала синхротронного излучения (National Synchrotron Radiation Laboratory, Сучжоу, КНР), предназначенного в основном для исследования наноматериалов и их применения для преобразования и хранения энергии, а также для изучения катализа с использованием рентгеновской абсорбционной спектроскопии и оптической люминесценции под действием рентгеновского излучения [34]. Расчётный диапазон энергии (100-1000 эВ) содержит К-края лёгких элементов (C, N, O, F) и L-края переходных металлов (Fe, Co, Ni). Предполагается использовать две плоские VLSрешётки с  $p_0 = 840$  и 1400 мм<sup>-1</sup> в диапазонах 60-600 и 100-1000 эВ соответственно. Расчётная разрешающая способность монохроматора изменяется в указанных диапазонах от  $\sim 3000$  до  $\sim 1300$  для обеих решёток. Как и в работе [33], плоская VLS-решётка — единственный фокусирующий элемент монохроматора, но сканирование осуществляется поворотом лишь одного плоского зеркала, установленного перед решёткой.

Наряду с синхротронным, используется также лазерно-плазменный источник МР-излучения. Так, в работе [35] был разработан лабораторный рефлектометр с постоянным углом отклонения  $\Omega = 20^{\circ}$ , предназначенный для характеризации компонентов систем проекционной рентгеновской микролитографии. Единственным фокусирующим элементом является VLS-решётка с  $p_0 =$ = 2400 мм<sup>-1</sup> с золотым отражающим покрытием, изготовленная методом интерференционной литографии.

## 5. Спектрометры для регистрации резонансного неупругого рентгеновского рассеяния

Резонансное неупругое рентгеновское рассеяние (RIXS), или резонансное рентгеновское комбинационное рассея-



**Pnc.** 10. Схема спектрометра на основе плоской VLS-решётки для диапазона 19–95 Å: S — источник излучения (фокус пучка синхротронного излучения на тонком исследуемом образце), A — апертурная диафрагма, M — сферическое зеркало, установленное под углом скользящего падения 4° ( $\gamma = 172^{\circ}$ ), G — плоская VLS-решётка ( $p_0 = 600 \text{ мm}^{-1}$ ) с углом блеска<sup>5</sup> 1,8°, установленная под скользящим углом 2,1° ( $\alpha = 87,9^{\circ}$ ) и работающая при скользящем угле дифракции 5,9° ( $\alpha + \beta = \gamma = 172^{\circ}$ ). Чувствительная поверхность детектора D перпендикулярна оси падающего пучка. (Адаптировано из [36].)

ние, используется для исследования электронной структуры молекул, материалов и биологических объектов. Разница между энергиями и импульсами падающего и рассеянного фотонов "идёт" на возбуждение внутренних степеней свободы исследуемого материала. RIXS является резонансным процессом и возбуждается, так же как и рентгеновская эмиссионная спектроскопия, когда энергия фотона начинает превосходить какой-либо рентгеновский край поглощения. В эксперименте исследуется зависимость эмиссионного спектра от энергии возбуждающих фотонов. Интенсивность рассеянного излучения низка, и эксперимент требует применения интенсивного источника возбуждающего излучения ("photon-hungry" experiment), в частности, источников синхротронного излучения третьего поколения, а также требует разработки специализированных спектрометров, учитывающих специфику эксперимента и источника излучения. В известных нам проектах разработчики останавливались на той или иной разновидности спектрометра Хеттрика-Андервуда с плоской VLS-решёткой в комбинации с фокусирующей оптикой скользящего падения.

В работе [36] создан и продемонстрирован в действии широкополосный бесщелевой VLS-спектрометр с плоским фокальным полем для спектральной области 130-650 эВ (19-95 Å). Спектрометр предназначен, в частности, для исследования чувствительных к облучению биологических образцов, помещаемых в сфокусированный пучок синхротронного излучения. Бесщелевой спектрометр построен по схеме Хеттрика-Андервуда и включает сферическое зеркало и плоскую VLS-решётку, работающую во внутреннем порядке дифракции (рис. 10), причём зеркало направляет на решётку не сходящийся, а расходящийся пучок. Прибор регистрирует излучение одновременно (т.е. без каких-либо механических перемещений) во всём рабочем спектральном диапазоне с разрешающей способностью не менее 1200, реализуемой при условии, что размер источника — сфокусированного монохроматизированного пучка синхротронного излучения — не превышает 30 мкм × 3 мм.

Построение RIXS-карты заключается в регистрации спектров рассеяния для серии фиксированных значений энергии возбуждающего излучения. Высокая эффективность прибора позволяет регистрировать двумерные RIXS-карты за несколько минут. Спектрометр оптимизирован на края поглощения элементов, из которых преимущественно состоят органические материалы. Прибор рассчитан на регистрацию излучения в районе L-края серы (L<sub>2,3</sub>, 150 эВ) в первом порядке дифракции, излучения в районе К-края углерода (280 эВ) во втором порядке дифракции и в районе К-краёв азота (400 эВ) и кислорода (525 эВ) в третьем порядке дифракции. Благодаря использованию трёх порядков дифракции на разных длинах волн указанные спектральные участки расположены на детекторе достаточно близко друг к другу. Процедура оптимизации параметров схемы была нацелена на достижение максимальной эффективности сбора рассеянного излучения.

В работе [37] описан гибкий подход к построению спектрометра (200–1000 эВ) по схеме Хеттрика–Андервуда, использующий модульные механические элементы. Конструкция камеры позволяет работать как во внешних, так и во внутренних порядках дифракции. Спектрометр может обеспечивать высокую разрешающую способность (более  $10^4$ ) при размере источника ~ 1 мкм с решёткой  $p_0 = 3000$  мм<sup>-1</sup> либо высокую пропускную способность при умеренном разрешении.

Одна из важных тем исследования методом RIXS — материалы для устройств хранения энергии (батарей, используемых, в частности, в электромобилях и сетевых накопителях электроэнергии). С точки зрения плотности энергии литий-ионные батареи по-прежнему считаются перспективными, как и в 1990-е годы, когда началось промышленное производство батарей на основе LiCoO<sub>2</sub>/ графит. Исследователи стремятся заменить Со на другие элементы, улучшить характеристики и снизить цену, формируя слои типа LiNi<sub>1/3</sub>Co<sub>1/3</sub>Mn<sub>1/3</sub>O<sub>2</sub> [37]. Были продемонстрированы возможности рентгеновской спектроскопии для исследования подобных материалов методом RIXS (рис. 11).

Другой экспериментальный подход к регистрации двумерных RIXS-карт описан в работе [38]. В ней речь идёт о разработке сложного изображающего бесщелевого VLS-спектрометра для области 680-740 эВ со спектральной разрешающей способностью 30000. Общая длина VLS-спектрометра около 5 м. Диспергированный в вертикальном направлении пучок синхротронного излучения со спектральной шириной около 5 эВ фокусируется на объекте в вертикальную полоску шириной ~ 2 мкм и высотой ~1 мм. Рассеянное объектом излучение собирается и направляется на плоскую VLS-решётку при помощи системы из трёх зеркал скользящего падения. Первые два зеркала (гиперболический цилиндр и эллиптический цилиндр) формируют вертикальный фокус источника на детекторе, а третье зеркало (эллиптический цилиндр) фокусирует излучение источника в горизонтальном направлении (плоскости дисперсии) и направляет сходящийся пучок на решётку, разлагающую рассеянное излучение в спектр в горизонтальном направлении (рис. 12).

Таким образом, происходит регистрация двумерной RIXS-карты под действием рентгеновского излучения, занимающего определённую полосу в спектре. Общее увеличение схемы составляет около 10 в плоскости дисперсии (горизонтальное) и около 5 в скрещенном направлении (вертикальное). VLS-решётка с углом блеска 2,8°

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Углом блеска решётки с треугольным профилем штриха называется наклон рабочей грани штриха относительно макроскопической поверхности решётки.



Рис. 11. Карта RIXS, полученная при сканировании энергии возбуждающих фотонов в районе краёв поглощения  $L_{2,3}$ -Мп. Правая штриховая линия показывает упругое рассеяние, три другие штриховые линии отвечают переходам в оболочке 3d. Широкие вертикальные полосы отвечают нерезонансной флуоресценции. Материал: LiNi<sub>1/3</sub>Co<sub>1/3</sub>Mn<sub>1/3</sub>O<sub>2</sub> для Li-ионных элементов. (Адаптировано из [37].)



Рис. 12. (В цвете онлайн.) Схема МР-спектрометра на основе плоской VLS-решётки для диапазона 680 – 740 эВ со спектральной разрешающей способностью 30000: гиперболический цилиндр шириной 150 мм и эллиптический цилиндр шириной 150 мм обеспечивают вертикальную фокусировку, эллиптический цилиндр шириной 320 мм совместно с VLS-решёткой, имеющей ширину 75 мм, — горизонтальную. Внизу: вертикальный разрез схемы МР-спектрометра. (Адаптировано из [38].)

устанавливается под скользящим углом 8° и работает во внешнем порядке m = -1 при скользящем угле дифракции 2,4°. Рассматривается также использование решёток с многослойным покрытием.

