

光学学报

极紫外、X 射线和中子薄膜光学元件与系统

王占山*, 黄秋实, 张众, 伊圣振, 李文斌, 沈正祥, 齐润泽, 余俊

同济大学物理科学与工程学院先进微结构材料教育部重点实验室, 精密光学工程技术研究所, 上海 200092

摘要 极紫外、X 射线和中子光学为现代科学的发展提供了高精度的观测手段,但这些手段的实现需要大量高性能薄膜光学元件和系统的支撑。由于短波长和材料光学常数的限制,短波光学元件的结构、性能和制作技术明显区别于长波光学元件。近二十年来,同济大学精密光学工程技术研究所建立了以短波反射镜为基底的精密加工检测平台,发展了超薄薄膜界面生长调控方法和大尺寸薄膜镀制技术,提出了高效率/高分辨率多层膜微纳结构的衍射理论和制备方法,初步阐明了短波辐照损伤的物理机制,形成了短波薄膜和晶体聚焦成像系统的高精度全流程研制技术,并将该技术成功应用于国内和国际短波光光子大科学装置中。本文简要介绍本课题组在上述短波元件和系统领域中的研究进展。

关键词 极紫外、X 射线、中子射线; 薄膜; 光栅; 聚焦成像系统; 加工; 损伤

中图分类号 O434

文献标志码 A

doi: 10.3788/AOS202141.0131001

Extreme Ultraviolet, X-Ray and Neutron Thin Film Optical Components and Systems

Wang Zhanshan*, Huang Qiushi, Zhang Zhong, Yi Shengzhen, Li Wenbin, Shen Zhengxiang, Qi Runze, Yu Jun

Key Laboratory of Advanced Micro-Structured Materials, Ministry of Education, Institute of Precision Optical Engineering, School of Physics Science and Engineering, Tongji University, Shanghai 200092, China

Abstract Extreme ultraviolet, X-ray and neutron optics are the high-precision observation methods for the development of modern science, which requires the support of different thin film optical components and systems with high quality. Due to the limitation of the short wavelength and optical constants of materials, the structure, optical performance and fabrication techniques of the short wavelength optical components are significantly different with those of the long wavelength optical components. The Institute of Precision Optical Engineering (IPOE) in Tongji University had 20 years research experience in this field. We have built a high-accuracy fabrication and detection platform based on the short wavelength mirrors, developed interface engineering methods for deposition of ultrathin multilayer film, extended the coated technology of large size mirrors, innovated the diffraction theory and fabrication process for high-efficiency/high-resolution multilayer nanostructures, preliminarily studied the basic damage mechanism of the mirrors under short wavelength irradiation, and formed a complete technology chain to develop thin films and crystal based optical systems. These optical components and systems have achieved a series of successful application in the short wavelength photon/neutron science facilities, both in China and in other countries. This paper will briefly introduce the recent research progress of the above mentioned optical components and systems in IPOE.

收稿日期: 2020-12-13; 修回日期: 2020-12-21; 录用日期: 2020-12-23

基金项目: 国家自然科学基金(61621001, U1731242, 12075170, 11875202)、国家重点研发计划(2016YFA0401304)、上海市青年科技启明星计划(19QA1409200)、上海市市级科技重大专项资助课题(2017SHZDZX02)、上海市科委科技基金项目(17JC1400800)

* E-mail: wangzs@tongji.edu.cn

Key words extreme ultraviolet, X-ray and neutron; thin film; grating; focusing and imaging systems; manufacture; damage

OCIS codes 340.7480; 340.7470; 310.6860; 120.4820

1 引言

现代科学大多从分子和原子尺度认识物质的基本结构和反应过程,揭示微观结构和宏观性能的构效关系。要实现从观测到调控的飞跃,需要在与物质基本组成结构和变化过程相匹配的空间、能量和时间尺度上进行原位实时观测。作为光学的重要分支,以极紫外(EUV)、X射线与中子光学为主的“短波光”是常规红外和可见光探测技术的重要补充,具有独特的优势^[1]。“短波光”,顾名思义,所采用和研究的光波波长很短,一般认为在 50 nm 以下。根据瑞利判据,短波光系统的成像分辨率远高于长波段,可以达到纳米级。以 X 射线显微为例,基于成像光学元件的显微分辨率最小已达到 10 nm 以下^[2-3]。短波光子的能量很高,从几十到几十千电子伏特,覆盖了所有元素内壳层电子的特征谱线,便于准确鉴定物质的元素组成和电子价态环境等,推动了化工催化和材料等学科的飞速发展^[4]。短波光的高能量带来了较大的能量带宽,根据傅里叶变换极限,短光子能产生最短的时间脉冲宽度,可以达到阿秒量级,从而打开了电子运动实时测量和超快调控的大门^[5]。X 射线和中子的穿透力很强,能实现工程材料和大尺寸部件的原位无损探测^[2]。因

此,短波光技术为物质复杂结构的高精密纳米制造和反应演化过程的精密观测提供了强大的工具,在同步辐射与自由电子激光装置、高能天文观测、等离子体诊断、超快观测、半导体光刻技术等领域都有重要应用。

短波光元件和系统是实现短波科学应用的基础和前提。上述短波光的优势也为光学元件和系统的研制提出了不同的要求和挑战:1)在极紫外和 X 射线波段,所有材料的折射率都小于且接近于 1,与 X 射线相比,绝大部分材料对中子的吸收更小,光学折射率与真空更接近。在近正入射条件下,单个界面对于短波光子的反射率几乎为 0,因此,短波光元件和系统大多工作在掠入射条件下。只有在波长相对较长的极紫外波段,利用多层膜,在近正入射时才可以获得高反射率^[1]。2)由于波长短,反射薄膜、光栅等元件的厚度和周期结构很小,完美波前和超高分辨率对元件形貌和结构精度的要求很高,而掠入射工作模式使元件外形尺寸很大,这些都对短波光元件的制备提出了很大的挑战^[6-7]。

本文将从短波光应用的需求出发,以同济大学精密光学工程技术研究所(IPOE)近年来在短波光领域的研究工作为主,介绍从光学基底加工、薄膜镀膜、多层膜微纳结构、元件损伤到不同类型短波光系统的研究进展(图 1)。

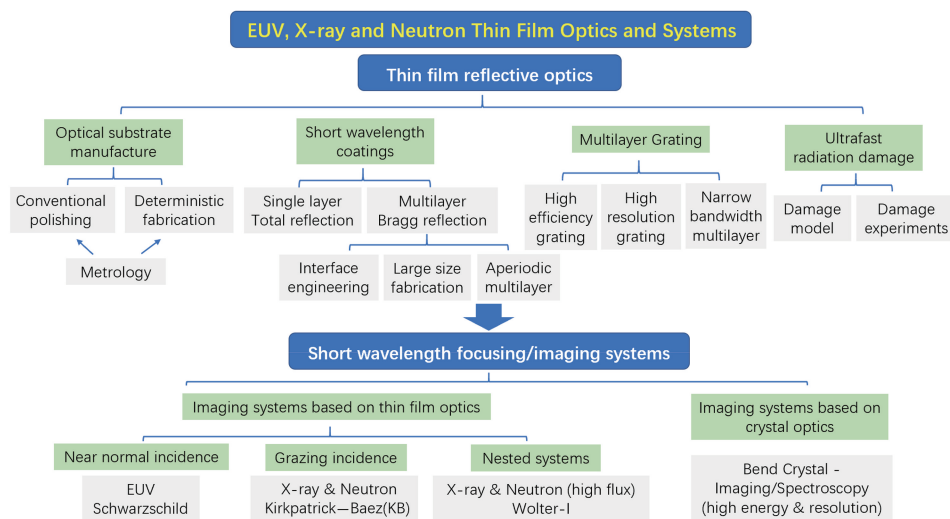


图 1 同济大学精密光学工程技术研究所在短波光元件和系统领域的研究方向

Fig. 1 Research fields of Institute of Precision Optics and Engineering (IPOE) in short wavelength optical components and systems

2 短波光學元件

2.1 高精度光學基底

高质量光學基底是研制短波光學元件和系统的第一步。激光约束聚变、同步辐射和自由电子激光等装置所需的光學元件尺寸从几十毫米到 1 m, 面形从平面到非球面各异。为避免在光束传输和调控中影响短波波前质量, 元件的表面面形最高需达到纳米级精度, 粗糙度需达到 0.3 nm 左右^[8]。

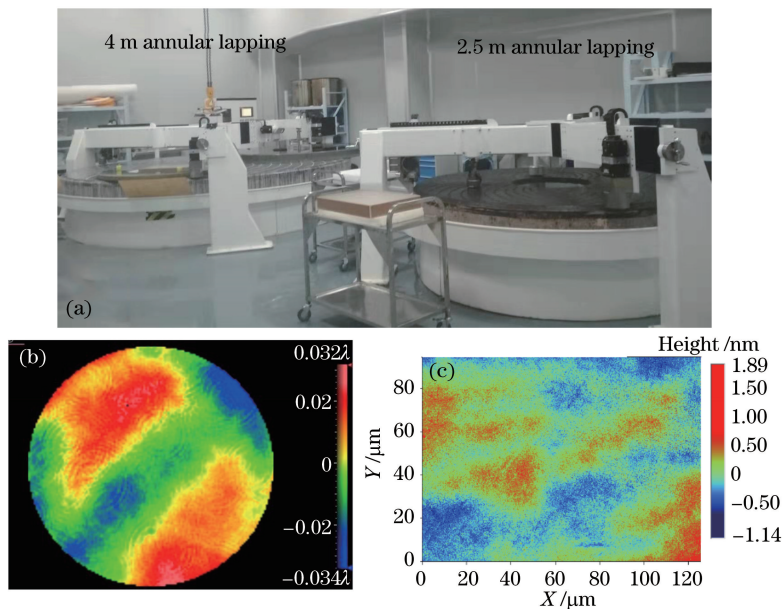


图 2 大尺寸平面抛光平台和加工结果。(a)实验室大口径环抛设备;

(b)基于环抛技术加工的直径为 200 mm 的石英平面镜面形;(c)光学轮廓仪粗糙度检测结果

Fig. 2 Polishing platform and machining results for large size mirrors. (a) Large size annular lapping machine in the laboratory; (b) measured figure result of a 200 mm-diameter quartz mirror based on annular lapping technology; (c) measured surface roughness of the mirror using optical profiler

2.1.2 高精度确定性加工

为进一步提高基底的面形精度, 需采用确定性的加工方法。在短波光學领域, 目前常用的确定性加工方法包括弹性发射抛光^[9]、离子束修形^[10]和轮廓镀膜^[11]等。日本大阪大学和 JTEC 公司利用弹性发射抛光已在 1 m 长单晶硅基底上实现了 2 nm (PV) 超高面形精度的加工, 并将该方法应用在欧洲 X 射线自由电子激光装置中^[12]。但该方法工艺较为复杂, 抛光效率较低。离子束修形是国际上精密光學加工中终道工序的主流方法, 修正精度和效率都比较高, 除 JTEC 外的其他 X 射线反射镜制造公司都采用该方法进行确定性加工。相比前两种方法, 轮廓镀膜法是利用沉积粒子束在基底表面进行增材式面形修正的方法, 它易于和现有光學镀膜技术结合, 能获得超高的修形精度^[11,13]。本课题组基

2.1.1 大尺寸平面抛光

环形抛光技术具有良好的全频谱均匀去除能力, 是大口径中等精度平面元件或初道加工的首选方法。课题组目前建有多台环形抛光设备, 最大基底加工口径可达 1.5 m[图 2(a)], 研发了较高面形精度和超光滑表面加工技术。图 2(b)和图 2(c)为课题组利用环抛加工的直径为 200 mm 熔融石英平面镜的测试结果, 面形精度优于 40 nm(峰谷值, PV), 粗糙度优于 0.3 nm(均方根, RMS)。

