

Рентгеновские дифракционные решетки на основе многослойных структур

Николай Владимирович Коваленко

Лаб. 9-0

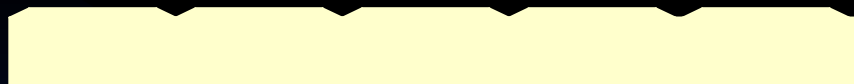
- **Рентгеновские дифракционные решетки на основе многослойных структур новые перспективные элементы рентгеновской оптики. Высокая эффективность дифракции таких структур и высокая диспергирующая способность благодаря сочетанию в МР свойств рентгеновских многослойных зеркал и дифракционных решеток позволяет создавать светосильные схемы приборов со спектральным разрешением $\lambda/\Delta\lambda \sim 10^3 \div 10^4$, что значительно расширить возможности методов диагностики и спектроскопии в рентгеновском диапазоне.**
- **В докладе представляются результаты работы по созданию, теоретическим и экспериментальным исследованиям рентгенооптических свойств рентгеновских дифракционных решеток на основе многослойных структур. Обсуждаются вопросы использования таких решеток в рентгеновских исследованиях.**

Почему рентгеновские многослойные решетки необходимы ?

По крайней мере

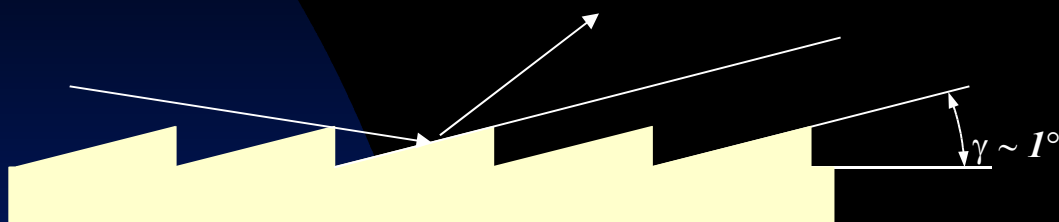
- три условия:
1. **Существование т.н. “трудной области” для мягкого рентгеновского диапазона $\sim 1-3$ кэВ, где нет эффективных диспергирующих элементов. (В этой области спектра дифракционная эффективность МР достигает значений $\sim 10-30\%$, что позволяет создавать светосильные рентгенооптические схемы со спектральным разрешением $\lambda/\Delta\lambda \sim 10^3 \div 10^4$)**
 2. **Многослойные решетки – мощная альтернатива кристаллам в области жестких энергий рентгеновского излучения, благодаря их полихроматическим свойствам.**
 3. **Высокая радиационная стойкость многослойной оптики отвечает требованиям появляющихся в последнее время мощных источников рентгеновского излучения**

Рентгеновские дифракционные решетки



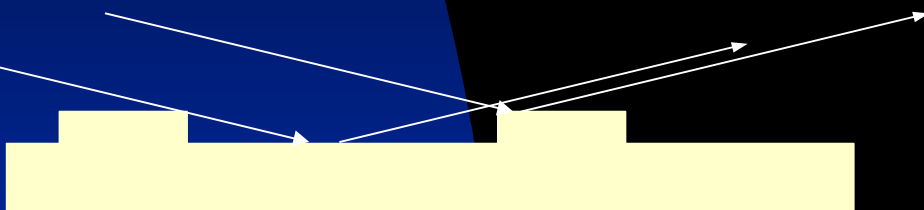
до 100 эВ

Обычные дифракционные решетки при скользящем падении



до 500 эВ (10%)

Дифракционные решетки с углом блеска (для рентгеновской области появились с 1970)

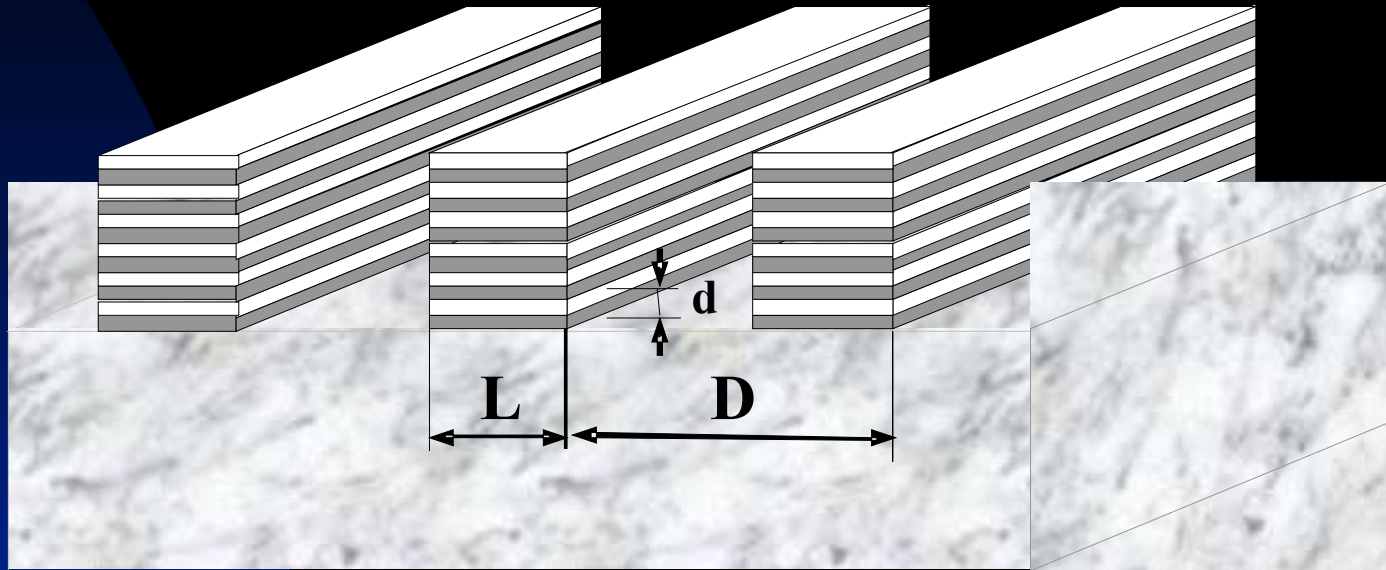


до 1500 эВ

Фазовые дифракционные решетки скользящего падения

Существует простое решение для продвижения потенциала дифракционных решеток в область энергий рентгеновского излучения 1-10 кэВ и выше -

многослойные дифракционные решетки!



- Многослойные дифракционные решетки с наибольшей дифракционной эффективностью – это травленные многослойные решетки. Такие решетки изготавливаются путем травления высококачественного рентгеновского многослойного зеркала

Дифракция рентгеновского излучения на многослойной решетке

Брэгговская дифракция на многослойном зеркале

(Нормализованный закон Вульфа-Брэгга)

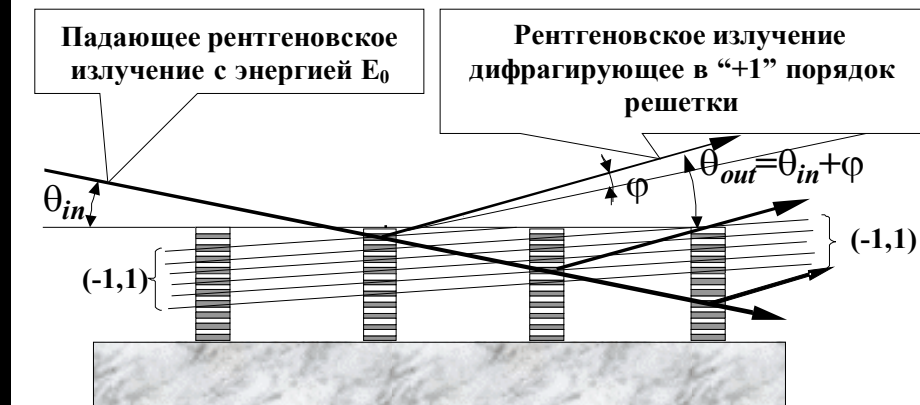
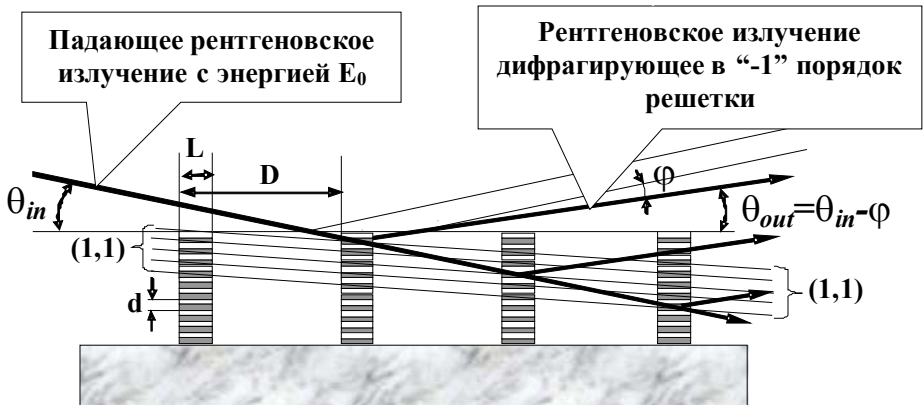
$$\lambda \cdot m = d \cdot [R(\theta_{in}) \cdot \sin(\theta_{in}) + R(\theta_{out}) \cdot \sin(\theta_{out})],$$

($m = 1, 2, \dots$)

Условие дифракции на плоской решетке

$$\lambda \cdot p = D \cdot [\cos(\theta_{in}) - \cos(\theta_{out})]$$

($p = 0, \pm 1, \pm 2, \dots$)



Основные свойства рентгеновских многослойных решеток:

- Ширина спектра диспергируемого МР при фиксированном угле падения излучения на решетку определяется числом рабочих слоев многослойного зеркала – M , $\Delta E|_{\text{range}} \sim E_0/M$.
- Предельное спектральное разрешение определяется числом рабочих штрихов решетки- N , $\Delta E \sim E_0/N$.
- При фиксированном угле падения излучения на МР - θ_{in} , угловая дисперсия МР определяется периодом решетки- D и углом дифракции- θ_{out} : $\Delta\theta_{out}/\Delta\lambda \sim 1/[D \cdot \sin(\theta_{out})]$ (подобно обычной дифракционной решетке)

Что необходимо для развития оптики многослойных решеток?