Отметим различие подходов к регистрации RIXSкарт в работах [36, 37] и [38]. Конструкции спектрометров в [36, 37] подразумевают сканирование длины волны спектрально узкого возбуждающего излучения около края поглощения для получения двумерных карт интенсивности  $I_{sc}(E_{in}, E_{out})$  RIXS в координатах  $(E_{in}, E_{out})$ , где  $E_{in}$  и  $E_{out}$  — энергии возбуждающего и рассеянного излучения и  $I(E_{out})$  — интенсивность рассеянного излучения. В отличие от [36, 37], в работе [38] предполагается пространственное разложение возбуждающего излучения в спектр на образце и одновременная регистрация двумерной карты RIXS, как показано на рис. 12.

Ещё одним примером амбициозной разработки RIXSспектрометра сверхвысокого разрешения на основе плоской VLS-решётки служит работа [39]. После тщательного анализа различных оптических схем авторы проекта остановились на схеме Хеттрика-Андервуда. Регистрирующая часть схемы включает пару параболических цилиндров для сбора и коллимации рассеянного источником излучения в горизонтальном направлении; сферическое предзеркало, фокусирующее излучение в вертикальном направлении позади VLS-решётки; вспомогательное плоское предзеркало; плоскую VLS-решётку, диспергирующую излучение в вертикальном направлении. Общая длина схемы составляет 14,5 м. Предполагается, что спектрометр будет работать в диапазоне 180-2300 эВ и обладать разрешающей способностью до  $10^5$  при  $E_{\rm in} \sim$ ~ 1000 эВ, причём потребуются перемещения детектора при изменении длины волны.

## 6. Решётки для "нежных" рентгеновских лучей

В ряде работ, о которых шла речь выше, коротковолновая граница рабочего диапазона находится в "нежном" рентгеновском диапазоне. Так, VLS-решётка с  $p_0 = 2500 \text{ мм}^{-1}$  (вариант спектрометра сверхвысокого разрешения в работе [39]) эффективна до  $E_{\rm in} = 2300$  эВ, что достигается установкой решётки при малых скользящих углах падения и нанесением золотого отражающего покрытия. В работе [26] решётка, предназначенная для работы в диапазоне 2–4 кэВ (6,2–3,1 Å), устанавливается под скользящим углом 1,35° и снабжена многослойным покрытием Mo/C.

В работе [40] создан компактный полуметровый VLSспектрограф с плоским полем (класса Харады) на область 1-3,5 кэВ для рентгеновской эмиссионной спектроскопии. Сферическая (R = 11,2 м) VLS-решётка с  $p_0 =$  $= 2400 \text{ мм}^{-1}$  и глубиной профиля 2,8 нм установлена под скользящим углом 1,47° и покрыта многослойным зеркалом Ni/C, состоящим из 81 слоя. Толщины двух верхних слоёв (Ni и C) больше, чем у нижележащей периодической структуры с периодом 56 Å, поэтому многослойное покрытие можно считать апериодическим [41-43]. Зарегистрированы рентгеновские эмиссионные линии  $L\alpha_{1,2}$  элементов Cu, In, Ga и Se в диапазоне от 0,9 до 3,3 кэВ. Разрешающая способность составила не более 300 и, по-видимому, была обусловлена небольшим расстоянием решётка-детектор, небольшой протяжённостью (~ 8 мм) фокального поля и размером ячейки детектора.

Следует отметить, что применение решёток с многослойным покрытием для вакуумной области спектра началось ещё в конце XX в. (см., например, [44, 45]). Очевидно, что перспектива продвижения в коротковолновую область связана с применением решёток с многослойным отражающим покрытием, что позволяет работать при значительно бо́льших скользящих углах падения без потери эффективности и, следовательно, увеличить входной приёмный угол. Наибольший интерес, на наш взгляд, представляют VLS-решётки (как и решётки с эквидистантными штрихами) с многослойным покрытием и углом блеска, позволяющие, в частности, избавиться от рассеянного света вблизи нулевого порядка и отражения





Рис. 13. Дифракция на решётке с блеском и многослойным покрытием Cr/C [46, 47].

в нежелательных порядках. Для работы в широком диапазоне длин волн и углов падения следует согласовать шаг решётки, угол блеска и период многослойной структуры (рис. 13).

Будем иметь в виду решётку с многослойным покрытием и треугольным профилем штриха (эшелетт) с углом наклона штриха (углом блеска) γ. Рассмотрим выделенную установку решётки, при которой угол дифракции в порядке *m* совпадает с направлением угла блеска. Тогда уравнение решётки (10) даёт:

$$2\sin\frac{\Omega}{2}\sin\gamma = mp_0\lambda\,,\tag{20}$$

где  $\Omega$  — угол отклонения,  $\Omega = 2(\varphi + \gamma)$ ,  $\varphi$  — скользящий угол падения. При этом желательно, чтобы отражение от многослойной структуры происходило в максимуме её резонансного контура отражения. Пренебрегая отличием показателя преломления в слоях многослойной структуры от единицы, согласно условию Брэгга – Вульфа имеем:

$$2d\sin\frac{\Omega}{2} = n\lambda\,,\tag{21}$$

где *d* — период многослойной структуры, а *n* — порядок интерференции. Уравнения (20) и (21) совместно дают условие

$$\frac{\sin\gamma}{mp_0} = \frac{d}{n} \,, \tag{22}$$

при котором многослойное покрытие может быть эффективным в достаточно широком интервале длин волн. При этом, разумеется, регистрация излучения должна проводиться вблизи направления дифракции  $\psi = \varphi + 2\gamma$  (угла отклонения  $\Omega = 2(\varphi + \gamma)$ ), обеспечивающего максимальную интенсивность.

В работе [46] была изготовлена и исследована решётка (2000 мм<sup>-1</sup>) с многослойным покрытием (20 периодов Cr/C), предназначенная для работы в диапазоне 1-5 кэВ. Измеренный угол блеска составлял 0,84° (рис. 14; [46, 47]), период структуры 7,3 нм (относительная толщина



Рис. 14. Профиль штриха решётки с углом блеска  $\gamma = 0.84^{\circ}$  и многослойным покрытием Cr/C (20 пар слоёв с периодом 73 Å), измеренный с помощью атомно-силового микроскопа. (Адаптировано из [47].)



**Рис. 15.** Эффективность решётки с углом блеска  $0.84^\circ$ ,  $p_0 = 2000 \text{ мм}^{-1}$  и многослойным покрытием Cr/C. (Адаптировано из [46].)

слоя углерода в периоде  $d_{\rm C}/d = d_{\rm C}/(d_{\rm C} + d_{\rm Cr}) = 0,6$ ). Параметры решётки и многослойной структуры удовлетворяли формуле (22) с m = 1 и n = 1. Была измерена эффективность решётки в диапазоне энергий 1-5 кэВ ( $\lambda \sim 12,4-2,5$  Å) (рис. 15). Максимальный коэффициент отражения в первом внутреннем порядке дифракции составил 55%. Отмечено также, что первый порядок дифракции более чем в 1000 раз интенсивнее порядков с |m| > 1, а также в 20 раз интенсивнее нулевого порядка (измерение проведено на энергии 2,2 кэВ).

Решётки подобного типа можно использовать в качестве диспергирующего элемента монохроматора с постоянным (нулевым) углом отклонения, вторым элементом которого служит многослойное зеркало с аналогичными параметрами структуры, работающее под скользящим углом  $\Omega/2 = \varphi + \gamma$  и эффективно отражающее на той же самой длине волны, что и многослойная дифракционная решётка (рис. 16).

Сферическую VLS-решётку с таким покрытием можно использовать в качестве спектрографа с плоским полем (класса Харады) с относительно узким рабочим диапазоном. Расчёты (без учёта переходных слоёв) показывают, что спектральный контур отражения многослойного Cr/C-зеркала с 20 периодами и максимумом коэффициента отражения около 66,4 % на длине волны около 5,1 Å имеет относительную ширину  $\Delta\lambda/\lambda \approx 0,086$  (речь идёт о спектральном контуре отражения при фиксированном угле падения излучения). Рабочий спектральный диапазон может быть расширен, если пожертвовать максимальным коэффициентом отражения и уменьшить число слоёв многослойной структуры. При десяти пе-



**Рис. 16.** Схема монохроматора на область "нежных" рентгеновских лучей с многослойной дифракционной решёткой с блеском и многослойным зеркалом. Общий угол отклонения равен нулю. (Адаптировано из [47].)

риодах и при том же отношении толщин слоёв  $d_{\rm C}/d = d_{\rm C}/(d_{\rm C} + d_{\rm Cr}) = 0,6$  коэффициент отражения в максимуме уменьшится до 44,6 %, а ширина на полувысоте увеличится до  $\Delta\lambda/\lambda \approx 0,14$ . Наконец, ширина может быть увеличена ещё больше при использовании апериодической многослойной структуры [41–43].

