

Федеральный исследовательский центр  
«Институт катализа им. Г. К. Борескова  
Сибирского отделения Российской академии наук»

ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ ИНФРАСТРУКТУРА СИБИРСКОГО КОЛЬЦЕВОГО  
ИСТОЧНИКА ФОТОНОВ «СКИФ»

Сборник статей

Под общей редакцией К. И. Шефер

В трех томах

Том 1

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ СТАНЦИИ ПЕРВОЙ ОЧЕРЕДИ  
И ЛАБОРАТОРНЫЙ КОМПЛЕКС

Составитель Я. В. Зубавичус

Новосибирск

2022

УДК 621.384.63:539.122(082)

ББК 22.38я4

Т38

- Т38 **Технологическая инфраструктура сибирского кольцевого источника фотонов «СКИФ» :** сборник статей : в 3 томах / Федер. исслед. центр «Ин-т катализа им. Г. К. Борескова Сиб. отд-ния Рос. акад. наук» ; под общ. ред.: К. И. Шефер. – Новосибирск : Ин-т катализа СО РАН, 2022.  
ISBN 978-5-906376-40-4.  
Т. 1 : Экспериментальные станции первой очереди и Лабораторный комплекс / сост. Я. В. Зубавичус. – 308 с.  
ISBN 978-5-906376-41-1.

В сборнике статей описана технологическая инфраструктура строящегося в рабочем поселке Кольцово источника синхротронного излучения поколения 4+ ЦКП «СКИФ», включающей ускорительный комплекс (инжектор и основное накопительное кольцо), инженерные системы, экспериментальные станции и Лабораторный корпус. Описаны ключевые технические решения, положенные в основу магнитной структуры основного накопительного кольца, обеспечивающие достижение рекордно низкого эмиттанса 75 пм·рад. Для экспериментальных станций первой очереди представлены развернутые описания планируемой комплектации оборудования, реализуемых исследовательских методик и решаемых научных задач. По станциям второй очереди в более сжатом формате изложены основные идеи, лежащие в основе предлагаемых проектов.

В первом томе представлены эскизные проекты шести экспериментальных станций первой очереди ЦКП «СКИФ», включая 1-1 «Микрофокус», 1-2 «Структурная диагностика», 1-3 «Быстропротекающие процессы», 1-4 «XAFS спектроскопия и магнитный дихроизм, 1-5 «Диагностика в высокоэнергетическом диапазоне» и 1-6 «Электронная структура». В каждой статье изложены научные задачи, решаемые на станции, описаны реализуемые исследовательские методики, обоснованы ключевые характеристики оборудования в составе станции для достижения требуемых характеристик рентгеновского пучка на образце.

В последней статье тома описана концепция компоновки Лабораторного корпуса, в котором будет размещаться вспомогательное оборудование для пробоподготовки, проведения предварительных исследований, а также небольшой станочный парк для быстрого изготовления деталей, требуемых для проведения измерений на синхротронных станциях.

УДК 621.384.63:539.122(082)

ББК 22.38я4

ISBN 978-5-906376-41-1 (т. 1)

ISBN 978-5-906376-40-4

© Институт катализа СО РАН, 2022

## СОДЕРЖАНИЕ

<a href="#">Статья 1-0</a> , Е.Б. Левичев, А.Н. Журавлев, К.В. Золотарев, Я.В. Зубавичус, К.И. Шефер, Проект создания синхротронного источника поколения 4+ ЦКП «СКИФ» в р.п. Кольцово Новосибирской области: общая информация и статус реализации.....	<b>4</b>
<a href="#">Статья 1-1</a> , Ф.А. Дарьин, И. Долбня, И.В. Малышев, Я.В. Ракшун, С.В. Ращенко, А.В. Романенко, А.И. Семерикова, М.Р. Шарафутдинов, В.А. Чернов, Н.И. Чхало, С.В. Ращенко, Экспериментальная станция 1-1 «Микрофокус» ЦКП «СКИФ» ИК СО РАН .....	<b>13</b>
<a href="#">Статья 1-2</a> , З.С. Винокуров, Б.А. Захаров, Е.В. Болдырева, Я.В. Зубавичус, Ю.В. Ларичев, А.Г. Селютин, А.И. Семерикова, С.В. Цыбуля, А.Н. Шмаков, Д.Д. Мищенко, О.А. Булавченко, Д.А. Яценко, Н.Н. Коваль, В.В. Денисов, О.В. Крысина, Ю.Ф. Иванов, В.В. Шугуров, С.А. Громилов, В.Ю. Комаров, А.С. Сухих, С.В. Ращенко, К.В. Золотарев, Я.В. Ракшун, Концептуальный дизайн станции 1-2 «Структурная диагностика» ЦКП «СКИФ» ИК СО РАН .....	<b>74</b>
<a href="#">Статья 1-3</a> , И.А. Рубцов, Э.Р. Прууэл, К.А. Тен, А.О. Кашкаров, А.С. Аракчеев, К.В. Золотарев, Я.В. Зубавичус, А.Ю. Коновалова, К.Э. Купер, А.А. Студенников, С.Р. Казанцев, Л.И. Шехтман, Н.И. Разумов, Б.П. Толочко, Ю.В. Хомяков, А.Ю. Гармашев, Д.В. Петров, Е.Б. Смирнов, А.Л. Михайлов, И.А. Спирин, В.Б. Титова, А.Е. Курепин, Концептуальный проект Станции 1-3 «Быстропротекающие процессы».....	<b>114</b>
<a href="#">Статья 1-4</a> , А.А. Сараев, М.С. Платунов, А.Е. Требушинин, А.Н. Шмаков, К.В. Золотарев, В.А. Шкаруба, Н.А. Мезенцев, Я.В. Зубавичус, Станция 1-4 «XAFS-спектроскопия и магнитный дихроизм» .....	<b>135</b>
<a href="#">Статья 1-5</a> , К.Э. Купер К.Э., А.А. Легкодымов, А.А. Дучков, А.Г. Маликов, А.А. Филиппов, Е.Л. Завьялов, И.А. Иванов, А.И. Анчаров, А.Р. Шацкий, В.В. Поросев, Концептуальный проект Станции 1-5 «Диагностика в высокоэнергетическом рентгеновском диапазоне»...	<b>267</b>
<a href="#">Статья 1-6</a> , А.В. Бухтияров, А.Д. Николенко, О.Е. Терещенко, А.А. Шаворский, И.П. Просвирин, Р.И. Квон, В.А. Голяшов, М.А. Панафидин, И.А. Четырин, А.Г. Ощепков, К.В. Золотарев, Я.В. Зубавичус, В.И. Бухтияров, Концептуальный дизайн станции 1-6 «Электронная структура» ЦКП «СКИФ» ИК СО РАН.....	<b>227</b>
<a href="#">Статья 1-7</a> , Б.Г. Гольденберг, Лабораторный корпус ЦКП «СКИФ» ИК СО РАН.....	<b>287</b>

## **Проект создания синхротронного источника поколения 4+ ЦКП «СКИФ» в р.п. Кольцово Новосибирской области: общая информация и статус реализации**

Е.Б. Левичев<sup>1,2</sup>, А.Н. Журавлев<sup>1,2</sup>, К.В. Золотарев<sup>1,2,3</sup>, Я.В. Зубавичус<sup>1,3,4</sup>, К.И. Шефер<sup>1,3,4</sup>

<sup>1</sup>ЦКП "СКИФ", Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Никольский пр., 1, Кольцово, 630559

<sup>2</sup>Институт ядерной физики имени Г. И. Будкера СО РАН, просп. Акад. Лаврентьева, 11, Новосибирск, 630090

<sup>3</sup>НГУ, ул. Пирогова, 2, Новосибирск, 630090

<sup>4</sup>Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, просп. Акад. Лаврентьева, 5, Новосибирск, 630090

Автор для переписки: [k.i.shefer@srf-skif.ru](mailto:k.i.shefer@srf-skif.ru)

Аннотация. В данной статье описаны основные характеристики источников синхротронного излучения, представлена краткая информация о целях и задачах, а также о текущем статусе реализации проекта создания источника синхротронного излучения поколения 4+ ЦКП «СКИФ».

Ключевые слова: синхротронное излучение, мангитная структура, эмиттанс, поворотный магнит, ондулятор, вигглер, экспериментальные станции, источник синхротронного излучения поколения 4+

## Введение

Сибирский кольцевой источник фотонов СКИФ – источник синхротронного излучения поколения 4+, создаваемый в Наукограде Кольцово под Новосибирском. СКИФ представляет собой ускорительный комплекс, состоящий из линейного ускорителя электронов с энергией 200 МэВ, синхротрона-бустера на полную энергию и накопительного кольца. Накопитель релятивистских электронов с энергией 3 ГэВ, периметром 476 м и сверхмалым расчетным горизонтальным натуральным эмиттансом 73.2 пикометра на радиан будет поставлять пучки синхротронного излучения с предельной яркостью в диапазоне от 100 эВ до 100 кэВ на 30 экспериментальных станциях. Для энергии фотонов ~1 |5 кэВ эмиттанс источника приближается к волновому (дифракционному) пределу, обеспечивая высокую степень когерентности СИ и расширяя потенциал исследовательского комплекса.

Синхротронное излучение (СИ) – электромагнитное излучение релятивистских заряженных частиц, двигающихся по искривленным траекториям – является эффективным и универсальным инструментом для широкого спектра исследований, а также для технологических применений в различных областях науки и техники.

Источниками СИ служат циклические накопители электронов с характерной энергией несколько ГэВ и длиной орбиты от нескольких сотен метров до нескольких километров. В таких установках интенсивные (с током в несколько сотен миллиампер) пучки заряженных частиц, обладающие очень малым фазовым объемом – эмиттансом, двигаясь в поперечном магнитном поле, создают мощное и яркое излучение, которое по каналам вывода поступает на размещенные вдоль периметра экспериментальные станции для проведения исследований.

В настоящее время в мире работает несколько десятков источников СИ, на которых проводят исследования в области физики, химии, биологии, медицины, геологии, археологии, материаловедения, а также используют излучение для прикладных применений. Это самый многочисленный класс накопителей электронных пучков ультрарелятивистских энергий.

Важными «потребительскими» характеристиками источника СИ являются яркость и когерентность излучения. Чем больше яркость и когерентная фракция потока фотонов, тем считается выше «качество» установки и тем больший интерес она представляет для исследователей.

Яркость определяется как поток фотонов, нормированный на единицу площади и телесного угла источника. В идеальной оптической системе яркость сохраняется, поэтому ее удобно использовать в качестве критерия при построении схемы эксперимента. Как правило, для измерений нужен узкий диапазон спектра СИ  $\Delta\lambda$  в окрестности длины волны  $\lambda$ , который вырезается монохроматором, поэтому удобно определить спектральную яркость как

$$B \sim \frac{\dot{N}(\lambda)}{\Sigma_x \Sigma_{x'} \Sigma_y \Sigma_{y'} (\Delta\lambda/\lambda)}, \quad (1)$$

где  $\dot{N}$  – число фотонов в единицу времени (поток), а  $\Sigma_{x,y}$  и  $\Sigma_{x',y'}$  – эффективные пространственный и угловой размеры источника излучения по горизонтали и вертикали, учитывающие вклад и электронного, и фотонного пучков.

Источником излучения в накопителе является сгусток электронов, движущийся в магнитном поле со скоростью, близкой к скорости света. Поперечный среднеквадратичный размер  $\sigma_{x,y}$  и угловая расходимость пучка электронов  $\sigma_{x',y'}$  определяют фазовый объем эмиттанс согласно  $\varepsilon_{x,y} = \sigma_{x,y}\sigma_{x',y'}$ , и из (1) следует, что для повышения яркости источника СИ эмиттанс пучка электронов необходимо уменьшать. Однако волновой характер излучения накладывает ограничение на пространственный  $\Delta x$  и угловой  $\Delta\psi$  размер источника с длиной волны  $\lambda$  согласно  $\Delta x \sim \lambda/\Delta\psi$ . Это значит, что даже для точечного электрона эмиттанс ограничен дифракционными эффектами на уровне  $\varepsilon_r \approx \Delta x \Delta\psi \sim \lambda$ . Более точно, для излучения одиночного электрона в ондуляторе длиной  $L$ , среднеквадратичный размер и расходимость источника излучения записываются как

$$\sigma_r = \frac{\sqrt{2\lambda L}}{4\pi}, \quad \sigma_{r'} = \sqrt{\frac{\lambda}{2L}}, \quad (2)$$

где  $\lambda$  – длина волны излучения ондулятора на оси, и радиационный фазовый объем такого источника,

$$\sigma_r \sigma_{r'} = \lambda/4\pi. \quad (3)$$

Таким образом накладывается естественный предел на величину эмиттанса электронного пучка в циклическом источнике СИ – не имеет смысла делать его меньше (3), поскольку рост яркости будет незначительным, а сложности сооружения источника возрастают в высокой степени. Поскольку волновой эмиттанс зависит от длины волны излучения, для оценки обычно берут наиболее востребованный пользователями диапазон от  $\lambda \sim 10 \text{ \AA}$  (мягкий рентген), что дает  $\varepsilon_r \sim 100 \text{ пм}$  до  $\lambda \sim 1 \text{ \AA}$  (жесткий рентген) с  $\varepsilon_r \sim 10 \text{ пм}$ .

Предельно малый эмиттанс позволяет получить излучение с высокой степенью пространственной когерентности, которая для пучка из ондулятора определяется как

$$\zeta = \frac{\varepsilon_r^2}{\Sigma_x \Sigma_{x'} \Sigma_y \Sigma_{y'}}. \quad (4)$$

Использование когерентного излучения позволяет расширить исследовательские возможности установки.

Для классификации источники СИ принято делить на поколения; каждому новому поколению присущ все меньший эмиттанс. К первому поколению относят накопители с горизонтальным эмиттансом  $\varepsilon_x \sim 300 \div 500 \text{ нм}$ , исходно предназначенные для физики частиц. Второе поколение – специализированные установки для экспериментов с СИ и с эмиттансом  $\varepsilon_x \sim 20 \div 100 \text{ нм}$ . Установки третьего поколения, обладают эмиттансом  $\varepsilon_x \sim 1 \div 10 \text{ нм}$ , и производят пучки рентгеновского излучения высокой яркости. Развитие физики и техники релятивистских ускорителей и накопителей электронов привело недавно к появлению четвертого поколения кольцевых источников СИ с эмиттансом  $\varepsilon_x \ll 1 \text{ нм}$ .

В 2014 г. в Брукхевенской лаборатории США заработал накопитель-источник СИ NSLS II с энергией электронного пучка 3 ГэВ, длиной орбиты 792 м и горизонтальным

эммиттансом 500 пм. В 2016 г. в Университете г. Лунд (Швеция) был запущен накопитель MAX IV с параметрами: энергия – 3 ГэВ, периметр 528 м, эммиттанс 200 |300 пм. В конце 2019 г. во Франции (Гренобль) введен в эксплуатацию ESRF-EBS (6 ГэВ, 844 м, Н130 пм), а в Бразилии (Кампинос) – Sirius (3 ГэВ, 518.4 м, Н250 пм). Планы создания новых источников СИ или модернизации существующих с горизонтальным эммиттансом существенно меньше 1 нм есть в различных лабораториях Европы, США, Японии, Китая.

В России в 2019 году был одобрен и профинансирован проект источника синхротронного излучения ЦКП «СКИФ» (Центр коллективного пользования «Сибирский Кольцевой Источник Фотонов») с параметрами: энергия пучка 3 ГэВ, периметр 476 м, натуральный (без учета токовых эффектов и связи бетатронных колебаний) горизонтальный эммиттанс Н 75 пм. СКИФ может работать в одногустковом или многугустковом режимах с током пучка до 400 мА и обслуживать до 30 экспериментальных станций. На накопителе предполагается установить до 14 специальных генераторов излучения – вигглеров и ондуляторов (в т.ч. сверхпроводящих), которые значительно улучшают спектральные характеристики источника. С учетом бетатронной связи и влияния вставных устройств эммиттанс может быть дополнительно уменьшен до ~50 |60 пм, достигая, тем самым, волнового предела в востребованной экспериментаторами области мягкого рентгеновского излучения, и позволяя называть ЦКП «СКИФ» источником поколения 4+. Предлагаемый документ является концептуальным описанием проекта.

## 1. Общее описание источника СИ ЦКП «СКИФ»

В 1980-е годы произошло разделение циклических источников СИ по энергии электронного пучка на два класса. Первый класс составили машины с энергией ~2 |3 ГэВ, второй – с энергией 6 |8 ГэВ. Соотношение

$$E \propto Vr$$

задает радиус поворота частицы  $r$  в магнитном поле  $V$ , который (после добавления прямолинейных промежутков, согласующих участков и т.д.) определяет длину орбиты для источников низкой энергии в районе 200 |400 м, а для высокой – Н1000 м.

Причина такого деления лежала в несовершенстве существовавших тогда технологий производства основных источников яркого синхротронного излучения – ондуляторов. В соответствии с выражением для длины волны первой гармоники излучения из ондулятора

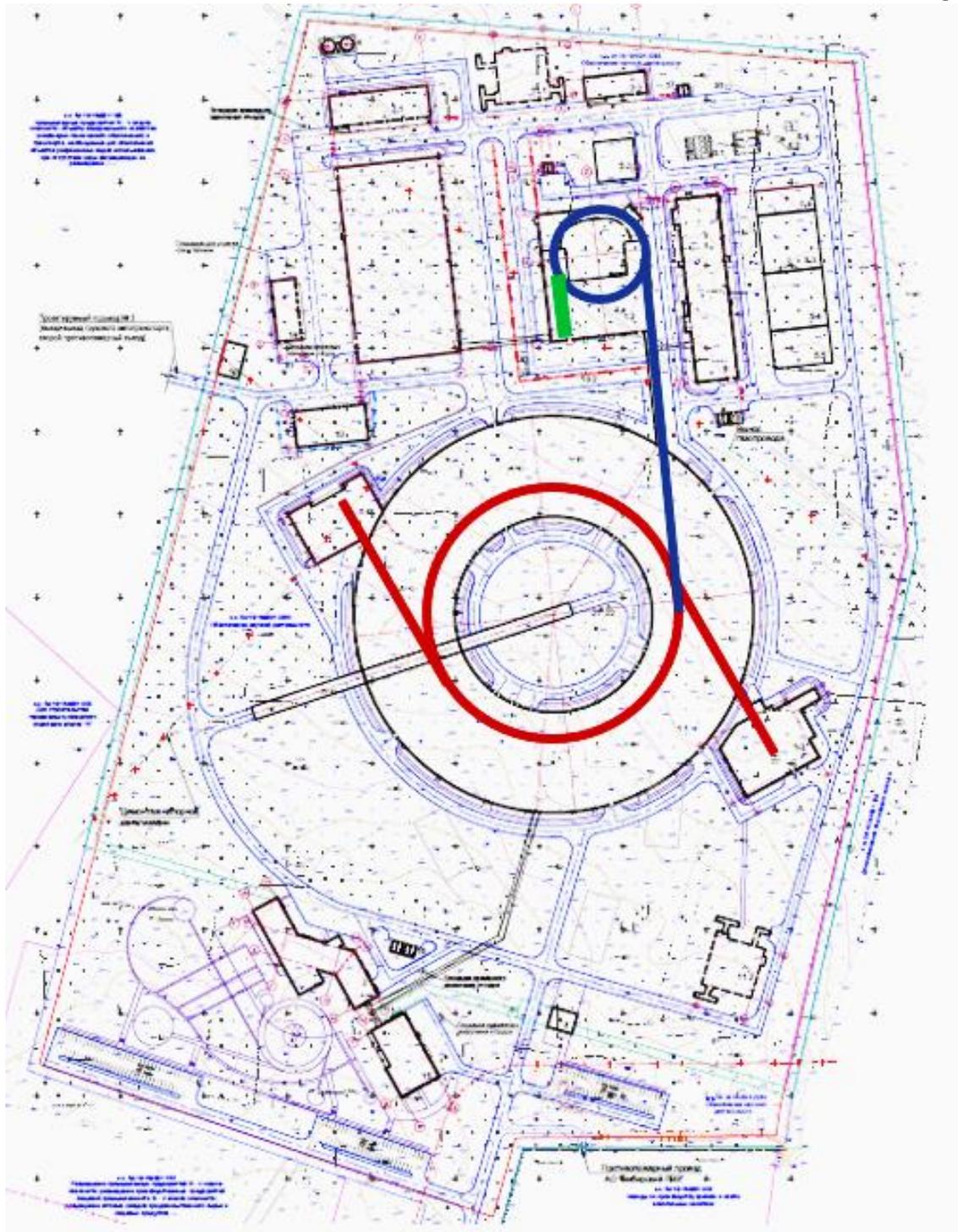
$$\lambda \approx \frac{\lambda_u}{2\gamma^2}$$

где  $\lambda_u$  – период ондулятора, а  $\gamma$  – релятивистский фактор, ондуляторы той эпохи (с периодом 30 |50 мм и амплитудой поля Н1 Т) позволяли достичь характерной энергии гамма-квантов ~50 кэВ только для установок с энергией пучка  $\varepsilon$  6 ГэВ. Современные ондуляторы, в том числе, сверхпроводящие, позволяют получить, при том же поле, период Н10 |15 мм, что значительно расширяет спектр излучения из источников СИ низкой энергии в жесткую сторону.

Одним из важнейших факторов, определивших конфигурацию и параметры источника СКИФ, является очень короткий срок, отведенный на реализацию проекта, что заставляет уменьшать как размер установки, так и объем работ по расчету, проектированию, прототипированию, изучению и доработке оборудования комплекса, поскольку на это просто нет времени. В связи с этим мы вынуждены максимально применять предыдущие разработки ИЯФ, по которым есть опыт, проектная и конструкторская документация, производственное оборудование и приспособления. Было принято решение использовать в качестве основных установок инжекционного комплекса линейный ускоритель электронов с энергией 200 МэВ, аналогичный линаку ВЭПП-5 – инжектору электрон-позитронных коллайдеров ИЯФ, и бустерный синхротрон, который был разработан и изготовлен в ИЯФ для проекта источника СИ NSLS II. Учитывая изложенные выше соображения, требования пользователей-экспериментаторов, размеры участка для размещения источника СИ, оптимизацию бюджета и графика реализации, и т.д., были сформулированы следующие основные требования к источнику СИ ЦКП «СКИФ»:

- Энергия пучка 3 ГэВ.
- Периметр накопителя <500 м.
- Натуральный эмиттанс <100 пм.
- Инжектор: разработка ИЯФ – бустер-синхротрон источника СИ NSLS II и линейный ускоритель, который используется в ИЯФ для инъекции в e<sup>+</sup>e<sup>-</sup> коллайдеры.
- Достаточное число каналов вывода СИ из ондуляторов и вигглеров, а также, из поворотных магнитов с большим полем (жесткий рентген) и с малым полем (мягкий рентген и ультрафиолет).
- По возможности, простые, проверенные и надежные решения (например, отказ от сложных магнитов с продольным градиентом поля, традиционная инъекция с горизонтальным отклонением накопленного пучка (bump) импульсными магнитами на азимуте инъекции и т.п.).

Площадкой для размещения ЦКП «СКИФ» был выбран Наукоград Кольцово, примерно равноудаленный от Академгородка СО РАН и центра Новосибирска. В Кольцово находятся Биотехнопарк Новосибирской области, ГНЦ вирусологии и биотехнологии «Вектор», другие организации, работающие в сфере микробиологии, биохимии и медицины. Строительный план ЦКП «СКИФ» показан на **Рисунке 1**.



**Рисунок 1.** Строительный план участка для размещения ЦКП «СКИФ». Красным цветом показан основной накопитель электронов (и, для примера, два длинных канала вывода излучения для выносных зданий экспериментальных станций 1-3 и 1-5), синим цветом обозначен бустерный синхротрон, зеленым – линейный ускоритель фор-инжектор.

Кроме кругового здания основного накопителя и здания инжекционного комплекса на территории ЦКП «СКИФ» будут размещаться административный корпус, лабораторный корпус с оборудованием, необходимым для подготовки образцов и обработки экспериментальных данных, инженерные сооружения и т.д.