Необходимо развить комплекс методов связанных с изготовлением МР и исследованием их рентгенооптических свойств

Создание высококачественных МР :

Напыление рентгеновских многослойных зеркал:

- изготовление рентгеновских подложек с величиной микрошероховатости $\sim 0.3-0.6$ nm
- напыление многослойного покрытия (методы магнетронного и лазерного напыления)

Изготовление структуры травленной многослойной решетки:

- голографическая литография для создания на поверхности многослойного зеркала плоской дифракционной решетки
- реактивное ионно-лучевое травление

Методы исследования свойств многослойных структур:

Теоретические исследования:

- применение компьютерных программ для численного моделирования дифракционных свойств многослойных структур;

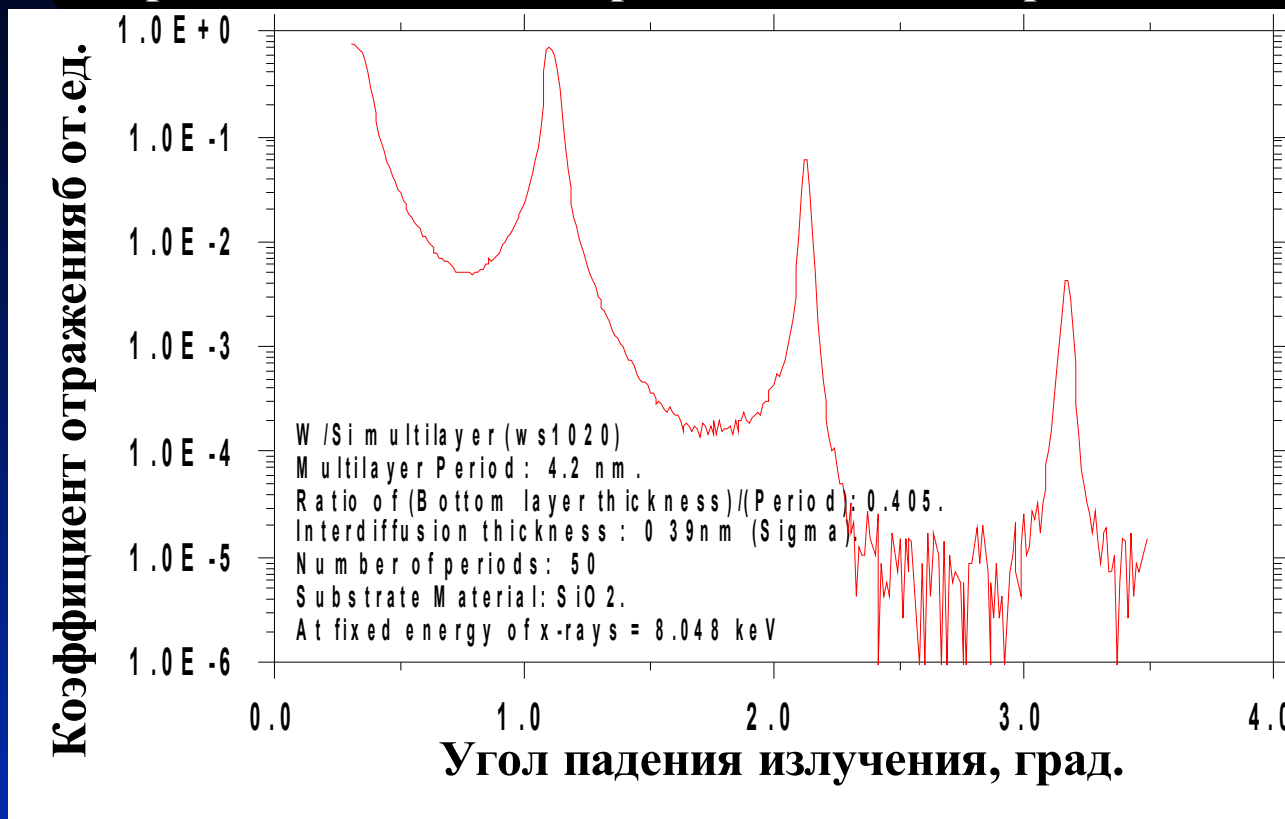
Экспериментальные методы:

- методы исследования качества поверхности
- малоугловая дифрактометрия в жесткой рентгеновской области (зеркальное и диффузное рассеяние) на базе лабораторных дифрактометров и с использованием СИ;
- дифрактометрия в мягком рентгеновском диапазоне спектра (0.1-3 кэВ)
- методы исследования внутренней структуры на атомной шкале с использованием методов методов EXAFS-спектроскопии и рентгеновской дифракции

Изготовление МР

Многослойные зеркала для МР

Оптимальные многослойные зеркала для создания травленных МР определяются как оптическими константами материалов слоев в выбранном спектральном диапазоне, так и технологичностью напыления высококачественных зеркал и изготовления из них МР. Для рентгеновского излучения с энергией 1-1.7 и 2.5-10 кэВ оптимальными зеркалами является зеркала на основе пары **W** и **Si**



Угловая зависимость коэффициента отражения излучения с энергией 8.048 кэВ от W/Si многослойного зеркала, изготовленного с помощью магнетронного напыления.

Изготовление МР

Получение маски плоской решетки

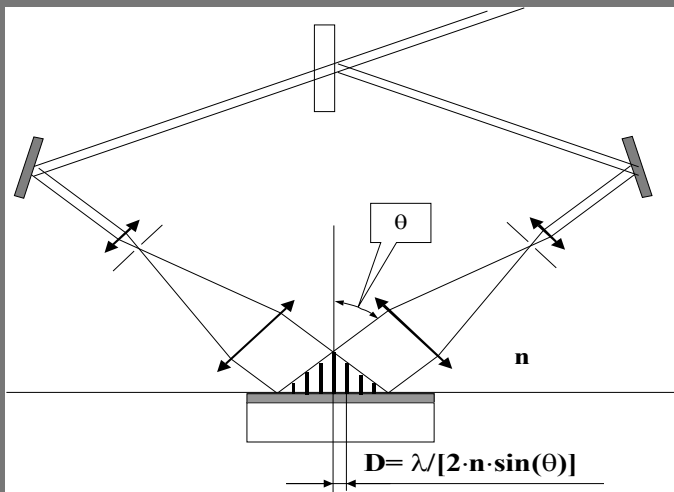
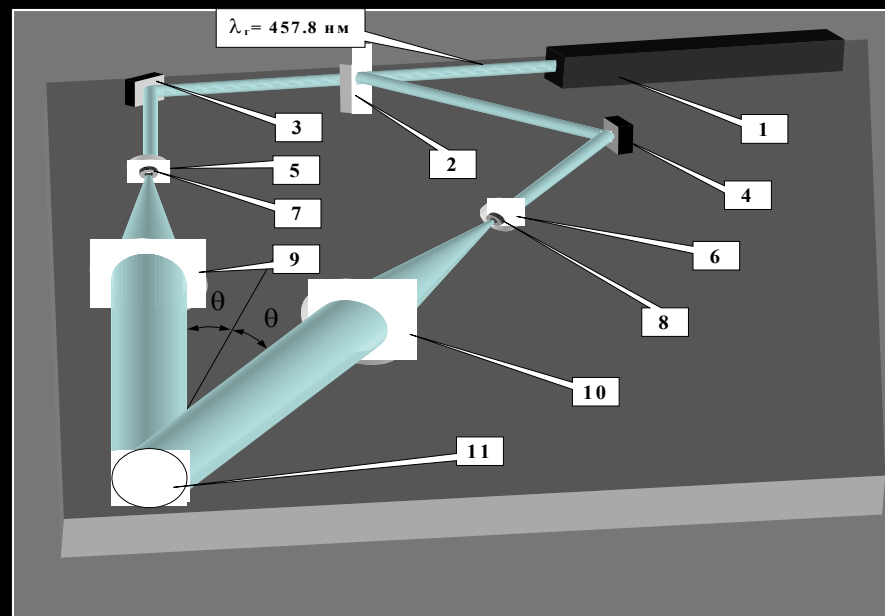


Схема голографической экспозиции

Маска плоской решетки на поверхности многослойника создается следующим образом: На поверхность готового зеркала напылялся слой Cr, являющийся “стоп-слоем” для реактивного ионного травления. Далее на Cr наносится слой позитивного фоторезиста. Затем проводилась голографическая экспозиция с использованием излучения коммерческого Ar^+ -ионного лазера ($\lambda = 457.8$ nm). После экспозиции фоторезист проявлялся в 0.5% р-ре КОН. Далее проводилось химическое травление слоя Cr в р-ре сернокислого церия.



Изготовление МР

Установка для проведения процесса ионно-лучевого травления

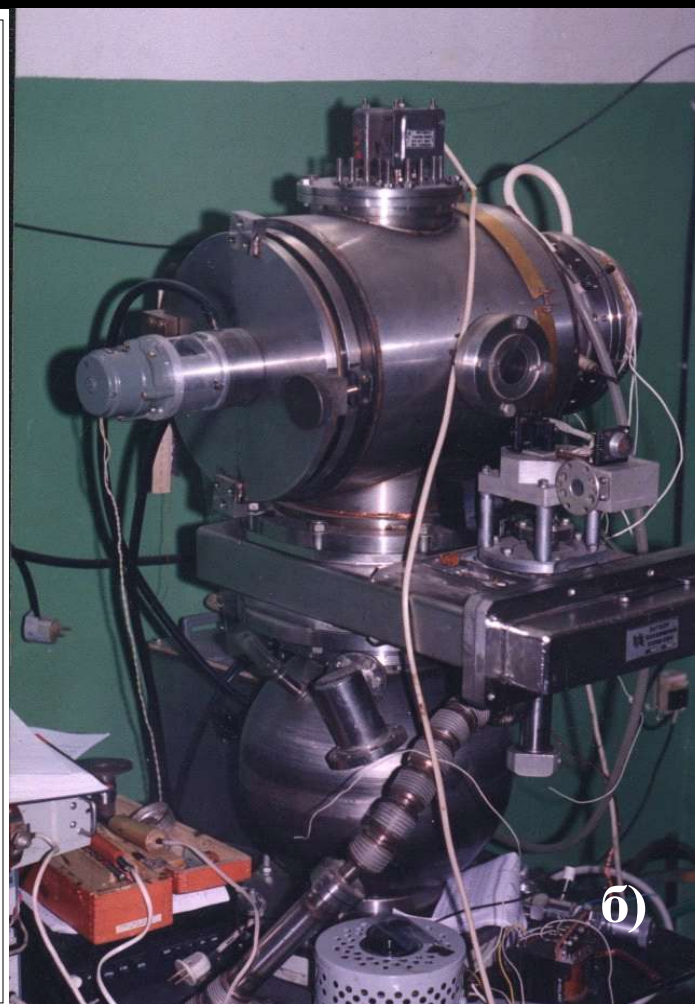
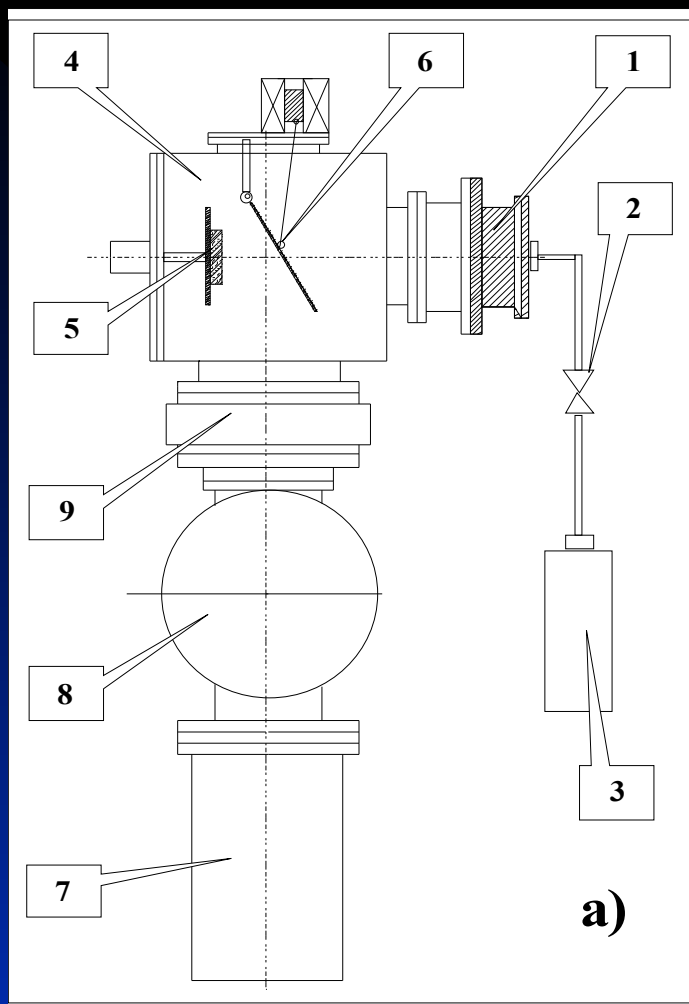