## 7. Применение VLS-спектрометров в астрономии в области вакуумного ультрафиолета

Пусть на плоскую отражательную ДР с эквидистантными штрихами падает сходящийся гомоцентрический пучок. Как известно, при скользящем падении излучения такая решётка вносит сильный астигматизм (рис. 17), т.е. пространственные положения спектрального (горизонтального) и вертикального фокусов не совпадают. Вертикальный фокус лежит на окружности, описанной вокруг точки О с радиусом *L*, равным длине отрезка ОГ — расстоянию от центра решётки до фокуса пучка.

Во внутренних порядках дифракции  $(m > 0, \psi > \varphi)$  спектральный фокус A находится вне этой окружности (OA > OF), во внешних порядках  $(m < 0, \psi < \varphi)$  — внутри неё. Расстояние от центра решётки до спектрального фокуса *m*-го порядка определяется формулой

$$L_m = L \frac{\sin^2 \psi_m}{\sin^2 \varphi} \,, \tag{23}$$

причём астигматизм тем сильнее, чем меньше угол скользящего падения на решётку. Соотношение (23) следует из (16) при  $p_1 = 0$ . Известно, что использование VLS-решётки в сходящемся пучке может устранить астигматизм на одной длине волны  $\lambda_0$ . В работе [48] показано, каким должен быть закон изменения шага плоской VLS-решётки, на которую направляется сходящийся гомоцентрический пучок, для совмещения спектрального и вертикального фокусов на выбранной длине волны  $\lambda_0$ :

$$\frac{1}{p(w)} = d(w) = \frac{m\lambda_0}{\cos\varphi(w) - \cos\psi(w)},$$
(24)

где  $\varphi(w)$  и  $\psi(w)$  — местные скользящие углы падения и дифракции. Лучи, лежащие в главной плоскости, от любой точки с координатой *w* на оси *y* на апертуре решётки дифрагируют в нужном направлении, давая



**Рис. 17.** Астигматизм плоской ДР с эквидистантными штрихами при скользящем падении гомоцентрического пучка. О — центр ДР, F — фокус пучка, L — расстояние OF, A — положение спектрального фокуса во внутреннем порядке для фиксированного угла дифракции  $\psi$ .



**Рис. 18.** Компенсация астигматизма на одной длине волны  $\lambda_0$  при падении гомоцентрического пучка на плоскую VLS-решётку [16]. Расхождение между вертикальным и горизонтальным (спектральным) фокусами увеличивается по мере удаления длины волны от  $\lambda_0$ .

точечное изображение точечного источника на длине волны  $\lambda_0$ . При этом расхождение между спектральным (горизонтальным) и вертикальным фокусами возрастает по мере удаления длины волны от  $\lambda_0$  (рис. 18).

Применение плоских VLS-решёток в рентгеновской астрономии состоялось в 1990-е годы. Спектрометр с тремя плоскими VLS-решётками был использован для получения карты внесолнечных источников излучения в далёкой ВУФ-области спектра ( $\lambda \sim 70-760$  Å) с борта искусственного спутника Земли EUVE (Extreme Ultraviolet Explorer, обсерватория NASA) [49–52].

Сходящийся гомоцентрический пучок, формирующий изображение удалённого источника, создавался телескопом скользящего падения с фокусным расстоянием 136 см по схеме Вольтера – Шварцшильда второго типа [49]. Половина его кольцевой апертуры приходилась на детектор глубокого обзора, а другую половину перехватывали три VLS-решётки (по 1/6 апертуры каждая), рассчитанные на три спектральных поддиапазона шириной около октавы каждый. Таким образом, спектральные изображения внесолнечных источников строились в трёх каналах (А, В, С). В спектральных каналах А (70-190 Å), В (140-380 Å) и С (280-760 Å) использовались VLS-peшётки с размером гравированной области 80 × 200 мм и пространственной частотой штрихов 1675-3550, 830-1750 и 415-875 мм<sup>-1</sup> соответственно. Детекторы помещались в фокальной плоскости телескопа. Для подавления нежелательного фона, обусловленного рассеянием

**У**ФН 2021

линии Ly<sub>α</sub> водорода (1216 Å) и УФ-излучения звёзд, перед каждым детектором располагался тонкоплёночный фильтр. Кроме того, перед телескопом располагались коллиматоры, ограничивавшие поле зрения и предотвращавшие засорение спектра диффузным излучением резонансных линий He I (584 Å) и He II (304 Å).

Космическая обсерватория EUVE была успешно запущена 7 июня 1992 г. на орбиту высотой 550 км и наклоном 28° относительно экваториальной плоскости Земли и стала первой обсерваторией для наблюдения внесолнечных объектов в далёкой ВУФ- и МР-областях спектра. В результате девятилетней работы обсерватории было зарегистрировано большое число источников излучения (всего 734 объекта), получены их спектры в далёкой ВУФ- и МР-областях спектра и опубликованы каталоги источников и их спектральных линий. Литература по этому вопросу весьма общирна (см., например, [50-52] и ссылки там). Общая картина, красочно воспроизводящая распределение внесолнечных источников излучения в далёкой ВУФ- и МР-областях спектра, приведена в [53].

В работе [54] был рассчитан изображающий спектрограф для спектроскопии солнца в диапазоне 4-26 нм. Прибор состоял из спектрографа с плоским полем (класса Харады) со сферической VLS-решёткой и трёхкомпонентным телескопом, осуществлявшим фокусировку раздельно в двух скрещенных направлениях. Параболическое цилиндрическое (1D) зеркало скользящего падения фокусирует удалённый источник (Солнце) на входную щель спектрографа, а скрещенный (1D) двухкомпонентный телескоп Вольтера – Шварцшильда (тип II) скользящего падения фокусирует удалённый источник на плоскость детектора. Поле зрения (в этом направлении) охватывает весь солнечный диск. Этот подход был реализован в работе [55]. Первоначально в [54] речь шла о покрытой иридием VLS-решётке с  $p_0 = 2400 \text{ мм}^{-1}$  и R = 17800 мм, однако в [55] речь идёт о "классическом" полуметровом спектрографе Харады с позолоченной решёткой с  $p_0 = 1200 \text{ мм}^{-1}$  и R = 5649 мм. На одну ячейку детектора (20 × 20 мкм) приходится область с угловым размером 3,5" в направлении, перпендикулярном плоскости дисперсии. На щель шириной 100 мкм отображается область с угловым размером 34".

# 8. Рентгеновский спектрометр на основе отражательной зонной пластинки

Особое место в ряду спектрометров МР-диапазона занимает эффективный специализированный спектрометр, основанный на отражении излучения от внеосевого (периферического) участка отражательной зонной пластинки (ОЗП) [56]. Этот оптический элемент располагается на плоской подложке и сочетает в себе отражение, фокусировку и дисперсию — три в одном. Его можно классифицировать также как плоскую двумерную VLS-решётку с криволинейными штрихами, что даёт фокусировку в направлении, скрещенном по отношению к направлению дисперсии. Оптические элементы этого типа будем обозначать ниже как ОЗП/ VLS-решётку.

Спектрометр [56] предназначен для регистрации слабой флуоресценции Mn, в частности, возбуждаемой импульсом рентгеновского лазера на свободных электронах в струе жидкости с низким содержанием атомов Mn. ОЗП/VLS-решётка оптимизирована для регистрации линий флуоресценции La<sub>1</sub> (637 эВ) и Lb<sub>1</sub> (649 эВ) атомов Mn, причём расчётная энергия ОЗП/VLS-решётки 640 эВ (19,4 Å) выбрана с тем, чтобы захватить обе линии и усилить сигнал. При конструировании ОЗП/VLS-решётки ставилась цель максимально увеличить эффективность и приёмный угол, который составил  $3 \times (27 \times 40 \text{ мрад})$ , тогда как спектральная разрешающая способность была ограничена на уровне ~ 100. Шаг решётки в центре составил ~ 3,5 мкм, углы падения и дифракции (в центре) 2,15° и 1,0° соответственно (использовался внешний порядок дифракции). Длина решётки равна 80 мм, частота линий изменялась от 1105 до 79 мм<sup>-1</sup>, а угол падения от 3,9° до 1,5°. Расстояния источник – центр решётки и центр решётки-фокус составили 90 и 400 мм. Спектрометр предполагает помещение щели шириной ~ 120 мкм перед детектором.

ОЗП/VLS-решётка была выполнена в форме трёх идентичных полосок шириной 2,4 мм и длиной 80 мм, расходящихся веером от источника, на плоской позолоченной кремниевой пластине. Использовался метод электронно-лучевой литографии с последующим реактивным ионным травлением. Глубина прямоугольного профиля составила 13 нм [56].

Спектрометр был использован в эксперименте на установке Linac Coherent Light Source (рис. 19). Излучение флуоресценции возбуждалось фемтосекундным импульсом (100 фс) рентгеновского лазера в струе жидкости, содержащей атомы Mn в очень низкой концентрации [57]. Использование фемтосекундных импульсов ЛСЭ, обладающих ультравысокой яркостью, позволяет получать данные до начала радиационного повреждения. Это особенно важно для биологических материалов и образцов в водном растворе, например, для отслеживания химической динамики в ходе каталитических реакций и процессов переноса электронов. Такой подход получил название "зондирование-до-разрушения" (probe-beforedestroy). Описанный спектрометр предназначен для рентгеновской абсорбционной спектроскопии на L-крае Mn (X-ray Absorption Spectroscopy, XAS) с целью использования её для сбора данных из Mn-содержащих металлоферментов, таких как PS II, Мп-каталаза и МпFeрибонуклеотидредуктаза, путём введения образцов раствора в точку рентгеновского взаимодействия.