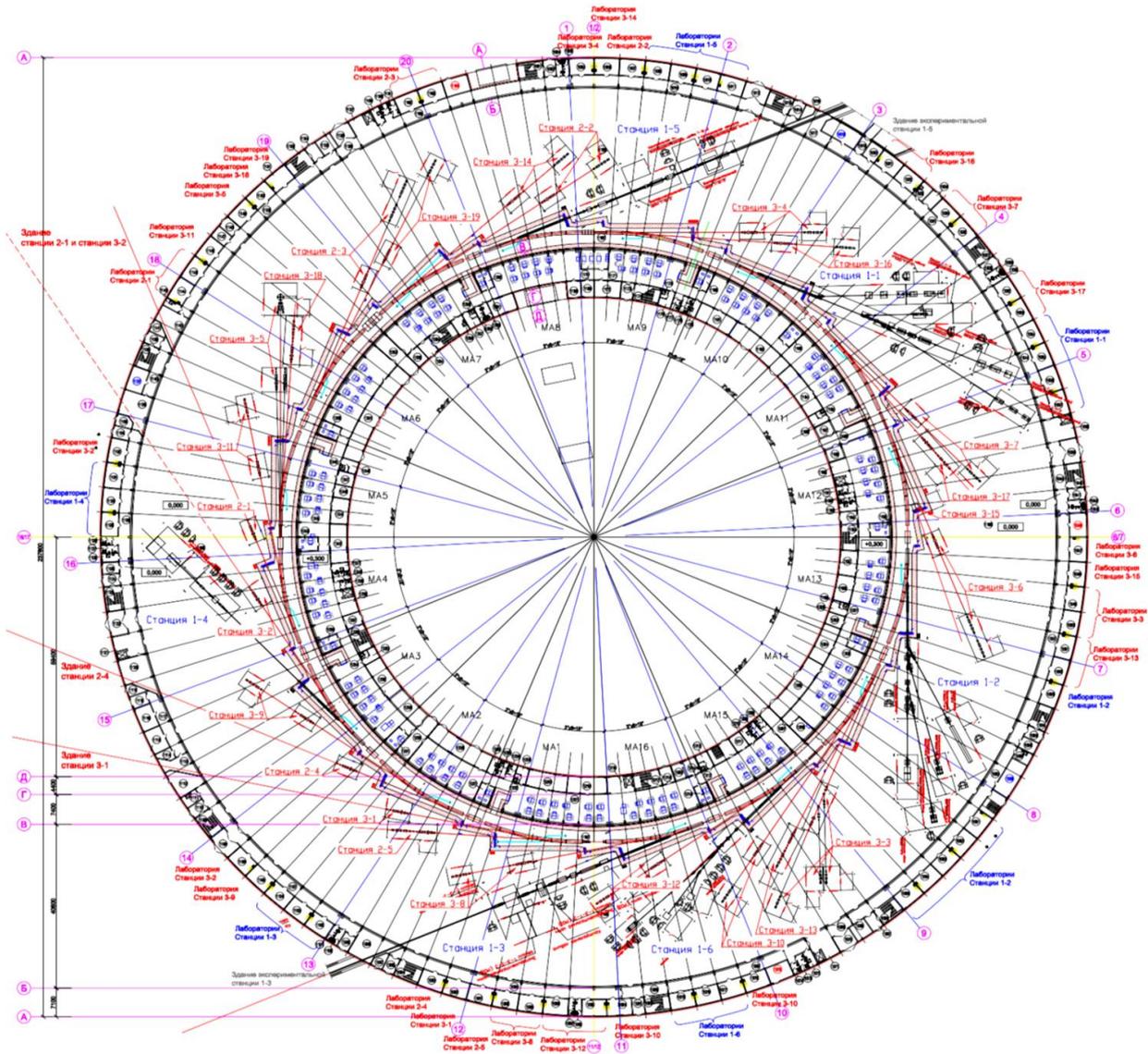


Рисунок 2. Предварительная схема размещения оборудования в экспериментальном зале основного накопителя ЦКП «СКИФ».

В первом томе настоящего электронного сборника приведены описания концептуальных проектов экспериментальных станций первой очереди, которые планируется запустить в декабре 2024 года. В их число входят (Рисунок 2):

- Станция 1-1 «Микрофокус»,
- Станция 1-2 «Структурная диагностика»,
- Станция 1-3 «Быстропротекающие процессы»,
- Станция 1-4 «XAFS-спектроскопия и магнитный дихроизм»,
- Станция 1-5 «Диагностика в высокоэнергетическом рентгеновском диапазоне»,
- Станция 1-6 «Электронная структура».

Во втором томе электронного сборника будут приведены описания ускорительного комплекса. Согласно планам, в декабре 2023 года будет получен первый пучок синхротронного излучения и проведен первый эксперимент. В третьем томе сборника приводятся описания устройств генерации и фронтендов для экспериментальных станций первой очереди, систем управления и информационно-технологического обеспечения станций, а также предварительные концепции некоторых станций второй очереди.

## 2. Статус реализации проекта

Официальным началом реализации проекта создания источника синхротронного излучения поколения 4+ ЦКП «СКИФ» можно считать создание в Институте катализа им. Г.К. Борескова СО РАН специализированного подразделения под названием Проектный офис ЦКП «СКИФ». Приказ о создании этого структурного ненаучного подразделения был издан 30.11.20 ноября 2018 года. В соответствии с требованиями эффективности реализации проекта организационная структура Проектного офиса несколько раз претерпевала изменения. С 24 августа 2021 года Проектный офис ЦКП «СКИФ» получил статус обособленного филиала Института катализа СО РАН.

В настоящее время силами генерального проектировщика АО «ЦПТИ» завершены проектные работы. Разработанная проектно-сметная документация прошла государственную экспертизу и 17 декабря 2021 года получила положительное заключение ФАУ «Главгосэкспертиза России».

25 августа 2021 года генеральный подрядчик проекта АО «Концерн Титан-2» развернул на площадке ЦКП «СКИФ» в р.п. Кольцово строительные работы предварительного периода.

Параллельно со строительными работами идет изготовление оборудования для ускорительного комплекса ЦКП «СКИФ». В 2021 году в цехах экспериментального производства ИЯФ СО РАН развернуты работы по изготовлению элементов инжекционного комплекса и основного накопителя. В частности, выпущены первые серийные магниты бустерного синхротрона (Рисунок 3).

Ведется работа по подготовке кадров для ЦКП «СКИФ». В настоящее время специализированные образовательные программы по подготовке специалистов для ЦКП «СКИФ» запущены в Новосибирском государственном университете (НГУ), Новосибирском

государственном техническом университете (НГТУ), а также вузах Красноярска, Томска и других сибирских городов.



**Рисунок 3.** Готовые магнитопроводы и катушки диполей ВF и ВD бустерного синхротрона ЦКП «СКИФ» на складе экспериментального производства ИЯФ СО РАН.

## Заключение

Завершение создания ускорительного комплекса и экспериментальных станций первой очереди ЦКП «СКИФ», запланированное на конец 2024 года, позволит начать реализацию обширной программы научных исследований на этой передовой исследовательской установке. Планируется, что синхротронный источник ЦКП «СКИФ» после вывода на проектные параметры будет работать в круглосуточном режиме 7 дней в неделю за исключением периодов проведения планово-профилактических работ и работ по ускорительной физике по заранее согласованному графику. Прогнозируемое время работы ускорительного комплекса для пользователей - до 6500 часов в год.

Пучковое время на секциях ЦКП «СКИФ» будет предоставляться как российским, так и международным пользовательским группам по итогам конкурса научных заявок в зависимости от полученных экспертных оценок. Для проведения экспертизы заявок будут сформированы экспертные советы по каждой предметной области. Будет обеспечена безусловная прозрачность процедуры экспертизы и ее независимый контроль. Основой экспертной оценки станут такие критерии, как актуальность предложенной тематики, техническая реализуемость эксперимента, высокий научный уровень заявителя, наличие опыта использования синхротронных источников, наличие публикаций в предметной области, в том числе по предыдущим заявкам, выполненным на ЦКП «СКИФ».

## Экспериментальная станция 1-1 «Микрофокус»

С.В. Ращенко<sup>1,2</sup>, А.И. Семерикова<sup>1,2,8</sup>, А.В. Романенко<sup>1,2,8</sup>, И.П. Долбня<sup>3</sup>,  
И.В. Малышев<sup>4</sup>, Я.В. Ракшун<sup>5</sup>, Ф. А. Дарьин<sup>5,8</sup>, В.А. Чернов<sup>5</sup>, Н.И. Чхало<sup>4</sup>,  
М.Р. Шарафутдинов<sup>6,8</sup>, С.А. Петров<sup>6</sup>, П.Ю. Тяпкин<sup>6</sup>, А.П. Чернышев<sup>6,7</sup>, Н.Ф. Уваров<sup>2,6,7</sup>

<sup>1</sup>Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева СО РАН, пр. Академика Коптюга, 3, 630090, г. Новосибирск.

<sup>2</sup>Новосибирский государственный университет, ул. Пирогова, 2, 630090, г. Новосибирск.

<sup>3</sup>Diamond Light Source Ltd, Diamond House, Harwell Science and Innovation Campus, OX11 0DE, Didcot, Oxfordshire.

<sup>4</sup>Институт физики микроструктур РАН, ул. Академическая, д. 7, 603087, д. Афонино, Нижегородская обл., Кстовский район.

<sup>5</sup>Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, пр. Академика Лаврентьева, д. 11, 630090, г. Новосибирск.

<sup>6</sup>Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, ул. Кутателадзе, 18, 630128, г. Новосибирск

<sup>7</sup>Новосибирский государственный технический университет, пр-т Карла Маркса, 20, 630073, г. Новосибирск.

<sup>8</sup>ЦКП "СКИФ", Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Никольский пр., 1, 630559, Кольцово

Автор для переписки: [rashchenkos@gmail.com](mailto:rashchenkos@gmail.com)

Аннотация. Рассмотрен проект экспериментальных станций на канале 1-1 СКИФ, где источником излучения является ондулятор. Использование рефрактивной рентгеновской оптики позволяет сфокусировать большой поток в пятно микронного и субмикронного размера. Описаны ключевые задачи станций. На их основе выбраны параметры источника и оптические схемы. Разработан дизайн секций белковой кристаллографии, ядерного гамма-резонанса, дифракции *in situ* в экстремальных условиях и микродифракции. Приведены используемые методики.

Ключевые слова: синхротронное излучение, ондулятор, фокусирующая оптика, белковая кристаллография, ядерный гамма-резонанс, дифракции *in situ*, экстремальные условия, микродифракция.

## Оглавление

Введение .....	15
1 Источник СИ.....	28
2 Общая конфигурация станции 1-1 «Микрофокус» .....	29
2.1 Секция 1-1-1 «Высокоэнергетическая когерентная дифракционная микроскопия и микродифрактометрия» .....	31
2.1.1 Когерентная дифракционная микроскопия .....	33
2.2 Дифракция in situ в экстремальных условиях и микродифракция .....	41
2.3 Секция 1-1-2 «Ядерный гамма-резонанс» .....	47
2.4 Гнездовой монохроматор высокого разрешения .....	50
2.5 Субмикронная фокусировка пучка .....	52
2.6 Монохроматор-спектрограф сверхвысокого разрешения .....	54
2.7 Мёссбауэровский монохроматор .....	56
2.8 Дополнительные методики .....	56
2.9 Секция 1-1-3 «Макромолекулярная кристаллография».....	57
3 Дополнительное оборудование .....	65
3.1 Мониторинг пучка .....	65
3.2 Сопутствующая инфраструктура .....	65
4 Заключение.....	66
5 Благодарности.....	66
6 Список цитируемой литературы .....	67

## Введение

Появление в 1990-х гг. первых источников СИ 3-го поколения, позволивших использовать принципиально новое устройство генерации СИ — ондулятор, и их последующее активное развитие привели к взрывному росту числа экспериментальных методик, доступных для пользователей СИ (в настоящее время соответствующий список источника СИ ESRF, например, насчитывает более ста пунктов). При этом неизбежной стала всё более узкая специализация станций под конкретные методики, быстро столкнувшаяся с физическими ограничениями накопительных колец, рассчитанных на конечное число прямых промежутков, пригодных для установки ондуляторов. В результате следующим этапом развития источников СИ 3-го поколения стала активная оптимизация (разделение на секции) ондуляторных станций в условиях жёсткой конкуренции интересов различных групп пользователей с использованием следующих подходов:

1. Последовательная установка на пучке из одного ондулятора 2-3 специализированных экспериментальных секций, делящих между собой время работы ондулятора. Недостатком такой схемы является возможность работы только одной из секций при вынужденном простое остальных.
2. Установка в одном прямом промежутке двух укороченных ондуляторов, пучки которых расходятся под небольшим углом, достаточным для размещения двух независимых станций (необходим длинный прямой промежуток, оснащённый дополнительными элементами магнитной структуры).
3. Отведение неиспользуемых гармоник ондулятора на 2-3 боковые экспериментальные секции. Данный подход, в отличие от первого, обеспечивает независимое и одновременное функционирование 3-4 экспериментальных секций на одном ондуляторе, многократно увеличивая объём экспериментального времени, предоставляемого пользователям. Ограничением подхода является возможность его применения только к методикам, не требующим изменения длины волны излучения в ходе эксперимента.

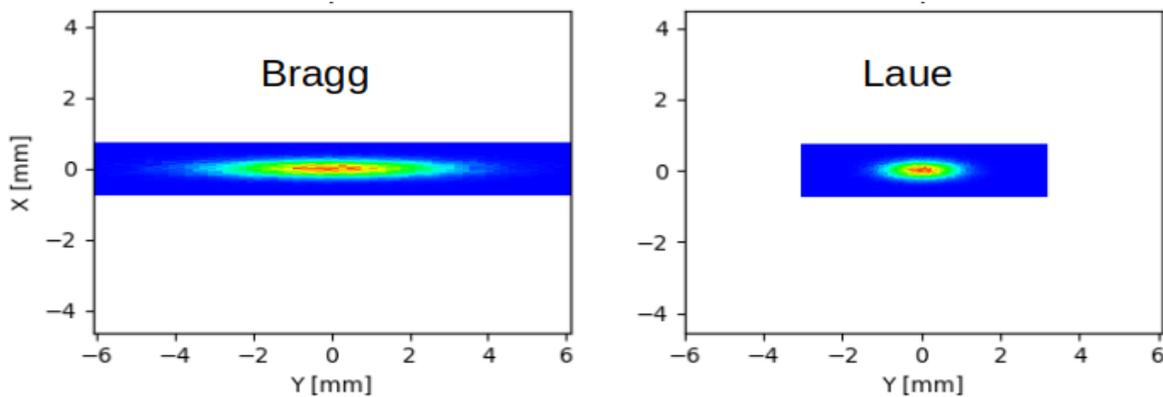
Ключевым элементом третьего подхода являются тонкие пластинки-монохроматоры («расщепители» пучка), каждая из которых отводит рабочее излучение на боковую секцию и без заметных потерь пропускает остальной пучок к следующим секциям. Безальтернативным материалом таких расщепителей, очевидно, является алмаз, достаточно прозрачный в широком диапазоне энергий и при этом дающий кристаллы необходимого качества. Впервые подход с расщеплением пучка, позволяющий в 3-4 раза увеличить экспериментальное время, доступное пользователям одной станции, был предложен в 1994 г. [1] и вскоре реализован в виде станции TROIKA источника СИ ESRF (Франция)[2], получившей широкую известность после проведения пионерских экспериментов по использованию когерентных пучков СИ [3].

Успех станции TROIKA, на которой ондуляторное излучение из одного прямого промежутка с помощью тонких алмазных пластинок-монохроматоров распределялось между тремя независимо функционирующими секциями, позволил применить концепцию расщепления пучка СИ для создания станции QUADRIGA (ID14) [4], на которой ондуляторное излучение из одного

прямого промежутка обеспечивало полноценное функционирование уже четырёх независимых секций.

Как ключевая станция направления белковой кристаллографии, в ходе первого этапа программы модернизации ESRF (2009-2015) станция QUADRIGA была модернизирована с учётом новых требований к автоматизации экспериментов и перенесена (с сохранением концепции расщепления пучка) на прямой промежуток ID30, где продолжила функционирование под названием MASSIF (Massively Automated Sample Screening Integrated Facility). Аналогичные схемы расщепления пучка были запущены в 2001 г. на станции BL24XU источника СИ SPring-8 (Япония)[5], в 2007 г. – на станции 21-ID (LS-CAT) источника СИ APS (США), в 2013 г. – на двухсекционной станции P02 источника СИ PETRA III (Германия). Успешная апробация на рентгеновском лазере на свободных электронах LCLS (США) алмазных расщепителей пучка нового поколения, сохраняющих когерентные свойства излучения (см. ниже) подтвердила перспективность схем расщепления пучка для рентгеновских ЛСЭ и источников СИ с ультрамалым эмиттансом. В связи с этим, например, в рамках проекта модернизации источника APS до 4-го поколения запланировано создание на базе одного прямого промежутка масштабной станции высокоэнергетического когерентного излучения (CHEX), при помощи схемы расщепления пучка обеспечивающей независимое функционирование четырёх секций, включающих шесть экспериментальных хатчей и восемь отдельных систем окружения образца. Целесообразность использования указанной схемы на вновь создаваемых станциях подчёркивается и в концептуальном дизайне источника СИ 4-го поколения PETRA IV. [6]

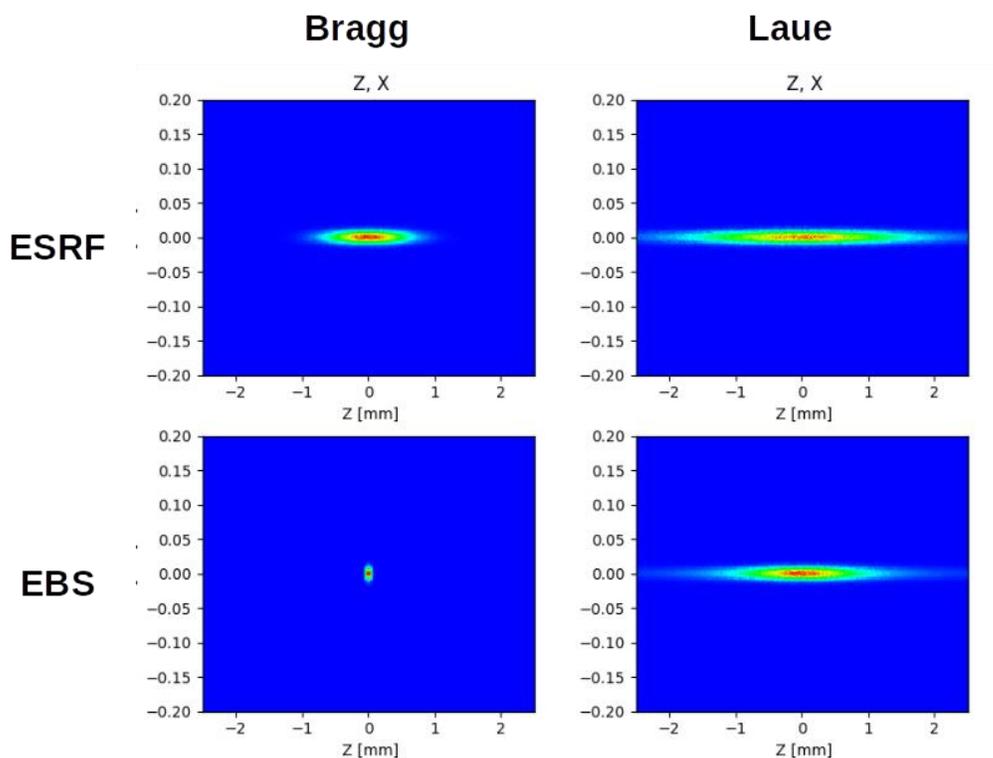
Использование алмазных пластинок в качестве монохроматоров-расщепителей пучка, однако, накладывает жёсткие ограничения на совершенство используемых кристаллов, размеры бездефектных областей которых должны соответствовать проекции пучка СИ на поверхность пластинки-расщепителя. В связи с этим, в условиях дефицита алмазного материала соответствующего качества, долгое время предпочтение отдавалось геометрии Лауэ, обеспечивающей падение пучка СИ на монохроматор под более близким к нормали углом. На **рисунке 1** представлена проекция пучка СИ (10 кэВ, источник – 4 м ондулятор в чётном прямом промежутке ESRF) на поверхность алмазного (111) монохроматора-расщепителя пучка, расположенного в 30 м от источника: слева — в геометрии Брэгга, справа — в геометрии Лауэ. Расчёты методом трассировки лучей здесь и далее выполнены в пакете программ OASYS [7] с использованием среды ShadowOui [8].



**Рисунок 1.** Проекция пучка СИ: слева — в геометрии Брэгга, справа — в геометрии Лауэ.

Однако геометрия Лауэ, позволяющая использовать алмазные пластинки с меньшей бездефектной областью, обладает фундаментальным недостатком — дисперсией, приводящей к деградации (увеличению) эффективного горизонтального размера источника (в геометрии Брэгга эффективный размер источника не меняется). Для источников СИ 3-го поколения вклад данного эффекта был сопоставим с вкладом эмиттанса электронного пучка, увеличивая эффективный размер источника не более, чем в два раза. В случае же источника СИ с ультрамалым эмиттансом, дисперсия геометрии Лауэ будет приводить к увеличению размера источника (и, соответственно, деградации когерентности) более, чем на порядок, делая бесполезными все преимущества источника СИ 4-го поколения для экспериментов, требующих субмикронной фокусировки пучка, либо высокого когерентного потока. **Рисунок 2** показывает Эффективный размер источника (10 кэВ, 4 м ондулятор) при использовании монохроматора-расщепителя в геометрии Брэгга (слева) и Лауэ (справа) на расстоянии 30 м от источника. Верхняя строка — чётный прямой промежуток ESRF, нижняя — прямой промежуток EBS.

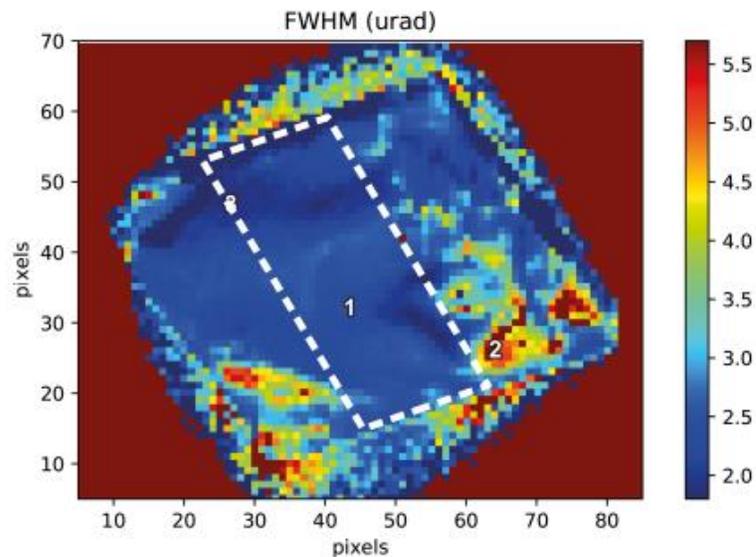
Частично указанную проблему геометрии Лауэ можно решить установкой на небольшом (до 10 м) расстоянии от кристалла-расщепителя аналогичного кристалла в антидисперсионной геометрии, повернув пучок параллельно первичному, однако такая мера сложно реализуема вследствие пространственных ограничений, особенно при отведении на боковые секции пучков с энергией 20 и более кэВ.



**Рисунок 2.** Эффективный размер источника при использовании монохроматора-расщепителя в геометрии Брэгга (слева) и Лауэ (справа) на расстоянии 30 м от источника.

Таким образом, для эффективного распределения СИ между независимыми секциями с сохранением когерентных свойств излучения и характеристик источника необходимо использование алмазных монохроматоров-расщепителей с большими бездефектными областями в геометрии Брэгга. Пионерские исследования в этом направлении были начаты на рентгеновском лазере на свободных электронах LCLS, где в силу неизбежных для такой установки ограничений на количество пользовательских станций остро встал вопрос нехватки экспериментального времени и, соответственно, возможности расщепления пучков СИ с сохранением когерентных свойств излучения. В сотрудничестве с российской организацией ФГБНУ ТИСНУМ, разработавшей технологию синтеза алмазов с бездефектными областями более 10 мм<sup>2</sup>, на LCLS были апробированы изготовленные из российских синтетических алмазов монохроматоры-расщепители, продемонстрировавшие совместимость с когерентным излучением рентгеновского ЛСЭ [9]. Аналогичное качество алмазного материала производства российской компании ООО «НЬЮ ДАЙМОНД ТЕХНОЛОДЖИ» было подтверждено исследованиями на источнике СИ APS[10]. В настоящее время в рамках сотрудничества ИЯФ СО РАН, ИГМ СО РАН и БФУ также исследуется возможность использования синтетического азотированного алмазного материала для изготовления монохроматоров-расщепителей, сохраняющих когерентные свойства СИ. **Рисунок 3** демонстрирует результат картирования пластины, изготовленной из азотированного алмаза, синтезированного в ИГМ СО РАН.

Пунктиром выделена практически бездефектная область размером  $3 \times 1$  мм. Предоставлено МНИЦ «Когерентная рентгеновская оптика для установок «Мегасайенс» (БФУ).



**Рисунок 3.** Картирование ширины кривой качания алмазной пластинки  $3 \times 3$  мм.

Таким образом, с учётом современных возможностей в области изготовления бездефектных алмазных монохроматоров, сохраняющих волновой фронт когерентных пучков СИ, а также в области механической стабилизации угловых вибраций рентгенооптических элементов до значений менее  $20 \times 10^{-9}$  рад [11], схема расщепления ондуляторного пучка является полностью совместимой с источниками СИ с ультрамалым эмиттансом и не приводит к какой-либо деградации качества и стабильности пучков СИ, являясь рабочей конфигурацией в таких проектах как ESRF-EBS, APS-U, PETRA-IV и др.

Следует отметить, что особенностью магнитной структуры накопителя кольца ЦКП «СКИФ», обеспечивающей рекордно малый горизонтальный эмиттанс при компактном размере накопительного кольца, является ограниченное число прямолинейных промежутков. Для успешного охвата всего спектра доступных в мировых центрах СИ экспериментальных методик таким образом необходима тщательная оптимизация дизайна ондуляторных станций, для размещения которых в нашем распоряжении имеется менее десяти прямых промежутков накопительного кольца (в случае ESRF, для сравнения, таких промежутков почти 30). Наибольший потенциал в случае станций первой очереди ЦКП «СКИФ» при этом имеет подход с расщеплением пучка, обеспечивающий максимальный объём доступных пользователям экспериментального времени и методик уже в первые годы работы ЦКП.