于离子束和轮廓镀膜方法, 对单晶硅基底的高精度加工技术展开了系统研究^[14]。利用聚焦离子束对 240 mm 长的平面镜进行修正, 仅通过 1 次刻蚀即将全表面面形误差从 27 nm(RMS)降低至 3.4 nm (RMS), 如图 3 所示, 修正后表面粗糙度不变, 为 0.24 nm(RMS)。基于该技术, 课题组为上海光源硬 X 射线微聚焦线站的 Kirkpatrick-Baez(KB)压弯聚焦系统研制了一对梯形平面镜基底并镀制了 Rh 膜, 目前已完成安装应用, 线站测试的二维聚焦光斑尺寸达到约 $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$, 和进口元件测试结果基本一致。同时, 课题组利用轮廓镀膜法快速成型制作了高精度椭圆柱面镜, 中心 50 mm 区域的一维高度误差仅为 1.9 nm(RMS), 如图 4 所示。利用该椭圆柱面镜在上海光源开展了一维纳米聚焦测试, 聚焦光斑尺寸达 207 nm(半峰全宽)。

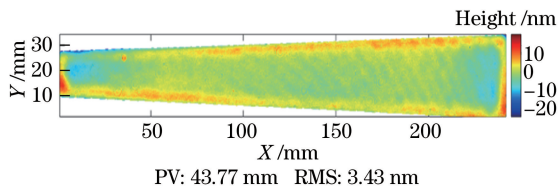


图 3 240 mm 长单晶硅平面镜面形修正结果

Fig. 3 Measured results of the single crystalline Si mirror with 240 mm length after figure correction

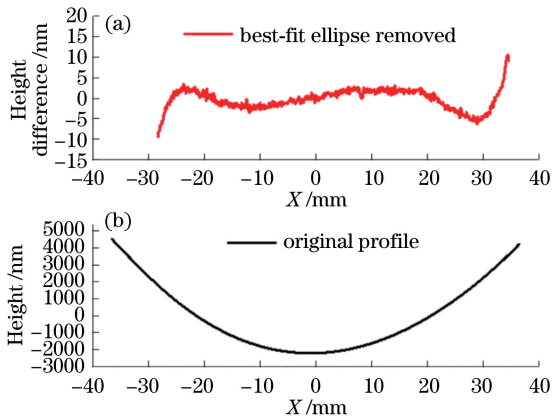


图 4 基于轮廓镀膜法研制椭圆柱面镜的面形测试结果。

(a) 椭圆柱面镜原始面形; (b) 去除最优拟合椭圆面后的残余面形误差

Fig. 4 Figure measurement results of an elliptical cylindrical mirror fabricated by profile coating. (a) Original figure of the elliptical cylindrical mirror; (b) residual figure error after removing the best-fit power

2.1.3 高精度全频谱检测

高精度检测是精密加工的前提。短波光学元件表面形貌特征的空间尺度跨越了从几纳米到近米级共 8~9 个数量级,不同空间尺度的形貌误差对光学性能有不同的影响,其表征方法也各不相同^[15]。为此,课题组建立了包括不同口径不同类型的激光干涉仪、接触式轮廓仪、光学轮廓仪和原子力显微镜等测试仪器平台(图 5),分别测量低、中、高频空间尺度形貌,并利用功率谱密度(PSD)理论研究全频谱形貌误差的综合评价方法。图 6 是根据 500 nm 厚硅单层膜表面中高频形貌测量结果计算的 PSD 曲线,光学轮廓仪和原子力显微镜测量的中频和高频频形貌能较好地拼接在一起,500 nm 厚的 Si 膜层表面粗糙度仍在 0.2 nm(RMS)以下^[16]。

同时,针对同步辐射和自由电子激光装置所需的大曲率半径曲面镜,课题组发展了高精度拼接干涉测量方法^[17],通过优化拼接算法和测量装置,使得曲率半径为 100 m 球面镜的拼接测量重复性误

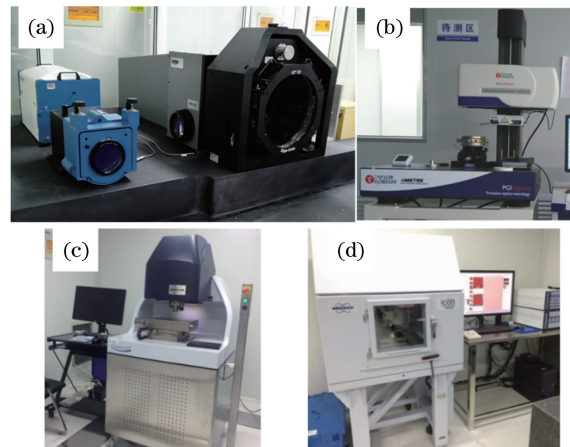


图 5 全频谱形貌测量平台设备。(a)激光干涉仪; (b)接触式轮廓仪;(c)光学轮廓仪;(d)原子力显微镜

Fig. 5 Full spatial frequency characterization platform components. (a) Laser interferometer; (b) contact-type profiler; (c) optical profiler; (d) atomic force microscope

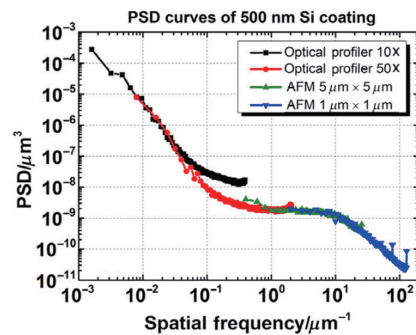


图 6 Si 薄膜表面形貌的功率谱密度曲线^[16]

Fig. 6 Power spectral density curves of the Si thin film surface morphology^[16]

差达到 0.24 nm(RMS)^[18],如图 7 所示,这为高精度曲面镜的加工提供了重要支撑。

2.2 短波光学薄膜

短波反射元件的光谱性能主要由光学薄膜决定。按工作原理可将短波光学薄膜分为两类:1)基于全外反射原理工作的单层膜或少量几层薄膜,膜层结构简单,反射率高,但只能工作在非常小的掠入射角内,缺乏单色能力;2)基于布拉格反射原理的多层膜,可工作在大掠入射角度,单色性较好,但由于受波长短的限制,每层膜厚度仅为 1~10 nm,制备难度很大。

2.2.1 全反射薄膜

为获得尽可能大的工作角度,全反射薄膜一般采用重金属作为膜层材料,如 Au、Pt、Rh 等。课题组对不同重金属材料的生长特性进行了广泛研究,完成了

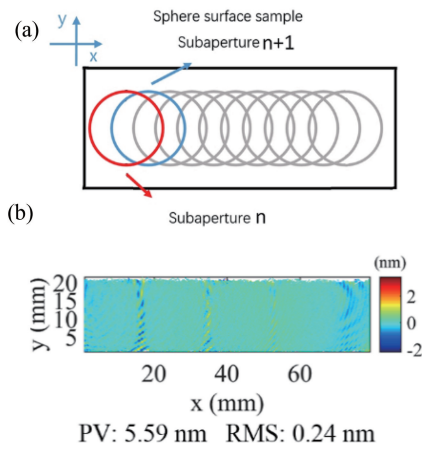


图 7 算法拼接干涉测量^[18]。(a)拼接测量过程示意图;(b)球面镜测量重复性误差

Fig. 7 Algorithm-based stitching interferometry^[18]. (a) Schematic of the stitching measurement procedures; (b) measurement repeatability error of spherical mirror

多种重金属单层膜元件的研制和表征^[19-20]。图 8 是制备的 50 nm 厚金单层膜在德国 BESSY-II 光源掠入射下的反射率结果。以倾角为 2° 掠入射时,100~1800 eV 能段的反射率和理论值基本一致。

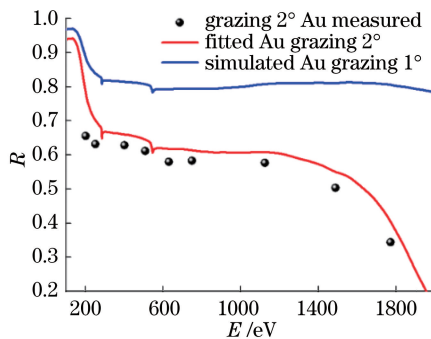


图 8 Au 单层膜掠入射时反射率测试和理论模拟结果
Fig. 8 Reflectance measurement and theoretical simulation of single layer Au coating under grazing incidence condition

重金属薄膜虽然可以获得较大的全反射角,但由于吸收很大,在极紫外和软 X 射线波段的反射率低于吸收较小的轻元素薄膜,如 C、B₄C 等^[21]。为提高元件在低能段的反射率,同时保证较大的全反射角,课题组优化设计了新型两层膜和三层膜复合结构,通过将高、中、低原子序数材料相互搭配,可以同时获得高反射率和大全反射角。图 9 是研制的 Pt 单层膜、Pt/C 双层膜和 Pt/Ni/C 三层膜反射镜测试和拟合结果^[22]。可见,三层膜结构在中低能段的反射率最高。

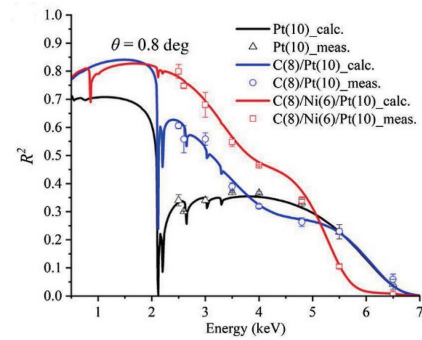


图 9 单层、双层和三层薄膜结构的 X 射线反射率测试和拟合结果^[22]

Fig. 9 X-ray reflectance measurement and simulation results of single layer, double layer and tri-layer thin film structures^[22]

2.2.2 多层膜界面调控

对于多层膜反射镜,纳米膜层界面处由于原子扩散、化合、结晶等造成的界面缺陷是影响反射率的主要问题,也是国际上该领域的研究热点^[23-25]。为研制高性能的极紫外、X 射线与中子多层膜,课题组在近二十年的研究过程中,揭示了造成膜层界面缺陷的不同物理机制,针对性地发展了界面阻隔层^[26]、不互溶材料^[27]、反应溅射^[28]和重离子溅射^[29]多种界面生长调控方法,实现了反射率的显著提升,如图 10 所示。以水窗波段($\lambda = 2.2 \sim 4.4$ nm)的 Cr/V 多层膜为例。多层膜的周期厚度仅为 $d = 1.2 \sim 1.8$ nm,每个膜层仅包括 3~4 层原子层,界面扩散和多晶生长严重,界面质量很差。通过选用 B₄C 作为界面阻隔层,在 Cr-V 界面处加入等效厚度约 0.1 nm 的 B₄C, B、C 原子和 V 发生反应形成较稳定的化合物,有效抑制了膜层晶粒的生长和界面扩散,如图 10(b)所示,从而将 Cr/V 多层膜的反射率提升至国际一流水平^[26]。

2.2.3 大尺寸超薄多层膜制备

除了膜层界面质量外,大尺寸范围内多层膜的膜厚控制是多层膜元件研制中的另一难题。由于多层膜的带宽比较小,要使整个元件工作在相同波长和入射角下,多层膜的膜厚精度需控制到几十皮米量级。同时,在不同应用需求下,反射镜的形状与尺寸有明显差异,需要针对性地发展不同镀膜方式和膜厚调控方法,提升膜厚均匀性^[30]。在极紫外波段,由于波长相对较长,膜层厚度较大,光学系统仍可工作在近正入射条件下。此时元件主要以圆形形状为主,可采用行星转动镀膜方式进行大面积多层膜的镀制^[31]。图 11 是课题组面向 19.5 nm 极紫外