На рисунке 19 показана схема эксперимента по регистрации сигнала флуоресценции от образца твёрдого MnO в струе жидкости, возбуждаемого импульсом ЛСЭ с энергией ниже (600 эВ) и выше (653 эВ) L-края Mn. Сигнал, обусловленный L-краем Mn, удаётся отделить от излучения, связанного с К-краем кислорода. Полагают, что определение парциального выхода флуоресценции позволяет проводить рентгеновскую спектроскопию биологических образцов с временным разрешением на лазерах на свободных электронах [57].

Работы с использованием O3П/VLS-решёток получили дальнейшее развитие. Так, в работе [58] описан 17-канальный прибор SEM-SXES на основе 17 ОЗП/VLSрешёток, расположенных веером на общей пластине и охватывающих диапазон от 50 до 1120 эВ. Были получены эмиссионные спектры элементов Li, Be, B, C, N, Ti, V, O, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn и Ga, возбуждаемые лучом сканирующего электронного микроскопа Zeiss EVO 40. Продемонстрирована разрешающая способность  $E/\Delta E$  от ~ 80 до 160.



Рис. 19. Схематические изображения эксперимента с высокоэффективным рентгеновским спектрометром (вид сверху) и фронтальной стороны ПЗС-камеры. Слева: вид на ПЗС спереди со схематическим изображением L-флуоресценции Mn, сфокусированной в верхней части ПЗС (слева на рисунке), и К-флуоресценции O, расфокусированной в нижней части ПЗС (справа на рисунке). Слева внизу: измеренные изображения излучения флуоресценции твёрдого образца MnO, дифрагировавшего с одной зонной пластины при энергии падающего фотона ниже (600 эВ) и выше (653 эВ) L-края Mn. (Адаптировано из [57].)

ОЗП/VLS-решётки были использованы для NEXAFSспектроскопии (Near-Edge X-ray Absorption Fine Structure) вблизи К-краёв поглощения углерода и азота [59]. Использовался импульс МР-излучения длительностью 1,2 нс из лазерной плазмы. На пути между источником и оптическим элементом помещались исследуемый образец и фильтр: в случае азота — мембрана Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> толщиной 200 нм и свободновисящий АІ-фильтр толщиной 200 нм; в случае углерода — свободновисящая плёнка полиимида толщиной 112,5 нм и свободновисящий Ті-фильтр толщиной 200 нм. Вблизи соответствующих краёв поглощения продемонстрирована разрешающая способность  $E/\Delta E \sim 950$ . Авторы полагают, что высокая эффективность оптических элементов делает возможными исследования радиационно-чувствительных биологических образцов.

В работе [60] был получен МР-спектр жидкой воды с помощью спектрометра с ОЗП/VLS-решёткой, оптимизированной на энергию 526 эВ. Меридиональная частота линий изменялась от 2953 до 3757 мм<sup>-1</sup>. Флуоресценция воды (струя жидкости в вакууме) возбуждалась сфокусированным и монохроматизированным (0,2 или 0,7 эВ) пучком синхротронного излучения. Разрешение спектрометра оценивается в ~ 0,46 эВ, что соответствует  $E/\Delta E ~$ ~ 1200. В отличие, например, от результатов [56, 57], на фокальной поверхности формируется спектральная линия, т.е. в направлении, скрещенном с направлением дисперсии, осуществляется лишь "подфокусировка" дифрагирующего пучка, так как линии ОЗП/VLS-решётки имеют сравнительно низкую кривизну.

В заключение этого раздела отметим, что O3П/VLSрешётка обеспечивает больший приёмный телесный угол по сравнению с более привычными MP-спектрометрами, однако требуемое спектральное разрешение реализуется в значительно более узкой спектральной области. Все дисперсионные элементы, о которых шла речь в этом разделе, были изготовлены методом электронно-лучевой литографии.

### 9. Отечественные VLS-спектрометры для мягкого рентгеновского диапазона

Работы по созданию первых отечественных VLS-спектрометров и VLS-решёток для вакуумной области спектра были начаты в ФИАНе в 2014 г. при поддержке Российского научного фонда. Были созданы и испытаны три VLS-спектрометра высокого разрешения: оригинальный изображающий (стигматический) спектрограф на область длин волн 12–30 нм; сканирующий спектрометр/монохроматор класса Хеттрика – Андервуда на область  $\lambda \sim 5-30$  нм; спектрограф с плоским полем класса Харады на область  $\lambda \sim 5-27,5$  нм.

Излучение регистрировалось детекторами на основе ПЗС-матриц с обратной засветкой с квадратными ячейками размером 13 и 13,5 мкм. При использовании VLSрешёток, изготовленных методом интерференционной литографии, спектральное разрешение определялось обратной линейной дисперсией и размером ячейки детектора. Во всех случаях дифрагирующее излучение встречалось с фокальными кривыми почти по нормали, что делало их идеально совместимыми с современными ПЗС-детекторами.

В разделах 9.1–9.3 кратко описаны конструкции и характеристики трёх спектрометров, а в разделе 10 изложен метод создания отечественных VLS-решёток.

#### 9.1. Изображающий (стигматический) спектрограф на область длин волн 12-30 нм

Задача получения спектров с пространственным разрешением и, в более общем случае, построения спектральных изображений возникает при исследовании лабораторной/солнечной плазмы и лабораторных источников МР-излучения. Примерами недавно появившихся объектов, требующих использования изображающих (стигматических) спектрометров, могут служить источник высоких (чётных и нечётных) гармоник в релятивистской гелиевой плазме, созданной мультитераваттным фемтосекундным лазером [18–20], а также релятивистское "летящее зеркало" — источник МР-излучения, возникающий при отражении излучения фемтосекундного лазера от релятивистской плазмы, возбуждаемой импульсами мультитераваттного лазера [61]. Подобные объекты требуют пространственного разрешения на уровне ~ 1 мкм.

Наша цель состояла в создании изображающего лабораторного спектрометра высокого разрешения, который сохраняет стигматизм в широком (порядка октавы) диапазоне длин волн [62–65]. По сравнению с зеркальной оптикой скользящего падения оптика нормального падения обладает малыми аберрациями при сравнительно большом поле зрения и входном приёмном угле. Её применение в МР-диапазоне стало возможным благодаря появлению рентгеновских многослойных зеркал (МЗ) и, в частности, широкополосных МЗ на основе апериодических многослойных структур [15, 41, 42], обеспечивающих достаточно высокий коэффициент отражения при нормальном падении.

Как указано в разделе 7, при падении гомоцентрического пучка на плоскую VLS-решётку условие стигматизма может быть выполнено на единственной длине волны  $\lambda_0$  (см. рис. 18). При падении слабоастигматического пучка на плоскую VLS-решётку условие строгого стигматизма может быть выполнено одновременно на двух длинах волн,  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$  (это условие выполняется строго для параксиальных лучей в главной плоскости). При должном выборе  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$  условие практического стигматизма выполняется в интервале около двух октав по длине волны. Термин "практический стигматизм" означает, что изображение точечного монохроматического источника, полученное методом численной трассировки лучей, почти целиком укладывается в размер ячейки детектора (квадрат со стороной 13 мкм в нашем случае).

Примем, что частота линий VLS-решётки описывается уравнением (1). Пусть на решётку падает слабоастигматический пучок,  $L_h$  и  $L_v$  обозначают расстояния от центра решётки до горизонтального и вертикального фокусов,  $\varphi \, u \, \psi$  — скользящие углы падения и дифракции центрального луча, а  $r'_h$  и  $r'_v$  — расстояния от центра решётки до горизонтального и вертикального (параксиальных) фокусов после дифракции. Потребуем, чтобы  $r'_h = r'_v$ . Тогда

$$\frac{L_{\rm h}\sin^2\psi}{\sin^2\varphi + mp_1\lambda L_{\rm h}} = L_{\rm v} \,. \tag{25}$$

Совместно с уравнением решётки  $\cos \varphi - \cos \psi = m\lambda p_0$ (10) для центрального луча уравнение (25) определяет условие стигматичности на длине волны  $\lambda$ . На этой стадии  $\varphi$  и  $p_0$  — свободные параметры. Затем мы накладываем условие стигматичности одновременно на двух длинах волн,  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ , и выражаем  $p_1$  из (25) как

$$p_1 = \frac{1}{m\lambda_1} \left[ -\frac{\sin^2 \varphi}{L_{\rm h}} + \frac{\sin^2 \psi_1}{L_{\rm v}} \right] = \frac{1}{m\lambda_2} \left[ -\frac{\sin^2 \varphi}{L_{\rm h}} + \frac{\sin^2 \psi_2}{L_{\rm v}} \right].$$
(26)

После преобразования мы приходим к связи между  $\varphi$  и  $p_0$ :

$$\varphi = \arcsin\left(\frac{mp_0\sqrt{\lambda_1\lambda_2}}{\sqrt{L_v/L_h - 1}}\right).$$
(27)

Это означает, что астигматизм может быть устранён одновременно на двух длинах волн, если пожертвовать одним из свободных параметров ( $\varphi$  или  $p_0$ ). Для первой реализации спектрографа мы выбрали привычное значение  $p_0 = 600 \text{ мm}^{-1}$  и метровый радиус зеркала.