Поскольку выведение неиспользуемых гармоник ондулятора на боковые секции («расщепление» пучка) совместимо только с методиками, не требующими изменения длины волны излучения в ходе эксперимента, на основе статистики мировых центров СИ были

отобраны наиболее востребованные методики, для которых подавляющее большинство экспериментов не требует изменения длины волны:

- Когерентный дифракционный имиджинг
- Рентгеновская дифракция *in situ* в экстремальных условиях
- Макромолекулярная кристаллография
- Методы ядерного гамма-резонанса (на фиксированном изотопе)
- Дифракция высокого разрешения
- Рентгеновская дифракция *in situ* в условиях протекания реакций
- Рутинная рентгеновская дифракция
- Малоугловое рассеяние

С использованием технологии «расщепления» пучка алмазными монохроматорами все перечисленные методики могут одновременно реализовываться в составе ондуляторных станций первой очереди, занимающих всего два прямых промежутка: станции 1-1 «Микрофокус» (промежуток с низкой бета-функцией, для методик, требующих максимальной когерентности пучка и минимального размера источника) и станции 1-2 «Структурная диагностика» (промежуток с высокой бета-функцией, для методик, требующих минимальной расходимости пучка).

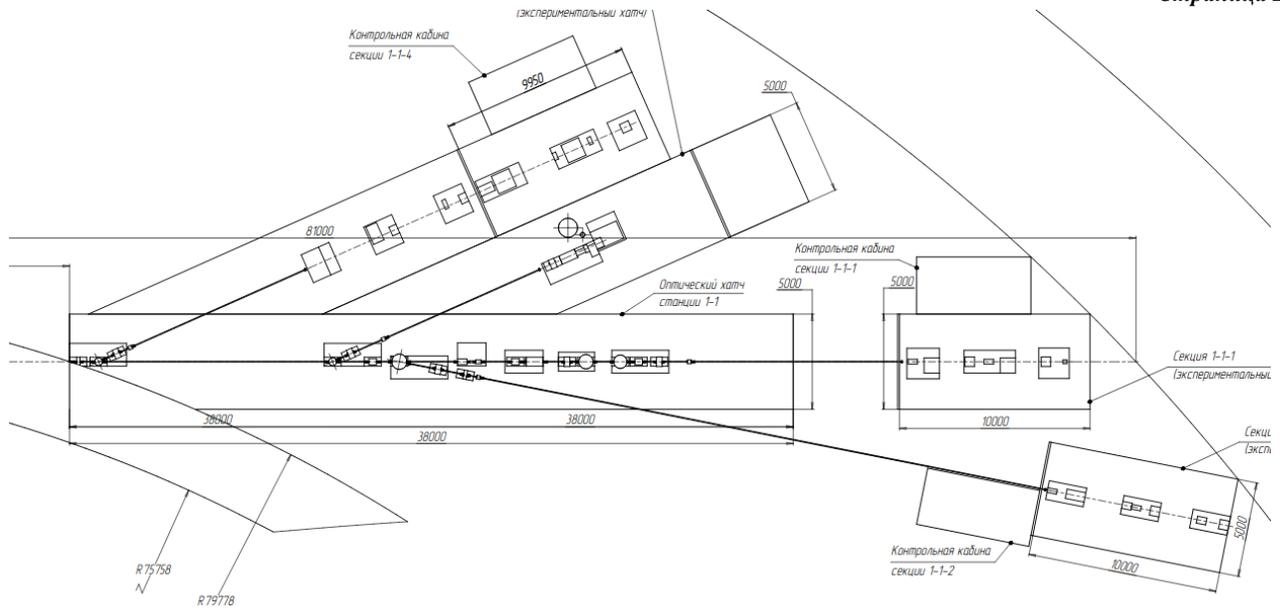
Станция 1-1 «Микрофокус», таким образом, объединяет три независимых секции, ориентированные на следующие группы методик (**Рисунок 4**):

- Когерентный дифракционный имиджинг (CDI) и птихография
- Рентгеновская дифракция *in situ* в экстремальных условиях
- Макромолекулярная кристаллография (с фиксированной длиной волны)
- Методы ядерного гамма-резонанса на изотопе  $^{57}\text{Fe}$ : мёссбауэровская спектроскопия с разрешением по энергии, ядерное рассеяние вперёд (NFS), неупругое ядерное рассеяние (NIS)

Ниже перечислены ключевые задачи станции «Микрофокус».

1. Когерентный дифракционный имиджинг (безлинзовая микроскопия).

Поскольку в силу дифракционных ограничений обычная микроскопия в видимой области неприменима для структур с характерным масштабом менее 200 нм, основным методом визуализации таких структур в материаловедении остаётся электронная микроскопия, пригодная для исследований поверхности либо ультратонких (менее 100 нм) срезов. Очевидным недостатком электронной микроскопии, таким образом, является невозможность неразрушающего 3D-контроля объёмных наноструктур.



**Рисунок 4.** Схема многосекционной станции «Микрофокус».

При этом активное совершенствование технологий изготовления полупроводниковых наноструктур позволило в 2018 г. перешагнуть 10-нм порог, начав массовое производство микропроцессоров по 7-нм технологии. Как следствие, ещё более остро встала проблема отсутствия методов неразрушающего контроля, позволяющих визуализировать качество 3D-наноструктуры в целях:

- Оптимизации литографического процесса
- Аттестации микроэлектроники для использования в критически важном оборудовании
- Аттестации микроэлектроники на предмет недокументированных возможностей

Подход к решению указанной проблемы на основе когерентного дифракционного имиджинга (безлинзовой микроскопии) был предложен в 2017 г. К настоящему времени данный подход, используя предельные возможности источников СИ 3-го поколения, позволяет проводить условно неразрушающую (требуется утонение образца до толщины 20 мкм) диагностику трёхмерной архитектуры интегральных микросхем с разрешением до 19 нм [12]. Основным ограничением метода является степень когерентности излучения, в случае источников СИ 3-го поколения не позволяющая использовать высокоэнергетические (>25 кэВ) фотоны с высокой проникающей способностью. В связи с этим большие надежды возлагаются на источники СИ 4-го поколения, способные обеспечить степень когерентность излучения, достаточную для высокоэнергетической когерентной дифракционной микротомографии с разрешением 5 и менее нанометров.

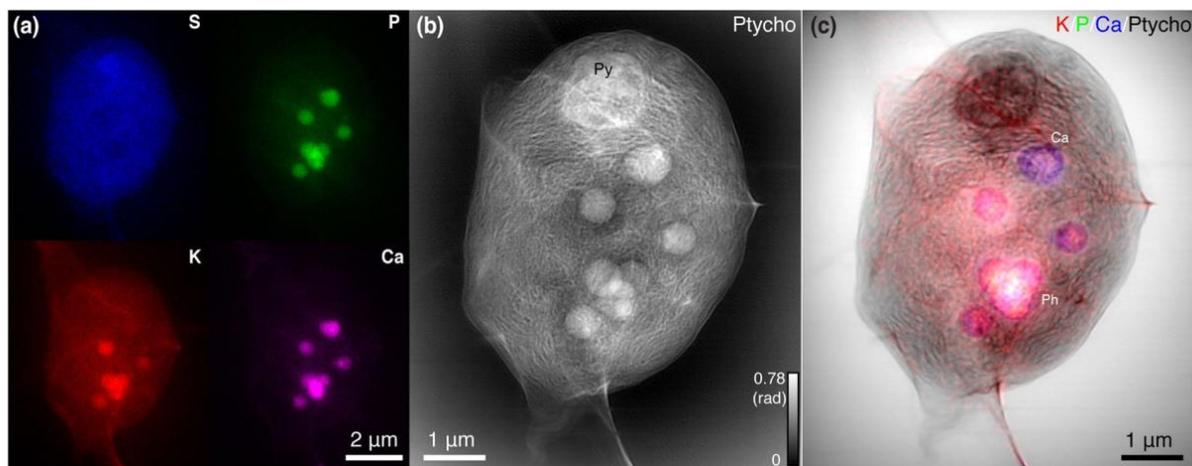
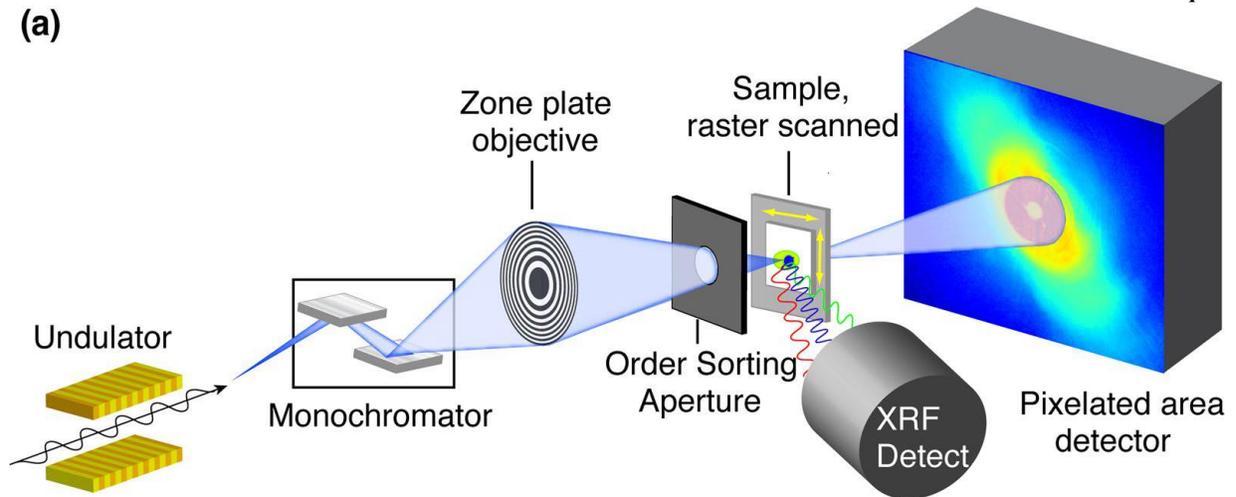
Важно отметить, что альтернативный подход — сканирующая просвечивающая рентгеновская микротомография — даже с учётом возможностей источников 4-го поколения не позволит обеспечить сопоставимого разрешения в визуализации поглощающих объектов с

помощью высокоэнергетического излучения. Последнее связано с тем, что в сканирующем режиме пространственное разрешение определяется минимально достижимым размером фокального пятна, который в области энергий  $>25$  кэВ на сегодняшний день ограничен возможностями фокусирующей оптики, составляя  $\sim 10$  нм [13]. Напротив, когерентный дифракционный имиджинг относится к методам полнопольной (full-field) микроскопии, позволяя с нанометровым разрешением визуализировать весь освещённый когерентным пучком фрагмент образца, и таким образом снимая технические сложности, связанные с контролем перемещений образца, неизбежно возникающие при использовании сканирующих методик.

Большой потенциал когерентный дифракционный имиджинг имеет и в изучении биологических объектов, где источники СИ нового поколения позволят визуализировать субклеточную структуру с минимальными радиационными повреждениями. Ещё одним преимуществом этого метода в сравнении с классической микроскопией в мягком рентгеновском диапазоне, является возможность параллельного элементного картирования образца за счёт возбуждаемой рентгеновской флюоресценции (**Рисунок 5**). В верхней части – схема эксперимента, в нижней в центре — трёхмерное изображение одноклеточной водоросли, полученное методом когерентного дифракционного имиджинга; слева — распределение элементов, также закартированное в ходе съёмки; справа — наложение изображений [14].

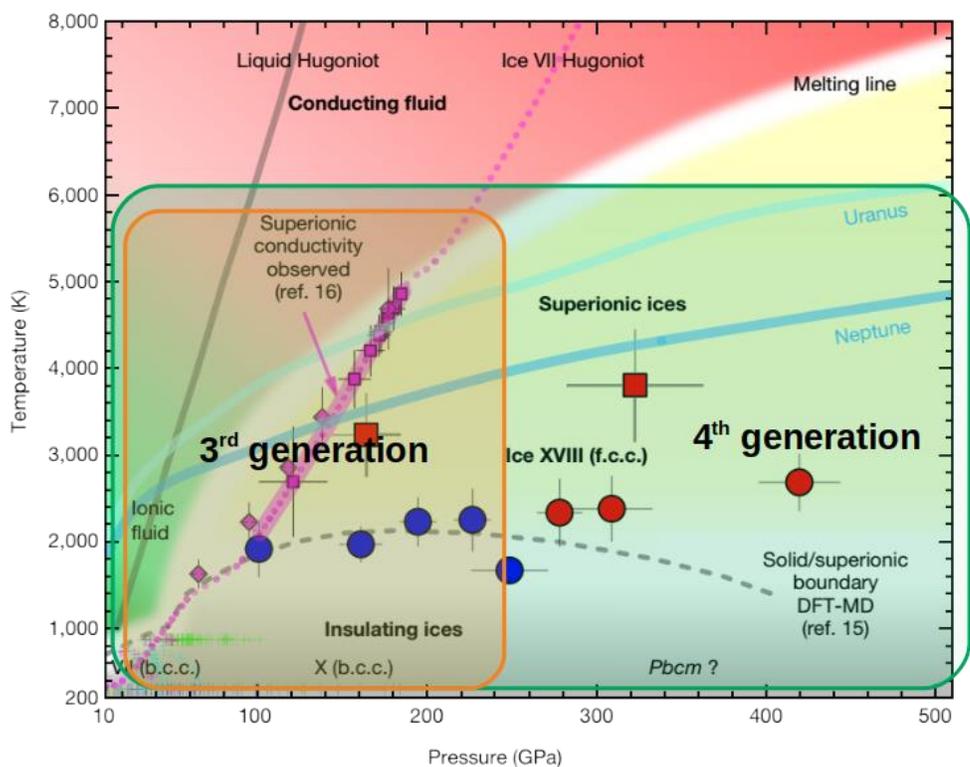
## 2. Рентгеновская дифракция *in situ* в экстремальных условиях

Успехи экспериментальной физики высоких давлений в последние десятилетия неразрывно связаны с созданием источников СИ 3-го поколения, позволивших с помощью сфокусированных пучков высокоэнергетического излучения исследовать *in situ* атомную и электронную структуру образцов, находящихся внутри аппаратов высокого давления. В последние годы, однако, проявился разрыв между возможностями таких аппаратов, создающих в субмикронных областях образца давления до 10 000 000 атмосфер, и предельными возможностями фокусировки пучков СИ на специализированных экспериментальных станциях источников 3-го поколения. Ожидается, что переход к источникам СИ 4-го поколения позволит в равновесном/статическом режиме (в отличие от методик, задействующих наносекундные ударные волны) активно исследовать новые состояния вещества в РТ-диапазоне миллионов атмосфер и тысяч градусов, т.е. в области металлизации водорода, суперионной проводимости молекулярных льдов и других явлений, в природе происходящих только в недрах планет-гигантов (**Рисунок 6**).



**Рисунок 5.** Рентгенофлюоресцентное (a) и птихографическое (b) и комбинированное (c) изображения *Chlamydomonas*.

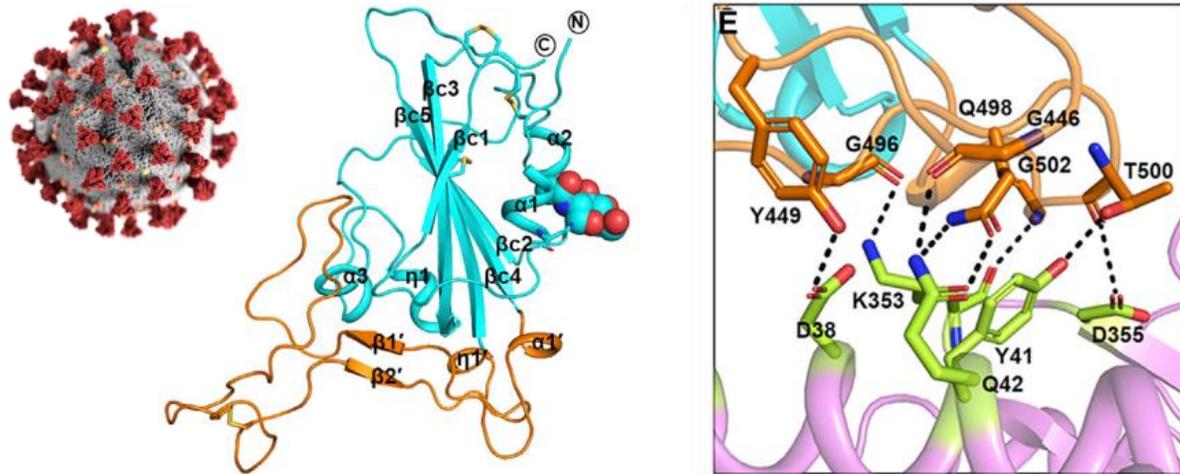
Огромный интерес к поведению вещества в условиях высоких и сверхвысоких давлений возник в свете открытия в 2015-2016 гг. высокотемпературной сверхпроводимости в супергидридах, устойчивых при давлениях порядка миллиона атмосфер. Соответствие сверхпроводимости супергидридов теории Бардина-Купера-Шриффера (БКШ) стимулировало появление в последние годы большого количества теоретических работ, в которых при помощи квантовохимического моделирования предсказываются разнообразные структуры супергидридов (в том числе метастабильных при атмосферном давлении) – «кандидатов» в высокотемпературные сверхпроводники. На фоне этого остро ощущается нехватка экспериментальных исследований реального поведения гидридных систем в условиях высоких давлений и температур, основным инструментом которых является синхротронное излучение.



**Рисунок 6.** Фазовая диаграмма H<sub>2</sub>O по данным экспериментов с ударными волнами, демонстрирующая супернионное состояние льда в недрах планет – «ледяных гигантов». Также показаны РТ-условия, доступные для исследования в равновесном режиме на источниках СИ 3-го и 4-го поколений [15].

### 3. Макромолекулярная кристаллография

Трудно переоценить роль, которую сыграло появление источников СИ для структурной биологии, являющейся краеугольным камнем современных знаний о функционировании живых систем на атомно-молекулярном уровне. Так, из 8 948 депонированных в 2019 г. в международную базу данных PDB структур биологических макромолекул, 73% были расшифрованы на базе синхротронных экспериментов; доля экспериментального времени, выделяемого для задач структурной биологии в крупных международных центрах СИ может достигать 17%. При этом данные структурной биологии являются отправной точкой для направленного дизайна лекарственных средств (structure-based drug design, SBDD) — ключевой современной стратегии создания эффективных средств предупреждения и терапии заболеваний. Неудивительно, что первым шагом направленного поиска препаратов против коронавирусной инфекции стало определение уже в январе 2020 г. [16] на источнике СИ SSRF (КНП) структуры белка, ответственного за проникновение коронавируса в клетку, а также механизма его связывания с рецептором клеточной мембраны. На **Рисунке 7** слева — фрагмент S-белка, ответственный за проникновение коронавируса в клетку, справа — механизм его связывания с ангиотензинпревращающим ферментом hACE2 клеточной мембраны человека.



**Рисунок 7.** Фрагмент S-белка и механизм его связывания с ангиотензинпревращающим ферментом hACE2 клеточной мембраны человека.

Несмотря на успехи макромолекулярной кристаллографии на источниках СИ 3-го поколения, где данный метод давно стал одним из наиболее высокопроизводительных и автоматизированных, для эффективного решения ряда важных задач структурной биологии необходимо развитие новых методик на базе источников нового поколения с ультрамалым эмиттансом.

Микро- и субмикрофокусная кристаллография позволяет расшифровывать структуры биологических макромолекул и их комплексов, не поддающиеся классическим методам из-за невозможности получения кристаллов достаточного размера и дифракционного качества. К таким объектам относятся мембранные белки и их комплексы, в частности, рецепторы, сопряжённые с G-белком (G protein-coupled receptors, GPCR), являющиеся мишенями для примерно 40% современных лекарственных препаратов [17].

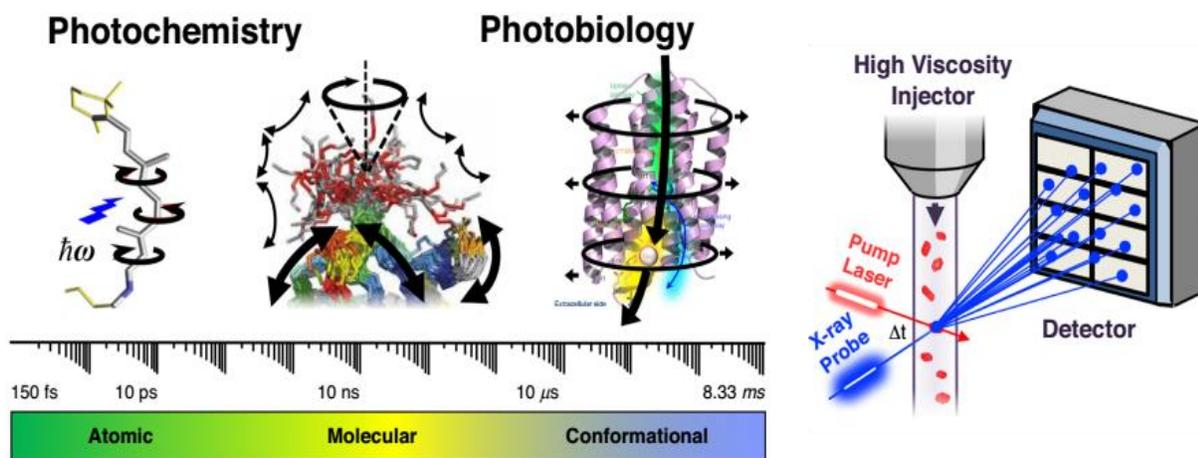
Поскольку большинство станций макромолекулярной кристаллографии на источниках СИ 3-го поколения оптимизировались под пучки размером от нескольких микрон до нескольких десятков микрон, до недавнего времени эффективное исследование микронных и субмикронных кристаллов было возможно только на рентгеновских ЛСЭ. Создание экспериментальных станций на базе источников СИ с ультрамалым эмиттансом позволит адаптировать эту методику для широкого применения, открывая новые возможности в исследовании ключевых для биомедицины и фармакологии объектов.

Использование микрофокусных пучков СИ в исследовании структур макромолекул неразрывно связано с таким подходом как серийная кристаллография, позволяющим преодолевать ограничения, связанные с радиационным повреждением белковых кристаллов. Помимо исследования субмикронных кристаллов, этот подход даёт возможность проводить эксперименты при более физиологичной комнатной температуре, гарантируя отсутствие

артефактов, появляющихся при криозаморозке кристаллов в классической постановке эксперимента, а также позволяя наблюдать фотостационарные состояния светочувствительных белков [18, 19].

Ультраяркие импульсные субмикронные пучки позволят обойти ряд ограничений, касающихся качества кристаллографических данных и пространственного разрешения структур, что в совокупности с быстрыми детекторами даст возможность путём прямой быстрой замены лиганда в кристалле высокоэффективно решать задачи скрининга белок-лигандных комплексов, востребованные в направленном дизайне лекарственных средств.

Белки, как и другие биологические макромолекулы, являются системами, динамическими по самой своей сути – структурные изменения лежат в основе всех биохимических процессов в живой клетке. Исследование динамики таких изменений чрезвычайно сложно, поскольку промежуточные состояния молекул существуют в течение ограниченного времени. Макромолекулярная кристаллография с временным разрешением позволяет получать «молекулярное кино» (**Рисунок 8**) [20], на атомарном уровне визуализирующее ход каталитических реакций, процессы транспорта и передачи сигнала, осуществляемые белковыми молекулами [21, 22], давая таким образом возможность рациональной адаптации их функций для решения прикладных задач.



**Рисунок 8.** Слева — характерные временные масштабы различных уровней динамики биологических макромолекул, справа — принципиальная схема эксперимента по изучению индуцированных светом процессов в фоточувствительном белке.