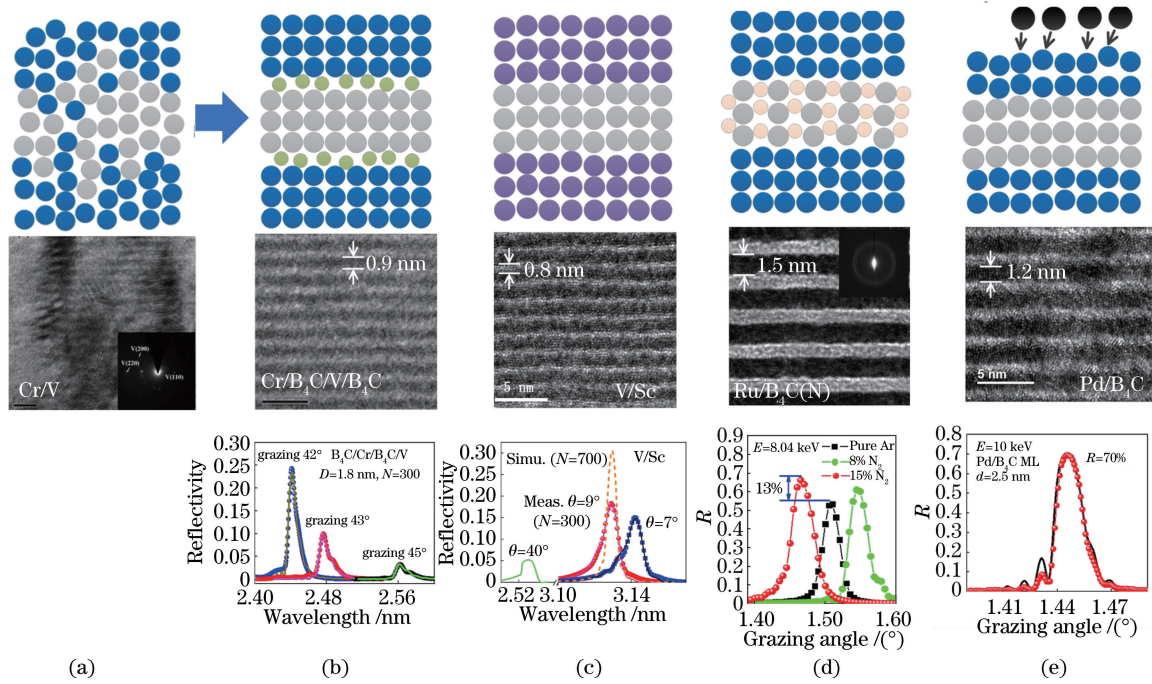


图 10 针对不同缺陷机制研发的膜层界面生长调控方法及实验结果。

(a) 无界面改性; (b) 界面阻隔层; (c) 不互溶材料; (d) 反射溅射; (e) 重离子溅射

Fig. 10 Interface engineering methods for different kinds of layer defects and their experimental results. (a) No interface engineering; (b) interface barrier layer; (c) immiscible materials; (d) reactive sputtering; (e) heavy ions sputtering

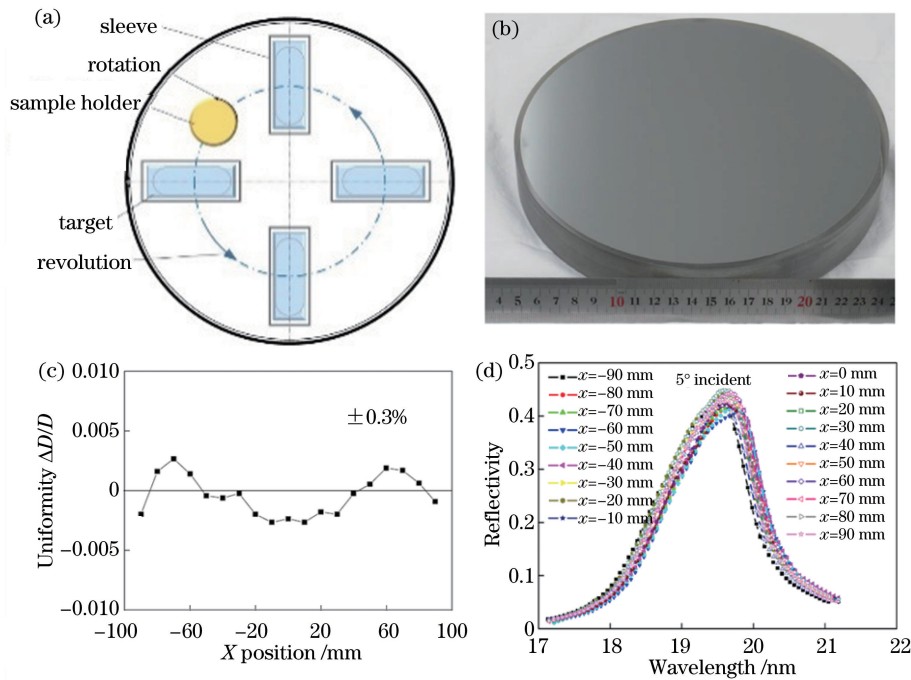


图 11 大尺寸圆形多层膜反射镜的制备。(a) 行星转动式镀膜方式; (b) 以此方式制备的口径为 200 mm 高均匀性正入射 Mo/Si 多层膜反射镜实物图; (c) 其均匀性测试结果; (d) 其反射率测试结果

Fig. 11 Fabrication of large-size circular multilayer mirror. (a) Planetary rotation deposition method; (b) picture of a 200-mm diameter Mo/Si multilayer mirror fabricated by this method; (c) its thickness uniformity measurement results; (d) its reflectance measurement results

天文观测研制的口径为 200 mm 离轴抛物面 Mo/Si 多层膜反射镜, 全口径膜厚均匀性达 0.6% (PV), 19.5 nm 处正入射反射率达 45%。同时, 课题组在 13.5 nm 极紫外波长处, 也研制了口径为 125 mm

的 Mo/Si 多层膜球面镜,曲率半径仅为 143 mm,用于搭建正入射成像系统,球面镜表面多层膜厚度的均匀性达到 0.8% 以下^[32]。目前,实验室能镀制的近正入射圆形反射镜最大口径为 300 mm。

在 X 射线波段,多层膜只能工作在掠入射条件下,此时元件主要以长条形状为主,最大长度能达到 1 m^[33]。为此,课题组基于磁控溅射技术,建立了溅射粒子的二维空间分布模型^[34,14];搭建了大尺寸直线式磁控溅射镀膜平台[图 12(a)],最大镀制反射镜尺寸达到了 1.2 m×0.2 m;发展了基于直线调速和掩模板控制的均匀性修正方法,在 500 mm 长的

反射镜表面实现了 W/Si 多层膜(周期 $d=3$ nm)的高质量均匀镀制,膜厚均匀性误差优于 1%(PV),如图 12(b)所示,反射镜全口径在 8 keV 的反射率均在 60% 以上^[35]。基于上述技术,课题组为上海光源和德国 BESSY-II 光源线站单色器研制了多块多层膜反射镜元件,整体性能达到国际先进水平。图 13 是为上海光源线站工程时间分辨超小角散射线站多层膜单色器研制的两块 Pd/B₄C 多层膜反射镜,镜子长度分别为 150 mm 和 330 mm,多层膜周期为 $d=2.5$ nm,膜对数为 $N=150$,在 10 keV 测得 X 射线反射率达到 65%,带宽 $\Delta\theta/\theta$ 约为 1.3%。

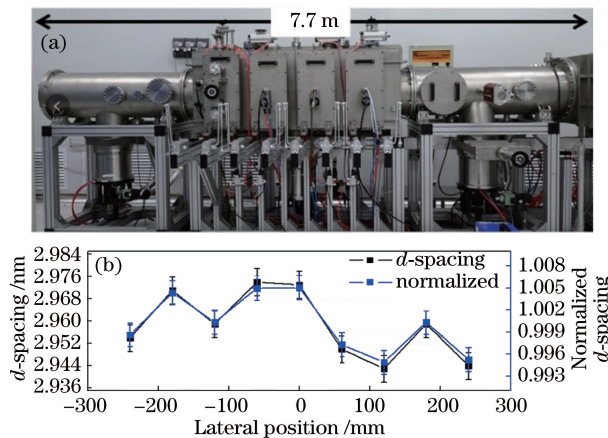


图 12 大尺寸长条形多层膜反射镜的制备。(a)大型直线式磁控溅射镀膜设备;(b) 500 mm 长 W/Si 多层膜的厚度均匀性测试结果

Fig. 12 Fabrication of long multilayer mirror. (a) Large-scale sputtering deposition machine based on linear motion mode; (b) thickness uniformity result of a 500-mm length W/Si multilayer mirror

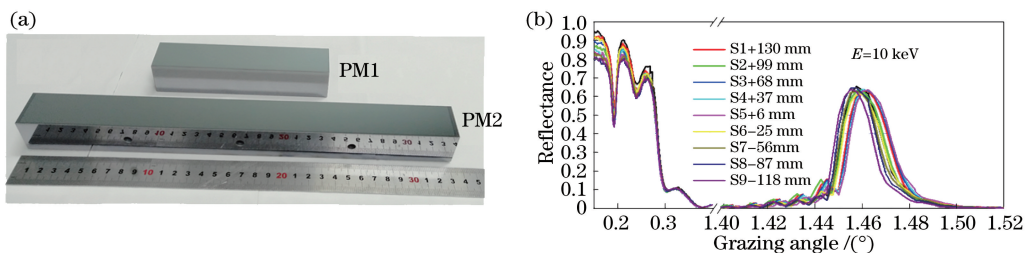


图 13 用上海光源 X 射线单色器研制的 Pd/B₄C 多层膜反射镜。(a)制备的 150 mm 和 330 mm 长多层膜反射镜实物图;(b) X 射线反射率测试结果

Fig. 13 Pd/B₄C multilayer mirrors fabricated for the multilayer monochromator used in Shanghai synchrotron radiation facility. (a) Pictures of the mirrors with 150 mm and 330 mm length; (b) X-ray reflectance measurement results at different positions of the mirror

当多层膜用于成像聚焦系统中时,点光源的发散光照射在反射镜表面,使得入射角随位置逐渐变化。根据布拉格公式,为保证反射镜不同位置的光谱响应一致,必须使不同位置的膜厚也相应地变化,即镀制横向梯度多层膜。这可利用掩模板或基底变速运动的方式来实现^[36]。以实验室 X 射线光源系统中常用的抛物面准直镜为例

(图 14),根据一维线光源对抛物面镜不同位置入射角的变化规律,课题组设计并镀制了 W/Si 梯度多层膜,在 40 mm 范围内周期厚度从 3.08 nm 增大到 3.80 nm,对应掠入射角从 1.47° 减小到 1.22°,实验获得的变化规律与设计曲线基本一致。不同位置多层膜在光子能量为 8 keV 时反射率达到 49%~59%。