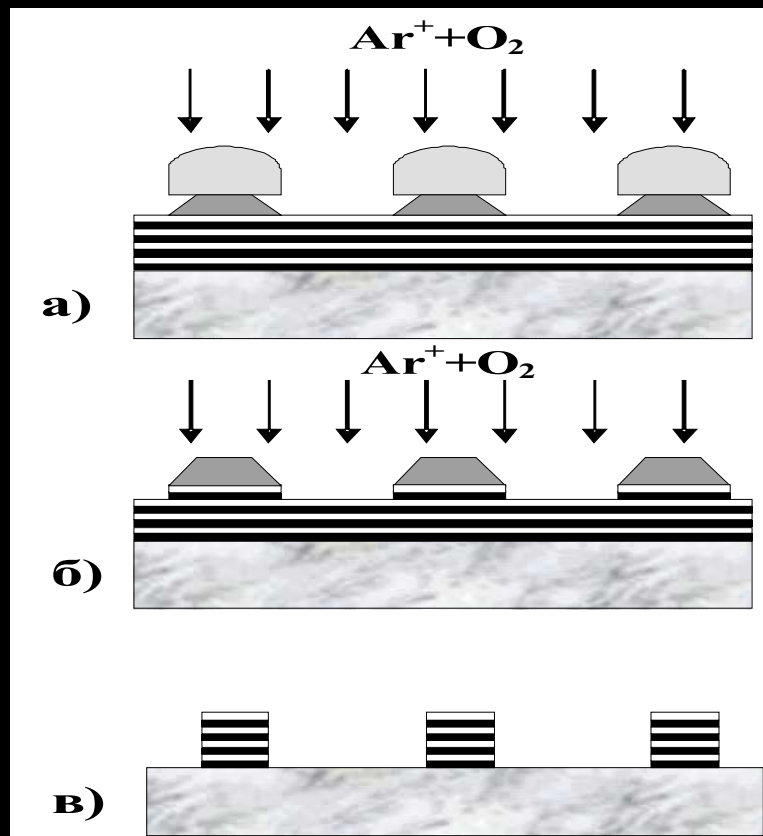
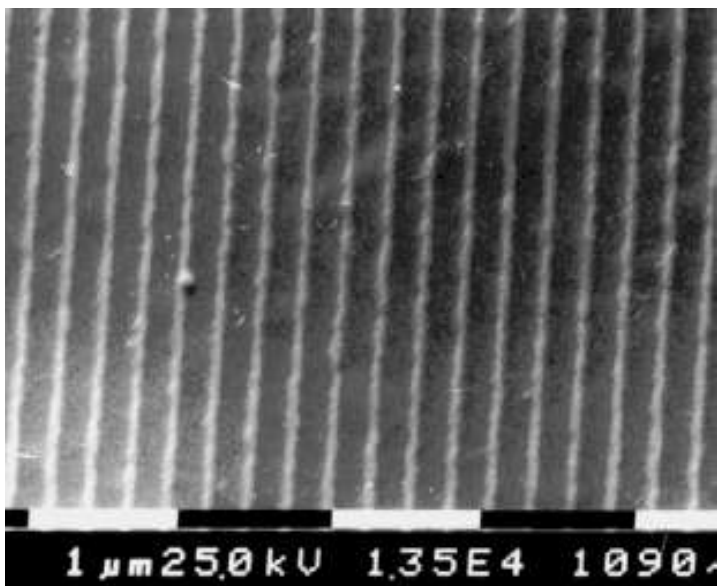
Рис. а)- Схема установки ионно-лучевого травления. б)- фотография общего вида установки.

Изготовление МР

Реактивное ионно-лучевое травление

Параметры процесса:

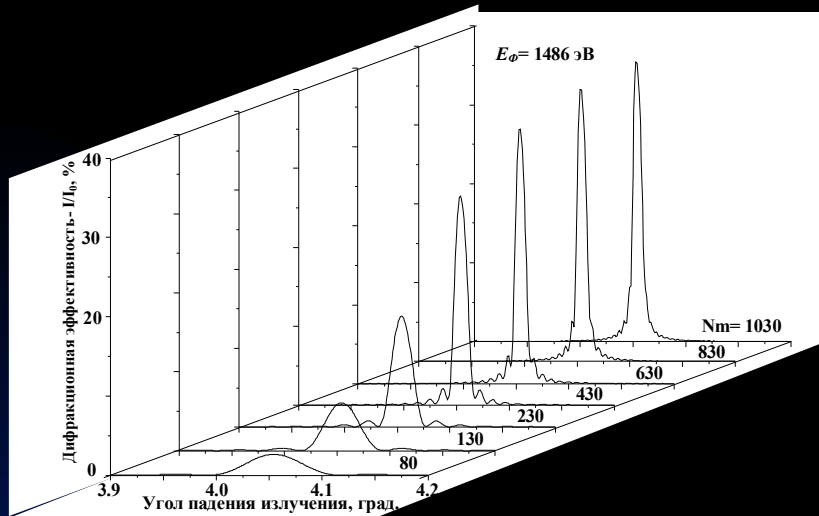
- пучок ионов из плазмы $\text{Ar}+\text{O}_2$
- энергия ионов ~ 1000 эВ
- плотность ионного тока $\sim 0.5-1.0$ мА/см²
- диаметр пучка ионов ~ 60 мм
- неоднородность ионного тока по диаметру пучка $\sim \leq 5\%$
- время травления $\sim 10-15$ мин.



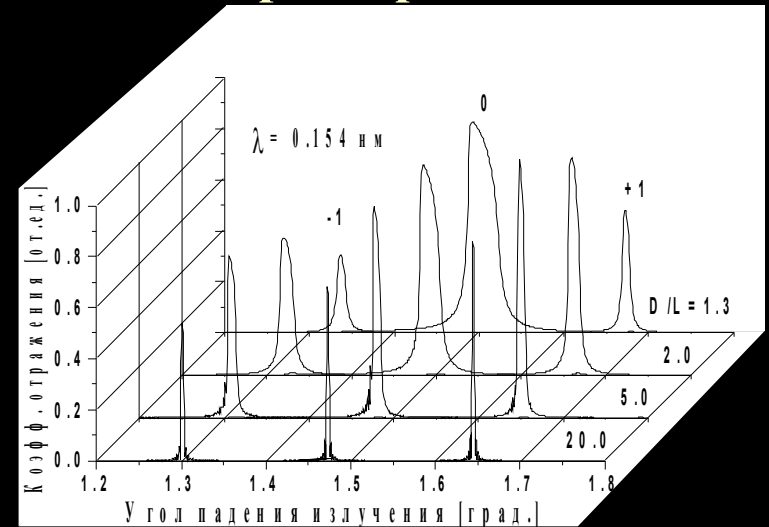
Процесс реактивного ионно-лучевого
травления МР

Фотография, полученная на сканирующем электронном микроскопе Ti/Ve многослойной решетки

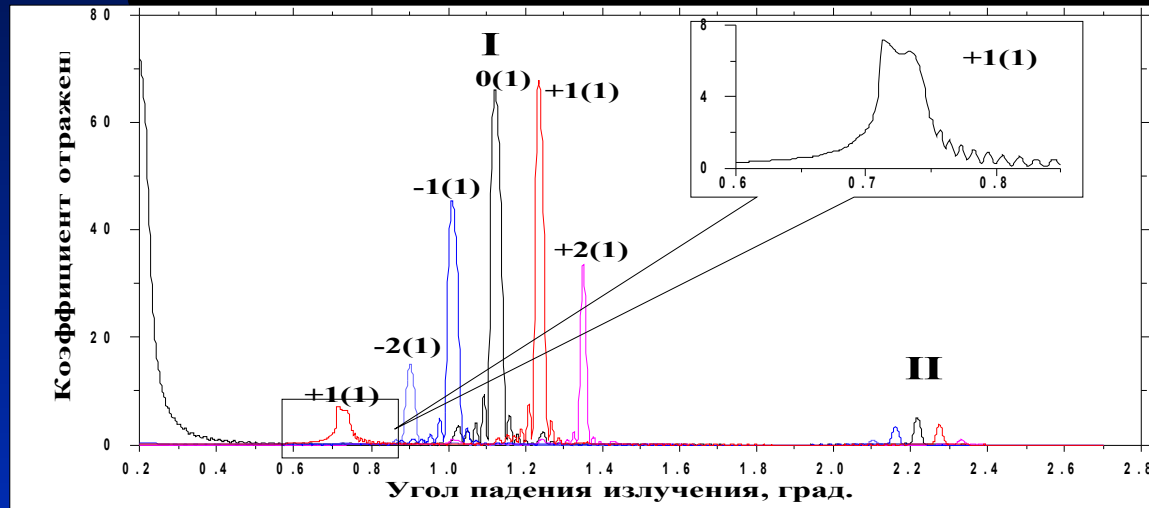
Численное моделирование дифракционных характеристик МР



Зависимость дифракционной эффективности “-1” дифракционного порядка от угла падения излучения с энергией 1486 эВ для Ве/С травленной МДР при различном числе слоев многослойного покрытия.



Расчитанные кривые дифракционной эффективности порядков гипотетической W/Si МДР в зависимости от угла падения для различных отношений D/L



Зависимость дифракционной эффективности W/Si многослойной решетки от угла падения излучения с энергией 8.05 кэВ. (Параметры решетки: период решетки 2 мкм, общее число периодов многослойника $N = 1000$, период многослойника $d = 4.5 \text{ нм}$.)

Исследование рентгенооптических свойств МР

Экспериментальное исследование дифракционных характеристик МР в жестком рентгеновском диапазоне спектра