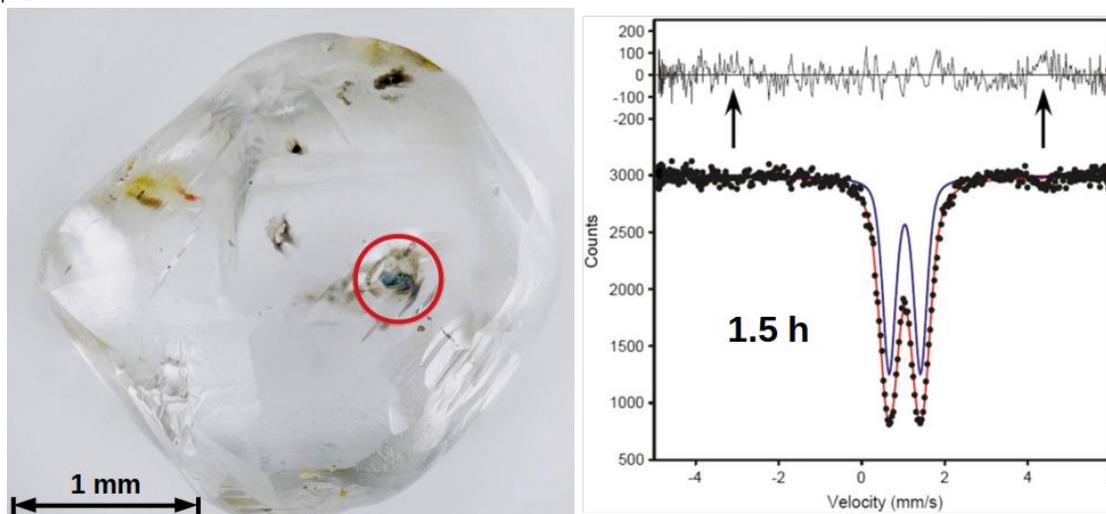
Активное развитие этого направления связано с появлением рентгеновских ЛСЭ и методов серийной фемтосекундной кристаллографии [20, 23], стимулировавших разработку новых быстрых детекторов, средств доставки образца и алгоритмов обработки данных. Короткие и яркие рентгеновские импульсы ЛСЭ позволили преодолеть эффекты радиационного повреждения и использовать микрокристаллы для изучения динамики белков в фемто-секундном диапазоне [24-26]. Перенос данных методов на дифракционно-ограниченные пучки

синхротронов 4-го поколения открывает путь к серийной синхротронной мили- и микро-секундной кристаллографии с сохранением практически всех преимуществ лазеров на свободных электронах хоть и без возможности избежать вторичного радиационного повреждения от фотоэлектронных каскадов.

#### 4. Методы ядерного гамма-резонанса

Естественная ширина ядерного гамма-резонанса, в случае  $^{57}\text{Fe}$  составляющая менее 5 нэВ, делает его универсальным высокочувствительным инструментом для исследования магнетизма, валентного состояния, а также плотности фононных состояний. При этом в отличие от радиоактивных источников, используемых в лабораторной мёсбауэровской спектроскопии, использование пучка СИ в сочетании с ядерным монохроматором позволяет получать коллимированный пучок резонансных фотонов, который можно легко сфокусировать, а также эффективно использовать в геометрии дифракции и скользящего падения. Последний случай представляет сегодня особую важность, поскольку позволяет исследовать магнитные свойства мономолекулярных магнитов (SMM) — перспективной основы таких устройств спинтроники, как сверхплотные носители информации, спиновые транзисторы и элементы квантовых компьютеров.

Новые возможности в спектроскопии ядерного гамма-резонанса открывают источники СИ 4-го поколения, позволяющие на порядок уменьшить предельный размер фокуса пучка СИ на образце. Это позволит исследовать новые явления, связанные с магнетизмом и динамикой кристаллической решётки в условиях сверхмалых образцов и сверхвысоких давлений, а также с микронным и субмикронным разрешением диагностировать образцы со сложным распределением магнитных свойств и валентных состояний. В частности, мёсбауэровская спектроскопия на источниках СИ 4-го поколения может стать новым высокопроизводительным инструментом диагностики соотношения  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  в минералах — спутниках алмаза, связанного с алмазоносным потенциалом кимберлитовых трубок [27], который, однако, до настоящего времени не удавалось эффективно использовать из-за недостаточной чувствительности лабораторного оборудования. Так, спектры аналогичные представленному на **Рисунке 9** (время накопления на источнике СИ 3-го поколения – 1.5 ч) в случае использования лабораторного оборудования требуют времени накопления, исчисляющегося неделями, явно несовместимого с массовым анализом образцов при проведении поисковых работ [28].



**Рисунок 9.** Слева — микровключение ферропериклаза в алмазе сверхглубинного происхождения (Жуина, Бразилия); справа — мёссбауэровский спектр микровключения, снятый на источнике СИ ESRF и демонстрирующий содержание  $\text{Fe}^{3+}$  в ферропериклазе менее 2%.

## 1 Источник СИ

В качестве источника СИ для станции 1-1 «Микрофокус» планируется использовать короткопериодный сверхпроводящий ондулятор нового типа с фазовой ошибкой менее  $3^\circ$  [29], позволяющий получать пучки СИ высокой яркости в диапазоне энергий до 35 кэВ и выше даже на накопителях с энергией 2-4 ГэВ. Поскольку наиболее требовательной к потоку фотонов секцией станции является секция ядерного гамма-резонанса, рассчитанная на энергию фотонов 14.4 кэВ, оптимизация параметров ондулятора проводилась для достижения максимального потока при этой энергии. Учитывая уже налаженную технологию изготовления сверхпроводящих ондуляторов с периодом 1.56 см в расчётах используется именно конфигурация с параметрами: период 1.56 см, поле 1.25 Тл, длина 2.3 м.

Интегральный поток ондулятора через апертуру фронтенда ( $2 \times 2$  мм на 25 м от центра прямого промежутка) с учётом алмазных вакуумных окон фронтенда суммарной толщиной 0.2 мм приведён на **Рисунке 10**.

Для многих методик оптимальной формой сечения сфокусированного пучка на образце является изометричная (с отношением горизонтального и вертикального размеров примерно 1:1). В особенности это касается использования микронных и субмикронных пучков, сканирующих методик, когерентной дифракционной микроскопии и птихографии. В связи с этим в магнитной структуре накопителя ЦКП «СКИФ» впервые среди источников с ультрамалым эмиттансом планируется оптимизировать бета-функции части прямолинейных промежутков для создания ондуляторного источника с изометричным сечением.

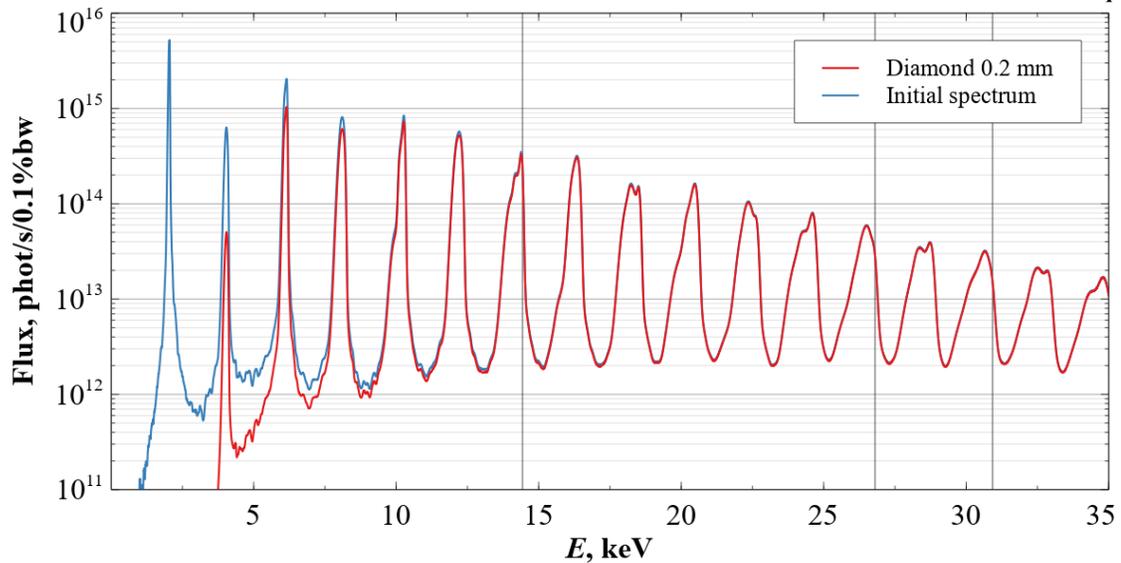


Рисунок 10. Интегральный поток фотонов ондулятора станции 1-1.

## 2 Общая конфигурация станции 1-1 «Микрофокус»

Основные элементы управления пучками СИ на станции приведены на **Рисунке 11** (вид сверху; углы и расстояния не сохранены) и в **Таблице 1**. ЕН — пучки к экспериментальным хатчам, ВРМ — мониторы положения и интенсивности пучка.

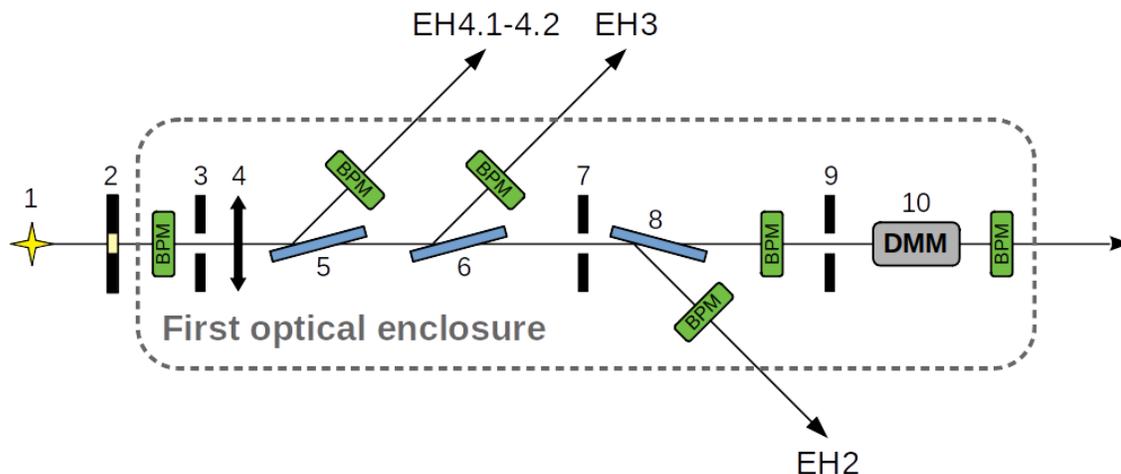


Рисунок 11. Основные оптические элементы станции 1-1 «Микрофокус».

**Таблица 1.** Общие оптические элементы станции 1-1 "Микрофокус".

№	Элемент	Расстояние от источника, м	Описание
1	Источник СИ	0.0	Сверхпроводящий ондулятор (период 15.6 мм, поле 1.25 Тл, длина 2.3 м)
2	Выходная апертура и вакуумное окно фронтенда	15-25	Система охлаждаемых масок и щелей, выделяющая центральный конус излучения (80×80 мкрад), а также окно из монокристаллического алмаза толщиной 0.2 мм, совмещённое с комптоновской камерой обскурой
3	Щели белого пучка	25.0	Щели белого пучка с водяным охлаждением
4	Коллимирующие линзы	25.4	Охлаждаемые бериллиевые линзы (12 шт), радиус кривизны 1 мм, апертура 2 мм. Возможна установка дополнительных линз для мониторинга источника.
5	Монохроматор «расщепитель» пучка секции 1-1-2	26.5	Пластика из бездефектного алмаза (рабочая область 5×5 мм) толщиной 0.1 мм в ориентировке (111). Установлена под углом Брэгга ( $2\theta = 24.1^\circ$ ) для энергии 14.4 кэВ (максимум 7-й гармоники ондулятора).
6	Монохроматор «расщепитель» пучка секции 1-1-3	38.8	Пластика из бездефектного алмаза (рабочая область 5×5 мм) толщиной 0.1 мм в ориентировке (111). Установлена под углом Брэгга ( $2\theta = 24.0^\circ$ ) для энергии 14.5 кэВ (резонанс 7-й гармоники ондулятора).
7	Вертикальная щель	40.9	Вертикальная охлаждаемая щель шириной 0.5 мм (акцептанс рабочей области следующего за щелью монохроматора)
9	Щели пространственной фильтрации	44.3	Пара охлаждаемых щелей (вертикальная и горизонтальная) для выделения конуса (квази)когерентного излучения для секции 1-1-1
10	Двухзеркальный многослойный монохроматор секции 1-1-1	45.3	Два многослойных зеркала $[W/V_4C]_{200}$ ( $\Lambda = 2$ нм, $\Gamma = 0.5$ ) с горизонтальной плоскостью отражения и водяным охлаждением. Основная рабочая энергия – 26.7 кэВ (13-я гармоника ондулятора). Возможна дополнительная установка двух кремниевых кристаллов (111).

\* - при дальнейшем развитии станции.

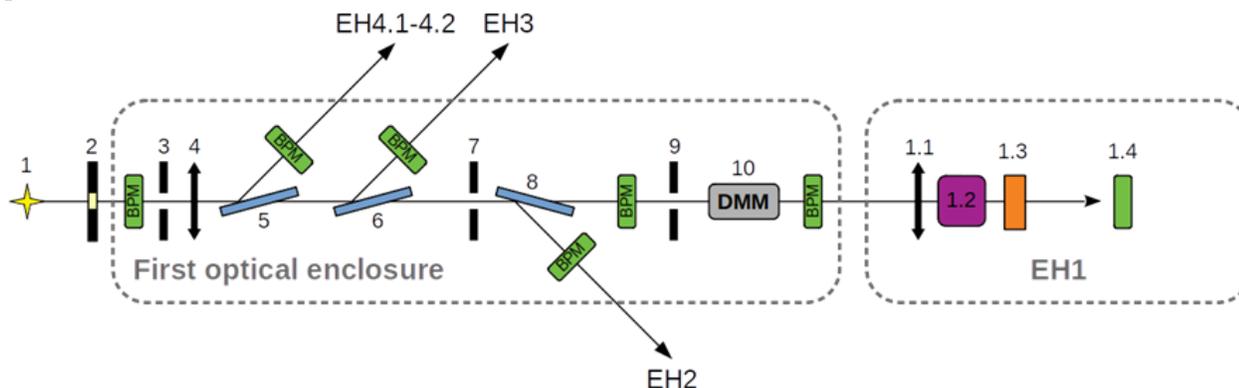
В силу достаточно больших расстояний между источником, монохроматорами-расщепителями и образцом, особые требования предъявляются к вибрационной стабильности монохроматоров. В частности, для того, чтобы вызванное вибрациями монохроматора-расщепителя увеличение эффективного горизонтального размера источника не превышало 10%, горизонтальная угловая нестабильность (r.m.s.) монохроматора должна не превышать  $\frac{1}{4}$  от углового размера (r.m.s.) источника. В случае станции 1-1 наиболее строгие требования предъявляются к удалённому на 42 м от источника монохроматору-расщепителю секции 1-1-2, угловая нестабильность которого не должна превышать  $50 \times 10^{-9}$  рад r.m.s. С учётом современных технических решений, позволяющих подавлять угловые вибрации монохроматоров до значений менее  $20 \times 10^{-9}$  рад r.m.s. [11] даже при использовании криогенного охлаждения, достижение требуемой стабильности не будет связано с непреодолимыми техническими сложностями.

## 2.1 Секция 1-1-1 «Высокоэнергетическая когерентная дифракционная микроскопия и микродифрактометрия»

Схематичное изображение экспериментального хатча секции 1-1-1 приведено на **Рисунке 12**, основные элементы описаны в **Таблице 2**.

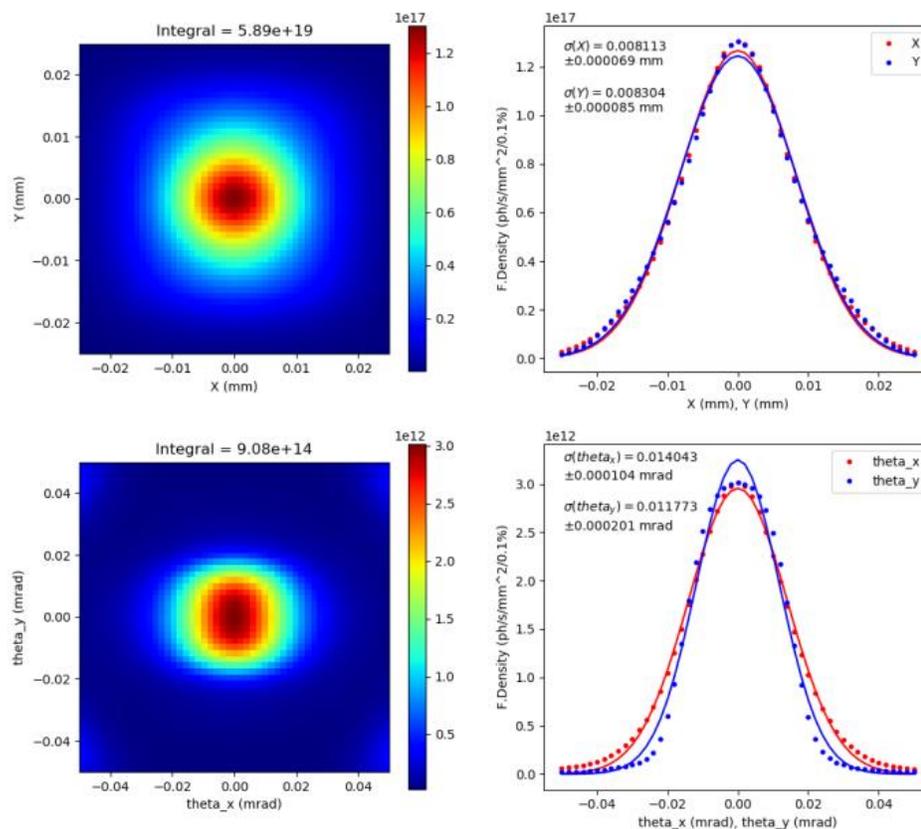
**Таблица 2.** Основные элементы секции 1-1-1.

№	Элемент	Расстояние от источника, м	Описание
1.1	Линзы когерентной фокусировки	69.2	Бериллиевые линзы (114 шт), радиус кривизны 0.05 мм, апертура 0.1 мм (режим когерентной фокусировки) / 0.4 мм (режим максимального потока)
1.2	Блок размещения образца	69.7	Прецизионный XYZ-держатель образца, совмещённый с гониометром; пьезоактуаторы и система контроля положения образца с помощью лазерной интерферометрии. Система оптического наблюдения образца, вспомогательные детекторы рентгеновской флюоресценции (SDD).
1.3	Двухкоординатный детектор	70-74.6	Высокоскоростной HPAD-детектор, $\sim 1700 \times 1700$ пикселей размером $\sim 75$ мкм
1.4	Рентгеновская камера высокого разрешения	69.8-72.7	CCD/CMOS камера с объективом и сцинтиллятором (эффективный размер пикселя $\sim 0.6$ мкм, $\sim 2000 \times 2000$ пикселей)



**Рисунок 12.** Схематичное изображение экспериментального хатча секции 1-1-1.

Секция будет расположена на прямом пучке. Для решения задач когерентной дифракционной микроскопии на секции будет использоваться СИ 13-й гармоники ондулятора (энергия резонанса 26.7 кэВ,  $\lambda = 0.46 \text{ \AA}$ ), источник которого имеет размеры (r.m.s.)  $8 \times 8 \text{ мкм}$  и расходимость  $14 \times 12 \text{ мкрад}$  (**Рисунок 13**) при интегральном потоке около  $3 \times 10^{13}$  фот/с/0.1%с.ш.



**Рисунок 13.** Размеры и расходимость источника 13-й гармоники ондулятора станции 1-1.

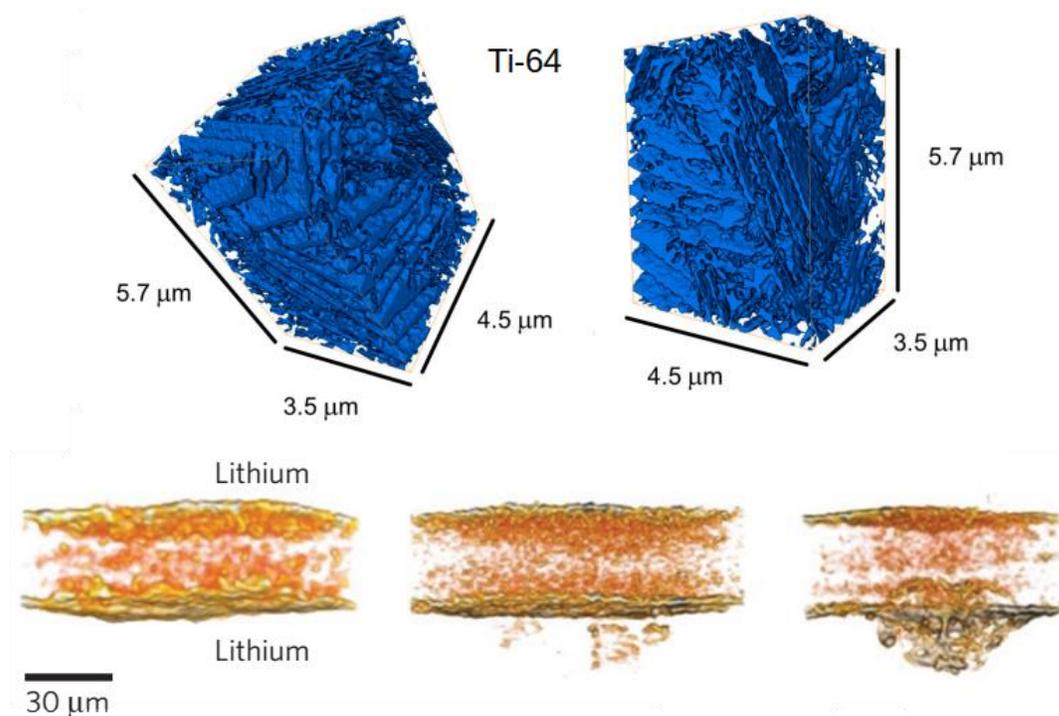
### 2.1.1 Когерентная дифракционная микроскопия

Появление и активное развитие в 2000-х гг. методов «безлинзовой» рентгеновской микроскопии и микротомографии («когерентного дифракционного имиджинга», CDI) было во многом стимулировано фактическим отсутствием других методик неразрушающей визуализации (в том числе трёхмерной, а также в режиме operando) структур нанометрового масштаба:

- формирующихся в сплавах (в том числе авиакосмических) в процессе лазерной сварки и использования аддитивных технологий (**Рисунок 14**)[30];
- образующихся в материалах твёрдооксидных топливных элементов и литий-ионных аккумуляторов в процессе эксплуатации, приводя к их деградации и аварийным ситуациям (**Рисунок 14**) [31];
- лежащих в основе микросхем на базе техпроцессов последних поколений (10 нм и менее).

Однако полностью решить перечисленные задачи на базе источников СИ 3-го поколения не удалось из-за недостаточного потока когерентных фотонов в жёстком (с длиной волны менее 0.5 Å) рентгеновском диапазоне. По этой причине на подавляющем большинстве специализированных станций источников 3-го поколения методики CDI и птихографии реализуются на излучении с длиной волны от 1.2 Å и лишь в нескольких опубликованных работах описано использование излучения с длиной волны 0.7-0.8 Å [32]. Рекордно коротковолновый (0.4 Å) пучок когерентного СИ был получен в 2016 г. в ESRF [13], однако из-за невысокого потока ( $\sim 10^8$  фот/с/0.1%с.ш.) для исследования образцов методами CDI и птихографии он задействован не был. Как результат, исследование образцов с высоким поглощением (сплавы, материалы топливных элементов и аккумуляторов, изделия микроэлектроники) указанными методами на источниках СИ 3-го поколения оказывалось неизбежно сопряжено с необходимостью утонения образцов либо извлечения из них микрофрагментов, несовместимой с концепциями неразрушающей и operando визуализации. Последнее, в частности, стало одним из аргументов в пользу создания источников нового поколения с ультрамалым эмиттансом, открывающих новые возможности в области использования когерентных высокоэнергетических пучков СИ.

Таким образом, при разработке дизайна секции 1-1-1 «Высокоэнергетическая когерентная дифракционная микроскопия» была поставлена задача получить, используя преимущества ультрамалого эмиттанса, когерентный высокоэнергетический (с длиной волны менее 0.5 Å) пучок СИ с потоком порядка  $10^{11}$  фот/с/0.1%с.ш. для когерентной дифракционной микроскопии с пространственным разрешением не хуже 5 нм. Кроме того, обеспечить эффективное проведение экспериментов как с микронной, так и субмикронной фокусировкой высокоэнергетического (30-40 кэВ) пучка СИ, а также возможность высокоразрешающей рентгеновской визуализации образца методом когерентной фазоконтрастной микроскопии.

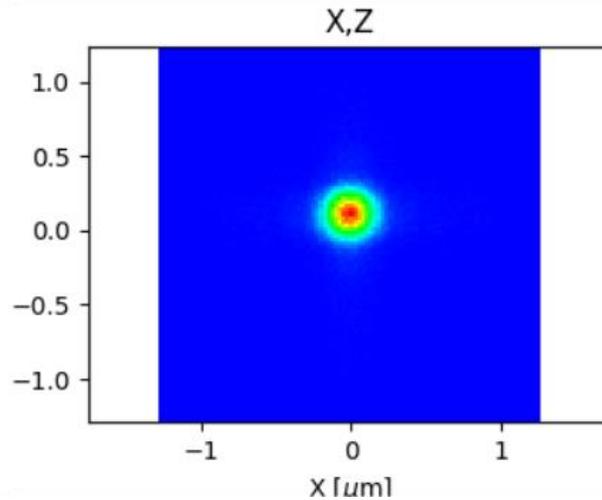


**Рисунок 14.** Вверху: наноструктура в сплаве Ti-6Al-4V (Ti-64), сформировавшаяся при 3D-печати методом селективного лазерного плавления (SLM). Внизу: деградация анода литий-ионного аккумулятора в процессе эксплуатации из-за образования дендритов.