Здесь следует сделать замечание. Скользящий угол  $\varphi$  должен быть достаточно малым, чтобы обеспечить достаточно высокий коэффициент отражения от решётки. Это требование выполняется, даже когда рабочий диапазон составляет около двух октав по длине волны, так как  $p_0\sqrt{\lambda_1\lambda_2} \sim 2p_0\lambda_1 \sim 1.7 \times 10^{-2} \ll 1$ , а значение  $L_v/L_h - 1 < 1$  регулируется.

Остальные параметры  $p_i$  (i = 2, 3, ...) плоской VLSрешётки находятся при разложении в ряд Тейлора выражения

$$mp(w)\lambda_{\text{opt}} = \cos\left[\operatorname{arccot}\left(\cot\varphi - \frac{w}{L_{\text{h}}\sin\varphi}\right)\right] - \cos\left[\operatorname{arccot}\left(\cot\psi - \frac{W}{L_{\text{v}}\sin\psi}\right)\right].$$
(28)

Меридиональная кома компенсируется на длине волны  $\lambda_{\text{opt}}$ , когда  $p_2$  удовлетворяет уравнению

$$m\lambda_{\rm opt} p_2 = \frac{3}{2} \left( -\frac{\sin^2 \varphi \cos \varphi}{L_{\rm h}^2} + \frac{\sin^2 \psi \cos \psi}{L_{\rm v}^2} \right), \tag{29}$$

а сферическая аберрация компенсируется на длине волны  $\lambda_{\rm opt}$ , когда  $p_3$  удовлетворяет уравнению

$$m\lambda_{\text{opt}} p_3 = \frac{\sin^2 \varphi}{L_h^3} \left( -2\cos^2 \varphi + \frac{\sin^2 \varphi}{2} \right) + \frac{\sin^2 \psi}{L_v^3} \left( 2\cos^2 \psi - \frac{\sin^2 \psi}{2} \right).$$
(30)

Углы  $\varphi$  и  $\psi$  связаны с  $\lambda_{opt}$  уравнением решётки. Значение длины волны  $\lambda_{opt}$  в (29) и (30) не обязательно одно и то же. При реализации спектрографа мы приняли  $\lambda_{opt} = \lambda_1$ .

Схема спектрографа показана на рис. 20. Сходящийся слабоастигматический пучок создаётся сферическим широкополосным M3 нормального падения на основе апериодической многослойной структуры Mo/Si [15, 41, 42, 66] (R = 1 м), нанесённой в лаборатории В.В. Кондратенко (НТУ "Харьковский политехнический институт",



Рис. 20. Схема широкополосного изображающего спектрометра на основе вогнутого фокусирующего апериодического МЗ и плоской VLS-решётки.



**Рис. 21.** Вертикальная и горизонтальная (спектральная) фокальные кривые спектрографа. По оси абсцисс отложено расстояние от центра решётки. Прямые указывают пути дифрагированных центральных лучей разных длин волн. Кривые пересекаются на длинах волн  $\lambda_1 = 144$  Å и  $\lambda_2 = 270$  Å. Диапазон "практического стигматизма" составляет две октавы по длине волны, приблизительно от 90 до 360 Å [64].

Украина). В диапазоне 125–250 Å измеренный коэффициент отражения изменяется между 18 и 13 %, убывая до ~ 8 % на 304 Å [66]. Исходя из спектрального диапазона МЗ (приблизительно 125–300 Å) при конструировании прибора мы приняли  $\lambda_1 = 144$  Å и  $\lambda_2 = 270$  Å, что минимизировало геометрическую дефокусировку на плоской поверхности детектора в спектральном диапазоне МЗ. Поведение фокальных кривых показано на рис. 21. VLS-решётка располагалась примерно на полпути между МЗ и детектором. Позолоченная VLS-решётка (55 × 25 мм) с коэффициентами  $p_0 = 600$  мм<sup>-1</sup>,  $p_1 = 2,2$  мм<sup>-2</sup>,  $p_2 = 6,0 \times 10^{-3}$  мм<sup>-3</sup> была изготовлена методом интерференционной литографии в НПО ГИПО (Государственный институт прикладной оптики, г. Казань). Фотография спектрографа показана на рис. 22.

Спектрограф может быть использован в двух режимах: 1) источник отображается на входную щель, которая рассматривается как источник, и спектрограф строит стигматические спектральные изображения щели; 2) источник помещается на расстоянии нескольких сантиметров перед щелью, а прибор строит спектры плазмы с пространственным разрешением по вертикали. Разница между обеими конфигурациями состоит в небольшом отличии углов падения на МЗ. Численная трассировка лучей показала, что аппаратная функция прибора почти целиком укладывается (как в вертикальном направлении, так и в направлении дисперсии) в размер ячейки детектора (13 мкм) во всём рабочем диапазоне (120–300 Å) при телесном угле приёма  $\sim 4 \times 10^{-4}$  ср и поле зрения ±1 см по вертикали [62, 64]. Средняя обратная линейная дисперсия составляет 6 Å мм<sup>-1</sup>. Нами была реализована конфигурация (2) и зарегистрированы линейчатые спектры лазерной плазмы, возбуждаемые сфокусированным лазерным импульсом (0,5 Дж, 8 нс, 1,06 мкм). Для этого спектрограф помещался в вакуумную камеру длиной 3,8 м, диаметром 0,9 м, откачиваемую до давления  $5 \times 10^{-5}$  Торр.

В качестве примера на рис. 23 приведён спектр магниевой мишени, зарегистрированный за одну лазерную вспышку. Плоскость мишени была параллельна плоскости дисперсии. Детектором служила ПЗС-матрица 2048 × 1024 с квадратными ячейками размером 13 мкм. Спектральная разрешающая способность, измеренная по спектру, составила  $\lambda/\delta\lambda \approx 10^3$ . Пространственное разрешение, оценённое по границе света и тени, составило 26 мкм. Обе цифры соответствуют двум ячейкам детектора, что согласуется с результатами численной трассировки лучей.

Таким образом, продемонстрирован новый метод получения стигматических спектральных изображений в широкой спектральной области в МР-диапазоне, который заключается в использовании дифракции слабоастигматического пучка на плоской VLS-решётке, причём падающий пучок формируется широкополосным апериодическим МЗ нормального падения. Этот подход, безусловно, может быть расширен в коротковолновую область до 111 Å за счёт бериллийсодержащих



**Рис. 22.** Элементы спектрографа, размещённые на дюралевой плите размером  $1,1 \times 0,6$  м.



Рис. 23. Спектр магниевой плазмы, зарегистрированный за одну лазерную вспышку. Пространственное разрешение по вертикали (по нормали к мишени) составляет две ячейки детектора. Граница света и тени соответствует поверхности твёрдой мишени [64].



**Рис. 24.** (а) Схема сканирующего спектрометра/монохроматора, (б) участок спектра плазмы LiF, зарегистрированный в режиме сканирующего спектрометра при фиксированном угле поворота решётки. Ширина щели 10 мкм. Длины волн указаны в ангстремах. Звёздочки обозначают неразрешённые группы линий.

(например, Мо/Ве) МЗ нормального падения, которые способны обеспечить плато отражения на уровне  $\sim 0,2$  в диапазоне 111–135 Å [67, 68]. По-видимому, этот подход может быть распространён до 66 Å благодаря La-содержащим зеркалам, которые дают (в расчётах) коэффициенты отражения  $\sim 4\%$  в диапазоне 66–110 Å и  $\sim 8\%$  в диапазоне 88–110 Å [42].

# 9.2. Сканирующий спектрометр/монохроматор на область длин волн $\sim 5-33$ нм

Плоская VLS-решётка с такими же параметрами, как и для изображающего спектрографа (см. раздел 9.1), была использована нами в сканирующем спектрометре/монохроматоре класса Хеттрика-Андервуда [69] (рис. 24а). Схема включает сферическое зеркало (R = 6 м) с покрытием Au, установленное под скользящим углом 8,34°, которое создаёт горизонтальный фокус изображения входной щели на расстоянии 533,7 мм позади VLSрешётки. Решётка работает во внешнем порядке дифракции, с постоянным углом отклонения 16,68°, так что общий угол отклонения равен нулю. Сканирование осуществляется поворотом решётки. Прибор может использоваться как сканирующий спектрометр с плоским полем с обратной линейной дисперсией  $\sim 3$  Å мм $^{-1}$ (в среднем) либо как монохроматор с выходной щелью. Расстояние решётка-детектор (или расстояние между решёткой и выходной щелью) равно 532,6 мм. Фокусное расстояние точно совпадает с этим расстоянием на длинах волн 140 и 273 Å. Фокусное расстояние почти не зависит от длины волны, так что в диапазоне  $\lambda < 330$  Å геометрическая расфокусировка меньше 13 мкм и ниже дифракционного предела (рис. 25). Коротковолновая



Рис. 25. Ширина изображения точечного монохроматического источника, полученная с помощью численной трассировки лучей (чёрные квадраты) и обусловленная совокупным действием геометрической расфокусировки и аберраций. Видно, что ширина этих изображений не превосходит дифракционной ширины (красные кружки). При переходе к бо́лышим длинам волн дифракционная ширина растёт быстрее, чем длина волны, так как при этом уменьшаются угол дифракции  $\psi$  и апертура дифрагирующего пучка  $W \sin \psi$  (W— ширина VLS-решётки).