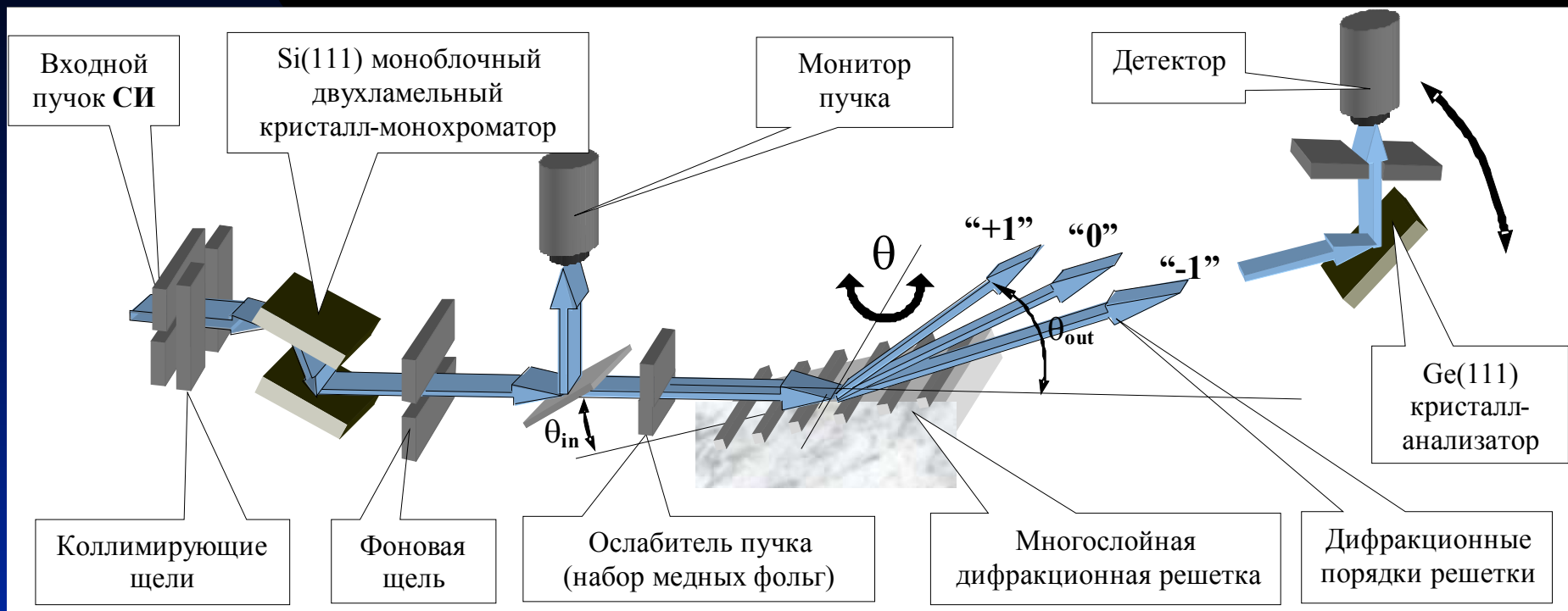
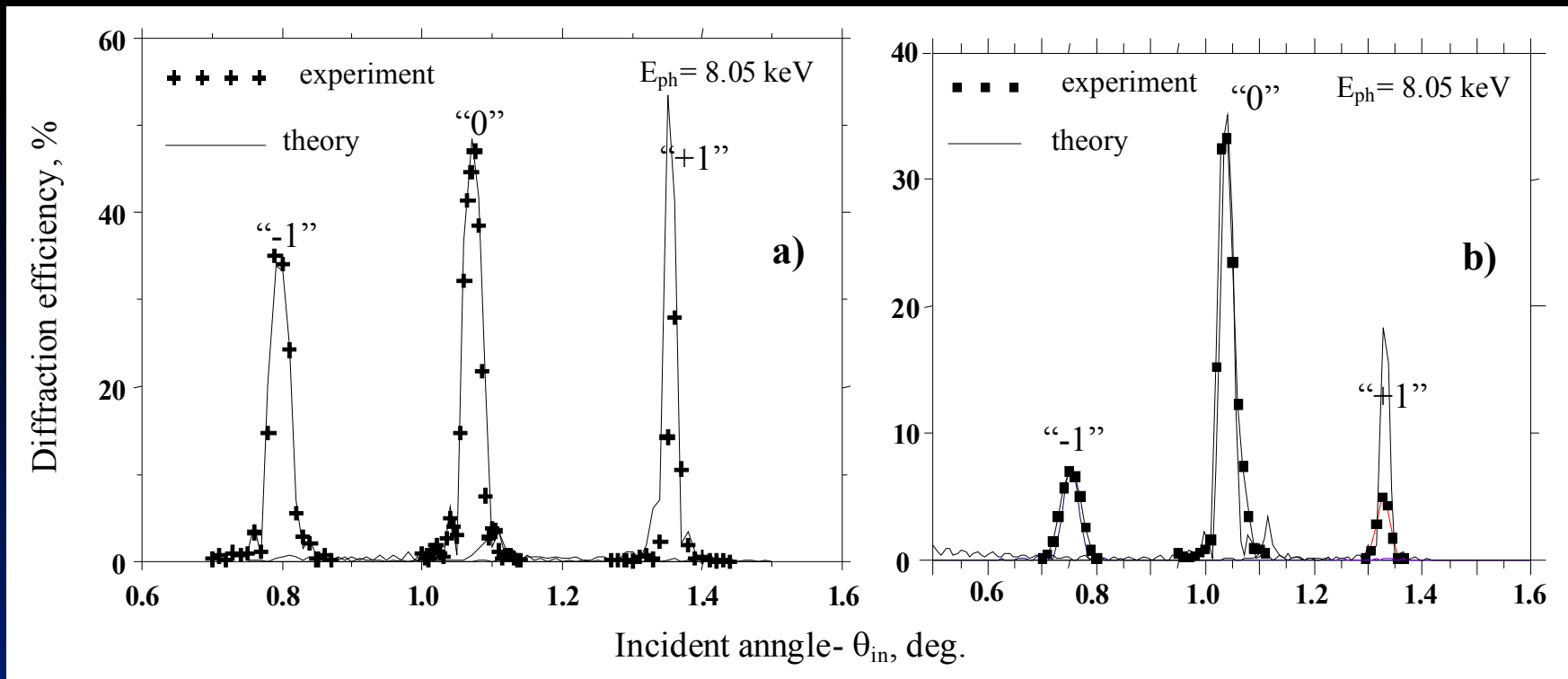


Схема исследований с использованием СИ на станции “Аномальное рассеяние” ускорителя ВЭПП-3.

Экспериментальные результаты



Экспериментальные и расчетные зависимости дифракционной эффективности “0”, “ ± 1 ” порядков МР от угла падения рентгеновского излучения ($E=8.05$ кэВ).

a)- W/Si МР, b)- Ni/C МР.

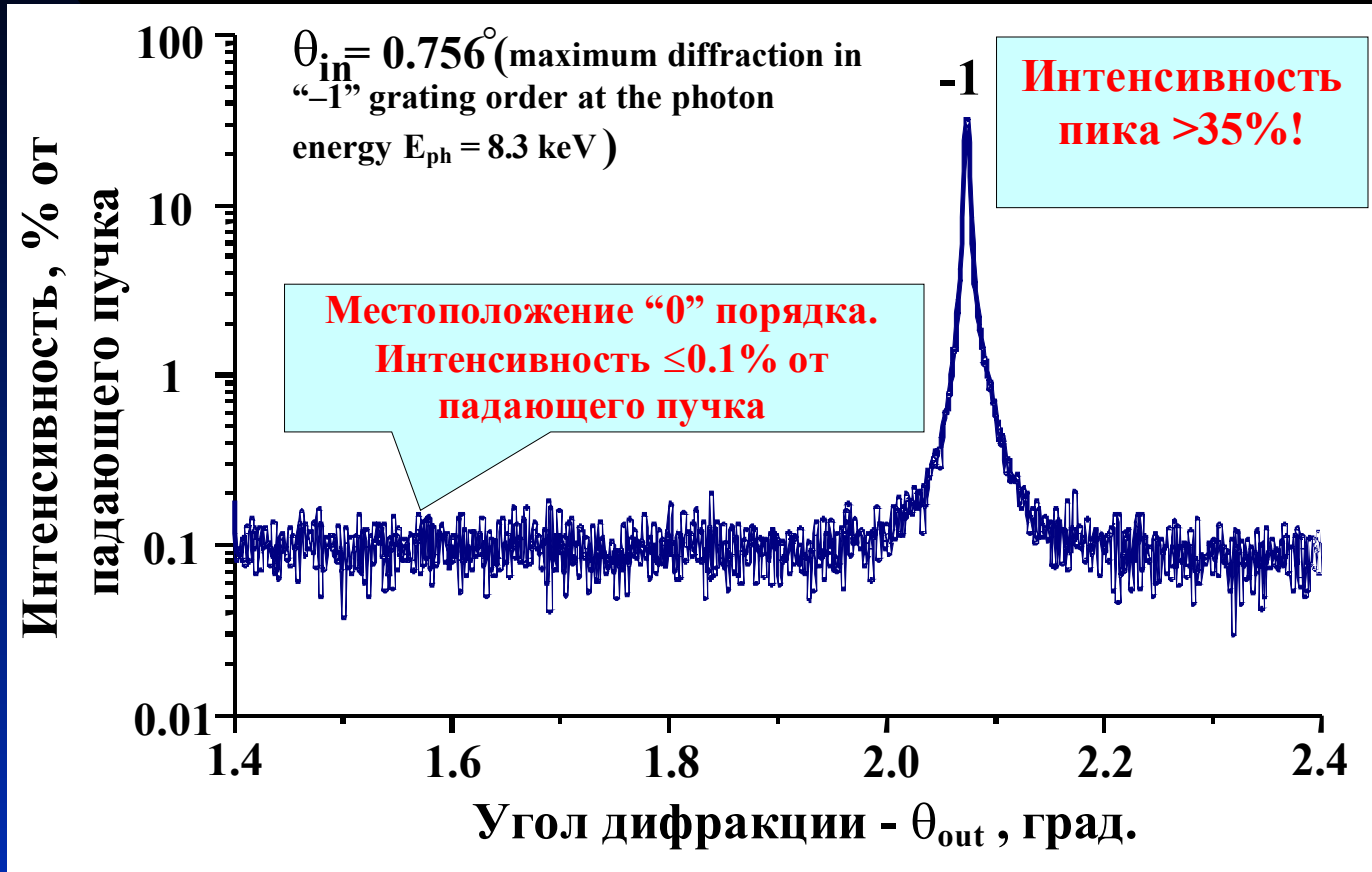
Параметры МР, полученные из численного моделирования приведенных экспериментальных кривых и угловых зависимостей коэффициентов отражения многослойных зеркал, из которых были изготовлены эти решетки.

1) W/Si МР (WS1020): период решетки D – 847 nm, отношение ширины многослойного штриха к периоду D/L – 3, период многослойного зеркала d - 4.2 nm, число периодов зеркала – 50, отношение толщины слоя W к периоду зеркала 0.4.

2) Ni/C МР (MDG-7): период решетки D – 837 nm, отношение ширины многослойного штриха к периоду D/L – 2, период многослойного зеркала d - 4.33 nm, число периодов зеркала – 35, отношение толщины слоя W к периоду зеркала 0.4.

Экспериментальные результаты

Угловое распределение рентгеновского излучения дифрагирующего в “-1” порядок W/Si многослойной решетки.

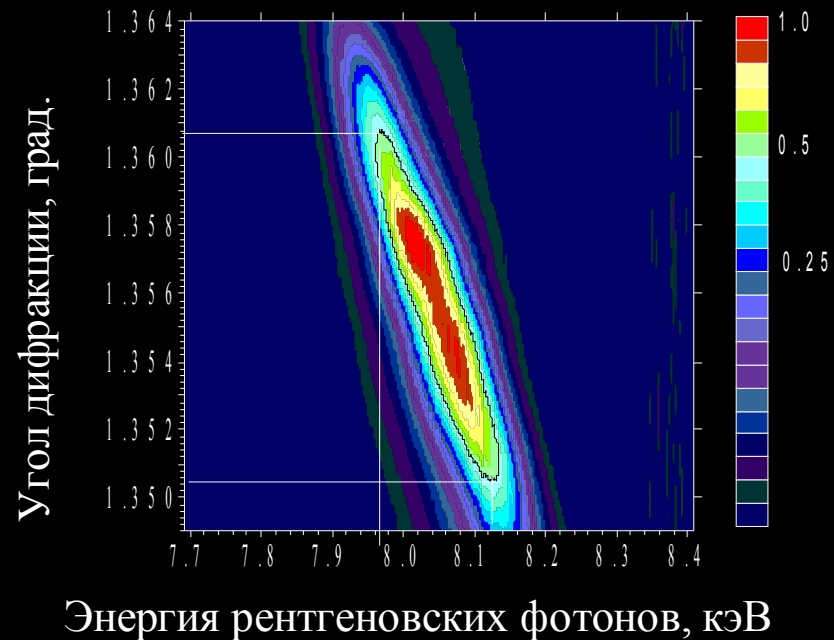


Экспериментальные результаты

Дисперсионные свойства W/Si МР (WS1020) в жесткой области энергий рентгеновского излучения (7-9 кэВ)

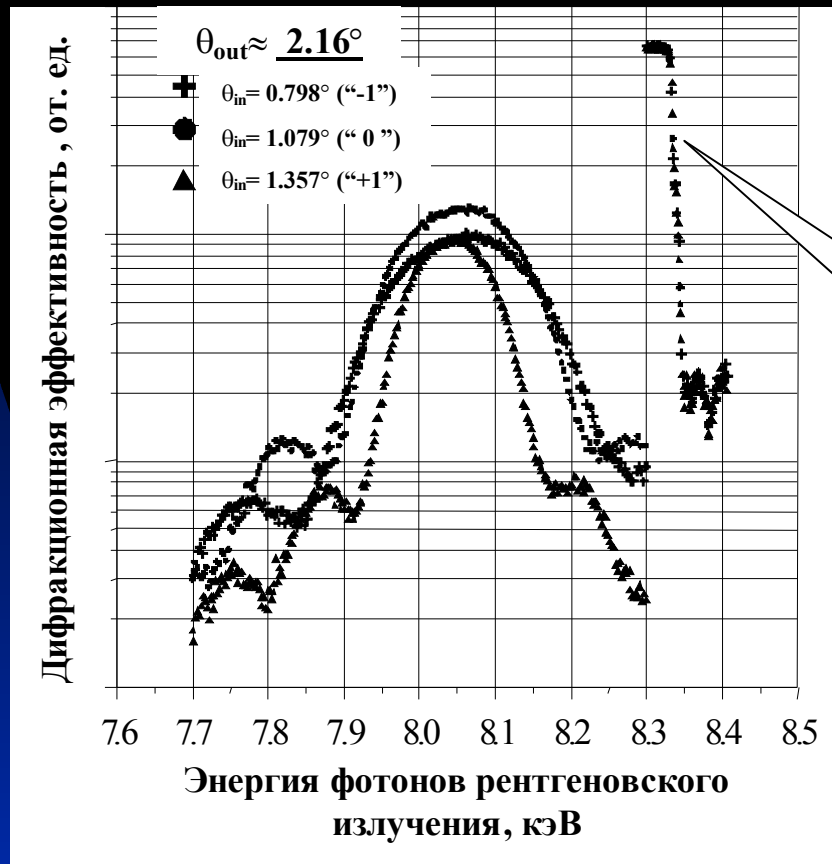
Карта углового распределения дифрагирующего рентгеновского излучения в “-1” порядок W/Si МР при различных энергиях падающих фотонов. Угол падения излучения на решетку был постоянным и соответствовал максимуму дифракции излучения с энергией 8.05 кэВ.