Коллимирующие линзы (4, **Рисунок 12**) уменьшают расходимость пучка до  $9 \times 8$  мкрад г.м.с. После прохождения через монохроматоры-расщепители боковых секций станции (5-6, 8), пропускание которых составляет более 80%, центральная часть пучка ( $\sim 0.3 \times 0.3$  мм), выделяемая щелями (9), попадает на двухзеркальный многослойный монохроматор (10), расположенный на расстоянии 45.3 м от источника. Ширина полосы пропускания многослойных зеркал ( $[W/B_4C]200$ ,  $\Lambda = 2$  нм,  $\Gamma = 0.5$ ) оптимизирована таким образом, чтобы соответствовать ширине гармоники в пространственно когерентном конусе ( $\Delta E/E \sim 0.7\%$ ), пропускание монохроматора составляет около 50%. Для проведения экспериментов с большим энергетическим разрешением в монохроматор помимо пары многослойных зеркал также планируется установка пары кристаллов Si (111). В качестве плоскости дифракции в монохроматоре планируется выбрать горизонтальную для обеспечения максимальной вибрационной стабильности в пределах первых десятков нрад [11].

Выделение когерентной части потока (когерентная фокусировка) происходит на расстоянии 69.2 м от источника, где короткофокусная ( $f \approx 0.5$  м) составная линза (1.1) с апертурой, соответствующей области пространственной когерентности пучка ( $0.1 \times 0.1$  мм) собирает в дифракционно-ограниченный фокус с диаметром диска Эйри 0.6 мкм когерентный поток  $2 \times 10^{11}$  фот/с (**Рисунок 15**). Моделирование проведено гибридным методом (трассировка

лучей комбинированная с волновой оптикой) [33] При этом увеличение спектральной ширины не будет заметно сказываться на хроматизме фокусировки, поскольку соответствующий разброс в фокусном расстоянии (менее 6 мм) будет вдвое меньше глубины фокуса когерентного пучка (~1.2 см).



**Рисунок 15.** Дифракционно ограниченный фокус пучка 13-й гармоники ( $\Delta E/E \approx 0.6\%$ ).

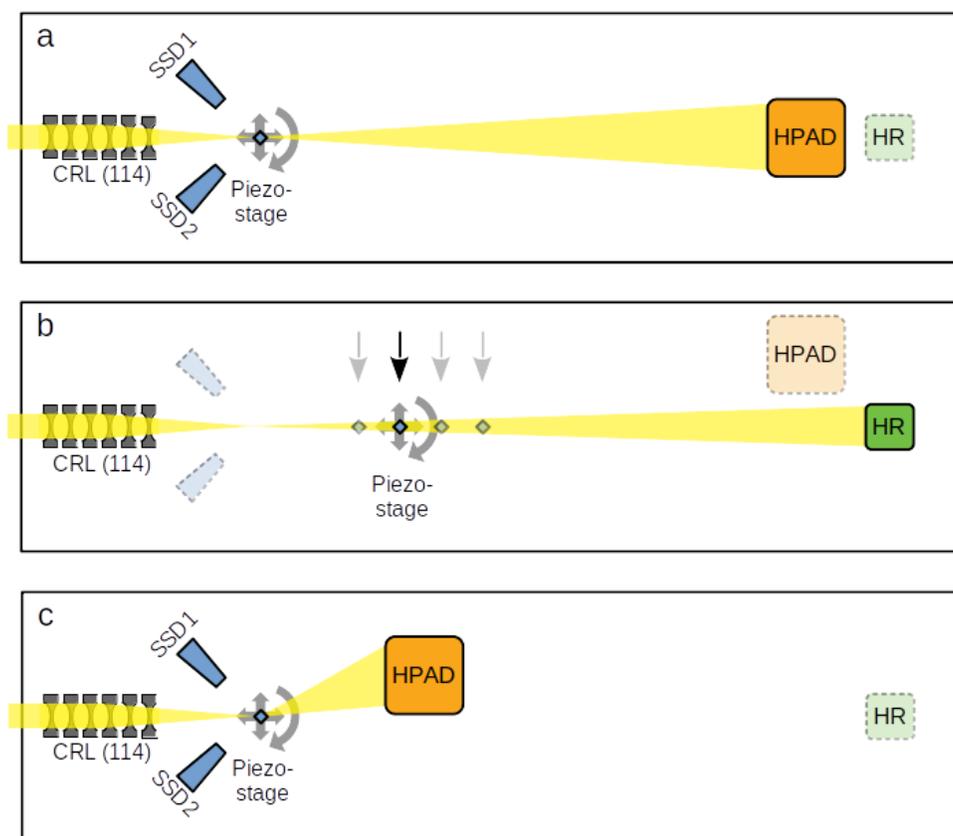
Допустимые aberrации, вносимые в волновой фронт неидеальностью оптических поверхностей составной линзы, могут быть приближённо учтены с использованием критерия Марешаля  $\sigma_{CRL} \leq \lambda / (14\sqrt{2N} \delta)$ , где  $\sigma_{CRL}$  — отклонение от идеальной формы (r.m.s.) одной поверхности, а  $N$  — количество линз в стекe. Для описанной выше конфигурации допустимое отклонение составляет ~0.5 мкм (r.m.s.). Наиболее важным является соблюдение этого требования в отношении шероховатости поверхности, поскольку отклонения с более низкими пространственными частотами — «ошибка формы» — могут быть компенсированы фазовой пластинкой — корректором [34].

Аналогичное требование к отклонению от идеальной формы субстрата многослойного зеркала можно сформулировать как  $\sigma_{MLM} \leq \lambda / 28 \sin \theta$ , где  $\theta$  — рабочий угол многослойного зеркала (~0.7°). Допустимое отклонение таким образом составит ~1.4 Å (r.m.s.).

С учётом того, что для максимизации когерентного потока фотонов на секции 1-1-1 используется вся энергетическая ширина гармоники ондулятора, размер дифракционно-ограниченного фокуса (диаметр диска Эйри  $d = 0.6$  мкм) накладывает ограничение на предельно достижимое пространственное разрешение  $\Delta_r$  когерентной дифракционной микроскопии:  $\Delta E/E \leq (2\Delta_r)/d$ , которое таким образом составляет  $\Delta_r = 1.8$  нм.

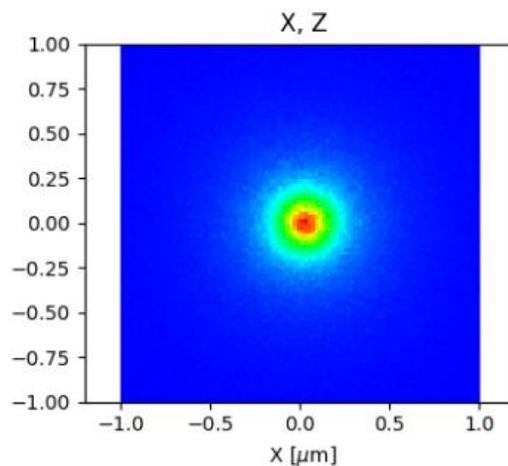
Для достижения такого пространственного разрешения при реконструкции картин когерентной дифракции, максимальный угол детектирования  $\theta \Delta \approx \lambda / 2\Delta_r$  должен составлять не менее 13 мрад (0.7°). При этом для детектирования с частотой Найквиста интерференции от противоположных краёв освещённой области  $d = 0.6$  мкм, количество пикселей детектора (в

одном направлении) в области детектирования должно составлять  $N \geq 2d/\Delta r$ , т.е. не менее 670. Для обеспечения стабильности алгоритма восстановления фаз, представляется целесообразным увеличение частоты пространственной дискретизации до 5 пикселей на период интерференции, т.е. использование детектора размером  $1700 \times 1700$  пикселей в области детектирования. С учётом угловых размеров этой области ( $26 \times 26$  мрад), такой детектор при размере пикселя 75 мкм должен размещаться на расстоянии  $\sim 4.9$  м (**Рисунок 16**). Поглощение рассеянного излучения в воздухе при этом составит не более 20%. При этом большая глубина дифракционно-ограниченного фокуса ( $\sim 1.2$  см) позволит упростить обработку данных, используя чисто проекционное приближение, а также 3D-исследование плоских протяжённых образцов в прецессионной и ламинографической геометрии [12, 35]. С учётом оптимального значения фактора перекрытия  $\sim 0.6$  [36], шаг птихографического сканирования должен составлять 240 нм.



**Рисунок 16.** Принципиальная схема проведения экспериментов: (а) — когерентная дифракционная микроскопия / птихография (с опцией элементного микрокартирования), (б) — голомография, (с) — комбинация элементного микрокартирования и рентгеновской дифракции. SSD — детекторы рентгеновской флуоресценции, HPAD — детектор рассеянного излучения, HR — камера высокого разрешения.

Предложенная схема также позволяет задействовать проекционные методы рентгеновской микроскопии в качестве вспомогательных для исследования объектов размером до 1 мм с промежуточным (субмикронным) пространственным разрешением, в том числе с использованием фазового контраста в ближнем поле (например, для предварительной экспрессной характеристики образцов перед последующей птохотографией с нанометровым разрешением). Поскольку в режиме фазоконтрастной микроскопии требования к когерентности пучка смягчаются (в сравнении с когерентной дифракционной микроскопией), поток на образце может быть повышен до  $10^{12}$  фот/с (при  $\Delta E/E \approx 0.6\%$ ) открытием апертуры фокусирующих линз до предельного значения ( $\sim 0.4$  мм). Получающееся при этом сечение частично когерентного пучка в фокусе имеет размеры  $\sim 0.3 \times 0.3$  мкм (FWHM) при расходимости  $0.4 \times 0.4$  мрад (FWHM) (Рисунок 17).



**Рисунок 17.** Сечение в фокусе частично когерентного пучка при открытой до 0.4 мм апертуре фокусирующих линз.

Регистрация проекционного изображения с фазовым контрастом возможна как в геометрии осевого фазового контраста (улучшенная визуализация границ, edge enhancing), так и в геометрии голофотографии, т.е. с количественной 3D-реконструкцией показателя преломления в объёме образца.

В геометрии улучшенной визуализации границ оптимальное расстояние  $z$  от образца до камеры высокого разрешения определяется соотношением расстояния между интерференционными минимумами в области камеры и размером её пикселя  $1.217\sqrt{(z\lambda/2)} \approx 2\Delta_{px}$  [37], составляя при  $\Delta_{px} = 0.6$  мкм около 4.2 см. С учётом требования когерентной освещённости первой зоны Френеля на образце [38], минимальное расстояние «фокус — образец» при этом составит  $\sim 4.7$  см. Без специальной обработки разрешение полученных изображений/томограмм будет определяться шириной интерференционной полосы, обеспечивающей улучшенную визуализацию границ, составляя  $\sim 0.6$  мкм в области размером 20 мкм. При использовании

алгоритма восстановления фаз для одиночного «расфокусированного» изображения [39, 40] предельное разрешение будет определяться геометрическим увеличением, составляя  $\sim 0.3$  мкм. Минимальную монохроматичность, необходимую для геометрии улучшенной визуализации границ, можно оценить из условия наложения первого максимума  $x=1.217\sqrt{(\lambda z/2)}$  и первого минимума  $x=1.872\sqrt{(\lambda z/2)}$  интерференции, т.е.  $\Delta\lambda/\lambda < 0.8$ , что заведомо выполняется в предложенной схеме.

Голотомография является более универсальным подходом, позволяющим получать трёхмерную реконструкцию показателя преломления объекта на основе изображений, полученных в широком диапазоне расстояний ближней зоны; при этом предельное разрешение  $\Delta_r$  определяется достижимым геометрическим увеличением, т.е. зависит от соотношения размеров пикселя камеры высокого разрешения  $\Delta_{рх}$  и фокального пятна  $d$  (вторичного источника):  $\Delta_r \sim (\Delta_{рх} \cdot d) / (\Delta_{рх} + d)$ , составляя 0.2 мкм. С учётом доступных размеров матриц камер высокого разрешения ( $\sim 2000 \times 2000$  пикселей) с указанным разрешением 0.2 мкм (в фазовом контрасте) могут быть получены 3D-реконструкции объектов размером до 400 мкм. Поскольку в изображении, полученном на фиксированном расстоянии в ближней зоне, «пропадает» информация о пространственных частотах, расположенных вблизи нулей пропагатора Френеля в обратном пространстве [38], для реконструкции фазового контраста в методе голотомографии делается несколько (обычно 4) комплементарных съёмки образца на различном расстоянии от камеры.

Другим мощным вспомогательным инструментом визуализационных методик является рентгенфлюоресцентное 3D-микрокартирование, данные которого при этом могут собираться как параллельно с птихографическим сканированием (**Рисунок 5**), так и при сканирующей томографии образца сфокусированным пучком (**Рисунок 18**). На нем показано комбинированное использование фазоконтрастной голотомографии и элементного 3D-микрокартирования на примере зерна циркона (Центрально-Финляндский гранито-гнейсовый блок): (а) — томографическая реконструкция с обозначением отдельных сечений; (с-d) — распределение иттрия в двух сечениях; (g) — томографическое сечение в фазовом контрасте; (h) — томографическое сечение в контрасте поглощения. Масштабный отрезок — 22.5 мкм [41].

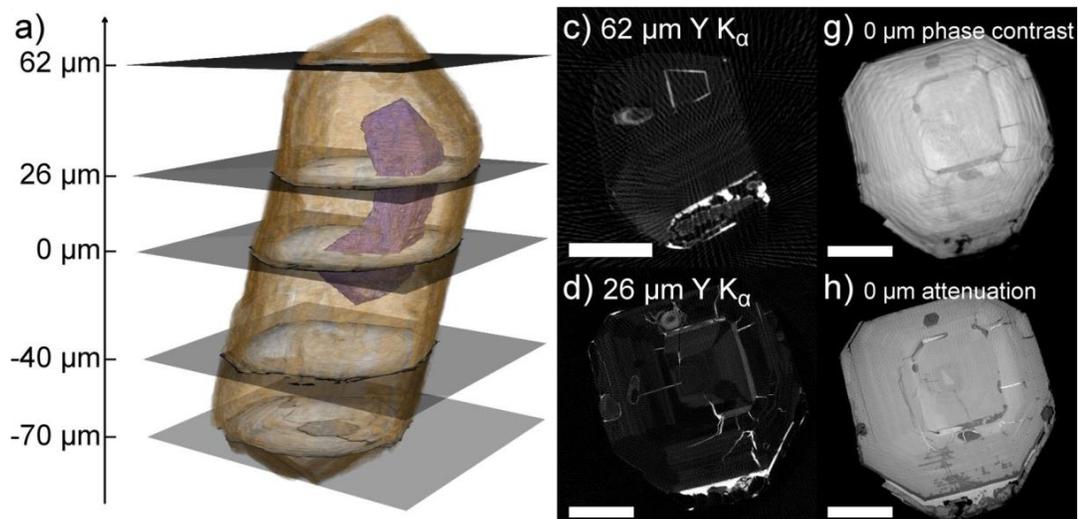
При предложенной конфигурации секции 1-1-1 станции «Микрофокус» пространственное разрешение элементного микрокартирования составит порядка 0.3 мкм с возможностью анализа содержания элементов до серебра по К-линиям рентгеновской флюоресценции и до урана по L-линиям. В дальнейшем при необходимости пространственное разрешение как РФА-микрокартирования, так и фазоконтрастной томографии может быть улучшено до  $\sim 100$  нм за счёт установки более короткофокусной ( $f \sim 0.2$  м) фокусирующей оптики.

В случае сканирующей томографии образца сфокусированным пучком также может задействоваться параллельное накопление данных брэгговской дифракции от кристаллических областей образца, успешно продемонстрированное для случая микронных включений в минералах [41]. Для этого НРАД-детектор смещается ближе к образцу и при необходимости сдвигается латерально для покрытия необходимого диапазона брэгговских углов (в случае

детектора из **Таблицы 2** необходимое расстояние образец — детектор для покрытия диапазона межплоскостных расстояний до  $1 \text{ \AA}$  составит около 25 см).

Поскольку рентгеновская оптика субмикронной фокусировки является одним из ключевых элементов для использования возможностей источников СИ с ультрамалым эмиттансом, часть экспериментальной программы секции 1-1-1 станции «Микрофокус» будет посвящена диагностике и коррекции aberrаций, вносимых в когерентные пучки СИ дефектами рентгеновской оптики. Для этого когерентный пучок СИ будет фокусироваться с помощью аттестуемого оптического элемента и направляться на тестовый объект с известными параметрами (звезда Siemens, мира), а с помощью алгоритма восстановления фаз по данным когерентной дифракции будет решаться обратная задача — нахождение волнового фронта, освещающего объект с известной геометрией (**Рисунок 19**). Обратное распространение волнового фронта к выходной апертуре оптического элемента позволит диагностировать фазовую ошибку и при необходимости предложить параметры корректирующей фазовой пластинки (**Рисунок 20**), позволяющей достичь дифракционно-ограниченной фокусировки.

Аналогичным образом возможна диагностика сохранения волнового фронта при взаимодействии когерентного пучка СИ с различными элементами рентгеновской оптики — окнами, монохроматорами и т.п.

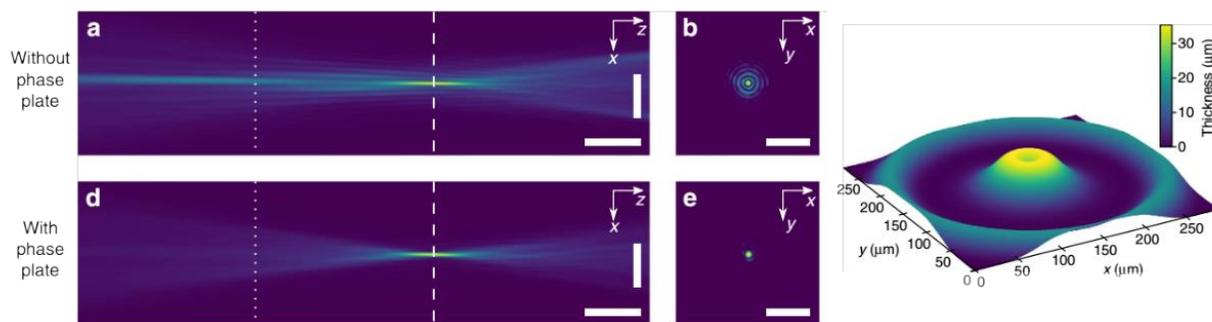


**Рисунок 18.** Комбинированное использование фазоконтрастной голомографии и элементного 3D-микрокартирования.

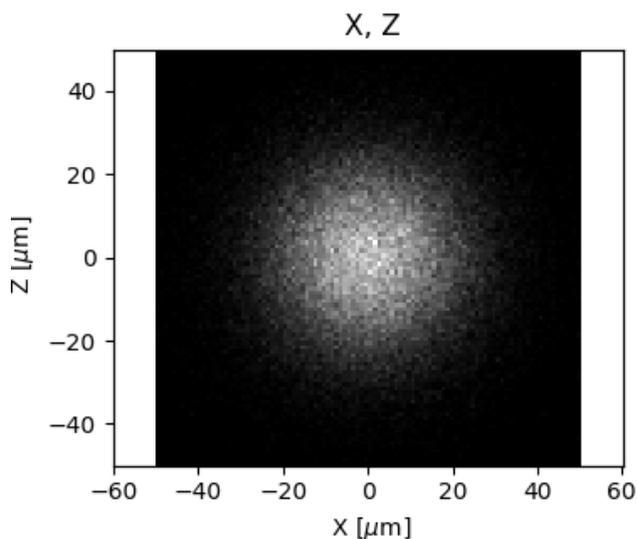
Расположение секции также позволяет диагностировать стабильность положения и размера источника СИ в центре прямолинейного промежутка, необходимую для отладки режима работы накопителя и решения фундаментальных задач, связанных с генерацией СИ на источниках 4-го поколения. Для этого в расположенный непосредственно на выходе пучка из фронтенда блок коллимирующих линз (4) вводятся дополнительные линзы, позволяющие создать изображение источника с увеличением  $\sim 1.8$  на камере высокого разрешения (1.4),

расположенной в экспериментальном хатче секции 1-1-1 (**Рисунок 20**). В сочетании с показаниями алмазных мониторов пучка, диагностирующих полное сечение пучка после монохроматора, а также режимом перестройки монохроматора данный подход даст возможность полного анализа пятимерного X-X'-Y-Y'-E фазового объёма пучка и его динамики (в миллисекундном диапазоне), незаменимого на первых этапах ввода накопителя в эксплуатацию.

Особую значимость данный режим имеет для прецизионной диагностики горизонтального эмиттанса электронного пучка, которая в случае стандартных схем мониторинга излучения поворотных магнитов является проблематичной даже для источников СИ 3-го поколения.



**Рисунок 19.** Слева сверху — птихографическая реконструкция распространения волнового фронта от составной бериллиевой линзы (20 шт.,  $f \approx 0.25$  м), слева внизу — то же, но с использованием корректирующей фазовой пластинки, размещённой непосредственно после линзы; справа — профиль фазовой пластинки из кварцевого стекла. Масштабные отрезки: по горизонтали — 1 мм, по вертикали — 2 мкм [34].



**Рисунок 20.** Моделирование визуализации источника 13-й гармоники камерой высокого разрешения секции 1-1-1 (размер пикселя 1 мкм)

## 2.2 Дифракция *in situ* в экстремальных условиях и микродифракция

Также секция предназначена для исследования методами рентгеновской дифракции (порошковой, монокристалльной, а также с помощью подхода «multigrain») и полного рентгеновского рассеяния (total X-ray scattering) образцов, находящихся в условиях высоких давлений (до нескольких миллионов атмосфер) в сочетании с высокими (до 6000 К) и криогенными температурами. Воздействие указанных условий на образцы будет осуществляться с помощью аппаратов высокого давления с алмазными наковальнями различной конструкции, а также компактных прессов типа «наковальня с лункой». К наиболее актуальным задачам применяемых методов можно отнести:

### *Науки о Земле*

- исследование процессов глубинного минералообразования и рудообразования
- исследование процессов рециклирования летучих компонентов (в первую очередь CO<sub>2</sub>) из атмосферы в глубинные оболочки Земли
- исследование механических и термодинамических свойств недр Земли и их связи с сейсмичностью и вулканизмом

### *Планетология*

- исследование глубинных процессов, приводящих к формированию и изменению магнитного поля Земли и других планет
- исследование состояния вещества в недрах планет-гигантов и экзопланет

### *Материаловедение*

- поиск новых сверхтвердых, высокоэнергетических и других функциональных материалов
- модификация функциональных материалов в условиях высоких давлений и температур

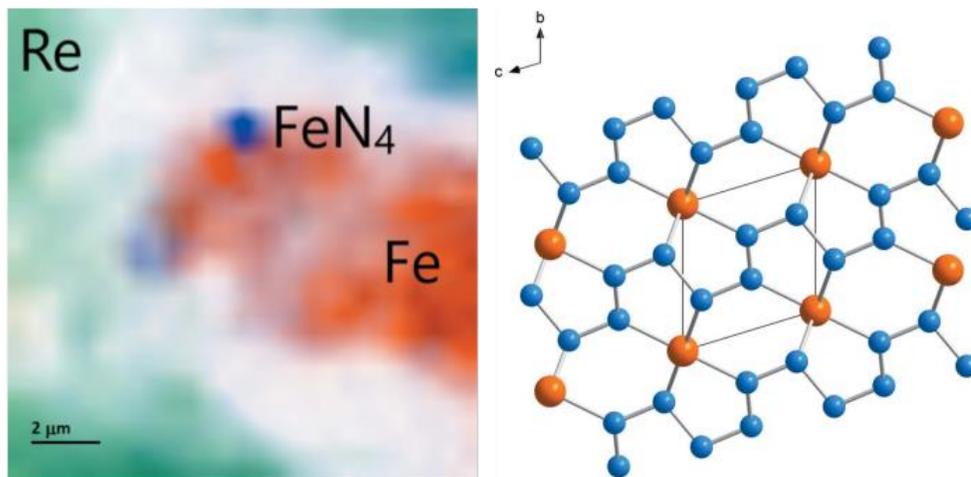
### *Физика экстремального состояния вещества*

- исследование металлического и суперионного состояния молекулярных систем при сверхвысоком давлении
- исследование полигидридных сверхпроводников с рекордными критическими температурами
- всестороннее исследование новых квантовых систем

Станции с подобным функционалом (ID15B и ID27 ESRF, секторы HPCAT и GSECARS APS, BL10XU Spring-8, P02.2 DESY и др.), успешно функционирующие на источниках СИ 3-го поколения, как правило оптимизируются под фокусировку в пятно размером несколько микрон одной или нескольких рабочих энергий в диапазоне 30-60 кэВ (при этом большая часть экспериментов проводится на фиксированной энергии 30-40 кэВ).

Пределы возможностей упомянутых станций СИ источников 3-го поколения стали очевидны при перемещении передовых исследований в область мультимегабарных (несколько млн. атм) давлений [42], при которых размеры камеры для образца в ячейке высокого давления

не превышают 10 мкм, а сам образец зачастую представляет единичные зёрна субмикронного размера (**Рисунок 21**). На нем слева — дифракционное картирование с использованием субмикронного ( $0.3 \times 0.3$  мкм) пучка продуктов реакции железа с азотом при давлении 1.8 млн. атмосфер и температуре 2700 К, справа — структура обнаруженного зерна полинитрида  $\text{FeN}_4$ , расшифрованная по данным монокристаллической дифракции на том же пучке [43].