граница рабочего диапазона определяется яркостью источника, но не расфокусировкой.

Спектрометр был собран на двухметровой оптической скамье и помещён в вакуумную камеру (см. раздел 9.1). Излучение регистрировалось детектором фирмы Greateyes, Германия (2048 × 512 квадратных ячеек размером 13,5 мкм).



Рис. 26. Спектр ионов Li III и F V-F VII (мишень LiF). Звёздочки обозначают неразрешённые группы линий [70].

Прибор был испытан в режиме сканирующего спектрометра при регистрации линейчатых спектров лазерной плазмы мишеней из LiF, Mg и полиэтилена. На рисунке 24б показан участок спектра плазмы LiF в области 120–150 Å. В спектре углеродной плазмы удалось разрешить тонкую структуру (0,14 Å) линии H<sub>α</sub> (3  $\rightarrow$  2, 182 Å), что свидетельствует о разрешающей способности 1300 на этой длине волны.

## 9.3. Спектрометр с плоским полем на область длин волн 5-27,5 нм

В спектрографе класса Харады используется один оптический элемент: сферическая VLS-решётка скользящего падения (см. рис. 3). В нашей более ранней работе [17] были рассчитаны три спектрографа типа спектрографа Харады с габаритами около 0,25, 0,5 и 1,5 м для работы в диапазонах 90–250, 50–275 и 20–110 Å соответственно. Для экспериментальной реализации был выбран полуметровый VLS-спектрограф со средней линейной дисперсией 0,18 мм Å<sup>-1</sup> в диапазоне  $\lambda \sim 50-275$  Å [70]. Обратная линейная дисперсия на длине волны 150 Å составляет 6,28 Å мм<sup>-1</sup>. В таблице 2 собраны основные расчётные параметры спектрографа и VLS-решётки. Частота штрихов VLS-решётки частота штрихов (1). Между краями решётки частота штрихов (1)

Таблица 2. Расчётные параметры схемы спектрографа и VLS-решётки [70]

Радиус кривизны сферической решётки R, мм	6000
Диаметр решётки D, мм	60
$p_0, \mathrm{MM}^{-1}$	1200
$p_1, MM^{-2}$	8,0
$p_2,  { m MM}^{-3}$	0,044
$p_3,  { m MM}^{-4}$	$2,\!28  imes 10^{-4}$
Угол скользящего падения $\varphi$ , градусы	3,0
Длина волны компенсации аберраций $\lambda_{opt}$ , Å	125
Расстояние входная щель – центр решётки r, мм	252
<i>L</i> , мм	250



**Рис. 27.** Обратная линейная дисперсия VLS-спектрографа с плоским полем [70].

должна изменяться от 1027,5 до 1427,5 линий мм<sup>-1</sup> на апертуре 50 мм. Параметры  $p_2$  и  $p_3$  выбраны таким образом, чтобы компенсировать аберрации на  $\lambda_{opt} = 125$  Å. Для изготовления VLS-решётки методом интерференционной литографии разработан алгоритм расчёта схемы записи со вспомогательным сферическим зеркалом-аберратором (решение обратной задачи интерференционной литографии) (см. раздел 10 далее).

При испытании спектрографа зарегистрированы линейчатые спектры лазерной плазмы твердотельных мишеней фторида лития и тефлона, возбуждаемой сфокусированным пучком лазера (0,5 Дж, 8 нс, 1,06 мкм). Продемонстрирована разрешающая способность  $\lambda/\delta\lambda = 800$ в области длины волны 135 А. На рисунке 26 представлена фотография спектра, полученного за одну лазерную вспышку при облучении мишени LiF и содержащего линии ионов Li III и F V-F VII. Полуширины (FWHM) одиночных линий составляют две ячейки детектора. Практическое спектральное разрешение ограничивается пространственным разрешением детектора и численно равно произведению обратной линейной дисперсии и удвоенного размера ячейки ПЗС-матрицы (26 мкм). Поскольку дисперсия зависит от длины волны (рис. 27), спектральное разрешение также зависит от длины волны. Теоретическая разрешающая способность, соответствующая

Е.Н. РАГОЗИН, Е.А. ВИШНЯКОВ, А.О. КОЛЕСНИКОВ, А.С. ПИРОЖКОВ, А.Н. ШАТОХИН

двум ячейкам детектора, зависит от длины волны и изменяется от 550 в области 60 Å до 1170 в области 220 Å.

### 10. Технологии изготовления VLS-решёток

Для изготовления VLS-решёток в мире используются программно-управляемые механические гравировальные станки, метод интерференционной литографии, а в последнее время и метод электронно-лучевой литографии.

В 1975–1976 гг. Т. Харада и др. (Центральная исследовательская лаборатория, фирма Hitachi, Токио) [7, 71] сообщили о создании программируемого гравировального станка, способного варьировать шаг штрихов на апертуре решётки по заданному закону, а также способного изготавливать как прямолинейные, так и криволинейные штрихи. Минимальное приращение шага решётки составляло 0,2 Å [8]. После усовершенствования своего гравировального станка Харада мог изготавливать решётки шириной до 300 мм и длиной штриха 200 мм со средней частотой штрихов до 10<sup>4</sup> мм<sup>-1</sup> [10].

Фирма Hitachi была, по-видимому, исторически первым производителем коммерчески доступных VLS-решёток. Рекламу VLS-решёток можно увидеть на сайте фирмы Hitachi High Technologies America, Inc. (США) [72]. На сайте компании и в рекламных проспектах представлена фотография демонстрационного образца, на котором интервал между штрихами изменяется от 0,3 до 1,7 мкм с инкрементом 500 Å. Фотография получена с помощью сканирующего электронного микроскопа. В настоящее время (после ухода Харады из фирмы Hitachi) фирма изготавливает только реплики с имеющихся гравированных решёток-матриц.

Есть сообщения об изготовлении плоских гравированных решёток фирмой Carl Zeiss Optronics GmbH (Германия) на программируемом гравировальном станке GTM6 [36]. В настоящее время станок находится в распоряжении Берлинского центра материалов и энергии им. Гельмгольца (Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie).

Для изготовления опытных образцов VLS-решёток используется электронно-лучевая литография. Метод заключается в экспонировании резиста электронным пучком с последующим плазмохимическим травлением. Электронный пучок наносит на резист требуемый "рисунок" линий VLS-решётки. Затем экспонированный резист проявляется и стравливается, после чего материал решётки стравливается на экспонированных участках, тем самым рисунок переносится на материал решётки. На последнем этапе удаляется оставшийся защитный резист. При помощи этого метода в ЦКП МФТИ (Центр коллективного пользования Московского физико-технического института, г. Долгопрудный) была изготовлена первая отечественная VLS-решётка для МР-области спектра, представляющая собой ламинарную структуру со скважностью  $\sim 0.5$  (рис. 28) [63]. Рисунок VLSрешётки создавался в вольфрамовой плёнке толщиной 100 нм, нанесённой на подложку из стекла К8.

Электронный луч наносит рисунок решётки с нанометровой точностью на поле размером несколько сотен микрометров. При изготовлении решётки больших размеров возникает проблема сопряжения различных полей экспонирования при трансляции столика, от решения которой зависит качество решётки. Существуют установки электронно-лучевой литографии, обеспечивающие точ-



**Рис. 28.** Фотография участка вольфрамовой VLS-решётки с  $p_0 = 600 \text{ мм}^{-1}$ , полученная на сканирующем электронном микроскопе (а), и фотография решётки размером 40 × 16 мм в оправе (б).

ность позиционирования до двух нанометров на площади 80  $\times$  10 мм.

Проблема сопряжения полей экспонирования не возникает при использовании метода интерференционной литографии, когда требуемый рисунок создаётся на фоторезисте при интерференции двух когерентных пучков, причём зависимость частоты интерференционных полос на апертуре подложки должна описываться полиномом (1) с найденными ранее коэффициентами  $p_0$ ,  $p_1$ ,  $p_2$  и  $p_3$ . Имеет также значение и радиус кривизны интерференционных полос. Оптическая литографическая схема находится при решении обратной задачи интерференционной литографии (т.е. при нахождении оптической схемы, аппроксимирующей требуемое распределение (1) пространственной частотой интерференционных полос), что представляет собой нетривиальную задачу. Во многих (но не во всех) случаях для этого достаточно использовать схему записи, состоящую из двух точечных когерентных источников и одного вспомогательного сферического зеркала наклонного падения, которое вносит в волновой фронт одного из интерферирующих пучков контролируемые аберрации. Если длина волны лазерного излучения фиксирована, то в задаче фигурирует семь неизвестных (радиус вспомогательного зеркала, три расстояния и три угла). При решении обратной задачи полезно воспользоваться решением прямой задачи интерференционной литографии [73].