Рабочая область энергий рентгеновского излучения $\Delta E \sim 160$ эВ. Это соответствует области углов дифракции - $\Delta\theta_{\text{diff}} \sim 0.01^\circ$. Угловая дисперсия $\Delta\theta_{\text{diff}}/\Delta E \approx 6.25 \cdot 10^{-5}$ град/эВ



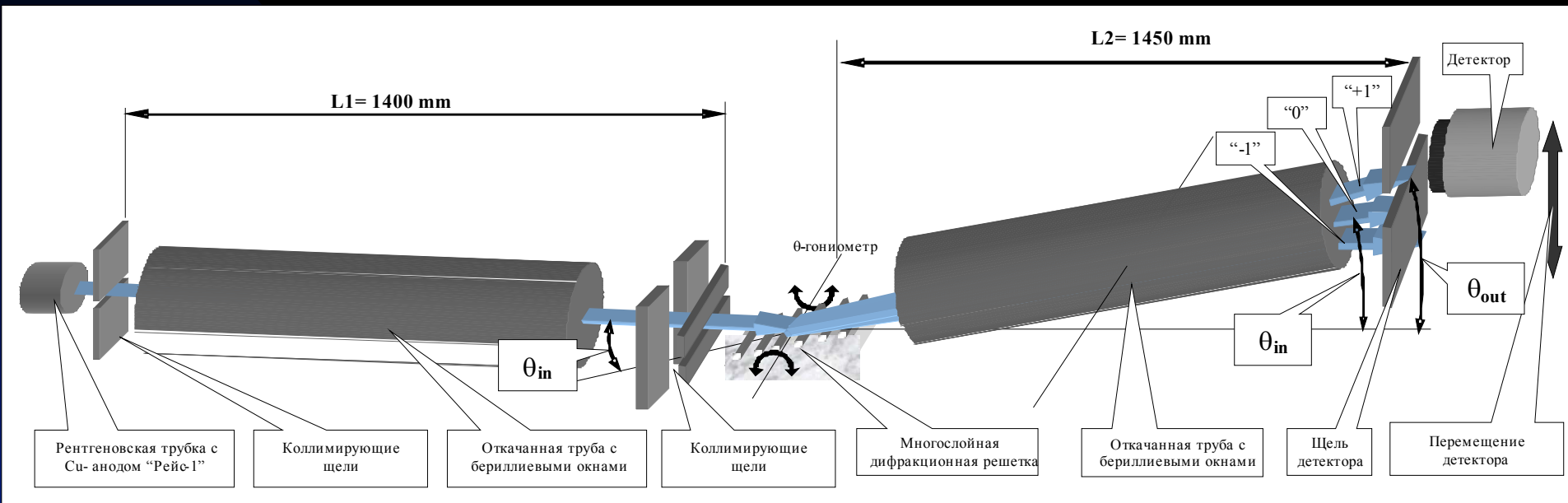
Экспериментальные результаты

Ширина рабочей области энергий рентгеновского излучения - $\Delta E|_{\text{range}}$ для
“0”, “±1” дифракционных порядков W/Si MP



Точка калибровки - К-
край поглощения Ni
E=8.333 кэВ

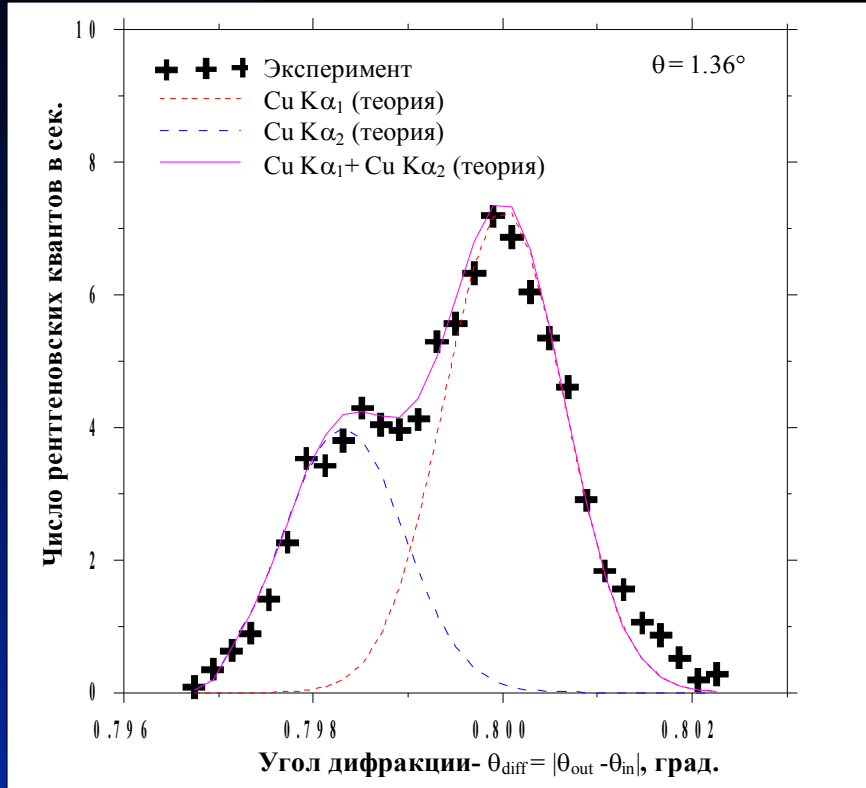
Применение W/Si MP для регистрации характеристического спектра рентгеновской трубки с медным анодом в области жестких энергий рентгеновского излучения ($E \sim 8.05$ кэВ)



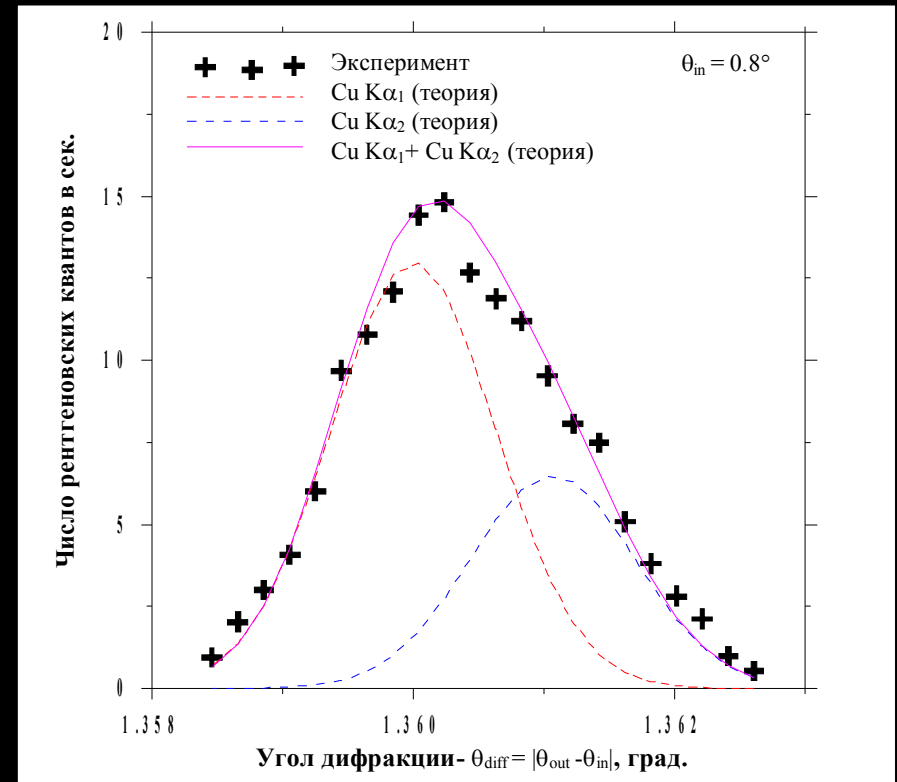
Рентгенооптическая схема стенда для регистрации характеристических линий рентгеновской трубки в жесткой области спектра.

Экспериментальные результаты

Спектр характеристических линий рентгеновской трубки с медным анодом Cu K_{α_1} и Cu K_{α_2} , полученный с помощью W/Si MP



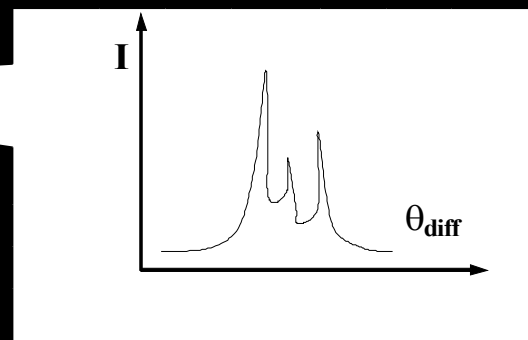
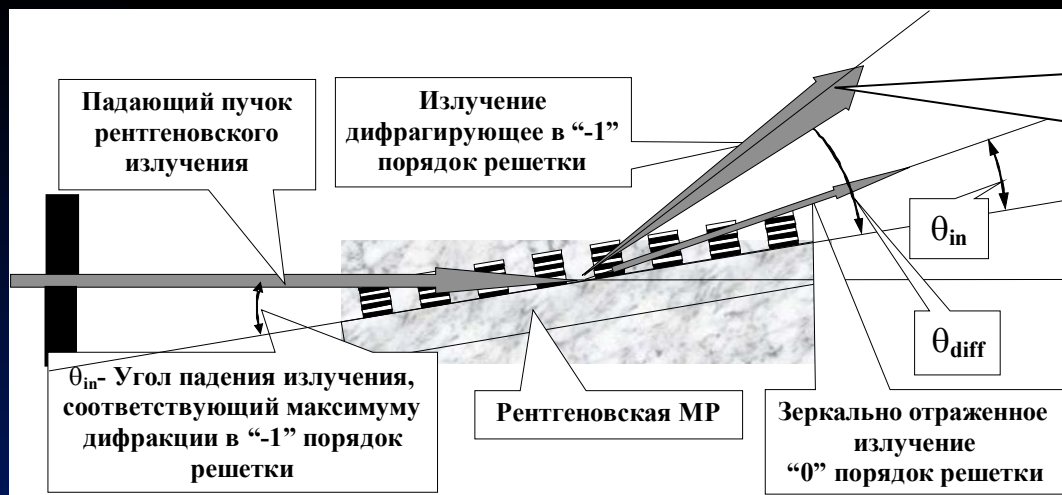
Спектр полученный при максимуме дифракции в “+1” порядок W/Si MP - WS1020