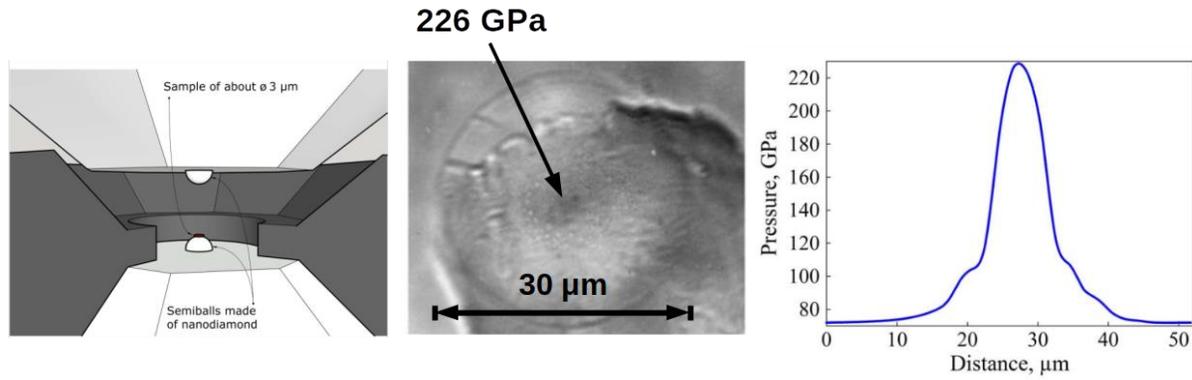


**Рисунок 21.** Дифракционное картирование продуктов реакции железа с азотом.

В результате соответствующие эксперименты вынужденно переместились на станции СИ с нанопучками (ID11 ESRF, P06 DESY и т.п.), плохо адаптированные для экспериментов при высоких давлениях и перегруженные собственной экспериментальной программой.

Не менее серьезной проблемой при переходе к экспериментам со сверхвысокими давлениями становится юстировка образца относительно пучка и сопряжённая с ней визуализация образца. Поскольку разработанный для стандартных экспериментов на станциях с нанофокусировкой подход, предполагающий предварительную локализацию образца на специализированном держателе при помощи ПЭМ [44] очевидно не применим в случае ячеек высокого давления (в особенности при синтезе высокобарических фаз *in situ* в ходе эксперимента), распространённой практикой стало «слепое» дифракционное картирование, затратное по времени и требующее быстрой интерпретации данных непосредственно в ходе эксперимента. Альтернативным вариантом является полнопольная рентгеновская микроскопия высокого разрешения (**Рисунок 22**) в сочетании с новыми подходами к юстировке фокуса (см. ниже). При этом в силу слабого контраста поглощения (толщина образцов может составлять первые микроны, а плотность ненамного отличаться от плотности передающей давление среды) требуется наблюдение образца в режиме фазового контраста, накладывающего особые ограничения на когерентность используемых пучков СИ. В связи с этим, а также с необходимостью существенной модификации оптических схем, на станциях дифракции в экстремальных условиях источников СИ 3-го поколения опция рентгеновской микроскопии высокого разрешения в штатном режиме внедрена не была несмотря на многочисленные

аргументы в пользу данного подхода[45]. Перечисленные проблемы с получением субмикронных высокоэнергетических пучков и сопровождением дифракционных экспериментов когерентной высокоразрешающей микроскопией с фазовым контрастом могут быть решены на источниках СИ с ультрамалым эмиттансом, к которым относится ЦКП «СКИФ».



**Рисунок 22.** Слева — схема создания мультимегабарных давлений с помощью наковален второй ступени. В центре — рентгеновское изображение образца (рениевой фольги), зажатой наковальной второй ступени из нанополикристаллического алмаза в режиме фазового контраста. Справа — градиент давления в образце. [46].

Расположение секции 1-1-1 на прямом пучке позволяет легко менять энергию пучка с помощью двухкристального монохроматора. При работе в режиме микродифракции предполагается использование СИ 15-й гармоники ондулятора (энергия резонанса 30.9 кэВ), источник которого имеет размеры (r.m.s.) 9×8 мкм и расходимость 16×13 мкрад при интегральном потоке около  $2 \times 10^{13}$  фот/с/0.1%с.ш. После прохождения через коллимирующие линзы (4) расходимость пучка уменьшается до 11×10 мкрад r.m.s.; поглощение при прохождении через окно фронтенда (3), коллимирующие линзы (4) и монохроматоры-расщепители секций 1-1-2 и 1-1-3 (5-6) составляет около 20%.

Первый блок размещения образца (2.3) предполагается оснастить системой лазерного нагрева образца, совмещённой с одноосным  $\omega$ -гонометром для проведения монокристалльных дифракционных экспериментов с образцами, находящимися *in situ* в условиях высоких давлений и температур (**Рисунок 23**), а также стационарной многофункциональной системой лазерного нагрева до 6000 К с использованием наиболее актуальных разработок в этой области: рефлективной оптики [47], длинноволнового ИК[48], гиперспектральной ТАОТФ-визуализации [49].

Для детектирования рассеянного образцом излучения планируется использовать плоскочувствительный детектор с матрицей на основе аморфного кремния. При размещении детектора на расстоянии ~0.5 м от образца, оптимальном с учётом габаритов гониометра, размер пикселя, определяемый расходимостью пучка СИ, может составлять не более 0.1 мм, что соответствует коммерчески доступным моделям с рабочей областью около 40×40 см и

быстродействием до 15 Гц, достаточными для реализации методики. Размеры детектора позволят при его центрировке относительно пучка регистрировать дифракцию в диапазоне углов до  $2\theta = 22^\circ$ , что соответствует вектору рассеяния  $Q = 6 \text{ \AA}^{-1}$  и разрешению  $d = 1 \text{ \AA}$  при угловом разрешении порядка  $0.01^\circ$ . Совмещение с пучком края детектора расширяет доступный диапазон  $Q$  до  $12 \text{ \AA}^{-1}$ .

При необходимости проведения экспериментов, требующих временного разрешения менее 100 мс, предполагается использование быстродействующего детектора из общего пула.

Наиболее времязатратной операцией при проведении дифракционных экспериментов при высоком давлении является совмещение образца с фокусом пучка СИ и осью  $\omega$ . Для ускорения этой операции предлагается оснастить секцию системой рентгеновской визуализации образца (Рисунок 24), аналогичной недавно апробированной на станции ID15B источника СИ ESRF [51].

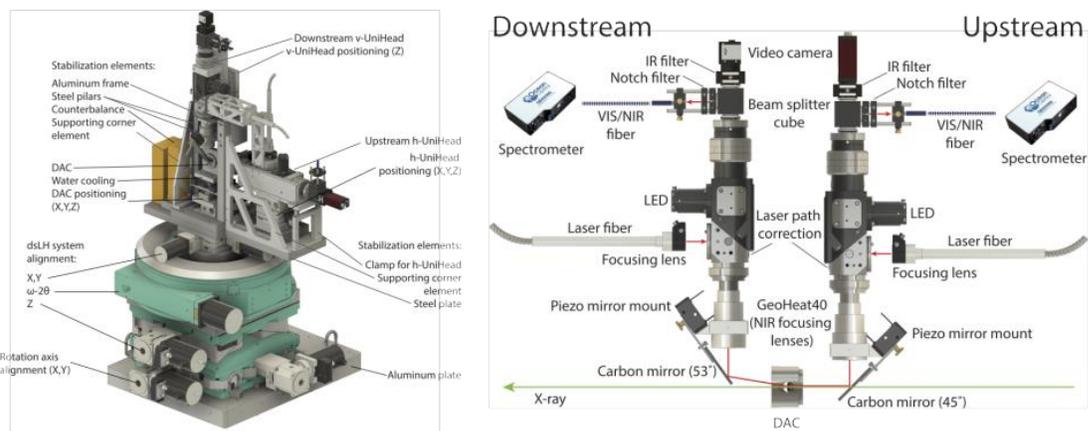


Рисунок 23. Система лазерного нагрева образца, совмещённая с одноосным  $\omega$ -гонометром [50].

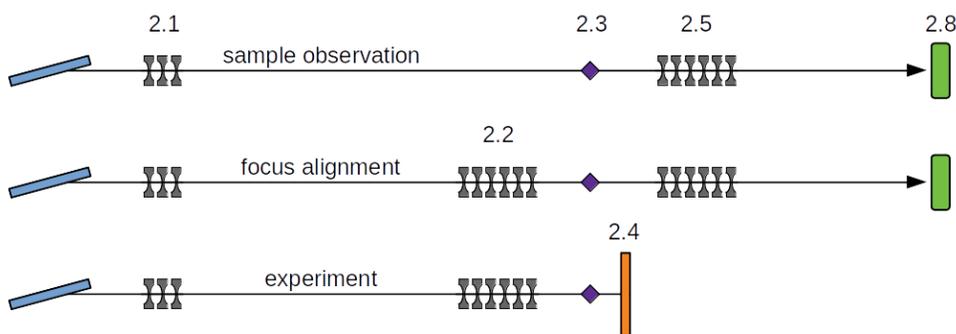
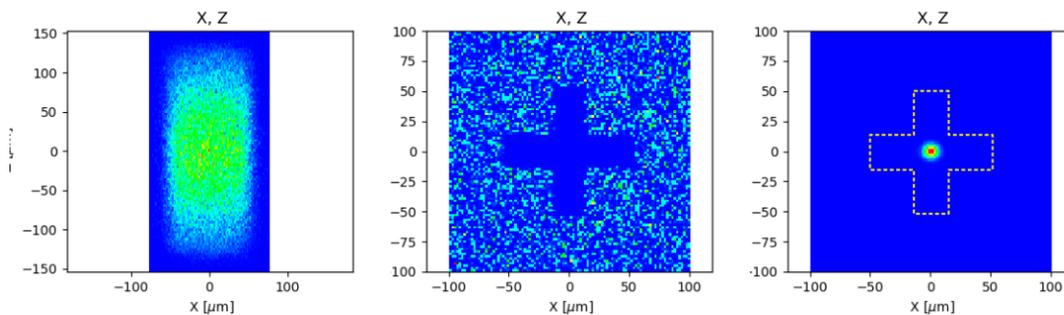


Рисунок 24. Схема переключения между режимами (сверху вниз) визуализации образца, юстировки фокуса и эксперимента (конфигурация оптимального потока). В конфигурации предельной фокусировки «конденсор» (2.1) используется только в режиме визуализации образца.

В режиме наблюдения образца линзы предфокусировки (2.1) будут использоваться в качестве конденсора, создавая на образце освещённую область около  $0.1 \times 0.2$  мм (**Рисунок 25**), где слева — область образца, освещаемая «конденсором» (2.1) в режиме наблюдения образца. В центре — проецируемое на камеру (2.8) увеличенное изображение тестового образца — перекрестия размером  $20 \times 20$  мкм. Справа — проецируемое на камеру изображение фокуса пучка, однозначно ориентированное относительно изображения образца.). Короткофокусная линза (2.2) при этом выведена из пучка, а увеличенное в  $\sim 6$  раз изображение образца на камере высокого разрешения (2.8) строится объективной линзой (2.5).

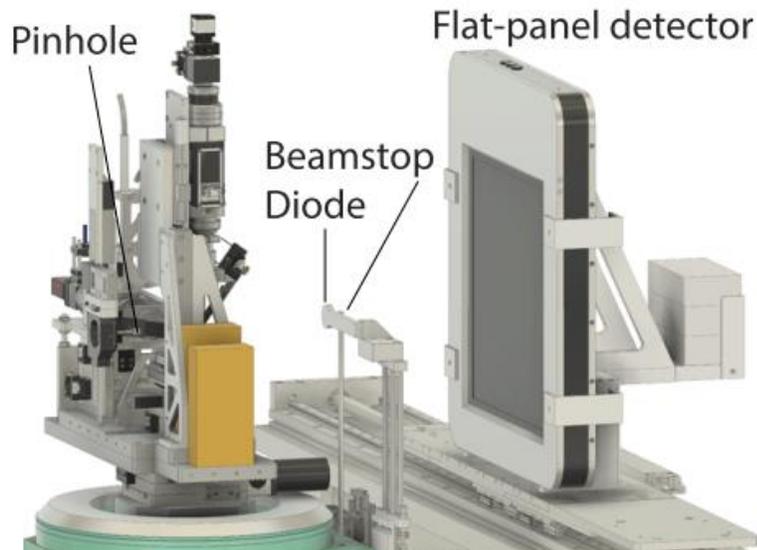


**Рисунок 25.** Визуализации местоположения фокуса пучка СИ на образце.

Предельное пространственное разрешение описанной системы визуализации определяется расстоянием от образца до объективной линзы (1 м) и эффективной апертурой последней (около 0.3 мм), составляя согласно критерию Рэля около 0.2 мкм. С учётом увеличения системы, для реализации данного разрешения понадобится камера с эффективным размером пикселя около 1 мкм. Более того, длина пространственной когерентности СИ на образце при освещении «конденсором» (2.1) составит порядка 13 мкм, позволяя согласно критерию [52] наблюдать образец и в режиме фазового контраста. Важным преимуществом использования объектива в сравнении с проекционной схемой является возможность визуализации местоположения фокуса пучка СИ на образце (**Рисунок 25**). Последнее достигается введением фокусирующей линзы (2.2) в режиме наблюдения образца, так что на камере возникает изображение фокуса, однозначно ориентированное относительно изображения образца (**Рисунок 25**).

После совмещения фокуса пучка с желаемым участком образца плоскопанельный детектор по перпендикулярной пучку направляющей (**Рисунок 26**) перемещается в положение регистрации дифракции (**Рисунок 24**).

Составная линза (2.5) помимо функции объектива для наблюдения образца, размещаемого в блоке №1 (2.3), также выполняет функцию фокусирующей линзы для образца, размещаемого в блоке №2 (2.6). Данный блок представляет собой универсальный  $\omega$ -гонометр для размещения разнообразных ячеек высокого давления (в том числе для радиальной дифракции), вакуумной камеры для ячеек с резистивным (до 2000 К) нагревом, криостата (**Рисунок 27**).



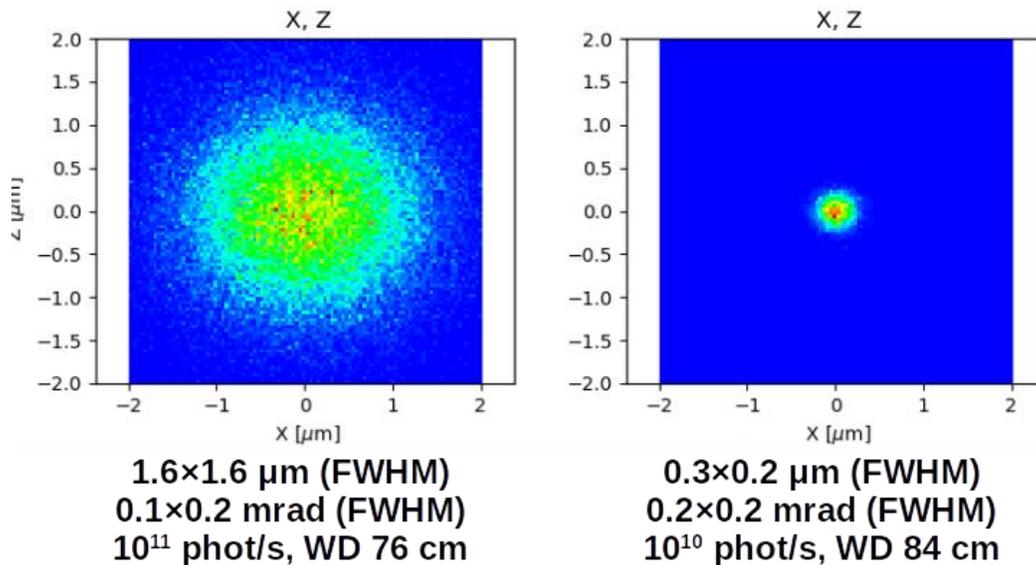
**Рисунок 26.** Конфигурация направляющей плоскопанельного детектора [50].

В качестве вспомогательного метода и для облегчения юстировки образца вблизи последнего также планируется установка компактного детектора рентгеновской флуоресценции.



**Рисунок 27.** Слева — вакуумная камера для ячеек высокого давления с резистивным нагревом, в центре — криостат для ячеек высокого давления. Для масштаба: обе установки закреплены с помощью кинематических фиксаторов Newport размером 8×10 см,[53]. Справа — компактный пресс типа «наковальня с лункой» (высота — 30 см).

Схема и параметры фокусировки СИ на образце блока №2 (**Рисунок 28**) близки к описанным выше для блока образца №1. Поскольку установка дополнительного объектива для образца блока №2 не планируется, его визуализация может осуществляться в проекционной геометрии. Необходимое для этого смещение фокуса будет достигаться введением в пучок части линз трансфокатора (2.2).



**Рисунок 28.** Фокусировка пучка короткофокусной составной линзой (72 линзы с радиусом кривизны 0.05 мм) для блока размещения образца №2: слева — с использованием предфокусирующей составной линзы (29 линз с радиусом кривизны 0.5 мм), справа — без.

Плоскопанельный детектор (2.7), расположенный за блоком образца №2, планируется установить ближе к образцу (диапазон рабочих расстояний 25-50 см) для возможности проведения экспериментов методом полного рентгеновского рассеяния: при центрировке детектора относительно пучка максимальный диапазон  $Q$  будет составлять  $12 \text{ \AA}^{-1}$ , при совмещении края детектора с пучком – до  $20 \text{ \AA}^{-1}$ . Проблема фонового сигнала от окружающего образец материала будет решаться размещением перед детектором массива радиальных щелей.

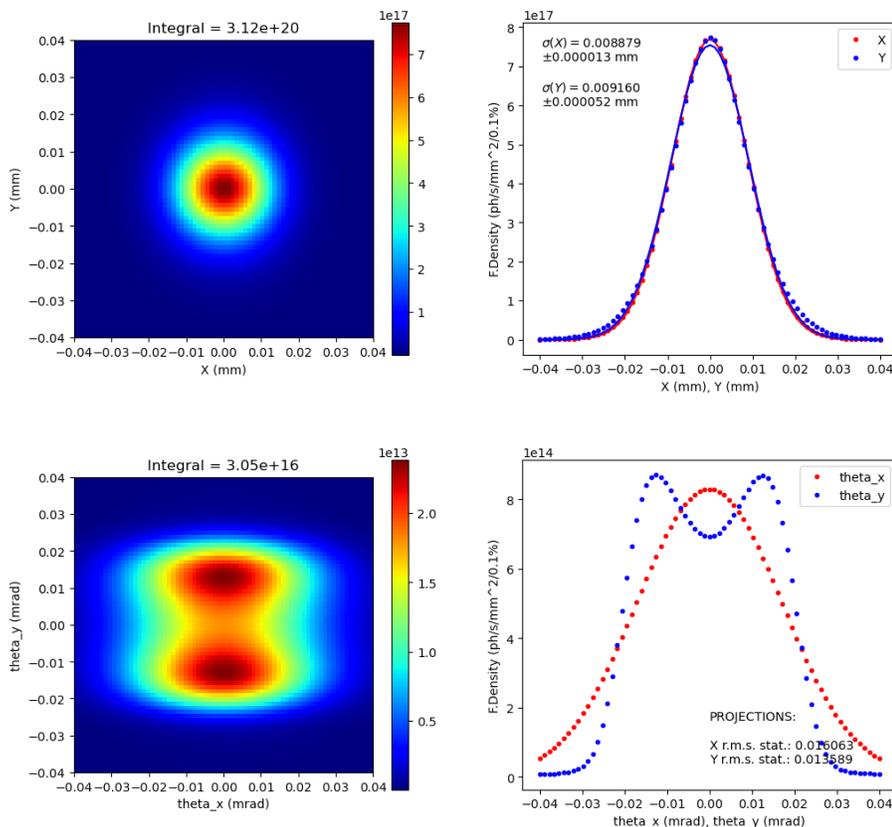
### 2.3 Секция 1-1-2 «Ядерный гамма-резонанс»

С учётом возможностей ондулятора и высокой востребованности у пользователей методик, связанных с ядерным гамма-резонансом на изотопе  $^{57}\text{Fe}$ , было принято решение включить в состав станции 1-1 «Микрофокус» боковую секцию 1-1-2 «Гамма-резонанс», оптимизированную для получения ультрамонохроматических пучков вблизи энергии гамма-резонанса  $^{57}\text{Fe}$  (14.4 кэВ).

При этом при разработке рентгенооптической схемы была предусмотрена возможность использования наиболее современной схемы ультрамонохроматизации (спектрографической), а

также достижения эффективной субмикронной фокусировки, обеспечиваемой малым эмиттансом накопителя.

Поскольку для реализации методов фронтального (NFS [54]) и неупругого (NIS [55]) ядерного рассеяния необходимы импульсы СИ с интервалом не менее времени полураспада возбуждённого ядерного состояния (98 нс для  $^{57}\text{Fe}$ ), для работы секции 1-1-2 в режиме NFS/NIS будут задействоваться 12-сгустковый и гибридный режимы заполнения накопителя (Таблица 3). Далее в тексте все расчёты приводятся для первого режима (ток 60 мА).



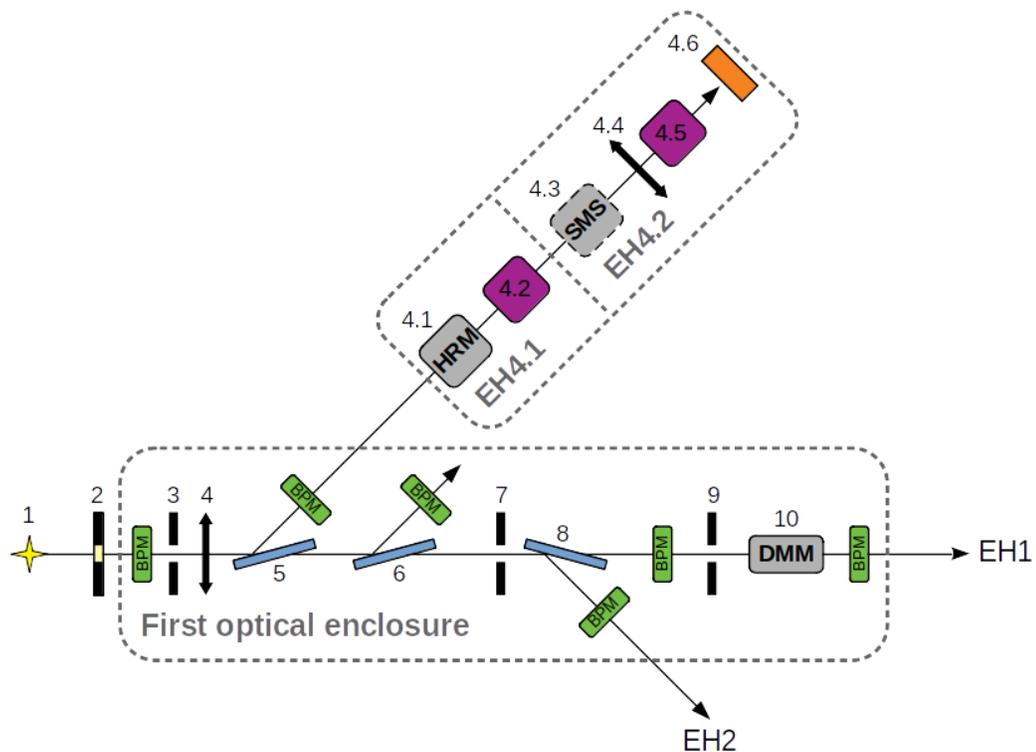
**Рисунок 29.** Размер (вверху) и расходимость (внизу) источника 7-й гармоники в максимуме потока фотонов. Форма углового распределения расходимости связана с отличием энергии максимума потока фотонов от энергии резонанса гармоники ондулятора на  $\sim 50$  эВ.

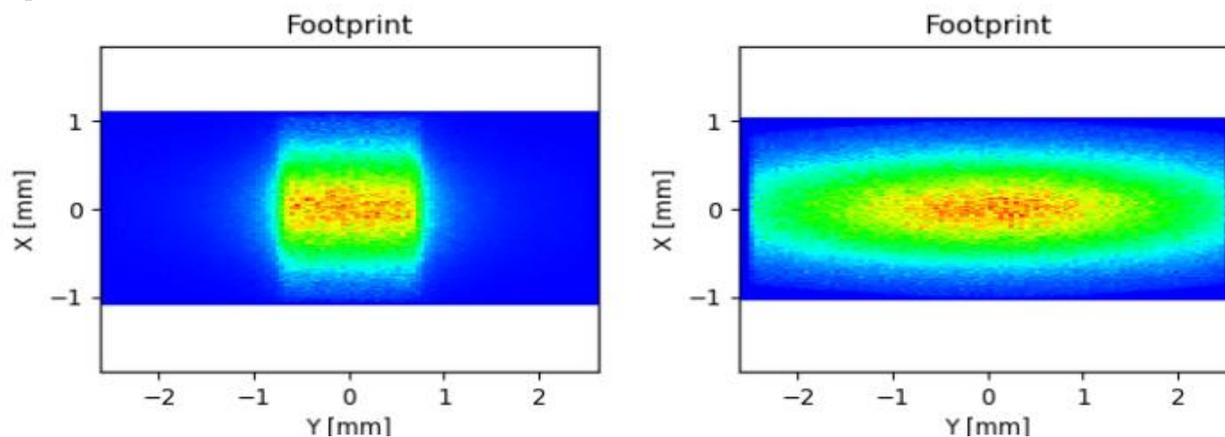
На секции 1-1-2 будет эксплуатироваться излучение максимума 7-й гармоники сверхпроводящего ондулятора, источник которого имеет сечение  $9 \times 9$  мкм ( $\sigma$ ) и расходимость  $16 \times 14$  мкрад (r.m.s.), что показано на **Рисунке 29**. При апертуре фронтенда  $80 \times 80$  мкрад поток фотонов на энергии 14.4 кэВ составит  $\sim 6 \times 10^{13}$  фот/с/0.1%с.ш.