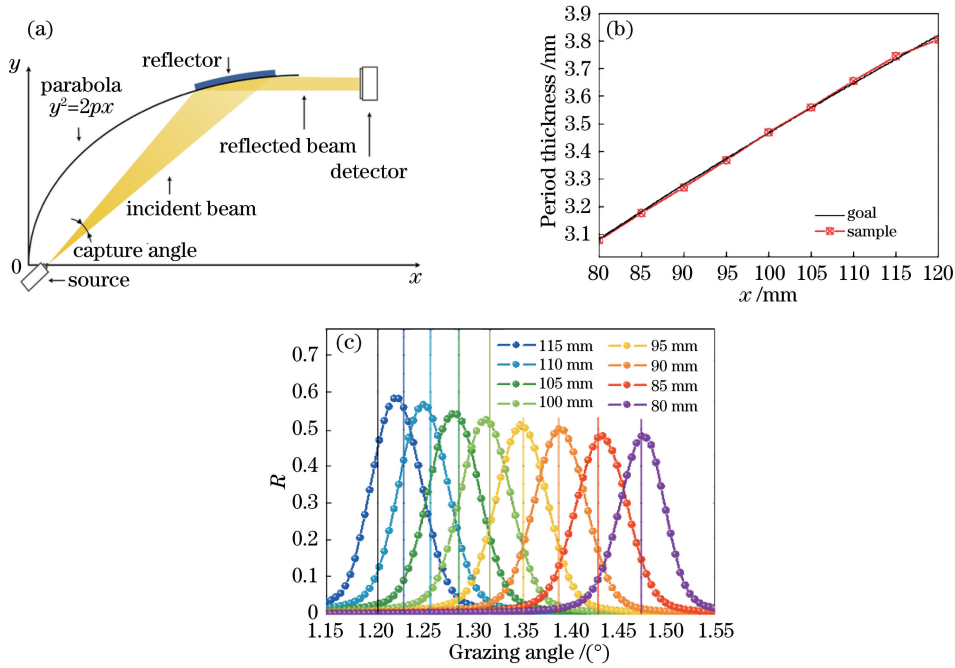


图 14 多层膜抛物面准直镜。(a)抛物面准直镜的设计;(b)镀制横向梯度多层膜的厚度分布;(c)反射率测试结果
Fig. 14 Multilayer parabolic collimating mirror. (a)Schematic design of the parabolic collimation mirror; (b) thickness distribution of the deposited lateral graded multilayer; (c) reflectance measurement at different positions of the mirror

2.2.4 宽带多层膜

常规周期性多层膜的带宽较小, $\Delta E/E$ 一般在 $0.5\% \sim 4.0\%$ 。对于大数值孔径或宽光谱成像系统, 多层膜反射镜的每个位置都可能需要在较大的入射角范围内反射目标波长, 或在固定角度下实现宽光谱的响应, 这使用上述的横向梯度多层膜无法实现, 必须采用非周期多层膜结构, 即膜层厚度从基底到表面逐渐变化。该结构在极紫外光刻、X 射线天文观测和中子探测中有大量应用^[37-38]。非周期宽带多层膜的设计方法有很多种, 主要都是基于逆向设计优化的思路。针对目标带宽要求, 设置相应的评价函数, 将多层膜的膜层结构参数设为优化变量, 利用各种优化算法搜索找到使评价函数最小的最优膜层结构组合^[39-41]。由于此时不同膜层针对不同波长或角度反射, 同时考虑膜层材料的吸收, 非周期多层膜的反射率远低于周期多层膜的反射率, 且带宽越大, 反射率越低。除了调控反射率外, 非周期宽带的设计也可实现对偏振和相位的调控, 即在优化的评价函数中加入偏振光反射率或相位的要求。以极紫外宽带偏振多层膜为例, 课题组设计制备了 Mo/Y 宽带偏振片(图 15), 相比传统周期多层膜的窄带宽, 该多层膜可工作在 $8.5 \sim 10.1 \text{ nm}$ 波段(s 光反射率为 5.5%)或 $9.1 \sim 11.7 \text{ nm}$ 波段(s 光反射率为 6.1%)。在该宽波段中均可实现高偏振度($(R_s - R_p)/(R_s +$

$R_p)$, 其中 R_s 为 s 偏振光的反射率, R_p 为 p 偏振光的反射率), 最高达到 98.8% ^[42]。

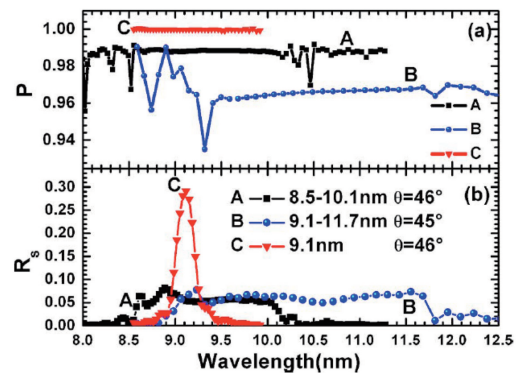


图 15 极紫外 Mo/Y 宽带多层膜偏振反射镜的测试结果^[42]。(a)多层膜的偏振度测试结果;(b)多层膜 s 光反射率测试结果
Fig. 15 Measurement results of the EUV Mo/Y broadband multilayer polarizer^[42]. (a) Measured polarization degree of the multilayer; (b) measured reflectance of the s-polarized light

在中子薄膜元件中, 基于非周期多层膜的中子宽带超镜是研制中子聚焦导管、提高中子线站通量的关键元件。超镜的性能主要包括: m 值(反射临界角是 Ni 单层膜全反射临界角的 m 倍)和临界反射率 R_c 。相比于镀有 Ni 单层膜的中子导管, 镀有 m 值超镜的中子导管可以具有 m^2 的传输效率。由于绝大部分材料对中子的吸收非常小, 中子多层膜

具有接近 100% 的理论反射率和非常多的膜层数,因此,中子超镜研制的关键是在上千层膜层的连续生长中,有效降低膜层界面的粗糙度,抑制原子的相互渗透^[43-46]。Ni/Ti 多层膜是中子超镜的主要材料,课题组系统研究了 Ni/Ti 多层膜的生长机制和工艺,成功制作了 $m=3$ 的 Ni/Ti 中子超镜,反射率测试值和理论值吻合得较好,如图 16 所示。

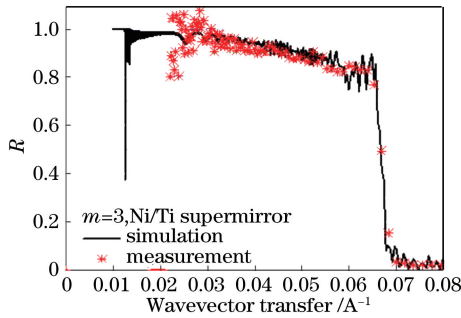


图 16 Ni/Ti 多层膜中子超镜的反射率测试和模拟结果
Fig. 16 Reflectance measurement and simulation results of the neutron supermirror made by Ni/Ti multilayer

非周期多层膜也是阿秒光学系统中的重要元件。利用非周期多层膜调控不同波长光在膜层内的传播路程可引入正啁啾或负啁啾,以补偿超快脉冲内存在的群延迟色散,实现脉宽压缩^[47]。目前,国际上已实现了具有亚百阿秒脉宽极紫外脉冲的验证^[48]。课题组在这方面也进行了理论和实验研究,理论上预测了利用多层膜啁啾镜形成百阿秒脉冲的可行性^[49]。

2.3 微纳多层膜光栅

上述多层膜都是一维结构,只能在镜面反射方向对光谱响应进行调控。为拓展多层膜的调控能力,提升短波元件的性能,课题组将多层膜和微纳光栅结构相结合,形成二维衍射结构,发展了一系列新型多层膜光栅元件和方法,包括高效率多层膜闪耀

光栅、高分辨率多层膜纳米光栅和窄带宽多层膜刻蚀光栅等。

由于 X 射线在二维多层膜光栅结构中的衍射行为远比一维多层膜复杂,课题组首先利用耦合波理论,建立适用于不同类型多层膜光栅的一般性衍射模型(图 17),提出了具有高效率特性的单级次衍射理论^[50]。基于该理论阐明了多层膜闪耀光栅和多层膜矩形光栅各自的衍射特性以及光栅与多层膜结构的匹配规律^[51-52]。

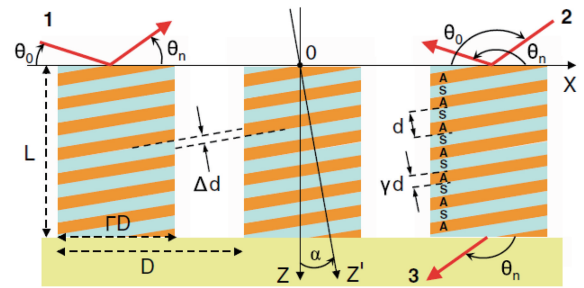


图 17 X 射线多层膜光栅的一般性衍射结构示意图^[50]
Fig. 17 Schematic of diffraction model of the general X-ray multilayer gratings^[50]

以此为指导,首先针对中能 X 射线波段 ($E = 1 \sim 5 \text{ keV}$) 传统单层膜光栅效率非常低的难题,开展了高效率多层膜光栅的实验研究^[53],该多层膜光栅可以取代传统光栅单色器或光谱仪中的核心光栅元件,如图 18 所示。课题组和德国亥姆霍兹柏林材料能源研究中心(HZB)合作,研制了 Cr/C 多层膜闪耀光栅,其在 3 keV 的一级衍射效率达到 60%,超过传统单层膜光栅 40 倍,如图 19 所示^[54]。2019 年,课题组为德国 BESSY-II 光源 U41-TXM 线站单色器升级镀制了多层膜闪耀光栅元件,极大地提升了该线站在 X 射线中能段的光子通量。

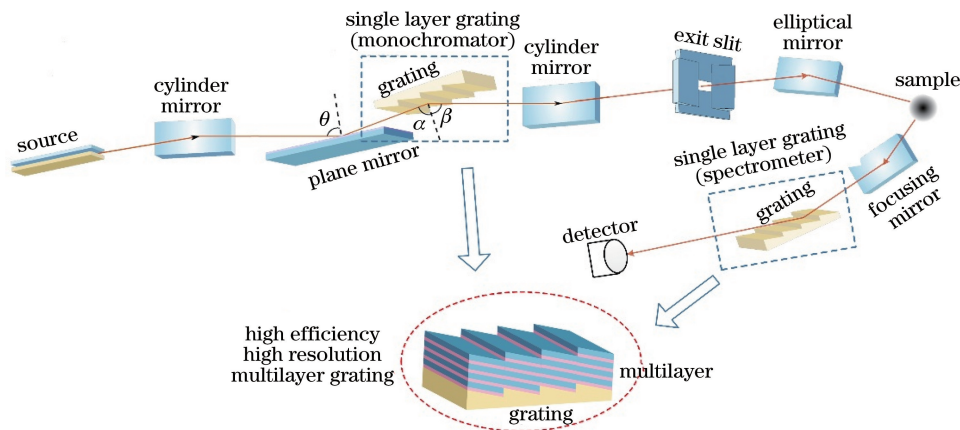


图 18 多层膜光栅在同步辐射和自由电子激光束线站的应用示意图
Fig. 18 Applications of multilayer gratings in the beamlines of synchrotron radiation facility and free-electron lasers

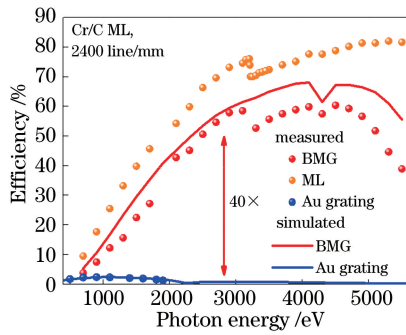


图 19 Cr/C 多层膜闪耀光栅(BMG)、Cr/C 多层膜 (ML) 和传统 Au 光栅的效率测试结果

Fig. 19 Measured efficiency results of Cr/C multilayer blazed grating, Cr/C multilayer and conventional Au grating

在完成光栅效率提升后,针对现有光栅周期远大于 X 射线波长,导致光栅色散和分辨率较低的问题,课题组和中国科学院上海微系统与信息技术研究所合作,将多层膜和 50 nm 周期 (20000 line/mm) 的纳米光栅相结合,利用多层膜布拉格衍射使 X 射线光栅工作在超小周期条件下。在制备中,重点研究了溅射原子在纳米光栅结构上的生长机制,实现了二维多层膜纳米光栅结构的精确构筑,如图 20(a) 所示。镀制的 Cr/C 纳米光栅在 270 eV 的角色散达到 $0.093(^{\circ})/\text{eV}$, 比常规 5000 line/mm 光栅高 6.3 倍 [图 20(b)]^[55]。