Интерференционная литография на сегодня является одним из наиболее технологически доступных способов изготовления VLS-решёток. Считается, что решётки, изготовленные методом интерференционной литографии, обладают меньшим рассеянием излучения, чем решётки, изготовленные на механическом гравировальном станке. Подобные задачи успешно решались в Японии при изготовлении VLS-решёток для спектрографа с плоским фокальным полем [74]. VLS-решётки, изготовленные методом интерференционной литографии, коммерчески доступны (например, решётки Шимадзу (Shimadzu, Япония) [75]), причём расчёт схемы записи VLS-решётки облегчается для задач, похожих на уже решённые. Задачу создания VLS-решётки "под ключ" решает компания Horiba Jobin Yvon (Отделение Horiba во Франции).

Для создания первой отечественной плоской VLSрешётки для MP-области спектра методом интерференционной литографии использовалось излучение с длиной волны 532 нм (НПО ГИПО, Казань) (рис. 29) [16]. На рисунке 296, в показаны изображения участков плоской VLS-решётки на противоположных концах апертуры, полученные на сканирующем электронном микроскопе. Эта решётка успешно работала в изображающем спектрографе (см. раздел 9.1) и в сканирующем спектрометре/ монохроматоре (см. раздел 9.2). Первая отечественная



Рис. 29. Позолоченная VLS-решётка размером 55 × 25 мм, изготовленная методом интерференционной литографии на длине волны 532 нм. (а) Внешний вид плоской VLS-решётки с частотой 600 линий на мм в центре апертуры, (б, в) изображения участков VLS-решётки на противоположных концах апертуры, полученные с помощью сканирующего электронного микроскопа



Рис. 30. Расчётная (кривая) и измеренная (звёздочки) частота штрихов сферической VLS-решётки [70].



**Рис. 31.** Схема "копирования" VLS-решётки-матрицы с  $p_0 = 3600 \text{ мм}^{-1}$ методом интерференционной литографии на длине волны 325 нм. Угол падения лазерного излучения  $\theta = 35,5^{\circ}$ , толщина воздушного промежутка y = 3 мм, d<sub>D</sub> = 2,188 мм — сдвиг центра решётки с  $p_0 = 3600 \text{ мм}^{-1}$ . Дифракция -1-го порядка показана голубым цветом. (Адаптировано из [76].)

сферическая VLS-решётка (R = 6000 мм) была также изготовлена в НПО ГИПО, причём расчёт схемы записи на длине волны 532 нм был выполнен в ФИАНе [70]. Измеренный ход частоты штрихов на апертуре VLSрешётки и параметры спектрографа на её основе идеально совпали с расчётными (рис. 30). Можно считать, что совместно в ФИАНе и НПО ГИПО заложены основы интерференционно-литографической технологии VLS-решёток для МР-области спектра.

Интересный метод "копирования" плоских VLS-решёток с высокой частотой линий методом интерференционной литографии был предложен и реализован в работе [76]. Исходной решёткой-матрицей служила VLSрешётка с  $p_0 = 3600 \text{ мм}^{-1}$ , созданная методом электронно-лучевой литографии. Она использовалась как фазовая маска для дифракции на ней в проходящем свете лазерного излучения с длиной волны 325 нм, направляемого на подложку с фоторезистом под углом 35,5°. Интерференционная картина возникала при интерференции единственно возможных нулевого и -1-го порядков дифракции (рис. 31). При этом распределение p(w) на фоторезисте несколько отличается от распределения на исходной решётке-матрице. Одно из достоинств метода состоит в возможности трансляции покрытой фоторезистом подложки вдоль штрихов решётки в ходе экспонирования и, следовательно, в возможности использования решётки-матрицы с коротким штрихом, не требующей больших временных затрат электронно-литографической установки.

#### 11. Заключение

Настоящий краткий обзор посвящён спектрометрам МРдиапазона на основе плоских и вогнутых VLS-решёток скользящего падения — отражательных ДР с шагом, монотонно изменяющимся по апертуре по заданному закону. Эти апериодические элементы оптики и спектроскопии МР-диапазона являются продуктом современных высоких технологий. Они обладают рядом преимуществ перед классическими решётками с эквидистантными штрихами, а их соединение с другими оптическими элементами (МЗ, асферическими зеркалами скользящего падения и др.) в одном приборе открывает новые возможности для исследований. В частности, VLSрешётки формируют спектральное изображение на плоском поле, что делает их идеально совместимыми с современными ПЗС-детекторами. VLS-спектрометры/ монохроматоры, созданные по схеме Хеттрика-Андервуда и производным от неё схемам, обладают постоянными фокусным расстоянием и углом отклонения. Благодаря таким свойствам разнообразные VLS-спектрометры и VLS-монохроматоры заняли прочное место в современном физическом эксперименте.

Отечественные разработки в этой области начались сравнительно недавно, благодаря гранту РНФ 2014 г. К настоящему моменту в ФИАН им. П.Н. Лебедева созданы первые отечественные спектрометры с плоским полем (см. разделы 9.1-9.3). Для решения новых задач часто требуются нестандартные схемы VLS-спектрометров, учитывающие специфику научной проблемы и источника излучения. Это требует полного цикла разработки прибора: расчёта и оптимизации замкнутой оптической схемы источник-спектрометр-детектор, включая расчёт параметров VLS-решётки и (когда это необходимо) вспомогательных зеркал, изготовления VLSрешётки и VLS-спектрометра в целом. В ФИАН имени П.Н. Лебедева накоплен опыт по созданию VLS-спектрометров, совместно с НПО ГИПО заложены основы технологии VLS-решёток с использованием метода интерференционной литографии.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант № 19-12-50059).

#### Список литературы

- Rowland H A Phil. Mag. 13 469 (1882) 1
- 2. Samson J A R Techniques of Vacuum Ultraviolet Spectroscopy (New York: Wiley, 1967) Schumann V Akad. Wissenschaften Wien **102** (2A) 625 (1893)
- 3.
- 4. Mack J E, Stehn J R, Edlén B J. Opt. Soc. Am. 22 245 (1932)
- 5. Edlén B Rep. Prog. Phys. 26 181 (1963); Пер. на русск. яз.: Эдлен Б УФН 89 483 (1966)
- Cornu M A C.R. Acad. Sci. 117 1032 (1893)
- Harada T, Moriyama S, Kita T Jpn. J. Appl. Phys. 14 (S1) 175 (1975)
- 8. Harada T, Kita T Appl. Opt. 19 3987 (1980)
- 9. Kita T et al. Appl. Opt. 22 512 (1983)
- 10. Kita T, Harada T Appl. Opt. 31 1399 (1992)
- Hettrick M C, Underwood J H AIP Conf. Proc. 147 237 (1986) 11.
- Hettrick M C et al. Appl. Opt. 27 200 (1988) 12.
- 13. Underwood J H, Attwood D T Phys. Today 37 (4) 44 (1984); Андервуд Дж Х, Аттвуд Д Т УФН 151 105 (1987)