**Таблица 3.** Режимы заполнения накопителя ЦКП «СКИФ».

	<b>Основной</b>	<b>12-сгустковый</b>	<b>Гибридный</b>
Кол-во сгустков	510	12	79 (трейн) + 1 (одиночный)
Ток, мА	400	60 (120)	400
Ток сгустка, мА	0.8	5 (10)	5
Межсгустковый промежуток, нс	2.8	132.5	11.2 (в трейне) 350 (вокруг одиночного сгустка)
Очистка межсгустковых промежутков	–	$10^{-7}$	$10^{-7}$ (вокруг одиночного сгустка)
Эмиттанс, пм·рад	$69 \times 7$	$113 \times 11$ ( $141 \times 14$ )	$113 \times 11$

Схематичное изображение экспериментального хатча секции 1-1-2 приведено на **Рисунке 30** (см. также **Таблицу 4**). Первыми оптическими элементами секции 1-1-2 являются, собственно, апертура фронтенда ( $80 \times 80$  мкрад) и алмазное окно толщиной 0.2 мм (поглощение фотонов 14.4 кэВ составляет около 6%). Поскольку секция 1-1-2 является боковой, ключевым её элементом является алмазный монохроматор – расщепитель пучка (сплиттер), представляющий собой пластинку из бездефектного алмаза (рабочая область  $5 \times 5$  мм) толщиной 0.1 мм в ориентировке (1 1 1) (5 на **Рисунке 30**).

**Рисунок 30.** Схематичное изображение секции 1-1-2.



**Рисунок 31.** След лучей пучка, попадающих в угловой акцептанс, на поверхности монохроматора-сплиттера: слева – без коллимирующих линз, справа – с коллимирующими линзами. Энергетический диапазон –  $14412 \pm 0.005$  эВ.

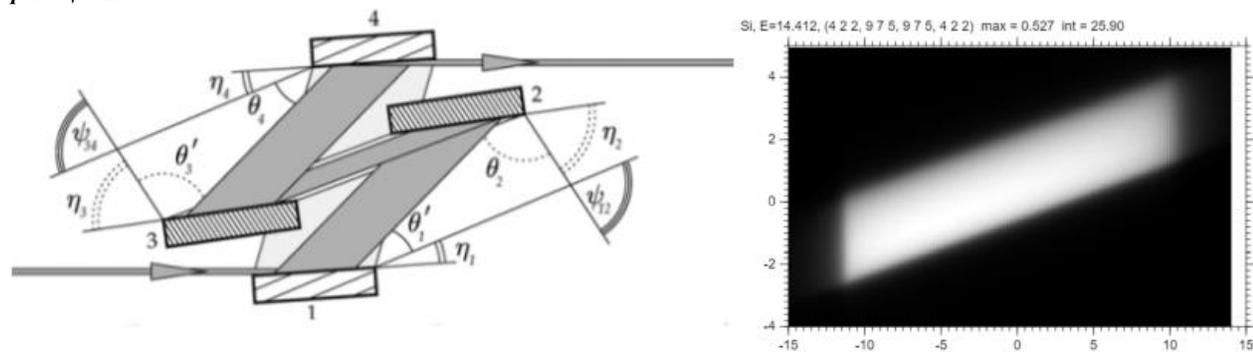
Так как из дифрагированного сплиттером пучка на секции будет выделяться спектральная полоса значительно более узкая, чем дарвиновская ширина отражения (1 1 1) алмаза ( $\sim 6 \times 10^{-5}$ ), для сохранения потока фотонов перед сплиттером осуществляется коллимация пучка линзами (4), имеющими пропускание  $\sim 75\%$ . При этом уменьшение расходимости до  $0.8 \times 0.8$  мкрад (FWHM), соответствующих угловому размеру источника, приводит к увеличению эффективности сплиттера с 30% до 85% (**Рисунок 31**).

#### 2.4 Гнездовой монохроматор высокого разрешения

Ключевым элементом секции 1-1-2 является гнездовой монохроматор высокого разрешения, установленный на расстоянии 10 м от монохроматора-сплиттера. Для гнездового монохроматора предлагается схема (++—) с двумя прорезными кремниевыми кристаллами (422) и (975) с асимметричными срезами плоскостей под углами  $20.3^\circ$  ( $b_1 = 1/b_4 = 1/15.5$ ) и  $70.4^\circ$  ( $b_2 = 1/b_3 = 2.8$ ), обеспечивающими угол с поверхностью кристаллов около  $1.9^\circ$  на входе и выходе монохроматора, что позволит достичь спектральной ширины  $\sim 2.5$  мэВ при условии предварительной коллимации (**Рисунок 32**). Аналитическая оценка хорошо согласуется с результатами трассировки лучей, продемонстрировавшей на выходе из монохроматора спектральную ширину 2.1 мэВ (FWHM) (**Рисунок 33**) и максимум пропускания  $\sim 50\%$ . След от пучка на рабочих поверхностях кристаллов монохроматора составит 3-4 см, сечение на выходе — около  $0.9 \times 0.8$  мм (FWHM) при неизменной расходимости ( $0.8 \times 0.8$  мкрад FWHM), поток –  $2.9 \times 10^9$  фот/с.

Таблица 4. Элементы секции 1-1-2.

№	Элемент	Расстояние от расщепителя, м	Описание
<b>Экспериментальный хатч 4.1</b>			
4.1	Монохроматор высокого разрешения	10.0	Два взаимозаменяемых монохроматора: основной: гнездовой (Ishikawa et al. 2005) дополнительный: спектрограф (Chumakov et al. 2019)
		11.1	Бериллиевые длиннофокусные линзы (19 шт, радиус кривизны 1 мм, апертура 2 мм). Используются в режиме спектрографа.
4.2	Блок измерения кривых качания	13.5	Гониометр и детектор для диагностики кристаллов в параллельном ультрамонохроматическом пучке
<b>Экспериментальный хатч 4.2</b>			
4.3	Мёссбауэровский монохроматор (SMS)	19.0	Ядерный монохроматор на основе кристалла $^{57}\text{FeBO}_3$ [56]
4.4	Фокусирующая оптика	26.6	Параболические зеркала $[\text{W}/\text{B}_4\text{C}]_{30}$ в геометрии Киркпатрика-Баеса. Используются с гнездовым монохроматором.
4.5	Щель спектрографа	27.1	Минимальная апертура $20 \times 20$ мкм. Используется в режиме спектрографа.
	Блок размещения образца	27.2-27.6	Окружение образца (высоко- и низкотемпературные камеры, магнитные поля, ячейки высокого давления)
	Блок детектирования неупругого ядерного рассеяния (NIS)	27.2-27.6	Блок лавинных фотодиодов (~0.4 м сбоку от блока размещения образца)
4.6	Блок детектирования фронтального ядерного рассеяния (NFS)	29.6	Лавинный фотодиод



**Рисунок 32.** Слева — принципиальная схема гнездового монохроматора высокого разрешения (Ishikawa et al. 2005), справа — пропускание предложенной конфигурации для  $\sigma$ -поляризации (горизонтальная ось — угловой акцептанс в мкрад, вертикальная ось — энергия в мэВ).

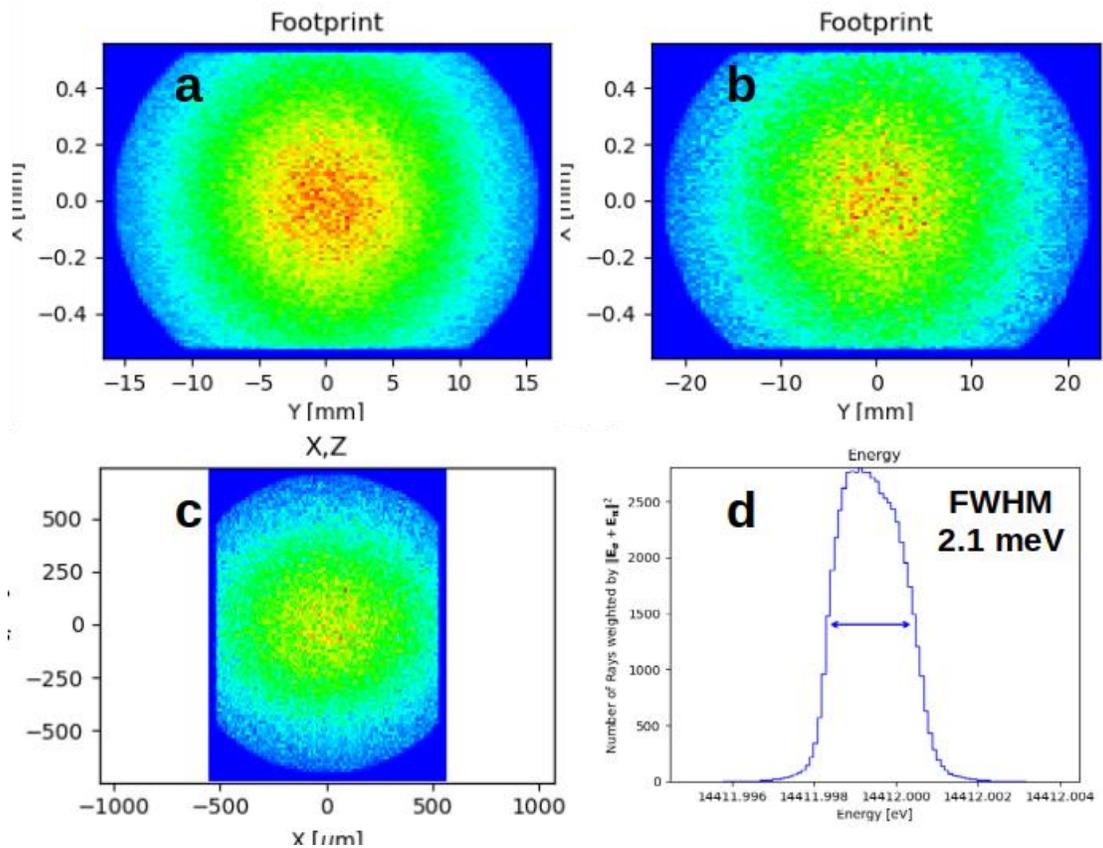
Рассчитанный поток не уступает возможностям аналогичных станций высокоэнергетических источников СИ (Таблица 5) и при этом может быть увеличен в  $\sim 2$  раза переходом на режим с током сгустка 10 мА.

**Таблица 5.** Параметры аналогичных (для станций с несколькими монохроматорами выбрана конфигурация с наиболее близким к 2.5 мэВ разрешением) станций зарубежных источников СИ.

	$\Delta E_{\text{FWHM}}$ , мэВ	Поток, фот/с (На выходе монохроматора высокого разрешения)	FWHM, мкм (в фокусе)
P01 (PETRA III)	1.0	$1.2 \times 10^{10}$	7×4
ID18 (ESRF)	3.1	$4.1 \times 10^9$	10×10
BL09XU (Spring-8)	2.5	$1.6 \times 10^9$	10×10
3-ID (APS)	1.4	$5 \times 10^9$	10×10

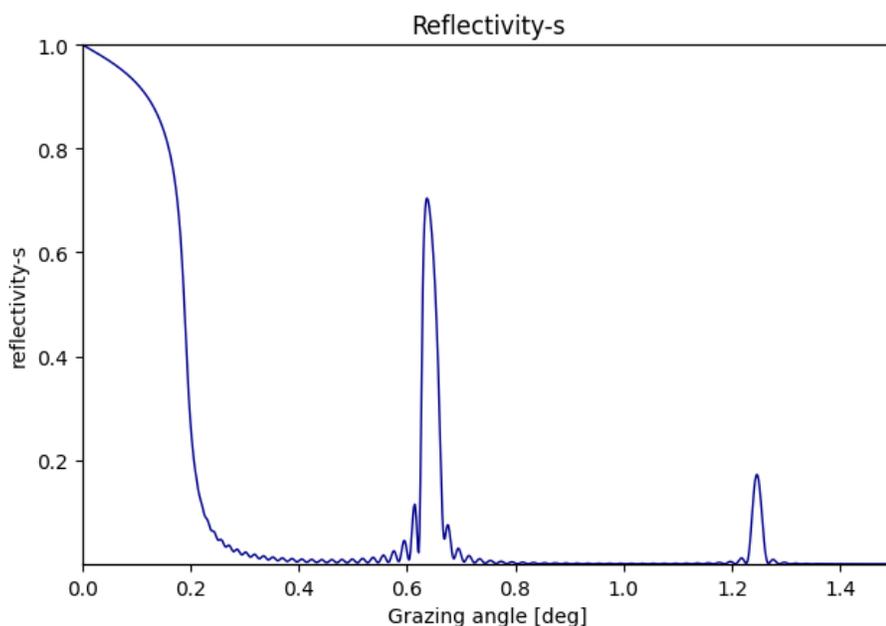
## 2.5 Субмикронная фокусировка пучка

Поскольку сечение пучка на выходе из гнездового монохроматора высокого разрешения ( $0.9 \times 0.8$  мм FWHM) неоптимально для экспериментов с высоким пространственным разрешением или использованием ячеек высокого давления, перед блоком размещения образца (4.5 на Рисунке 30) предусмотрена установка короткофокусных ( $f \approx 0.9$  м) многослойных зеркал в геометрии Киркпатрика-Баеза (4.4). Предпочтение зеркалам в данном случае отдаётся из-за большего пропускания ( $\sim 50\%$ ) в сравнении с аналогичной конфигурацией бериллиевых линз ( $\sim 20\%$ ). Подходящей парой для многослойной структуры является W/V<sub>4</sub>C, при периоде  $\Lambda = 4$  нм и  $\Gamma = 0.25$  дающая коэффициент отражения  $\sim 70\%$  уже при количестве периодов  $N = 30$  (Рисунок 34). Брэгговский угол для энергии 14.41 кэВ при этом составляет  $0.64^\circ$ .

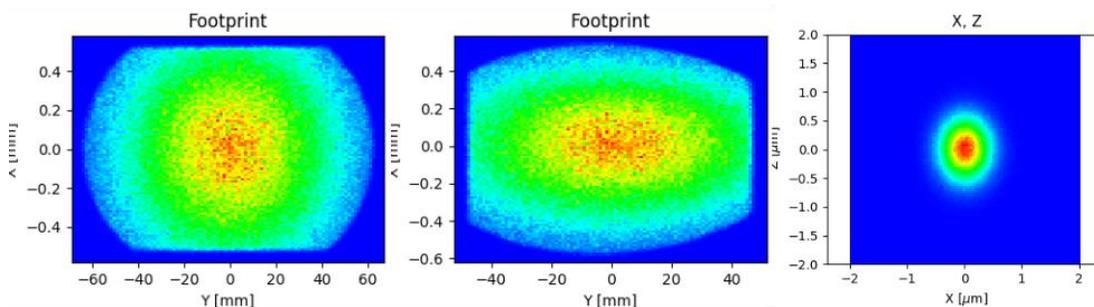


**Рисунок 33.** Данные трассировки лучей: (a,b) — след пучка на рабочих поверхностях внешнего и внутреннего кристаллов прорезного монохроматора, соответственно (оси в мм, в разном масштабе); (c) — сечение пучка на выходе из монохроматора (оси в мкм); (d) — спектральная ширина после монохроматора высокого разрешения.

В случае последовательной фокусировки горизонтальным и вертикальным параболическими зеркалами, расположенными на расстоянии 1.0 и 0.8 м от фокуса, соответственно, размер пучка в фокусе составит  $0.6 \times 0.8$  мкм FWHM (**Рисунок 35**) при потоке  $1.1 \times 10^9$  фот/с. При этом след от пучка на поверхностях этих зеркал составит около 12 и 10 см. С учётом кривизны зеркал и углового акцептанса многослойной структуры, для обеспечения максимальной отражающей способности будет достаточно линейного латерального градиента периода  $-0.5\%/см$  для горизонтального ( $f = 1.0$  м) и  $-0.6\%/см$  для вертикального ( $f = 0.8$  м) зеркал.



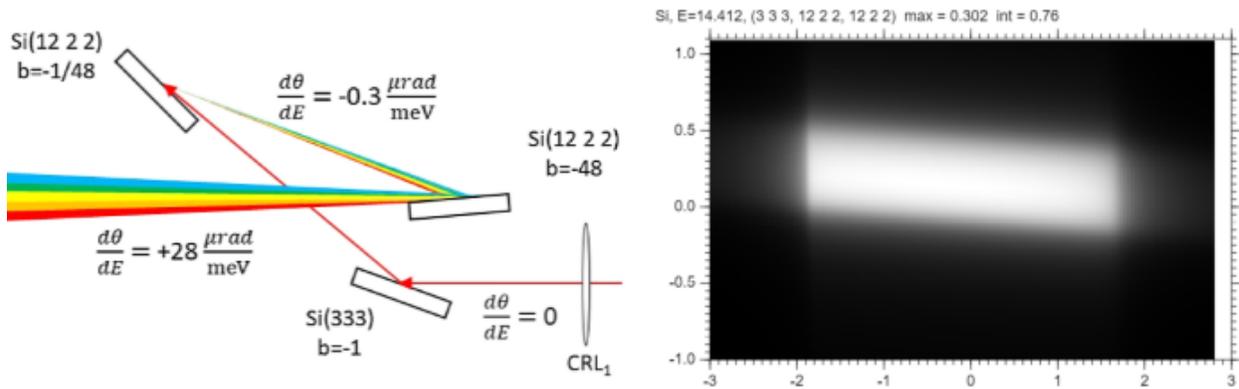
**Рисунок 34.** Коэффициент отражения многослойной структуры  $[W/B_4C]_{30}$  ( $\Lambda = 4$  нм,  $\Gamma = 0.25$ ) на энергии 14.41 кэВ. ХОР 2.4 [57].



**Рисунок 35.** Слева и в центре – след пучка на поверхности горизонтального и вертикального фокусирующих зеркал, соответственно (оси в разной шкале); справа – сечение пучка в фокусе зеркал.

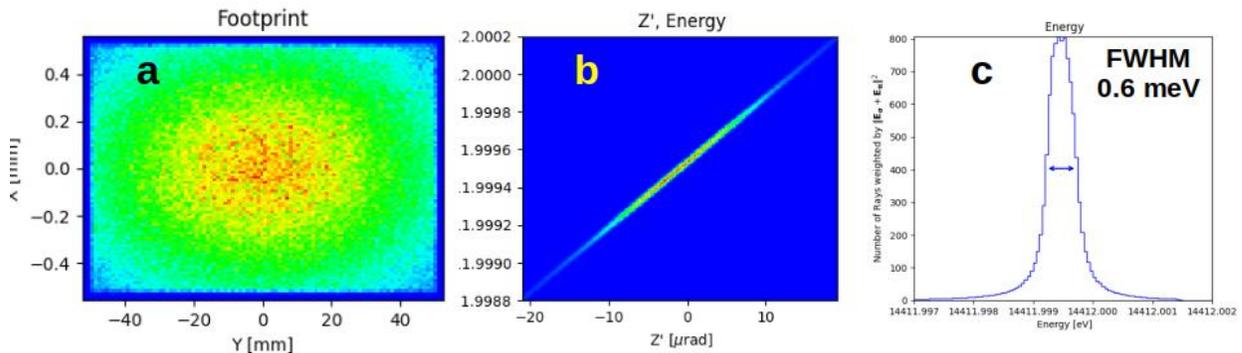
## 2.6 Монохроматор-спектрограф сверхвысокого разрешения

Помимо основного гнездового монохроматора высокого разрешения, на опоре (4.1 на **Рисунке 30**), расположенной в 10 м от расщепителя пучка, в качестве переключаемой опции предусмотрен монохроматор-спектрограф [4] в трёхкристальной дисперсионной (+ + +) конфигурации с кристаллом-дефлектором  $Si(3\ 3\ 3)$  ( $b_1 = 1$ ) и асимметричными срезами  $Si(12\ 2\ 2)$  под углом  $\pm 77.05^\circ$  ( $b_2 = 1/b_3 = 1/48$ ), соответствующим углу пучка относительно поверхности кристаллов около  $0.5^\circ$  (**Рисунок 36**). Рассчитано с использованием программного обеспечения МСМ и базы данных X0h.



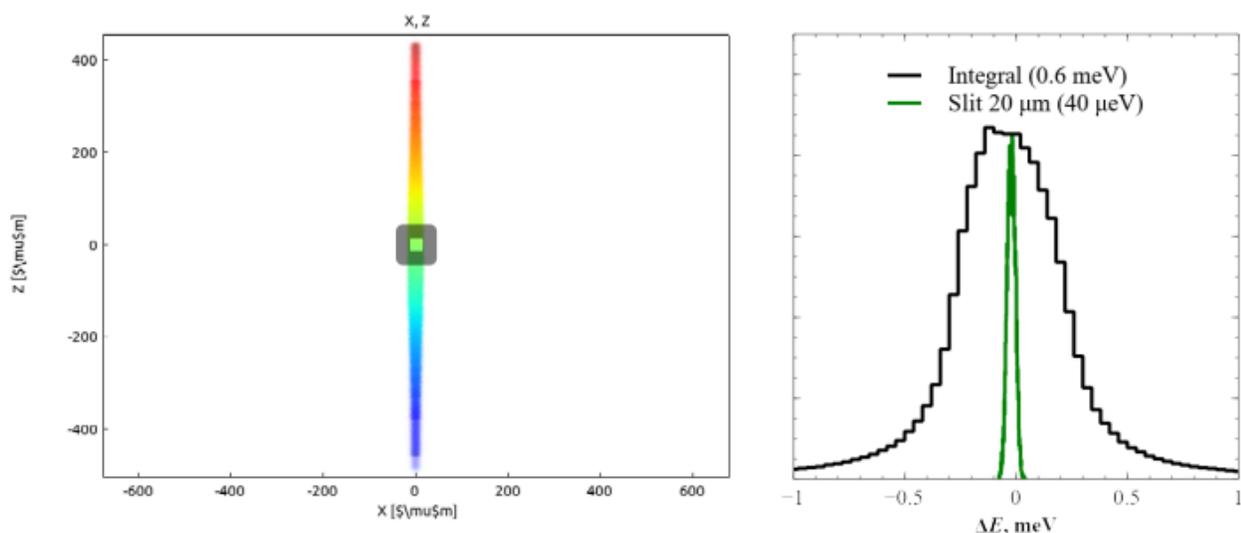
**Рисунок 36.** Слева – принципиальная схема монохроматора-спектрографа высокого разрешения[58], справа – пропускание для  $\sigma$ -поляризации (горизонтальная ось – угловой акцептанс в мкрад, вертикальная ось – энергия в мэВ).

Данная конфигурация обеспечивает на выходе монохроматора ширину энергетической полосы около 0.6 мэВ с сильной дисперсией (**Рисунок 37**), при этом малое сечение пучка позволяет принять падающее излучение практически полностью поверхностью асимметрично срезанных кристаллов длиной  $\sim 10$  см, так что поток на выходе составит  $3.4 \times 10^8$  фот/с.



**Рисунок 37.** (a) – след пучка на асимметричных срезах Si(12 2 2) длиной 10 см (оси в разном масштабе), (b,c) – угловая дисперсия и интегральная энергетическая ширина на выходе монохроматора.

Ключевым элементом спектрографа однако является длиннофокусная ( $f = 16$  м) линза, установленная непосредственно на выходе монохроматора, которая преобразует вертикальную дисперсию излучения в хроматическое изображение источника, возникающее непосредственно перед образцом (**Рисунок 38**).



**Рисунок 38.** Слева – хроматическое изображение источника в фокусе собирающей линзы с наложенной апертурой  $20 \times 20$  мкм (оси в мкм), справа – сужение спектральной полосы вследствие фильтрации апертурой.

При этом с помощью одной или нескольких щелей размером около  $20 \times 20$  мкм из полученного изображения можно выделить ультрамонокроматические пучки со спектральной шириной до 40 мкэВ и потоком до  $1.4 \times 10^7$  фот/с. Поскольку в режиме спектрографа использование многослойных фокусирующих зеркал не предполагается, сечение пучка на образце определяется размером щели спектрографа, составляя от  $20 \times 20$  мкм (непосредственно за щелью) до  $\sim 30 \times 30$  мкм (в полуметре от щели).

## 2.7 Мёссбауэровский монохроматор

Для проведения экспериментов методом мёссбауэровской спектроскопии с разрешением по энергии между монохроматором высокого разрешения (4.1) и образцом (4.4) также планируется установка мёссбауэровского монохроматора (synchrotron Mößbauer source, SMS) на основе кристалла  $^{57}\text{FeVO}_3$  (4.3) [56, 59]. Одним из преимуществ мёссбауэровской спектроскопии с разрешением по энергии является независимость от временной структуры сгустков в накопителе, в том числе возможность работы на максимальном токе (400 мА), обеспечивающем поток фотонов до  $10^5$  фот/с в выделяемой монохроматором полосе шириной около 15 нэВ. Мёссбауэровский монохроматор будет совместим с описанной выше фокусирующей многослойной оптикой, обеспечивающей субмикронную фокусировку пучка на образце.