Спектр, полученный при максимуме дифракции в “-1” порядок W/Si MP - WS1020

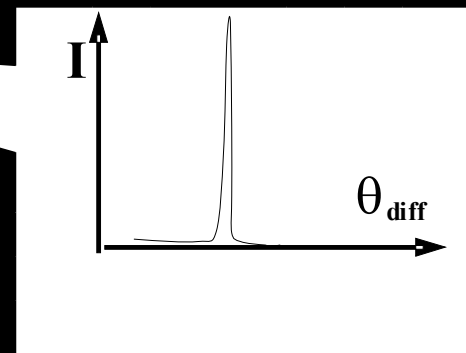
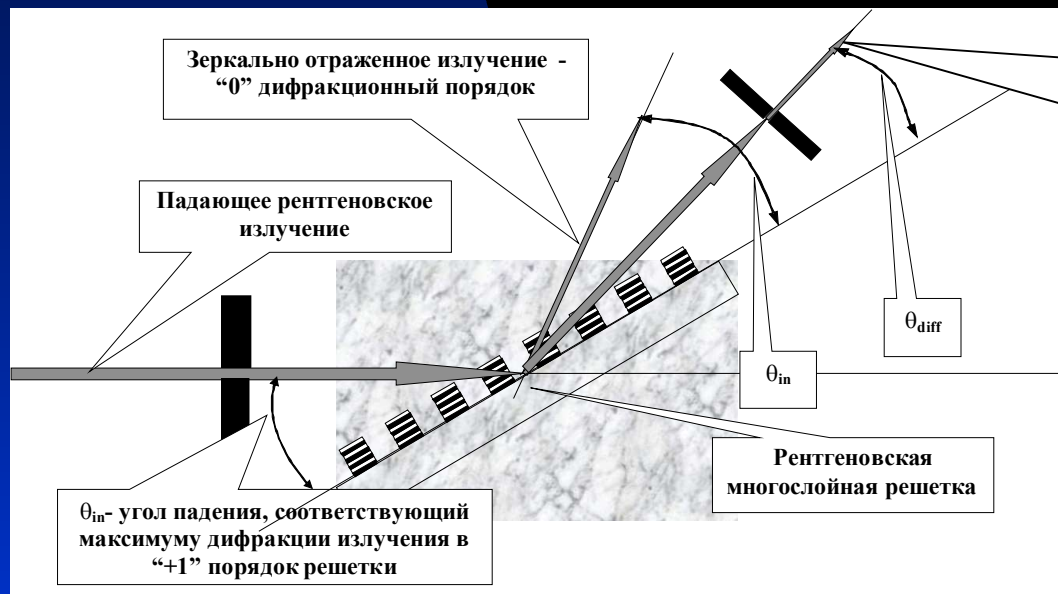
Расположение МР в различных рентгенооптических схемах

Полихроматор – одновременная регистрация широкой области спектра



Положение МР в схеме для максимума дифракции в "-1" порядок решетки

Монохроматор – выделение узкой области спектра



Положение МР в схеме для максимума дифракции в "+1" порядок решетки

Основные преимущества рентгеновских многослойных решеток в жестком рентгеновском диапазоне

Энергия рентгеновского излучения ~5-10 кэВ и выше

- МР, как полихроматические элементы, во многих случаях являются предпочтительной заменой монокроматическим кристаллам. МР позволяют одновременно разлагать в спектр полихроматическое рентгеновское излучение. Это дает возможность создавать новые светосильные рентгенооптические схемы для “немонокроматических” спектральных методик
- радиационная стабильность при высокой интенсивности рентгеновского излучения

Исследование свойств МР в мягком рентгеновском диапазоне спектра, с использованием характеристического излучения углерода $E = 280$ эВ ($C K_{\alpha}$)

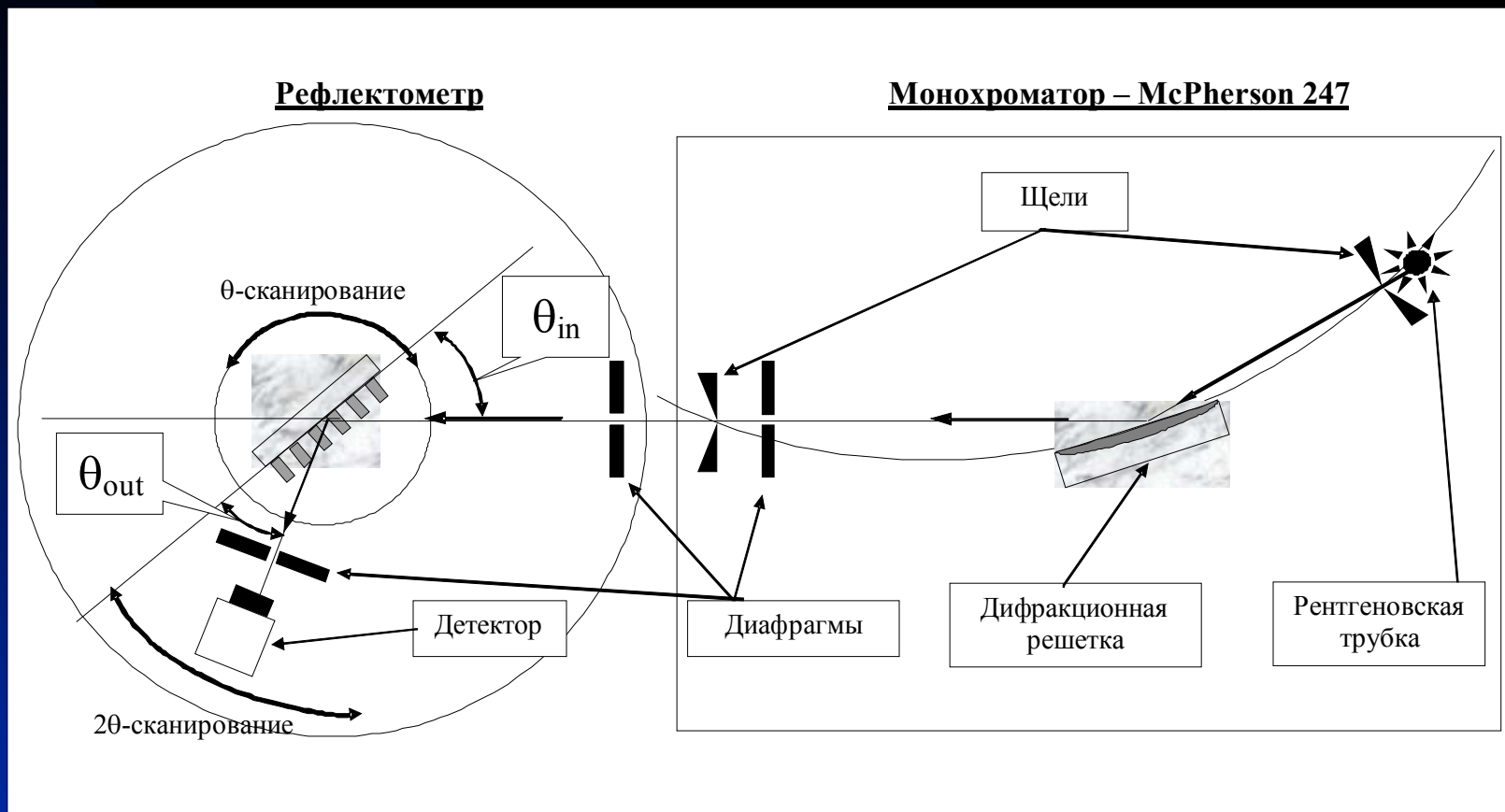


Рис. Схема исследований рентгенооптических характеристик МР в мягком рентгеновском диапазоне спектра электромагнитного излучения.

Экспериментальные результаты

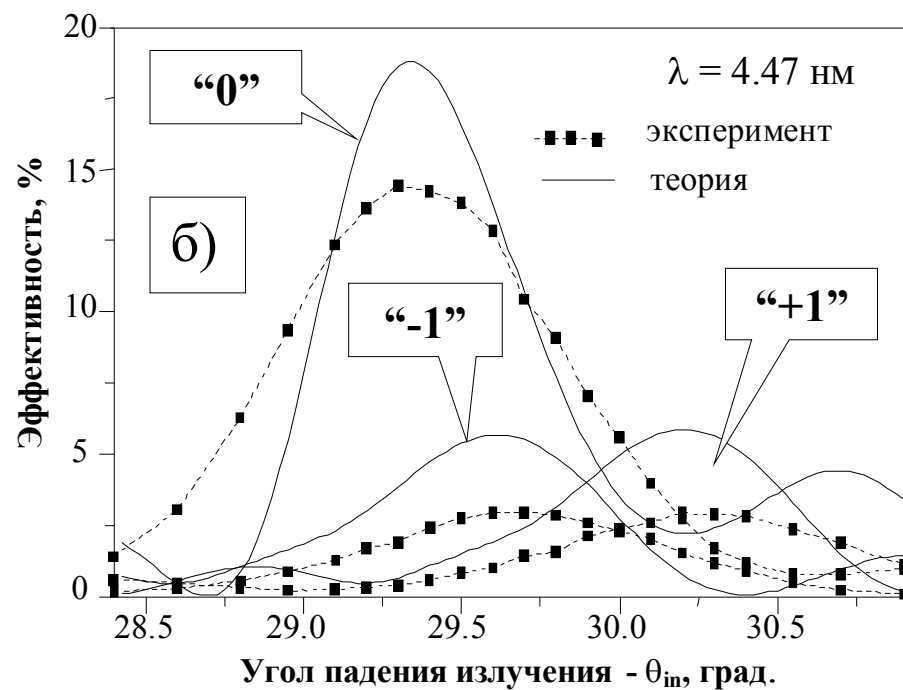
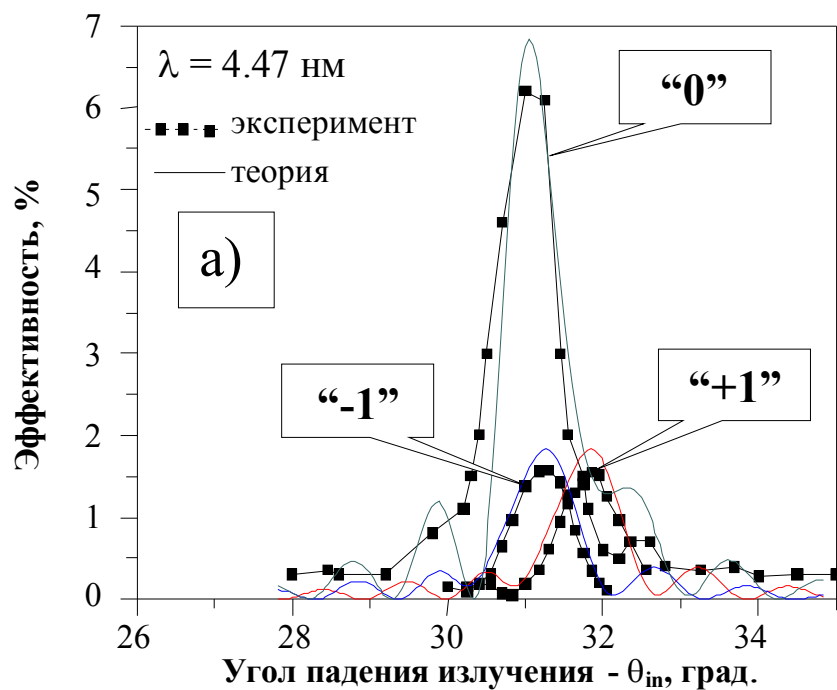


Рис. Угловые зависимости эффективностей “0”, “±1” дифракционных порядков для Ni/C МДР в области ультрамягкого рентгеновского излучения (СК α E-280 эВ). а) – для решетки с периодом 839 нм “MDG-7”, б)- решетка с периодом 870 нм (“MDG-5”).