- 14. Namioka T J. Opt. Soc. Am. 49 446 (1959)
- 15 Рагозин Е Н, Вишняков Е А, Колесников А О, Шатохин А Н Апериодические элементы в оптике мягкого рентгеновского диапазона (Под ред. Е Н Рагозина) (М.: Физматлит, 2018)
- Ragozin E N et al. Proc. SPIE 10235 102350L (2017) 16.
- 17. Вишняков Е А, Колесников А О, Рагозин Е Н, Шатохин А Н Квантовая электрон. **46** 953 (2016); Vishnyakov E A, Koles-nikov A O, Ragozin E N, Shatokhin A N Quantum Electron. **46** 953 (2016)
- 18. Pirozhkov A S et al. Phys. Rev. Lett. 108 135004 (2012)
- 19 Pirozhkov A S et al. New J. Phys. 16 093003 (2014)
- 20.Pirozhkov A S et al. Sci. Rep. 7 17968 (2017)
- 21. Neely D et al. AIP Conf. Proc. 426 479 (1998)
- 22 Koike M et al. Rev. Sci. Instrum. 74 1156 (2003)
- 23 Dinh T H et al. Rev. Sci. Instrum. 87 123106 (2016)
- 24 Terauchi M et al. Microsc. Microanal. 20 692 (2014)
- 25. Terauchi M et al. J. Electron Microsc. 59 (4) 251 (2010)
- 26 Imazono T et al. Appl. Opt. 51 2351 (2012)
- JEOL Ltd. Soft X-ray Emission Spectrometer (SXES), https:// 27. www.jeol.co.jp/en/products/detail/SXES.html Beiersdorfer P et al. *Rev. Sci. Instrum.* **75** 3723 (2004)
- 28
- 29 Dunn J et al. Rev. Sci. Instrum. 79 10E314 (2008)
- 30. Hettrick Scientific, http://hettrickscientific.com/
- 31. Koch J A et al. Phys. Rev. Lett. 68 3291 (1992)
- 32. Underwood J H et al. Proc. SPIE 3150 40 (1997)
- 33. Wang J-J et al. Chinese Phys. C 39 048001 (2015)
- Du L et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A 877 65 (2018) 34.
- 35. Miyake A et al. Proc. SPIE 5037 647 (2003)
- 36. Fuchs O et al. Rev. Sci. Instrum. 80 063103 (2009)
- Chuang Y-D et al. Rev. Sci. Instrum. 88 013110 (2017) 37
- Warwick T et al. J. Synchrotron Rad. 21 736 (2014) 38.
- Dvorak J et al. Rev. Sci. Instrum. 87 115109 (2016) 39.
- Imazono T et al. Appl. Opt. 57 7770 (2018) 40
- Колачевский Н Н, Пирожков А С, Рагозин Е Н Квантовая 41 электрон. 30 428 (2000); Kolachevsky N N, Pirozhkov A S, Ragozin E N Quantum Electron. 30 428 (2000)
- Пирожков A C, Рагозин E H УФН 185 1203 (2015); Pirozhkov A S, 42. Ragozin E N Phys. Usp. 58 1095 (2015)
- Ziegler E et al. Proc. SPIE 3737 386 (1999) 43
- Rife J C et al. Phys. Scr. 41 418 (1990) 44.
- Barbee T W, Bixler J V, Dietrich D D Phys. Scr. 41 740 (1990) 45.
- 46
- Senf F et al. *Opt. Express* **24** 13220 (2016) Sokolov A et al. "High efficiency multilayer coated blazed grating for tender X-rays", in *Physics of X-Ray and Neutron Multilayer* 47. Structures Workshop 2016: PXRNMS Workshop, Enschede, Netherlands, 10 November 2016; https://www.utwente.nl/en/tnw/xuv/ workshops/archive/pxrnm-workshop-2016/oral-presentations/ sokolov-pxrnms-2016-high-efficiency-multilayer-coated-blazedgrating-for-tender-x-rays.pdf

- Hettrick M C, Bowyer S Appl. Opt. 22 3921 (1983) 48
- Hettrick M C et al. Appl. Ôpt. 24 1737 (1985) 49
- Bowyer S et al. Astrophys. J. Suppl. 102 129 (1996) 50
- 51 Sirk M M et al. Astrophys. J. Suppl. 110 347 (1997)
- 52 Craig N et al. Astrophys. J. Suppl. 113 131 (1997)
- The Space Telescope Science Institute (STScI). EUVE All-Sky 53. Survey Results, https://archive.stsci.edu/euve/allsky/results.html
- 54 Poletto L, Tondello G Appl. Opt. 40 2778 (2001)
- Frassetto F et al. Opt. Express 21 18290 (2013) 55.
- 56. Firsov A et al. J. Phys. Conf. Ser. 425 152013 (2013)
- 57. Mitzner R et al. J. Phys. Chem. Lett. 4 3641 (2013) 58
- Erko A et al. Opt. Express 22 16897 (2014) 59 Mantouvalou I et al. Appl. Phys. Lett. 108 201106 (2016)
- 60. Yin Z et al. Opt. Lett. 43 4390 (2018)
- Kando M et al. Phys. Rev. Lett. 103 235003 (2009) 61.
- Вишняков Е А, Шатохин А Н, Рагозин Е Н Квантовая 62. электрон. 45 371 (2015); Vishnyakov E A, Shatokhin A N, Ragozin E N Quantum Electron. 45 371 (2015)
- 63. Вишняков Е А и др. Квантовая электрон. 47 54 (2017); Vishnyakov E A et al. Quantum Electron. 47 54 (2017)
- 64 Shatokhin A N et al. Opt. Express 26 19009 (2018)
- 65. Вишняков Е А и др. Квантовая электрон. 48 916 (2018); Vishnyakov E A et al. Quantum Electron. 48 916 (2018)
- Levashov V E, Mednikov K N, Pirozhkov A S, Ragozin E N Radiat. 66. Phys. Chem. 75 1819 (2006)
- 67. Ragozin E N et al. Proc. SPIE 4782 176 (2002)
- Колесников А О, Вишняков Е А, Рагозин Е Н, Шатохин А Н 68. Квантовая электрон. 50 967 (2020); Kolesnikov A O, Vishnyakov E A, Ragozin E N, Shatokhin A N Quantum Electron. 50 967 (2020)
- 69. Шатохин А.Н. Вишняков Е.А. Колесников А.О. Рагозин Е.Н. Квантовая электрон. 49 779 (2019); Shatokhin A N, Vishnyakov E A, Kolesnikov A O, Ragozin E N Quantum Electron. 49 779 (2019)
- 70. Колесников А О, Вишняков Е А, Шатохин А Н, Рагозин Е Н Квантовая электрон. 49 1054 (2019); Kolesnikov A O, Vishnyakov E A, Shatokhin A N, Ragozin E N Quantum Electron. 49 1054 (2019)
- 71 Harada T et al. J. Jpn. Soc. Precision Eng. 42 888 (1976)
- 72. Hitachi High-Tech America, Inc. Diffraction Gratings, http:// www.hitachi-hightech.com/us/product\_detail/?pn = ana-grating
- 73 Namioka T, Koike M Appl. Opt. 34 2180 (1995)
- 74. Koike M et al. Proc. SPIE 4146 163 (2000)
- 75. Shimadzu. Diffraction Gratings. Laminar-type Replica Diffraction Gratings for Soft X-ray Region, https://www.shimadzu.com/opt/ products/dif/o-k25cur0000006zd0.html
- 76. Lin D et al. J. Synchrotron Rad. 26 1782 (2019)

#### Soft X-ray spectrometers based on aperiodic reflection gratings and their application

E.N. Ragozin<sup>(1,\*)</sup>, E.A. Vishnyakov<sup>(1)</sup>, A.O. Kolesnikov<sup>(1,2)</sup>, A.S. Pirozhkov<sup>(3)</sup>, A.N. Shatokhin<sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> Lebedev Physical Institute, Russian Academy of Sciences, Leninskii prosp. 53, 119991 Moscow, Russian Federation

- <sup>(2)</sup> Moscow Institute of Physics and Technology (National Research University),
- Institutskii per. 9, 141701 Dolgoprudny, Moscow region, Russian Federation
- <sup>(3)</sup> Kansai Photon Science Institute (KPSI), National Institutes for Quantum and Radiological Science and Technology (QST),
- 8-1-7 Umemidai, Kizugawa, Kyoto, 619-0215 Japan

E-mail: (\*) enragozin@gmail.com

This paper is concerned with the history, properties, development, application, and prospects of soft X-ray (2-300 Å) VLS spectrometers, i.e., spectrometers with reflection diffraction gratings whose spacing varies monotonically across the aperture according to a prescribed law (so-called Varied Line-Space (VLS) gratings). An important feature of grazing-incidence VLS spectrometers is that the spectrum is formed on a nearly flat surface perpendicular (or slightly inclined) to the diffracted beams, making them perfectly compatible with modern CCD detectors. VLS spectrometers are employed for the spectroscopy of laboratory and astrophysical plasmas, including the diagnostics of relativistic laser-produced plasmas, for measuring the linewidth of an X-ray laser, for recording the high-order harmonics of laser radiation, and the registering the emission of fast electric discharges and other laboratory X-ray sources. Instruments with VLS gratings are employed to advantage in reflectometry/metrology, X-ray fluorescence analysis, and microscopy with the use of synchrotron, free-electron laser, and laser-produced plasma radiation, as well as in SXR emission spectroscopy, combined with an electron microscope (SXES). Recent years have seen the active development of VLS spectrometers dedicated to the investigation of the electronic structure of different materials and molecules by resonant inelastic X-ray scattering (RIXS) spectroscopy with synchrotron radiation. Among recent trends is the development of VLS gratings with a multilayer reflective coating and extension of the operating spectral range towards 'tender' X-rays ( $\hbar\omega \sim 1.5-6$  keV), some projects aiming to achieve a resolving power  $\lambda/\delta\lambda \sim 10^5$  in the region  $\hbar\omega \sim 1$  keV.

Keywords: soft X-ray radiation, aperiodic reflection diffraction grating (VLS grating), flat-field spectrometer, scanning spectrometer/ monochromator, stigmatic (imaging) spectrometer

PACS numbers: 07.60.-j, 07.85.-m, 07.85.Fv, 07.85.Nc, 07.87.+v, 42.79.-e

Bibliography — 76 references Uspekhi Fizicheskikh Nauk 191 (5) 522-542 (2021) DOI: https://doi.org/10.3367/UFNr.2020.06.038799

Received 25 April 2020, revised 27 June 2020 *Physics – Uspekhi* **64** (5) (2021) DOI: https://doi.org/10.3367/UFNe.2020.06.038799