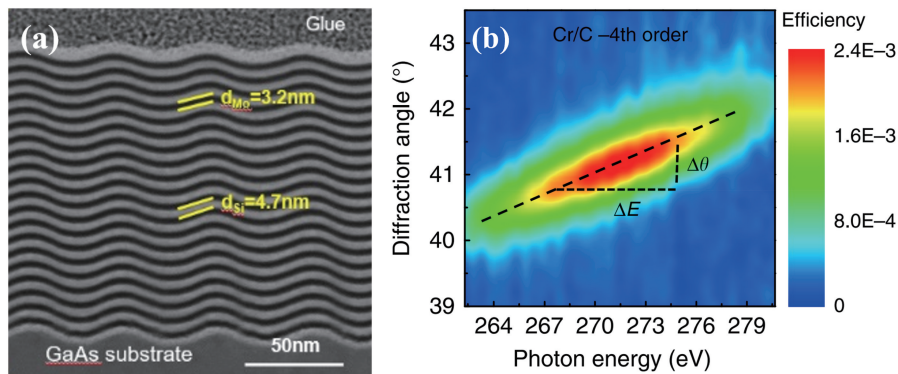


图 20 多层膜纳米光栅的实验结果^[55]。(a) Mo/Si 多层膜纳米光栅截面透射电子显微镜图; (b) Cr/C 多层膜纳米光栅的色散实验结果

Fig. 20 Experimental results of multilayer nanogratings. (a) Transmission electron microscopy image of the Mo/Si multilayer nanograting; (b) measured angular dispersion result of Cr/C multilayer nanograting

将多层膜和微纳结构相结合也能减小多层膜的反射带宽。常规多层膜的带宽 $\Delta E/E$ 反比于参与反射的多层膜膜对数 N 。要减小带宽,提高单色性能,需要镀制更大的膜对数。但由于材料吸收的限制,多层膜的饱和膜对数难以提高。采用吸收较小的低衬度材料组合虽然可以增大膜对数,但会显著降低多层膜的反射率。通过在多层膜内部刻蚀光栅结构,可有效降低每层膜层的等效吸收,增大 X 射线穿透深度和饱和膜对数,减小带宽^[56];同时,当它工作在单级衍射区域,零级反射率仍可达到对应平面多层膜的最高反射率值。因此,多层膜刻蚀光栅可在不损失反射率的情况下,成倍减小带宽^[57]。荷兰屯特大学首次研制了单级次 W/Si 刻蚀光栅,并使带宽相对平面多层膜最大减小 3.8 倍^[58]。课题组也开展了相关研究,初步制备的 MoSi_2/Si 多层膜刻蚀光栅结构如图 21 所示,在 800 ~ 1600 eV 范围带宽达到 0.9%,反射率达到 16% ~ 33%^[59]。

2.4 高能光子超快辐照损伤

随着极紫外-X 射线自由电子激光、激光等离子体光源等高强度、超短脉宽光源的出现和不断发展,薄膜反射镜在短波光光子辐照下的损伤性能受到广泛关注。针对极紫外-X 射线波段常用的薄膜材料,包括低原子序数的 Si、SiC、C、 B_4C ,高原子序数的 Ni、Au、Ru,以及 Mo/Si 多层膜等,国际上开展了一系列辐照损伤研究^[60-65]。研究发现薄膜反射镜的抗损伤性能受入射光波长、入射角度、脉冲宽度、重复频率、光学材料和薄膜结构等多种因素影响,损伤机制非常复杂,包括熔融损伤、相变、热应力、光化学反应、疲劳损伤和热积累效应等^[60-61,64-67]。

围绕薄膜材料的超快损伤问题,课题组利用有限元分析和多物理场模型开展了薄膜反射镜辐照损伤过程的模拟研究,建立了相应的短波光光子辐照损伤模型,并与国际上相关研究结果进行比对和验证。以 B_4C 块体材料为例,在能量为 830 eV 的自由电子激光飞秒脉冲正入射条件下,理论模拟的熔融损

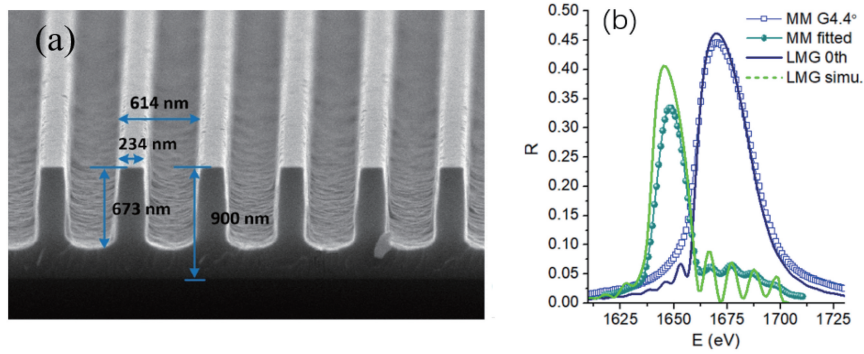


图 21 MoSi₂/Si 多层膜刻蚀光栅的实验结果^[59]。(a)大高宽比多层膜刻蚀光栅结构的扫描电子显微镜图;(b) X 射线反射率测试结果

Fig. 21 Experimental results of the deep etched MoSi₂/Si multilayer grating^[59]. (a) Scanning electron microscopy image of the large aspect-ratio multilayer grating structure; (b) X-ray reflectance measurement result

伤阈值为 2.5 J/cm², 与实验值 2.7 J/cm² 基本一致^[61]。然而,在能量为 12 keV 的硬 X 射线掠入射条件下,模拟中则需要考虑光电子逃逸和膜层内的逃碰撞散射^[62]等过程,才能获得与实验较为一致的

损伤阈值。

在理论研究的基础上,课题组设计搭建了极紫外纳秒辐照损伤实验装置[图 22(a)]。由激光等离子体光源产生的 13.5 nm 极紫外光经多层膜

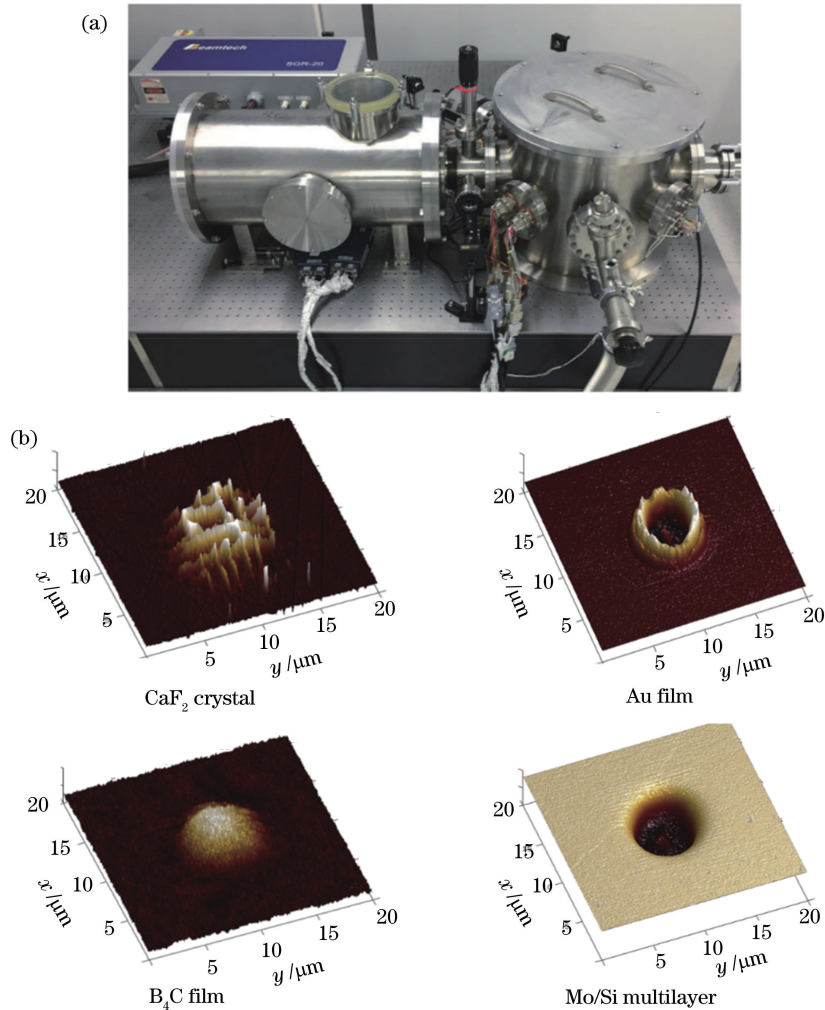


图 22 极紫外辐照损伤实验研究。(a)极紫外辐照损伤实验系统;(b)不同材料在辐照下的损伤结果

Fig. 22 Experimental study of radiation damage on different materials. (a) EUV radiation damage research system; (b) damage results of different materials under radiation

Schwarzschild 物镜系统收集, 聚焦在样品表面, 产生的极紫外光能量密度最高达到 2.27 J/cm^2 。使用该装置研究了 CaF_2 晶体、Au 薄膜、 B_4C 薄膜和 Mo/Si 多层膜等的极紫外损伤性能[图 22(b)], 阐明了这些薄膜材料各自不同的损伤机制。如: 镀制在硅基板上的 Au 膜(30 nm 厚), 极紫外单脉冲损伤阈值为 1.37 J/cm^2 , 辐照产生类似“火山坑”的损伤形貌, 这是典型的热熔融损伤过程。但对 B_4C 薄膜(50 nm 厚), 即使在能量密度为 2.27 J/cm^2 的极紫外光辐照下, 薄膜表面也仅产生高度约 4 nm 的鼓包状突起, 这可能是热应力导致 B_4C 薄膜膨胀并局部脱离基板, 该结果与国外报道的硬 X 射线自由电子激光辐照损伤情况类似^[62]。Mo/Si 多层膜(Mo 层厚度 $d_{\text{Mo}} = 3.15 \text{ nm}$, Si 层厚度 $d_{\text{Si}} = 4.82 \text{ nm}$) 在极紫外光辐照下则产生了类似膜层塌缩导致的浅坑状结构, 这应该与高能脉冲辐照下表面膜层发生熔融相变, 原子迅速扩散并发生化合反应有关^[68-69]。

3 短波光学系统

基于上述薄膜元件, 课题组在短波光学系统领域进一步开展了大量研究工作。所研制的薄膜反射成像系统可分为正入射、掠入射和复杂嵌套式三类。

3.1 薄膜反射成像系统

3.1.1 极紫外正入射成像系统

由于波长相对较长, 极紫外光学系统仍可工作在近正入射模式, 以获得大视场、高分辨率和高集光效率。它在极紫外光刻、极紫外天文观测、低能等离子体诊断中都有广泛应用。Schwarzschild 两反系统是一种重要的正入射成像系统(图 23)。为在激光惯性约束聚变和磁约束聚变的物理实验中获得极紫外等离子体辐射的空间分布状态, 研究等离子体输运及其产生机制等重要信息, 课题组开展了一系列基于 Mo/Si 多层膜的 Schwarzschild 成像系统研究。图 23 展示了 Schwarzschild 系统对线宽仅为 $5 \mu\text{m}$ 的 600 lp/inch(1 inch=2.54 cm) 铜网格的成像结果, 空间分辨率达到 $2.5 \mu\text{m}$, 有效成像视场大于 1 mm ^[70]。该系统已成功应用于中国工程物理研究院 SILEX-I 装置的超热电子诊断实验中。