Экспериментальные результаты

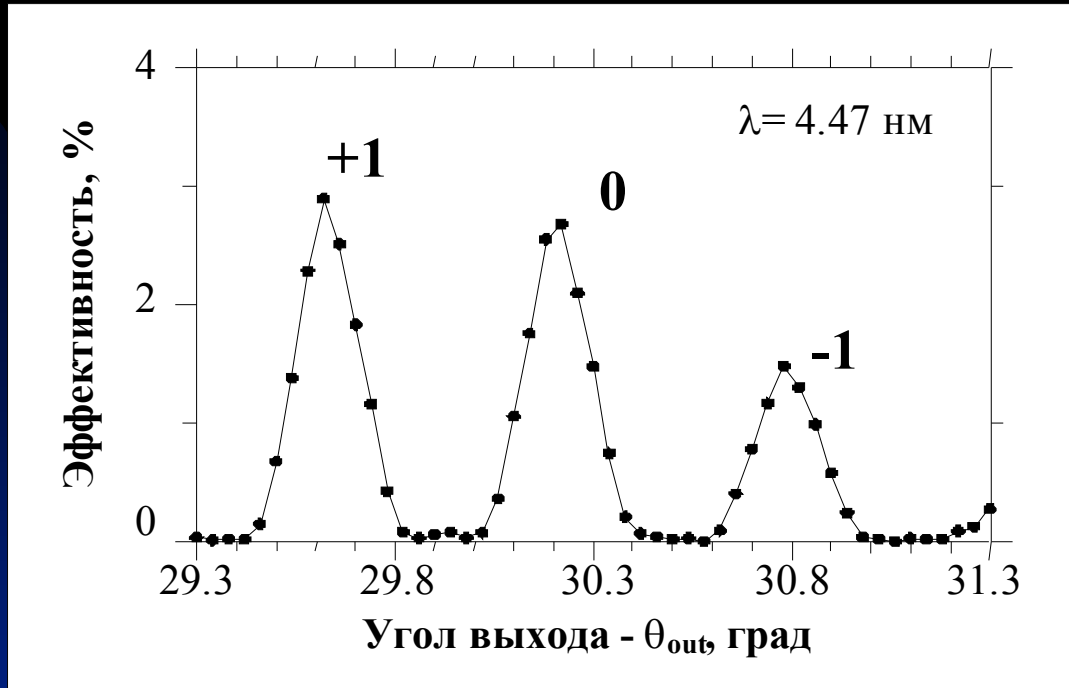
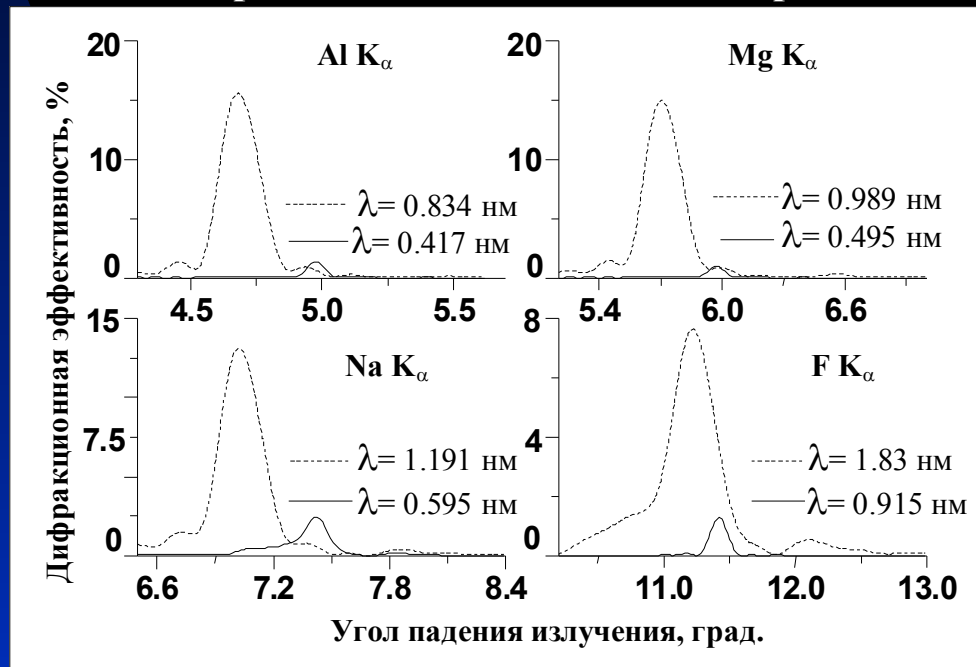


Рис. Угловое распределение дифрагирующего в порядке Ni/C МДР. Угол падения излучения на решетку $\theta_{in} = 30.2^\circ$ соответствует максимальной эффективности "+1" порядка.

Возможности МР для спектроскопии мягкого рентгеновского диапазона

Основные преимущества МР мягкой области спектра рентгеновского излучения 1-3 кэВ

- замена традиционных дифракционных решеток, кристаллов и многослойных зеркал
- возможность получения высокого спектрального разрешения $\lambda/\Delta\lambda \sim 10^3 \div 10^4$
- высокая дифракционная эффективность до 10-40%
- низкий фон рассеянного излучения
- для МР практически отсутствует проблема высоких порядков дифракции, благодаря дисперсии оптических констант материалов слоев
- радиационная стабильность при высокой интенсивности рентгеновского излучения



Расчетные данные угловой зависимости W/Si МР для излучения отдельных характеристических линий в мягком рентгеновском диапазоне спектра 500-1500 эВ

Таблица: Сравнительные данные по спектральному разрешению и интегральному коэффициенту отражения в мягком рентгеновском диапазоне 500-1500 эВ для кристаллов КАР, рентгеновских дифракционных решеток и W/Si многослойных решеток

| Дисперсионный элемент | Рабочая длина волны [нм] | Максимальный коэфф. отражения [%] | Интегральный коэфф. отражения [мкрад] | Оптимальная угловая апертура [мрад] | Максимальное Спектральное разрешение $\lambda/\Delta\lambda$ ($\times 10^3$) |
|---|--------------------------------------|-----------------------------------|---------------------------------------|-------------------------------------|--|
| МДР | 0.834 (Al K α 1.486кэВ) | 15 | 263 | 1.75 | 31.8 |
| Кристалл КАР | | — | — | — | ≈ 1 |
| Дифракционная решетка скользящего падения | | 1.9 | 11 | 0.58 | 10.6 |
| МДР | 0.989 (Mg K α 1.254кэВ) | 15 | 348 | 2.32 | 42 |
| Кристалл КАР | | 15 | 76 | 0.507 | 0.79 |
| Дифракционная решетка скользящего падения | | 3.5 | 23.8 | 0.68 | 12.4 |
| МДР | 1.19 (Na K α 1.041 кэВ) | 13 | 458 (430*) | 3.52 (3.33*) | 63.9 (60.6*) |
| Кристалл КАР | | 10 | 75 | 0.75 | 0.66 |
| Дифракционная решетка скользящего падения | | 5.6 | 47.6 | 0.85 | 15.45 |
| МДР | 1.83 (F K α 0.677кэВ) | 8 | 606 (260*) | 7.77 (3.33*) | 141.2 (60.6*) |
| Кристалл КАР | | 2 | 49 | 2.45 | 0.38 |
| Дифракционная решетка скользящего падения | | 5.9 | 75.5 | 1.28 | 23.3 |

*- значения полученные для ширины рабочей области решетки 20 мм.

Параметры W/Si МР: период D= 330 нм, период многослойного зеркала d= 4.5 нм, отношение толщины слоя W к периоду многослойного зеркала 0.4, отношение периода решетки к ширине штриха D/L= 2, радиус кривизны подложки R= 6 м

Основные преимущества МР мягкой области спектра рентгеновского излучения 1-3 кэВ

- замена традиционных дифракционных решеток, кристаллов и многослойных зеркал
- возможность получения высокого спектрального разрешения $\lambda/\Delta\lambda \sim 10^3 \div 10^4$
- высокая дифракционная эффективность до 10-40%
- низкий фон рассеянного излучения
- для МР практически отсутствует проблема высоких порядков дифракции, благодаря дисперсии оптических констант материалов слоев
- радиационная стабильность при высокой интенсивности рентгеновского излучения

Проблемы с применением МР в мягкой рентгеновской области:

- уменьшение дифракционной эффективности травленных МР при энергиях излучения менее 1000 ЭВ, *(Это происходит в следствии высокого поглощения излучения в материале решетки.*

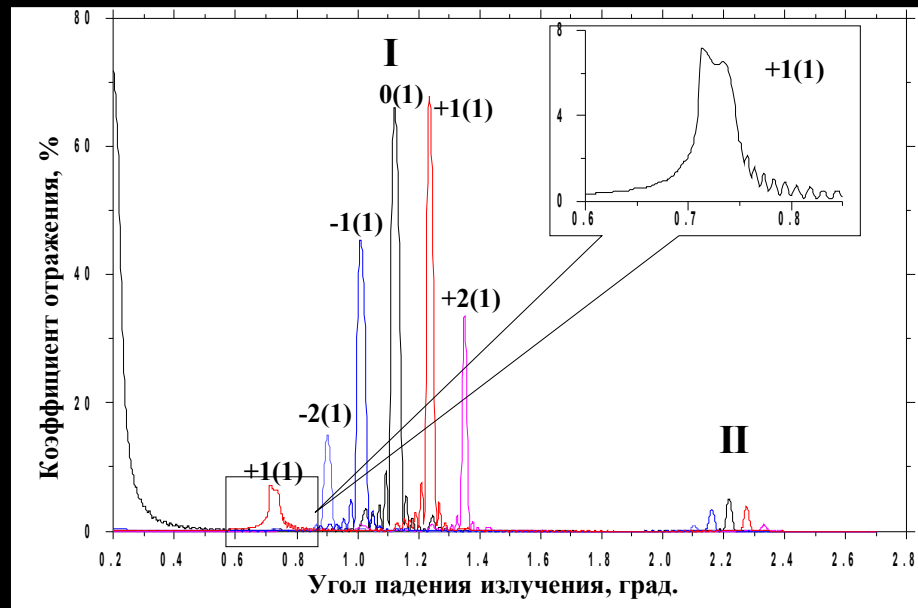
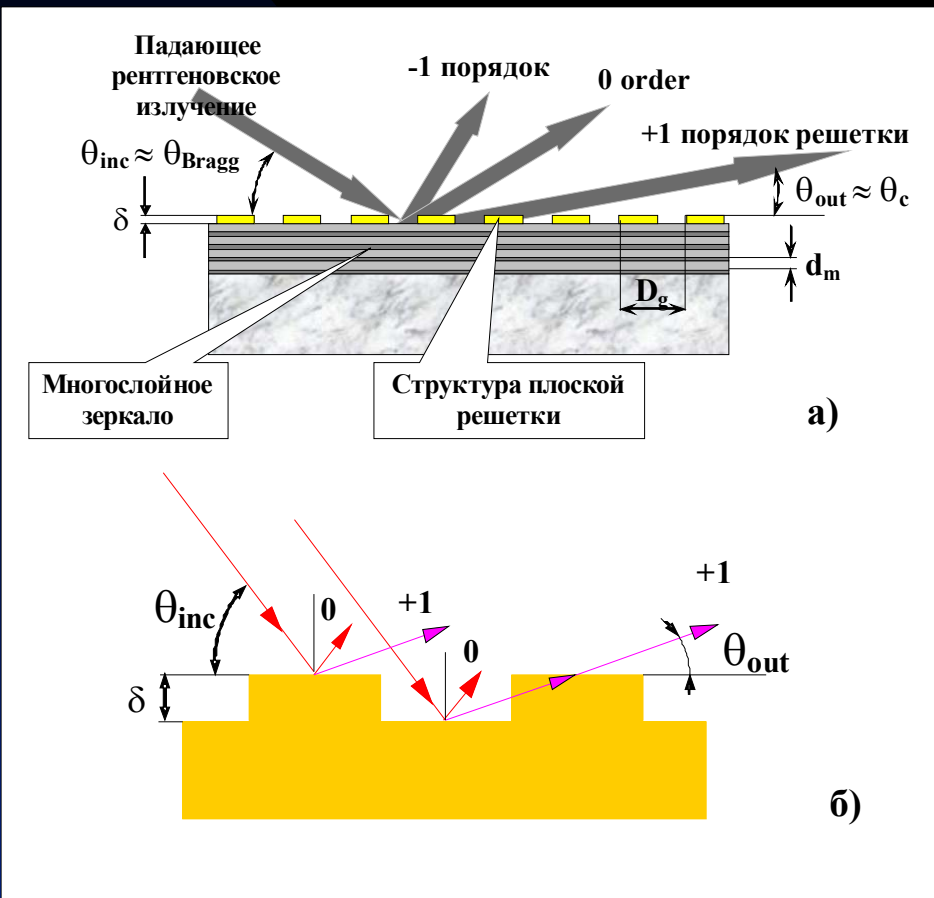
Пути преодоления проблемы- 1) использование легких элементов в качестве материалов слоев многослойного покрытия; 2) создание решеток с большим отношением периода к ширине многослойного итриха D/L;

- малая величина угловой дисперсии при больших углах падения излучения в следствии достаточно малых длин волн *(Это приводит к значительному увеличению габаритов и возрастанию стоимости приборов. Угловая дисперсия ограничивается возможностями современного уровня технологии создания решеток с малым периодом.)*

Пути преодоления проблемы- создание решеток с минимальными возможными периодами и достаточно малыми рабочими углами.