通过进一步提高物镜面形精度和系统放大倍数, Schwarzschild 显微系统可以实现百纳米级甚至几十纳米的成像分辨。图 24 是课题组设计研制的高分辨率 Schwarzschild 系统的分辨率测量结果, 工作波长为 13.5 nm , 放大倍数为 130 倍, 轴上最佳空

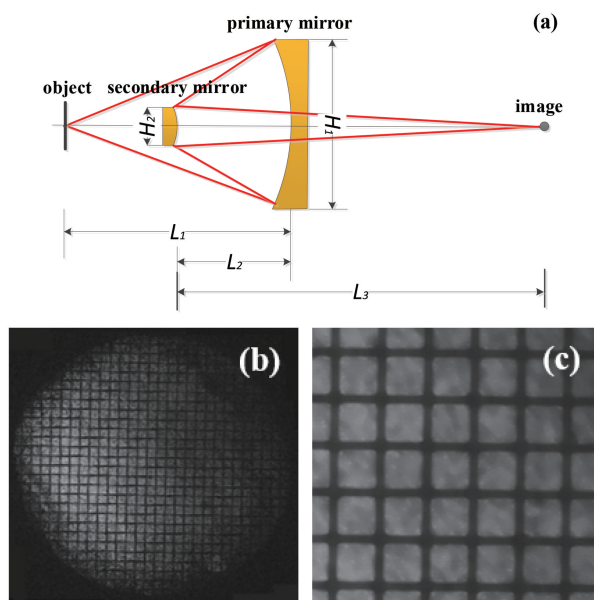


图 23 Schwarzschild 系统研究结果^[70]。(a)结构示意图; (b) 18.2 nm 波长处系统的成像分辨标定结果; (c) 成像分辨率局部放大图

Fig. 23 Results of Schwarzschild system research^[70]. (a) Schematic of Schwarzschild optical system; (b) imaging resolution test result of the system working at 18.2 nm wavelength; (c) local enlargement of Fig. 23(b)

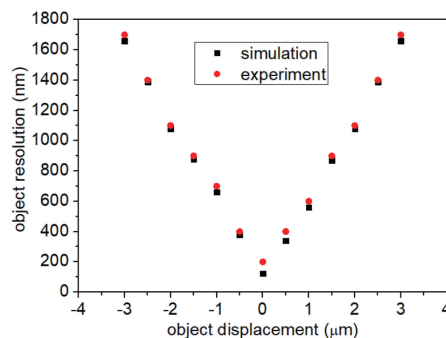


图 24 13.5 nm 波长高分辨率 Schwarzschild 显微成像系统的理论和实测分辨率^[71]

Fig. 24 Theoretical and experimental resolution results of a Schwarzschild microscope working at 13.5 nm wavelength^[71]

间分辨率达到 200 nm ^[71]。

3.1.2 X 射线与中子射线掠入射成像系统

在 X 射线和中子射线领域, 元件只能工作在掠入射条件。KB 系统是 X 射线波段目前最常用的反射聚焦和成像系统, 具有较高的空间分辨率, 在同步辐射、自由电子激光装置和等离子体诊断等领域应用非常广泛。以激光惯性约束聚变稠密等离子体观测为例, KB 显微系统是实现多分幅时间分辨及微

米级空间分辨的关键诊断设备。由于其具有小视场高分辨的成像特性和能量响应的角度敏感性,各反射镜元件必须在有限空间内实现高精度集成。因此,对最佳视场的精确瞄准定位以及高质量的物镜装配,是制约其在装置上成功应用的关键。美国 OMEGA 装置的十六通道 KB 显微镜以及 NIF 装置在研的四通道 KB 显微镜中,目前采用的物镜装配技术精度有限,难以满足高分辨应用需求^[72-73]。课题组经过十余年技术攻关和努力,解决了多层膜元件制备、物镜精密装配及装置在

线装调等困扰 KB 系统应用的关键难题,实现了多层膜 KB 显微镜在我国强激光装置上的广泛应用^[74]。在此基础上,课题组与中国工程物理研究院相关单位合作,发展了不同于 OMEGA 装置的高精度多通道集成装配方法^[75],如图 25 所示。通过采用阵列式高精度支撑锥芯作为装配基准,辅助 X 光实时装调,解决了超多通道数 KB 系统的高精度耦合装配及元件研制等关键难题,实现了十六通道成像系统视场一致性和像点间隔的精确控制。

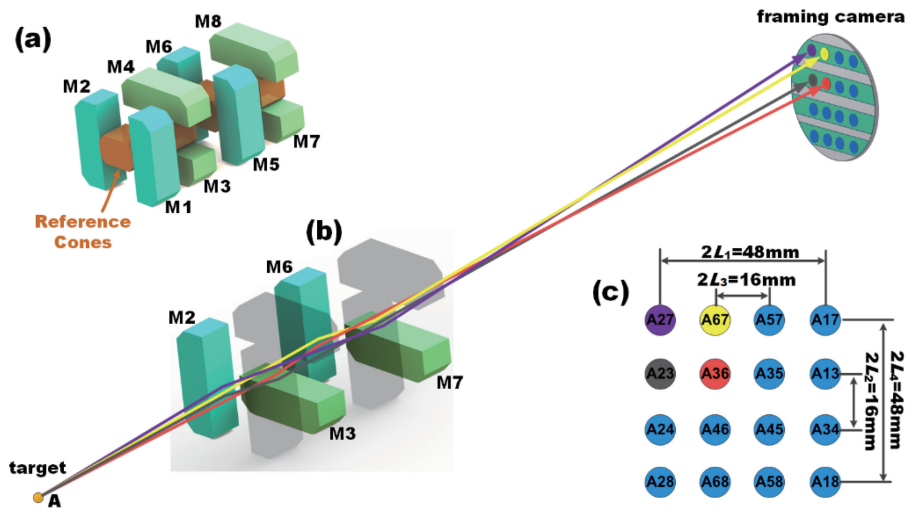


图 25 十六通道 KB 显微镜^[75]。(a)物镜结构;(b)光路走向;(c)像点排布

Fig. 25 Sixteen channels KB microscope^[75]. (a) Objective structure; (b) light path arrangement; (c) distribution of images

从 2016 年开始,基于该技术研制的十六通道 KB 系统在我国强激光装置得到了多次诊断实验应用,性能超越了美国 OMEGA 和 NIF 装置同类型设

备。系统在 8 keV 能点成像分辨率的网格标定结果如图 26 所示,在有效视场内,各通道均能对宽度仅为 5 μm 的网格线进行清晰成像,像点间隔的控制

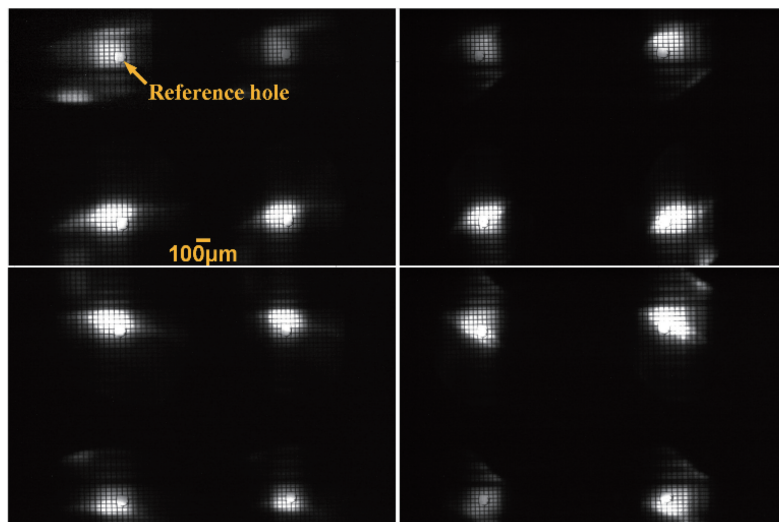


图 26 十六通道 KB 系统在 8 keV 能点的空间分辨率网格标定图像^[75]

Fig. 26 Grid resolution test results of the sixteen channels KB microscope measured at 8 keV^[75]

精度在±0.5 mm 以内。2017 年 9 月底,本系统在神光Ⅲ原型装置的物理实验中,成功获得了直接驱动内爆靶在 16 个瞬态时刻的自发光图像,为后续更多通道数和更多能点 KB 显微系统的发展奠定了重要基础。

3.1.3 复杂嵌套式光学系统

在 X 射线天文观测领域,由于 X 射线辐射信号很弱,需要尽可能增大成像系统的集光面积,并保证较高的分辨率,一般采用多层嵌套式 Wolter-I 型系统结构;同时,为减小载荷质量,减少镜片对 X 射线

的遮挡,每层镜片的厚度只有 0.2~0.4 mm,需要嵌套上百层,最外层口径达到数百毫米(图 27)。超薄镜片的高精度制作和集成是 X 射线成像望远镜研制的主要难题。目前,国际上已发射的成像望远镜技术按镜片类型可分为两大类:基于镍电镀技术的高精度金属复制镜片和基于热成形或环氧树脂复制的轻量化玻璃或铝镜片。2012 年,美国发射的 NuSTAR 望远镜则采用热成形玻璃的方法,角分辨率达到 52^μ[76];2019 年德国和俄罗斯合作发射的 eRosita 望远镜采用镍电镀技术,系统角分辨率达到 15^μ[77]。

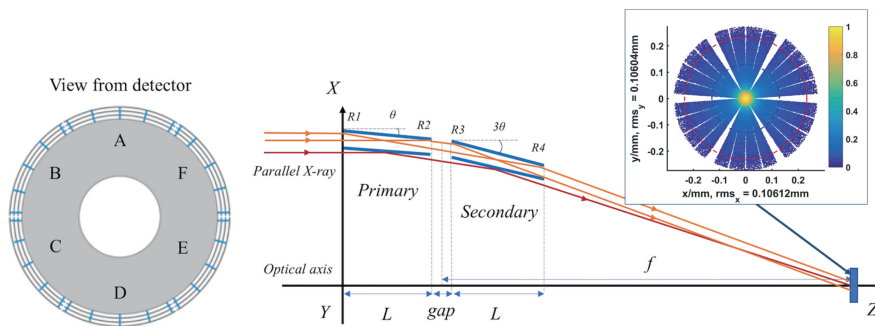


图 27 嵌套式 Wolter-I 型 X 射线成像望远镜结构^[81]

Fig. 27 Structure of a nested Wolter-I X-ray imaging telescope system^[81]

我国近年来也在积极研发 X 射线成像望远镜技术,如已立项的 Einstein probe 卫星和正在研究的热宇宙重子探寻计划(HUBS)^[78]。围绕国内对 X 射线天文观测的需求,课题组于 2012 年开始,首先选用热成形玻璃的方法研究圆锥近似 Wolter-I

型成像望远镜的全流程制作技术,并于 2016 年研制了第一台 5 层嵌套望远镜原理样机,分辨率约 3'^[79]。2018 年研制出 21 层嵌套的原理样机[图 28(a)],在德国马普所 PANTER 实验室完成测试,1.49 keV 处的有效集光面积达到 39 cm²,分辨

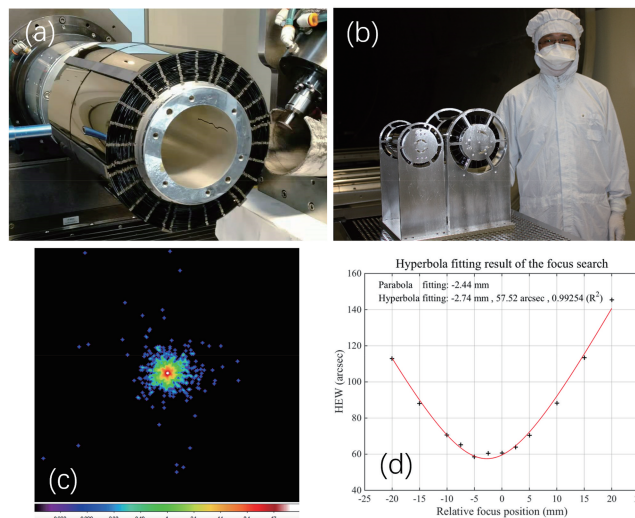


图 28 同济大学研制的嵌套式 X 射线成像望远镜原理样机。(a) 21 层嵌套原理样机实物图^[82];

(b) 样机在 PANTER 测试照片^[82]; (c) 样机全口径 X 射线聚焦测试结果^[83]; (d) 不同焦面位置聚焦分辨率结果^[83]

Fig. 28 Recent prototypes of the nested X-ray imaging telescope fabricated in IPOE. (a) Picture of 21 shells nested prototype^[82]; (b) Picture of prototypes measured in PANTER^[82]; (c) X-ray focusing result of the prototype under full aperture illumination^[83]; (d) focusing resolution measured at different image planes^[83]

率为 $111''^{[80]}$ 。2019 年最新研制的 3 层望远镜样机的分辨率已达到 $58''$ ，如图 28 (c) 所示，与美国 NuSTAR 望远镜的精度相当^[81]。目前，课题组正在研究具有更高角分辨率性能的镍电镀复制技术。

嵌套式光学系统中子聚焦中也有重要应用。为减小聚焦导管尺寸，提升集光面积，多层嵌套式结构结合高性能超镜是聚焦导管发展的方向。课题组与清华大学合作，研制了具有两层嵌套结构的中子超镜聚焦系统，所用的 Ni/Ti 超镜 $m=2$ ，临界反射率超过 70%。系统采用 4 段锥面镜近似椭球面，中子焦斑尺寸最小约 2 mm，中子增益达 26 倍，系统照片如图 29 所示。该装置已应用在清华微型脉冲强子源(CPHS)上，使小型加速器中子源具备了开展部分中子小角散射实验的能力^[84-85]。

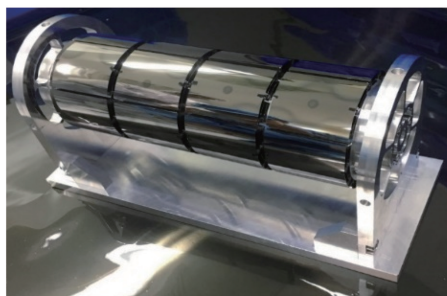


图 29 镀制 Ni/Ti 多层膜的嵌套式中子聚焦系统
Fig. 29 Nested neutron focusing system built with Ni/Ti multilayer mirrors

3.2 晶体成像系统

与多层膜等薄膜元件相比，晶体元件能实现更高的能谱分辨率，平面晶体带宽 $\Delta E/E$ 一般仅为 0.01% 甚至更小。由于其超小的晶格常数，工作能量范围通常比薄膜元件更高。因此，晶体是高能分辨或高能硬 X 射线波段单色成像和光谱测量中的核心元件。课题组目前正在开展基于晶体元件的 X 射线成像系统研究，包括超光滑超薄平面晶片的制备、晶向检测、光胶压弯和装调等工艺技术。面向等离子体诊断对高能 X 射线成像的需求，开展了 20 keV 超环面成像弯晶的研制工作，图 30 是采用 Mo 靶 X 射线管 ($E=17.48 \text{ keV}$) 作为光源，完成了 Ge<511>超环面弯晶的成像分辨率测试，工作布拉格角约为 77.74° ，能够实现 $12 \mu\text{m}$ 线宽网格的清晰成像。同时，面向自由电子激光对高分辨透射弯晶谱仪的需求，开展了单脉冲透射型柱面弯晶的研制，目前已经基于实验室 Cu 靶 X 射线管 ($E=8.04 \text{ keV}$)，完成了 Si<111>超薄柱面弯晶能谱分辨性能的测试标定^[86]。

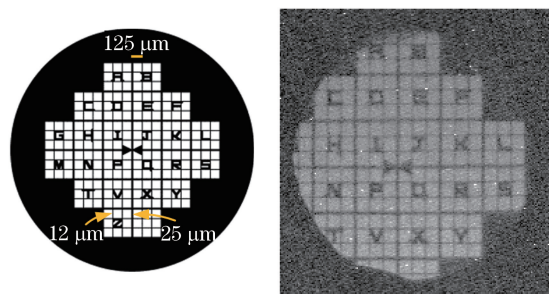


图 30 Ge<511>超环面弯晶在 17.48 keV 对坐标金网的成像结果

Fig. 30 Imaging result of gold coordinate mesh using Ge<511> toroidal bend crystal at 17.48 keV

4 结束语

高精度薄膜光学元件与系统是支撑极紫外、X 射线与中子射线科学发展的关键。课题组经过二十年的研究，在高精度光学基底加工、纳米薄膜制备、多层膜微纳元件制备、薄膜损伤，以及基于上述薄膜元件和晶体的聚焦成像系统等领域形成了较为完整的技术体系和研发平台，制作的薄膜元件和系统的整体性能达到国际先进水平，并在国内外同步辐射光源、激光约束聚变等大科学装置中实现了一系列成功应用。面向新一代同步辐射和自由电子激光、极端瞬态条件下强场物理的多维复杂诊断、高能天体物理的精密观测等科学应用的新需求，课题组将进一步研究具有超高精度、高效率、大口径、抗损伤、多功能等特性的短波光学器件和新方法，旨在为我国短波光学应用的快速发展提供技术支撑。

参 考 文 献

- [1] Attwood D, Sakdinawat A. X-rays and extreme ultraviolet radiation [M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2016.
- [2] Sakdinawat A, Attwood D. Nanoscale X-ray imaging [J]. Nature Photonics, 2010, 4(12): 840-848.
- [3] Bajt S, Prasciolu M, Fleckenstein H, et al. X-ray focusing with efficient high-NA multilayer Laue lenses[J]. Light: Science & Applications, 2018, 7: 17162.
- [4] Hardacre C, Beale A M, Gibson E K, et al. Synchrotron radiation and catalytic science [J]. Synchrotron Radiation News, 2020, 33(1): 10-14.
- [5] Tao Z S, Chen C, Szilvási T, et al. Direct time-domain observation of attosecond final-state lifetimes in photoemission from solids[J]. Science, 2016, 353(6294): 62-67.
- [6] Yabashi M, Tono K, Mimura H, et al. Optics for

- coherent X-ray applications [J]. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2014, 21: 976-985.
- [7] Wischmeier L, Graepner P, Kuerz P, et al. High-NA EUV lithography optics becomes reality [J]. *Proceedings of SPIE*, 2020, 11323: 1132308.
- [8] Cocco D, Spiga D. Wavefront preserving optics for diffraction-limited storage rings and free-electron lasers [J]. *Proceedings of SPIE*, 2019, 11111: 111110G.
- [9] Yamauchi K, Mimura H, Inagaki K, et al. Figuring with subnanometer-level accuracy by numerically controlled elastic emission machining [J]. *Review of Scientific Instruments*, 2002, 73(11): 4028-4033.
- [10] Weiser M. Ion beam figuring for lithography optics [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 2009, 267(8/9): 1390-1393.
- [11] Matsuyama S, Inoue T, Yamada J, et al. Nanofocusing of X-ray free-electron laser using wavefront-corrected multilayer focusing mirrors [J]. *Scientific Reports*, 2018, 8(1): 17440.
- [12] Martin I F, Vannoni M, Sinn H. Metrology and quality assurance for European XFEL long flat mirrors installation [J]. *Proceedings of SPIE*, 2017, 10330: 1033007.
- [13] Chian L, Lahsen A, Conley R, et al. Profile coating and its application for Kirkpatrick-Baez mirrors [J]. *Optical Engineering*, 2003, 42(12): 3622-3628.
- [14] Shi Y N, Huang Q S, Qi R Z, et al. Theoretical and experimental study of particle distribution from magnetron sputtering with masks for accurate thickness profile control [J]. *Coatings*, 2020, 10(4): 357.
- [15] Barty A, Soufli R, McCarville T, et al. Predicting the coherent X-ray wavefront focal properties at the Linac Coherent Light Source (LCLS) X-ray free electron laser [J]. *Optics Express*, 2009, 17(18): 15508-15519.
- [16] Yingna S, Runze Q, Yufei F, et al. Microstructure, roughness, and stress properties of silicon coatings for shape correction of Kirkpatrick-Baez mirrors [J]. *Optical Engineering*, 2019, 58(1): 015103.
- [17] Xudong X, Zhengxiang S, Guangde T, et al. Sparse subaperture stitching method for measuring large aperture planar optics [J]. *Optical Engineering*, 2016, 55(2): 024103.
- [18] Xu X D, Huang Q S, Huang Q S, et al. Accuracy analysis and improvement of an algorithm-based stitching interferometry method for curved mirrors with large radii of curvature [J]. *OSA Continuum*, 2019, 2(10): 2783-2794.
- [19] Chen J Q, Huang Q S, Qi R Z, et al. Effects of sputtering power and annealing temperature on surface roughness of gold films for high-reflectivity synchrotron radiation mirrors [J]. *Nuclear Science and Techniques*, 2019, 30(7): 1-6.
- [20] Qi R Z, Pan L Y, Feng Y F, et al. Evolution of chemical, structural, and mechanical properties of titanium nitride thin films deposited under different nitrogen partial pressure [J]. *Results in Physics*, 2020, 19: 103416.
- [21] Wu J L, Qi R Z, Huang Q S, et al. Stress, roughness and reflectivity properties of sputter-deposited B₄C coatings for X-ray mirrors [J]. *Chinese Physics Letters*, 2019(12): 120701.
- [22] Yang Y, Qiushi H, Igor V K, et al. Comparative study of single-layer, bilayer, and trilayer mirrors with enhanced X-ray reflectance in 0.5- to 8-keV energy region [J]. *Journal of Astronomical Telescopes Instruments and Systems*, 2020, 6(4): 044001.
- [23] Bajt S, Stearns D G, Kearney P A. Investigation of the amorphous-to-crystalline transition in Mo/Si multilayers [J]. *Journal of Applied Physics*, 2001, 90(2): 1017-1025.
- [24] Kuznetsov D, Yakshin A, Sturm M, et al. High-reflectance La/B-based multilayer mirror for 6. x-nm wavelength [J]. *Proceedings of SPIE*, 2015, 9588: 958806.
- [25] Ghafoor N, Eriksson F, Aquila A, et al. Impact of B₄C co-sputtering on structure and optical performance of Cr/Sc multilayer X-ray mirrors [J]. *Optics Express*, 2017, 25(15): 18274-18287.
- [26] Huang Q S, Fei J N, Liu Y, et al. High reflectance Cr/V multilayer with B₄C barrier layer for water window wavelength region [J]. *Optics Letters*, 2016, 41(4): 701-704.
- [27] Huang Q, Yi Q, Cao Z, et al. High reflectance nanoscale V/Sc multilayer for soft X-ray water window region [J]. *Scientific Reports*, 2017, 7(1): 12929.
- [28] Xu D C, Huang Q S, Wang Y W, et al. Enhancement of soft X-ray reflectivity and interface stability in nitridated Pd/Y multilayer mirrors [J]. *Optics Express*, 2015, 23(26): 33018-33026.
- [29] Ni H J, Huang Q S, Liu G C, et al. Comparative study of Pd/B₄C X-ray multilayer mirrors fabricated by magnetron sputtering with Kr and Ar gas [J]. *Materials*, 2020, 13(20): 4504.
- [30] Feigl T, Perske M, Pauer H, et al. Optical performance of LPP multilayer collector mirrors [J]. *Proceedings of SPIE*, 2012, 8322: 832217.