Новые типы рентгеновских дифракционных решеток на основе многослойных структур.

Рентгеновская фазовая многослойная решетка скользящего падения



Экспериментальные результаты

Исследование дифракционных свойств ФМР скользящего падения в жестком рентгеновском диапазоне спектра $E = 8.05$ кэВ

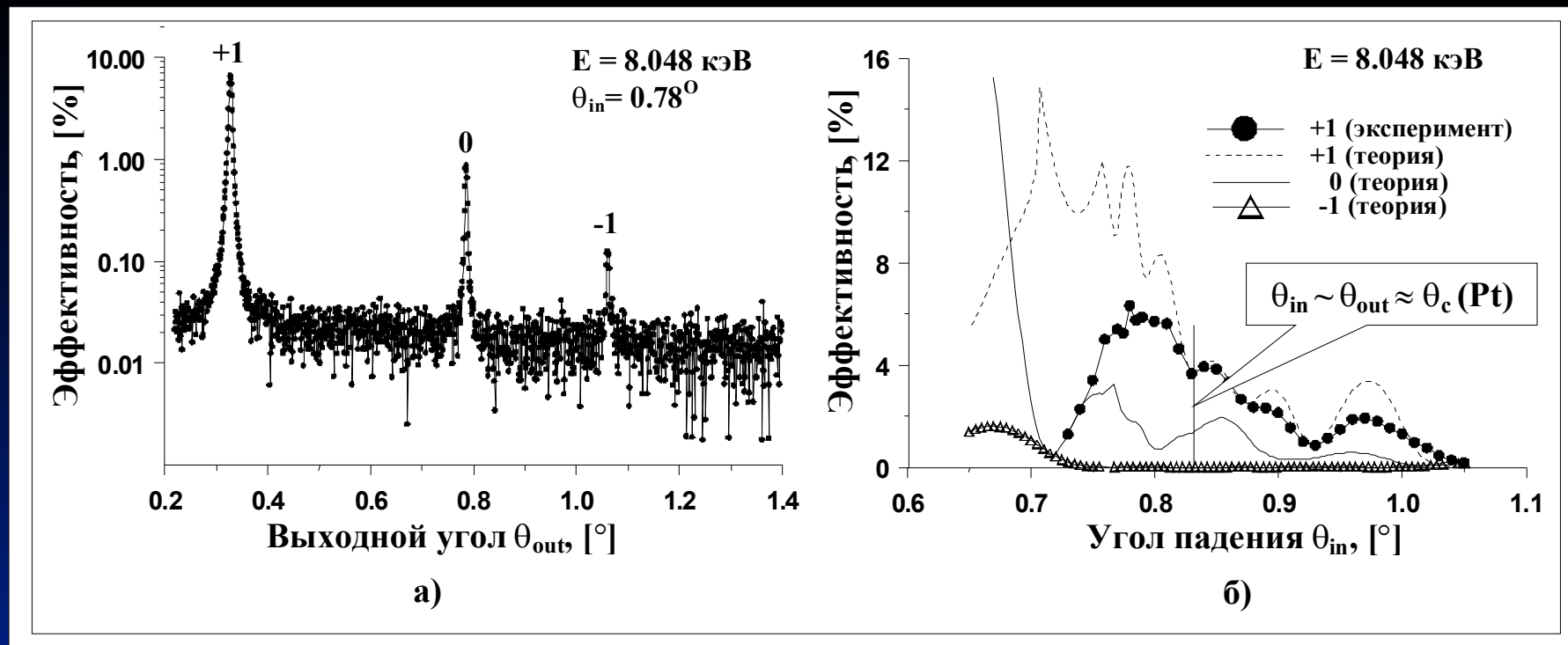


Рис. (а)- Распределение интенсивности рентгеновского излучения, дифрагирующего на опытном образце ФМР скользящего падения, при фиксированном угле падения, соответствующего максимуму эффективности +1 порядка. (б)- Экспериментальная (для +1 порядка) и теоретические эффективности дифракционных порядков опытного образца ФМР скользящего падения в зависимости от угла падения рентгеновского излучения.

Параметры фазовой многослойной решетки скользящего падения для энергии фотонов 500 эВ:

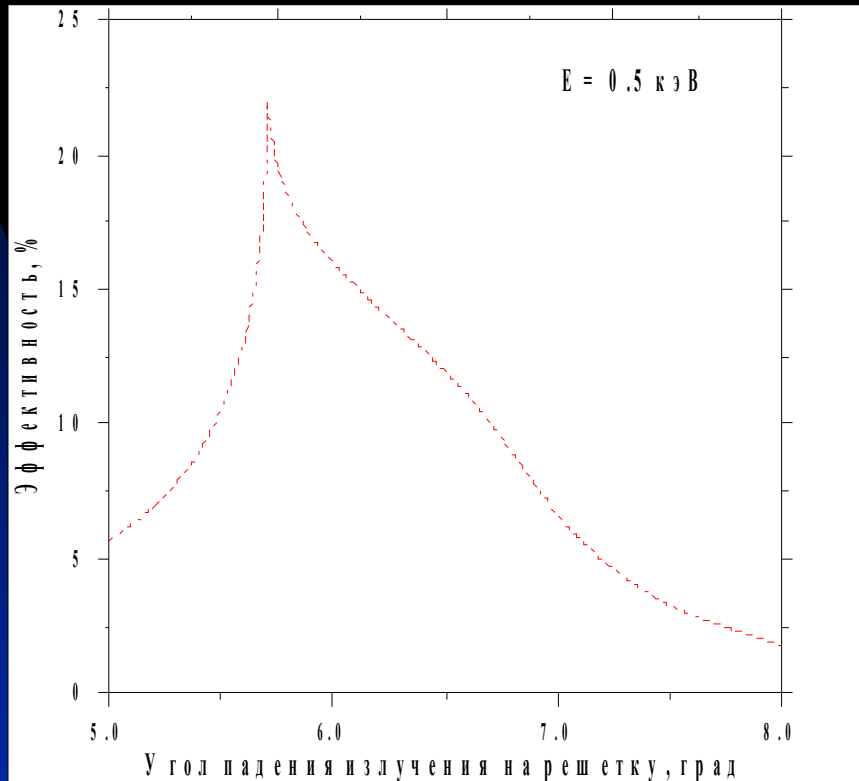
Материал решетки: Pt штрихи на Cr/C многослойном зеркале;

Период решетки: $D = 400$ нм (2500 мм⁻¹);

Радиус сферической подложки: $R = 16$ м;

Период многослойного зеркала: $d = 6$ нм;

Отношение толщины слоя Cr к периоду зеркала: 0.4;



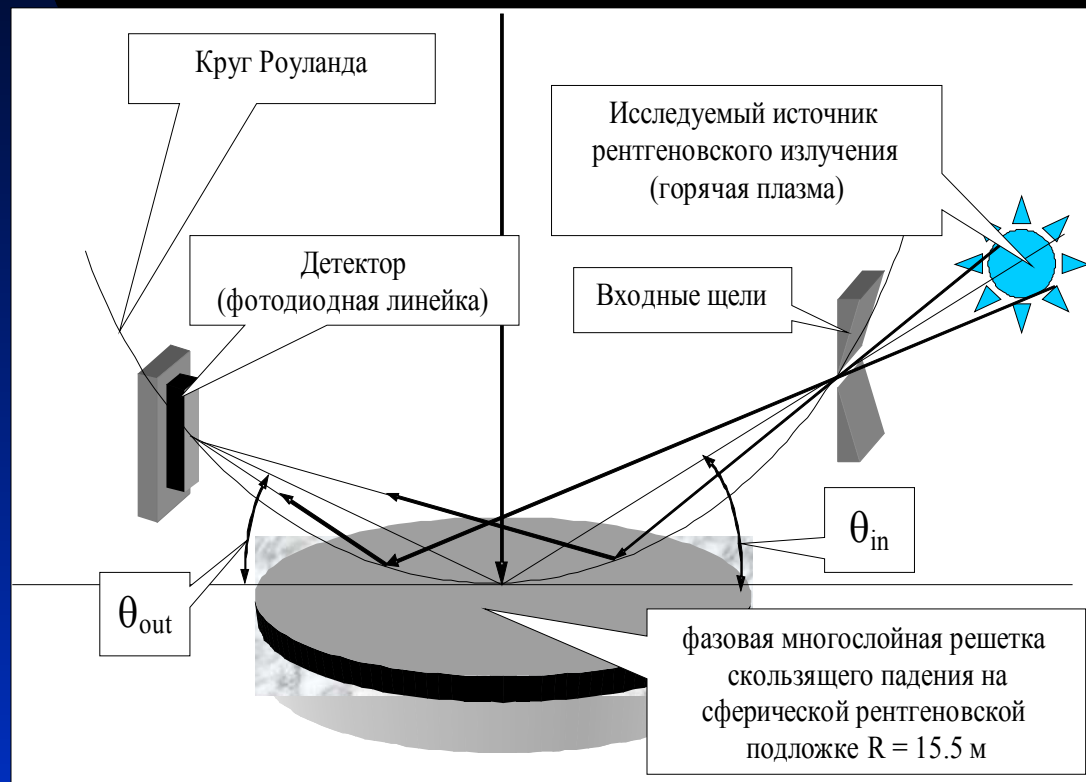
Расчетная зависимость дифракционной эффективности “+1” дифракционного порядка ФМР скользящего падения (Pt решетка на Cr/C многослойном зеркале) от угла падения рентгеновского излучения с энергией фотонов 0.5 кэВ.

Схема спектрометра МР излучения на основе многослойной фазовой дифракционной решетки скользящего падения для исследования контуров спектральных линий горячей плазмы

Доплеровское уширение спектральной линии водородоподобного иона азота N ($\lambda_0 \approx 2.48$ нм) для ионной температуры $E_T \approx 1000$ эВ :

$$\Delta\lambda \approx 7.706 \cdot 10^{-5} \cdot \lambda_0 \cdot (E_T/M)^{1/2} \approx 1.62 \cdot 10^{-3} \text{ нм}$$

Необходимое спектральное разрешение : $\lambda_0/\Delta\lambda \approx 1535$



Основные результаты работы:

- Разработан комплекс методов для создания высокоэффективных рентгеновских МДР. *(Измеренная дифракционная эффективность полученных решеток превышает 35% при энергии рентгеновских фотонов 8.0 кэВ.)*
- Разработан пакет компьютерных программ для численного моделирования дифракционных характеристик МДР.
- Впервые с использованием непрерывного спектра СИ проведены экспериментальные исследования дисперсионных свойств многослойных решеток в жесткой рентгеновской области спектра (энергия фотонов 7-9 кэВ). Показано, что дисперсия МДР линейна в исследованной области спектра и определяется параметрами дифракционной решетки.
- Впервые с помощью многослойной решетки получен характеристический спектр рентгеновской трубки с медным анодом в жестком диапазоне энергий излучения (8.0 кэВ).
- Проведены исследования особенностей дифракционных характеристик “фазовых” (не полностью протравленных) МДР в ультрамягкой области энергий рентгеновского излучения (280 эВ).
- Реализован новый тип рентгеновских дифракционных решеток – фазовые многослойные решетки скользящего падения. Теоретические и экспериментальные исследования дифракционных характеристик показывают перспективность использования таких решеток в качестве диспергирующих элементов в рентгеновском диапазоне спектра.
- На примере разработанных схем спектрометров МР диапазона на основе МДР продемонстрированы возможности применения МДР для исследований параметров горячей плазмы.