- [31] Wang Z S, Zhu J T, Mu B Z, et al. Applications of multilayer optics [J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 2010, 623(2): 786-790.
- [32] Zhang Z, Qi R Z, Yao Y Y, et al. Improving thickness uniformity of Mo/Si multilayers on curved spherical substrates by a masking technique [J]. Coatings, 2019, 9(12): 851.
- [33] Störmer M, Siewert F, Horstmann C, et al. Coatings for FEL optics: preparation and characterization of B_4C and Pt [J]. Journal of Synchrotron Radiation, 2018, 25: 116-122.
- [34] Wang C Q, Wang Z S, Zhang Z, et al. Calculation and verification of linear target deposition distribution [J]. Proceedings of SPIE, 2020, 11617: 116171M.
- [35] Ni H J, Huang Q S, Shi Y N, et al. Development of large-size multilayer mirrors with a linear deposition facility for X-ray applications [J]. Optical Engineering, 2019, 58(10): 104105.
- [36] Tu Y C, Song Z Q, Huang Q S, et al. Fabrication of laterally graded periodic Mo/Si multilayer using magnetron sputtering technology [J]. High Power Laser and Particle Beams, 2011, 23(9): 2419-2422. 涂昱淳, 宋竹青, 黄秋实, 等. 磁控溅射制备横向梯度分布的 Mo/Si 周期多层膜 [J]. 强激光与粒子束, 2011, 23(9): 2419-2422.
- [37] Huang Q S, Medvedev V, van de Kruijs R, et al. Spectral tailoring of nanoscale EUV and soft X-ray multilayer optics [J]. Applied Physics Reviews, 2017, 4(1): 011104.
- [38] Yakshin A E, Kozhevnikov I V, Zoethout E, et al. Properties of broadband depth-graded multilayer mirrors for EUV optical systems [J]. Optics Express, 2010, 18(7): 6957-6971.
- [39] Kozhevnikov I V, Bukreeva I N, Ziegler E. Design of X-ray supermirrors [J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 2001, 460(2/3): 424-443.
- [40] Wang Z S, Michette A G. Optimization of depth-graded multilayer designs for EUV and X-ray optics [J]. Proceedings of SPIE, 2001, 4145: 243-253.
- [41] Wang Y W, Huang Q S, Yi Q, et al. Design of Pd/ B_4C aperiodic multilayers for 8-12 nm region with flat reflectivity profile [J]. Chinese Optics Letters, 2016, 14(7): 073101.
- [42] Wang Z S, Wang H C, Zhu J T, et al. Extreme ultraviolet broadband Mo/Y multilayer analyzers [J]. Applied Physics Letters, 2006, 89(24): 241120.
- [43] Erko A, Idir M, Krist T, et al. Modern developments in X-ray and neutron optics [M]. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2008.
- [44] Senthil Kumar M, Böni P, Horisberger M. Relationship between neutron reflectivity, electrical resistance, stress and embrittlement in reactively sputtered Ni/Ti multilayers and supermirrors [J]. Physica B: Condensed Matter, 2006, 385/386: 1265-1267.
- [45] Maruyama R, Yamazaki D, Ebisawa T, et al. Development of high-reflectivity neutron supermirrors using an ion beam sputtering technique [J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 2009, 600(1): 68-70.
- [46] Jiao H F, Yu C Y, Zhang Z, et al. Effect of carbon on microstructure and interfaces of NiC/Ti multilayers for neutron applications [J]. Vacuum, 2018, 155: 49-54.
- [47] Guggenmos A, Cui Y, Heinrich S, et al. Attosecond pulse shaping by multilayer mirrors [J]. Applied Sciences, 2018, 8(12): 2503.
- [48] Bourassin-Bouchet C, de Rossi S, Wang J, et al. Shaping of single-cycle sub-50-attosecond pulses with multilayer mirrors [J]. New Journal of Physics, 2012, 14(2): 023040.
- [49] Chen R, Wang F L, Wang A Z. Design of chirped Mo/Si multilayer mirror in the extreme ultraviolet region [J]. Chinese Optics Letters, 2008, 6(4): 310-312.
- [50] Yang X W, Kozhevnikov I V, Huang Q S, et al. Unified analytical theory of single-order soft X-ray multilayer gratings [J]. Journal of the Optical Society of America B, 2015, 32(4): 506-522.
- [51] Yang X W, Kozhevnikov I V, Huang Q S, et al. Analytic theory of alternate multilayer gratings operating in single-order regime [J]. Optics Express, 2017, 25(14): 15987-16001.
- [52] Huang Q S, Kozhevnikov I V, Sokolov A, et al. Theoretical analysis and optimization of highly efficient multilayer-coated blazed gratings with high fix-focus constant for the tender X-ray region [J]. Optics Express, 2020, 28(2): 821-845.
- [53] Yang X, Wang H, Hand M, et al. Design of a multilayer-based collimated plane-grating monochromator for tender X-ray range [J]. Journal of Synchrotron Radiation, 2017, 24: 168-174.
- [54] Sokolov A, Huang Q S, Senf F, et al. Optimized highly efficient multilayer-coated blazed gratings for the tender X-ray region [J]. Optics Express, 2019, 27(12): 16833-16846.

- [55] Huang Q, Jia Q, Feng J, et al. Realization of wafer-scale nanogratings with sub-50 nm period through vacancy epitaxy[J]. *Nature Communications*, 2019, 10(1): 2437.
- [56] André J M, Benbalagh R, Barchewitz R, et al. X-ray multilayer monochromator with enhanced performance[J]. *Applied Optics*, 2002, 41(1): 239-244.
- [57] Kozhevnikov I V, van der Meer R, Bastiaens H M J, et al. Analytic theory of soft X-ray diffraction by lamellar multilayer gratings [J]. *Optics Express*, 2011, 19(10): 9172-9184.
- [58] van der Meer R, Kozhevnikov I, Krishnan B, et al. Single-order operation of lamellar multilayer gratings in the soft X-ray spectral range[J]. *AIP Advances*, 2013, 3(1): 012103.
- [59] Huang Q S, Feng J T, Li T Z, et al. Narrowband lamellar multilayer grating with low contrast MoSi₂/Si materials for the soft X-ray region[J]. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2019, 52(19): 195303.
- [60] Hau-Riege S P, London R A, Bionta R M, et al. Wavelength dependence of the damage threshold of inorganic materials under extreme-ultraviolet free-electron-laser irradiation [J]. *Applied Physics Letters*, 2009, 95(11): 111104.
- [61] Hau-Riege S P, London R A, Graf A, et al. Interaction of short X-ray pulses with low-Z X-ray optics materials at the LCLS free-electron laser[J]. *Optics Express*, 2010, 18(23): 23933-23938.
- [62] Aquila A, Sobierajski R, Ozkan C, et al. Fluence thresholds for grazing incidence hard X-ray mirrors [J]. *Applied Physics Letters*, 2015, 106 (24): 241905.
- [63] Koyama T, Yumoto H, Miura T, et al. Damage threshold of coating materials on X-ray mirror for X-ray free electron laser[J]. *The Review of Scientific Instruments*, 2016, 87(5): 051801.
- [64] Makhotkin I A, Sobierajski R, Chalupský J, et al. Experimental study of EUV mirror radiation damage resistance under long-term free-electron laser exposures below the single-shot damage threshold [J]. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2018, 25: 77-84.
- [65] Zhang Z, Li W B, Huang Q S, et al. A table-top EUV focusing optical system with high energy density using a modified Schwarzschild objective and a laser-plasma light source [J]. *Review of Scientific Instruments*, 2018, 89(10): 103109.
- [66] Gaudin J, Peyrusse O, Chalupský J, et al. Amorphous to crystalline phase transition in carbon induced by intense femtosecond X-ray free-electron laser pulses [J]. *Physical Review B*, 2012, 86(2): 024103.
- [67] Milov I, Makhotkin I A, Sobierajski R, et al. Mechanism of single-shot damage of Ru thin films irradiated by femtosecond extreme UV free-electron laser[J]. *Optics Express*, 2018, 26(15): 19665-19685.
- [68] Khorsand A R, Sobierajski R, Louis E, et al. Single shot damage mechanism of Mo/Si multilayer optics under intense pulsed XUV-exposure [J]. *Optics Express*, 2010, 18(2): 700-712.
- [69] Li W, Zhang Z, Pan L, et al. Table-top focused EUV optical system with high energy density and its application on EUV damage tests[J]. *Proceeding of SPIE*, 2019, 11035: 1103535.
- [70] Wang X, Huang Y, Mu B Z, et al. 18.2 nm Schwarzschild microscope for diagnostics of hot electron transport[J]. *Optik*, 2012, 123(11): 947-949.
- [71] Chen S H, Wang X, Huang Q S, et al. 13.5 nm Schwarzschild microscope with high magnification and high resolution [J]. *Chinese Optics Letters*, 2017, 15(4): 043401.
- [72] Marshall F J, Bahr R E, Goncharov V N, et al. A framed, 16-image Kirkpatrick-Baez X-ray microscope [J]. *The Review of Scientific Instruments*, 2017, 88(9): 093702.
- [73] Pickworth L A, Ayers J, Bell P, et al. The national ignition facility modular Kirkpatrick-Baez microscope [J]. *The Review of Scientific Instruments*, 2016, 87(11): 11E316.
- [74] Yi S Z, Zhang Z, Huang Q S, et al. Eight-channel Kirkpatrick-Baez microscope for multiframe X-ray imaging diagnostics in laser plasma experiments[J]. *The Review of Scientific Instruments*, 2016, 87(10): 103501.
- [75] Yi S Z, Zhang Z, Huang Q S, et al. Note: Tandem Kirkpatrick-Baez microscope with sixteen channels for high-resolution laser-plasma diagnostics[J]. *The Review of Scientific Instruments*, 2018, 89(3): 036105.
- [76] Harrison F A, Craig W W, Christensen F E, et al. The nuclear spectroscopic telescope array (NuSTAR) high-energy X-ray mission [J]. *The Astrophysical Journal*, 2013, 770(2): 103.
- [77] Basu-Zych A R, Hornschemeier A E, Haberl F, et al. The next-generation X-ray galaxy survey with eROSITA [J]. *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, 2020, 498(2): 1651-1667.
- [78] Cui W, Chen L B, Gao B, et al. HUBS: hot universe baryon surveyor [J]. *Journal of Low Temperature*

- Physics, 2020, 199(1/2): 502-509.
- [79] Yu J, Shen Z X, Sheng P F, et al. Ray tracing method for the evaluation of grazing incidence X-ray telescopes described by spatially sampled surfaces [J]. Applied Optics, 2018, 57(7): B74-B82.
- [80] Wang Z S, Liao Y Y, Shen Z X, et al. Development of imaging X-ray telescopes at Tongji University[J]. Journal of Astronomical Telescopes, Instruments, and Systems, 2019, 5(4): 044010.
- [81] Shen Z X, Yu J, Liao Y Y, et al. Development of X-ray focusing telescope by thin-glass slumping technology[J]. Proceedings of SPIE, 2020, 11548: 115480D.
- [82] Shen Z, Yu J, Ma B, et al. The research of nested grazing incidence X-ray telescope with high angular resolution[J]. Proceedings of SPIE, 2019, 11119: 111190X.
- [83] Shen Z, Yu J, Liao Y, et al. Development of X-ray focusing telescope for HUBS [J]. Proceedings of SPIE, 2020, 11444: 114442T.
- [84] Wu H R, Yang Y, Hussey D S, et al. Study of a nested neutron-focusing supermirror system for small-angle neutron scattering [J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 2019, 940: 380-386.
- [85] Yang Y, Qi R Z, Zhang Z, et al. Ni-Ti supermirror coated onto a curved substrate for nested neutron-focusing optics[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 2021, 986: 164752.
- [86] Xing L, Liu P, Yang X W, et al. Ultrathin transmission-type bent crystals for XFEL spectral diagnostic[J]. Proceedings of SPIE, 2020, 11617: 116171Y.