## 2.8 Дополнительные методики

Диагностика кривых качания и прецизионная топография

Поскольку свойства пучков синхротронного излучения источников 4-го поколения требуют использования рентгеновской оптики высочайшего качества, крайне востребованной

видится диагностика качества кристаллов, используемых для монохроматизации пучков, в том числе и алмазной оптики. Для такой диагностики может быть эффективно использован коллимированный ( $0.4 \times 0.4$  мкрад FWHM) ультрамонохроматический (2.1 мэВ FWHM) пучок гнездового монохроматора секции 1-1-2 (в том числе во время работы накопителя в режимах, не позволяющих проведения измерений методами NFS/NIS). С этой целью в экспериментальном хатче 4.1 предусмотрена установка стола с гониометром и детектором (4.2).

#### Прецизионная диагностика эмиттанса методами квантовой оптики

Известно, что такие методы диагностики фазового пространства пучков синхротронного излучения как оптическая визуализация и амплитудная интерферометрия сильно подвержены влиянию вибраций и дефектов рентгеновской оптики, в связи с чем даже на источниках 3-го поколения остро стоял вопрос соотнесения *эффективного* размера источника, получаемого с помощью перечисленных методов с его действительным размером. Поскольку прецизионная диагностика источника критически необходима для отладки и оптимизации режимов работы накопителя с малым эмиттансом, оптическая схема и детекторы секции 1-1-2 могут использоваться для альтернативного (квантовооптического) подхода к оценке размера источника — корреляционной интерферометрии интенсивностей в схеме Хэнбери Брауна — Твисса [60-62]. Данный метод нечувствителен к вибрациям и дефектам оптических элементов, но требует уровня ультрамонохроматизации излучения, достигаемого только на секции 1-1-2.

## 2.9 Секция 1-1-3 «Макромолекулярная кристаллография»

Секция 1-1-3 станции «Микрофокус» станет пилотным объектом инфраструктуры макромолекулярной кристаллографии ЦКП «СКИФ», в качестве основной части которого запланирован многофункциональный высокопроизводительный комплекс второй очереди, близкий по дизайну к ID-30 ESRF. В то время как на комплексе второй очереди будут реализованы методы автоматизированного высокопроизводительного скрининга, дифракции с переменной длиной волны (включая длинноволновые методы фазирования по нативной сере), а также дифракции в широкополосном («розовом»,  $\Delta E/E \sim 1\%$ ) пучке, секцию 1-1-3 планируется оптимизировать для решения задач, требующих предельных параметров фокусировки пучка, достижимых на источниках с ультрамалым эмиттансом: серийной кристаллографии микронных и субмикронных кристаллов макромолекул (в частности мембранных белков), в том числе с временным разрешением.

В настоящее время основным методом решения фазовой проблемы в макромолекулярной кристаллографии является молекулярное замещение, на долю которого в 2019 г. пришлось более 85% структур, расшифрованных по данным рентгеновской дифракции. Более того, последние достижения структурной биоинформатики в сочетании с новыми алгоритмами компьютерного моделирования и глубокого машинного обучения [63] расширили область применения данного метода даже на структуры без известных гомологов [64]. Поскольку метод молекулярного замещения не требует использования аномального рассеяния, дифракционные данные для него могут регистрироваться на произвольной фиксированной энергии, что существенно упрощает

дизайн экспериментальных станций, особенно при необходимости микрофокусировки пучка. Так, на источнике СИ ESRF в настоящее время четыре из семи ондуляторных секций макромолекулярной кристаллографии рассчитаны на работу с фиксированной энергией. В качестве последней обычно выбирают 13-14 кэВ для возможности в дополнение к методу молекулярного замещения использовать и метод SAD на тяжёлых элементах.

Таким образом, при разработке секции 1-1-3 станции «Микрофокус» была поставлена задача достижения микронной и субмикронной фокусировки пучка СИ с фиксированной энергией, оптимизированной для современных методов серийной макромолекулярной кристаллографии и макромолекулярной кристаллографии с временным разрешением.

На секции будет использоваться СИ 7-й гармоники ондулятора (энергия резонанса 14.4 кэВ), источник которого имеет размеры (r.m.s.)  $8 \times 7$  мкм и расходямость  $13 \times 12$  мкрад (Рисунок 39) при интегральном потоке около  $3 \times 10^{14}$  фот/с/0.1%с.ш. (Рисунок 40).

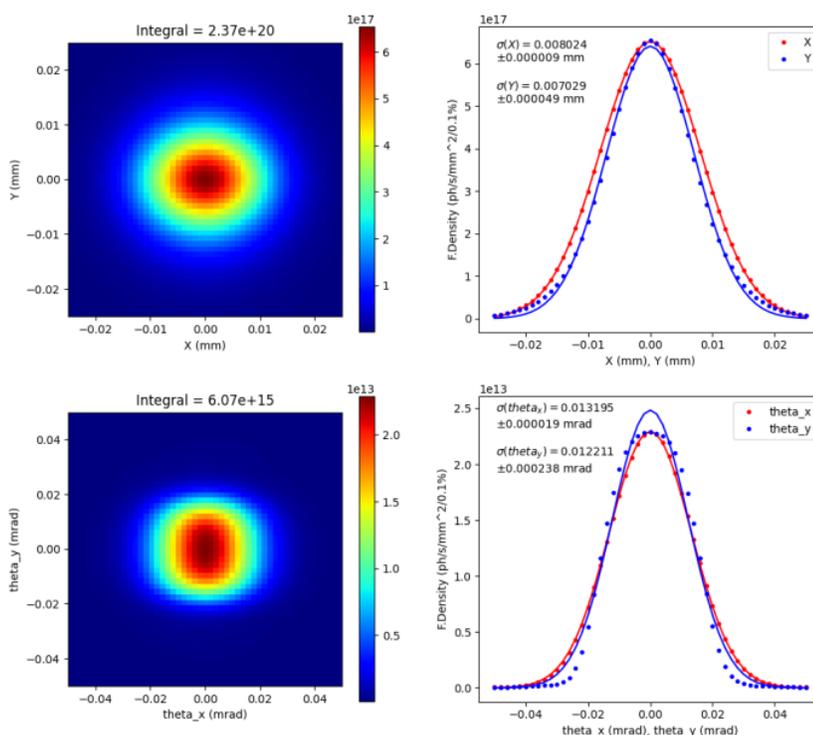
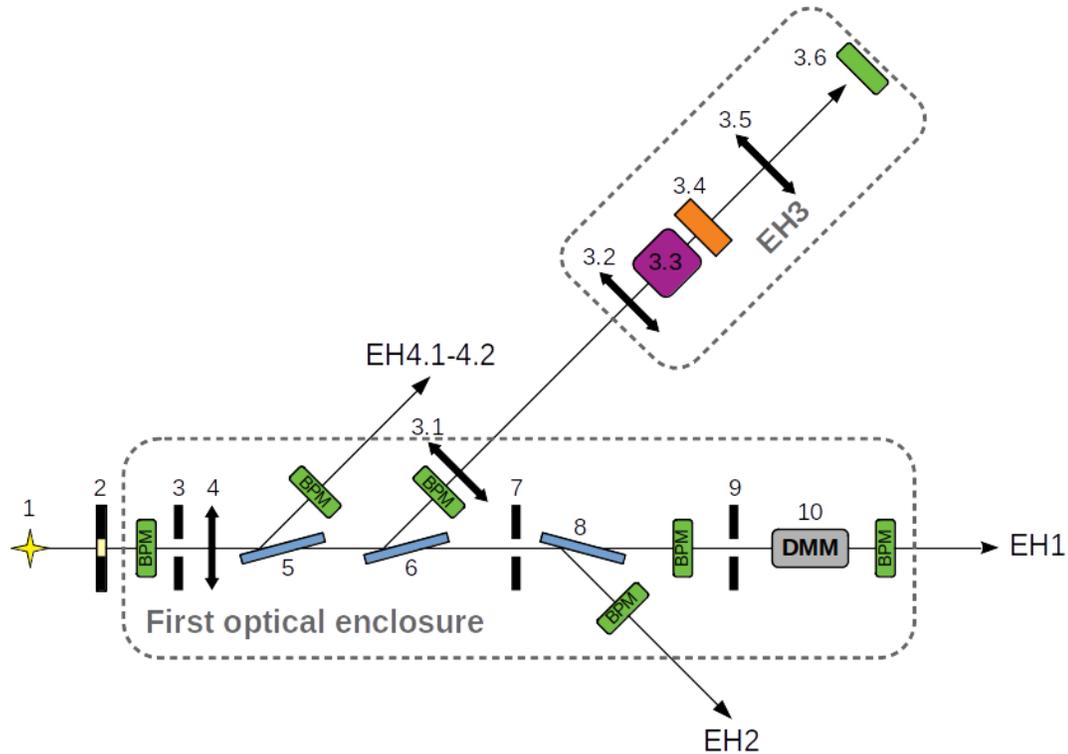


Рисунок 39. Размеры и расходямость источника 7-й гармоники ондулятора станции 1-1.



**Рисунок 40.** Схема экспериментального хатча секции 1-1-3 (см. также **Таблицу 6**).

Фиксированная рабочая энергия 14.4 кэВ была выбрана на основе успешного опыта работы станции микрофокусной макромолекулярной кристаллографии ID23-2 ESRF [65] как наиболее универсальная для использования в качестве вспомогательного метода SAD на тяжёлых элементах (прежде всего селена и брома при исследований селенометиониновых и броморауриловых производных).

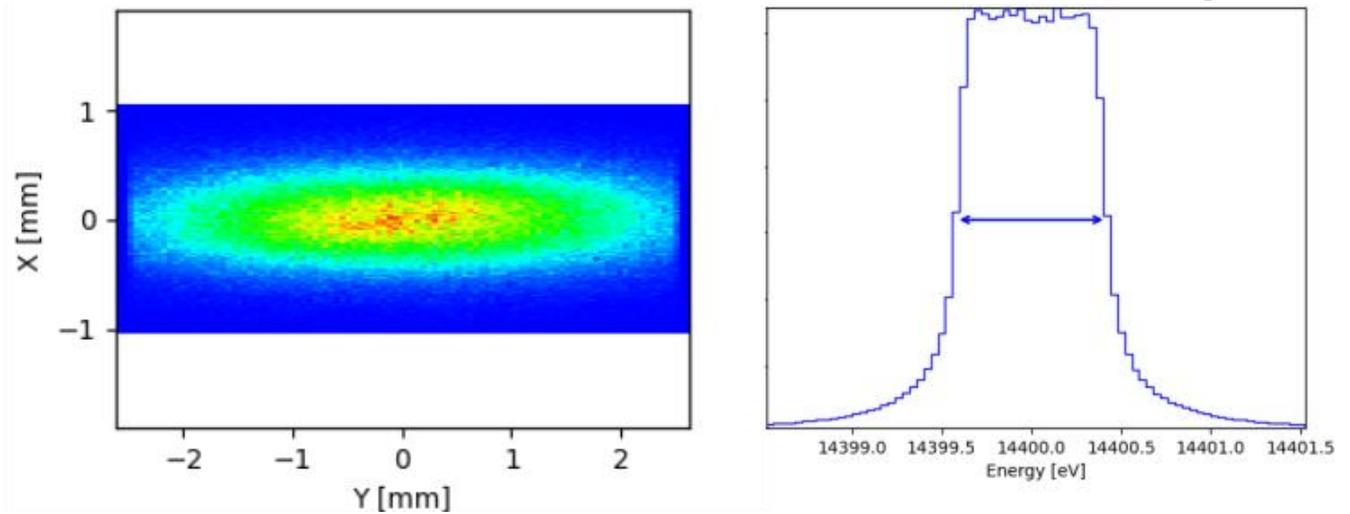
После прохождения через коллимирующие линзы (4) пучок становится квазипараллельным (остаточная расходимость, обусловленная размером источника, составляет  $\sim 0.3$  мкрад r.m.s.); поглощение при прохождении через окно фронтенда (3), коллимирующие линзы (4) и монохроматор-расщепитель секции 1-1-2 (5) составляет около 30%.

Монохроматизация с отведением пучка на боковую секцию также осуществляется алмазной пластинкой-сплиттером (6) толщиной 0.1 мм, установленной в геометрии по Брэггу под углом  $\sim 12.1^\circ$  к пучку. При этом проекция пучка на плоскость монохроматора практически полностью вписывается в размеры бездефектной рабочей области (**Рисунок 41**). Высокая степень коллимации пучка позволяет достичь монохроматизации, ограниченной дарвиновской шириной отражения (111) алмаза: полоса пропускания составляет около 0.8 эВ FWHM ( $\Delta E/E \approx 6 \times 10^{-5}$ ).

**Таблица 6.** Основные элементы секции 1-1-3.

№	Элемент	Расстояние от расщепителя, м	Описание
3.1	Фокусирующие линзы №1	3.0	Бериллиевые линзы (20 шт) в конфигурации трансфокатора, радиус кривизны 0.5 мм, геометрическая апертура 1.6 мм, дополнительная апертура 0.65 мм
3.2	Фокусирующие линзы №2	9.6	Бериллиевые линзы (32 шт) в конфигурации трансфокатора, радиус кривизны 0.1 мм, геометрическая апертура 0.6 мм
3.3	Блок размещения образца	10.5	Гониометр с вертикальной осью, криопроставкой и приставкой поддержания влажности
3.4	Двухкоординатный детектор	10.6-11.0	Высокоскоростной HPAD-детектор, ~3000×3000 пикселей
3.5	CRL-объектив для инлайн-микроскопии	11.5	Короткофокусный объектив для наблюдения микрообразцов в режиме фазового контраста (опционально)
3.6	Рентгеновская камера высокого разрешения	21.1	CCD/CMOS камера с объективом и сцинтиллятором для визуализации образца и диагностики пучка (опционально)

Оптимизированная геометрия источника позволяет использовать на секции простую и надёжную одноступенчатую фокусировку составной преломляющей линзой №1 в конфигурации трансфокатора (3.1), установленной на расстоянии ~3 м от расщепителя пучка. Для основного режима фокусировки в пучок вводятся 20 линз с радиусом кривизны 0.5 мм (пропускание 70%), собирающие поток фотонов  $10^{13}$  фот/с в пятно размером  $5 \times 5$  мкм (FWHM) на расстоянии 7.6 м. Путём поочередного выведения линз из пучка достигается его дефокусировка, позволяющая быстро менять размер пучка на образце при фиксированном положении последнего без дополнительных юстировочных манипуляций. В режиме дефокусировки в стек с линзами также вводится апертура диаметром ~0.65 мм, позволяющая получать на образце сечение пучка, близкое к «цилиндрическому» (top-hat) (Таблица 7) и являющееся оптимальным с точки зрения стратегии съёмки [66].



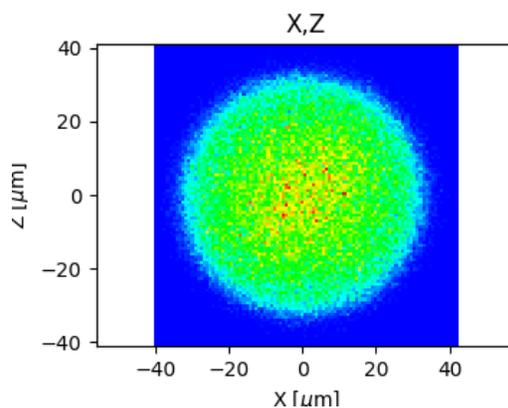
**Рисунок 41.** Проекция пучка на плоскость монохроматора-сплиттера (с учётом размеров рабочей области) и полоса пропускания монохроматора ( $\Delta E(\text{FWHM}) = 0.8 \text{ eV}$ ).

**Таблица 7.** Основные режимы фокусировки секции 1-1-3 (сечения приведены для фиксированного положения образца).

<p>Основной режим (5 мкм)</p> <p>20 линз  <math>5 \times 5 \text{ мкм}</math> (FWHM)  <math>0.08 \times 0.07 \text{ мрад}</math> (FWHM)  <math>10^{13} \text{ фот/с}</math>  <math>t_G = 0.2 \text{ с}</math>  (время накопления белком состава <math>\text{C}_{100}\text{H}_{186}\text{N}_{26}\text{O}_{49}\text{S}</math> дозы <math>3 \times 10^7 \text{ Гр}</math>)</p>	
<p>Режим 30 мкм</p> <p>19 линз+ апертура 0.65 мм  <math>30 \times 30 \text{ мкм}</math> (top hat)  <math>0.06 \times 0.06 \text{ мрад}</math> (FWHM)  <math>6 \times 10^{12} \text{ фот/с}</math>  <math>t_G = 12 \text{ с}</math></p>	

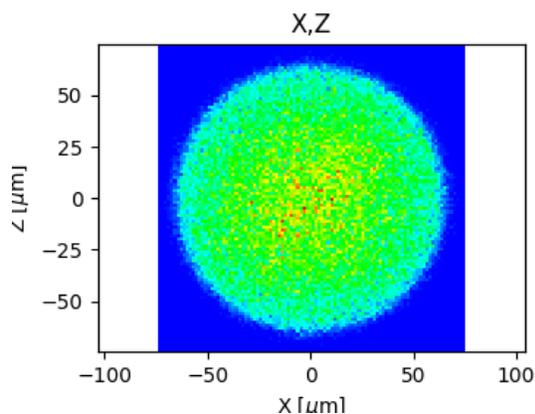
Режим 60 мкм

18 линз+ апертура 0.65 мм  
 60×60 мкм (top hat)  
 0.06×0.05 мрад (FWHM)  
 $6 \times 10^{12}$  фот/с  
 $t_G = 46$  с



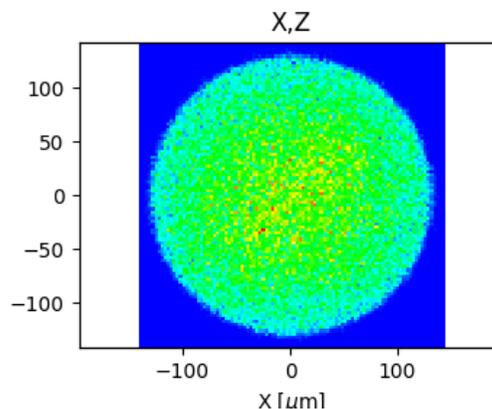
Режим 120 мкм

16 линз+ апертура 0.65 мм  
 120×120 мкм (top hat)  
 0.05×0.05 мрад (FWHM)  
 $6 \times 10^{12}$  фот/с  
 $t_G = 3$  мин



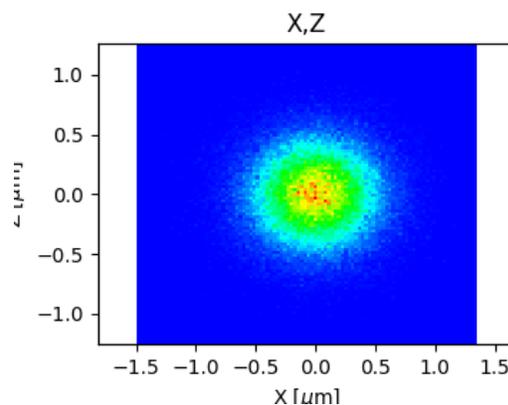
Режим 250 мкм

12 линз+ апертура 0.65 мм  
 250×250 мкм (top hat)  
 0.04×0.04 мрад (FWHM)  
 $7 \times 10^{12}$  фот/с  
 $t_G = 12$  мин



Субмикронный режим

Фокусирующие линзы №2 (32 шт.)  
 0.7×0.6 мкм (FWHM)  
 0.3×0.3 мрад (FWHM)  
 $3 \times 10^{12}$  фот/с  
 $t_G = 11$  мс



Для реализации субмикронной фокусировки используется отдельная короткофокусная составная линза (3.2), состоящая из 20 бериллиевых линз с радиусом кривизны 0.5 мм (пропускание 20%), собирающих поток фотонов  $3 \times 10^{12}$  фот/с в пятно размером  $0.7 \times 0.6$  мкм (FWHM) на расстоянии 93 см. Плотность потока в таком режиме составляет около  $7 \times 10^{12}$  фот/с/мкм<sup>2</sup>, обеспечивая превосходство предложенной схемы в сравнении с возможностями существующих микрофокусных станций макромолекулярной кристаллографии не только по предельной фокусировке, но и по плотности потока (**Таблица 8**).

**Таблица 8.** Параметры пучка станций макромолекулярной кристаллографии с фокусировкой менее 5 мкм.

	FWHM, мкм	Поток, фот/с	Плотность потока, фот/с/мкм <sup>2</sup>
17-ID-2 (NSLS-II)	1.5×1	3.5×10 <sup>12</sup>	2×10 <sup>12</sup>
BL32XU (SPring-8)	1×1	7×10 <sup>10</sup>	7×10 <sup>10</sup>
BL41XU (SPring-8)	2×2	1.1×10 <sup>13</sup>	3×10 <sup>12</sup>

В качестве дополнительного способа варьирования сечения пучка на образце может использоваться сканирование по глубине фокуса за счёт перемещения трансфокатора вдоль пучка. Для обеспечения стабильного положения фокального пятна на образце короткофокусный трансфокатор и образец размещаются на общем монолите.

Поток фотонов с энергией 43.2 кэВ от отражения третьего порядка (333) алмазного монохроматора на выходе фокусирующих линз составит не более  $6 \times 10^8$  фот/с. Поскольку данное излучение в силу естественного хроматизма линз не фокусируется на образце, размещение непосредственно перед образцом защитной апертуры диаметром ~50 мкм позволит снизить контаминацию отражением третьего порядка до  $\sim 10^{-5}$ .

Поскольку субмикронная фокусировка требует прецизионного позиционирования образца, выбор гониометра планируется сделать в пользу моделей со стабилизированной вертикальной осью, обеспечивающих точность позиционирования при вращении и сканировании не хуже 1 мкм. Совместимость с гониометром будет обеспечена для следующих геометрий эксперимента:

- Монокристалльная съёмка с  $\omega$ -сканированием
- Монокристалльная съёмка в каппа-геометрии
- Монокристалльная съёмка в спиральной геометрии
- Дифракционное картирование образца (XY-сканирование) включая серийную кристаллографию с различными типами держателей

Наблюдение образца в оптическом диапазоне осуществляется за счёт инлайн-объектива. После выхода секции в штатный режим работы планируется ввод в эксплуатацию автоматизированного манипулятора для быстрой смены образцов.

Для детектирования рассеянного излучения планируется использовать высокоскоростной (0.1-0.5 кГц) HPAD-детектор. В **Таблице 9** приведены расстояния «образец-детектор» для съёмки с различным максимальным разрешением в случае размера пикселя 75 и 172 мкм при количестве пикселей 3000×3000.

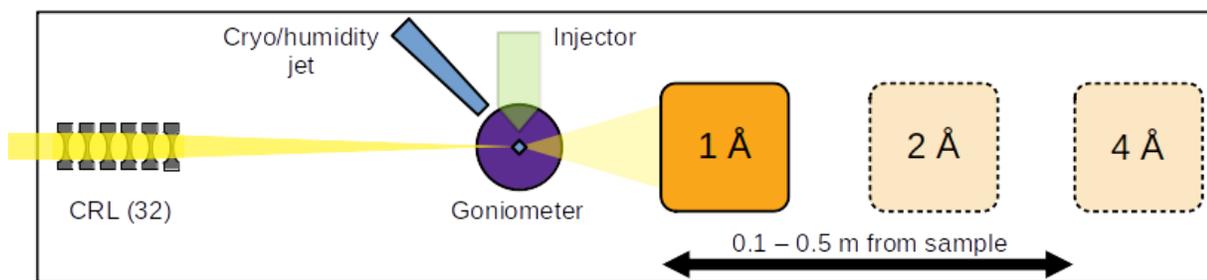
**Таблица 9.** Расстояние "образец-детектор" для съёмки с различным максимальным разрешением (количество пикселей 3000×3000).

Размер пикселя	Размер детектора	1 Å	2 Å	4 Å
75×75 мкм	23×23 см	90 мм	250 мм	530 мм
172 мкм	52×52 см	210 мм	570 мм	1220 мм

При минимальной экспозиции около 10 мс (при быстродействии детектора 0.1 кГц) типовая полная съёмка с поворотом на 180° вокруг оси осцилляции и шагом осцилляции 0.1° (1800 фреймов) в режиме «без затвора» будет занимать ~18 с. Принимая во внимание неизбежное радиационное разрушение кристаллов белков под действием рентгеновского излучения, в режиме освещения пучком всего кристалла такая съёмка оптимальна для кристаллов размером ~30 мкм при криогенной температуре. Для кристаллов большего размера целесообразно использование спирального сканирования микропучком, для кристаллов же меньшего размера — методов частичного сбора данных с нескольких кристаллов вплоть до подходов серийной кристаллографии.

Во время проведения экспериментов при комнатной температуре время жизни кристалла при облучении уменьшается примерно на два порядка [67], вследствие чего может потребоваться аттенюация пучка для увеличения времени жизни образца до значения минимальной экспозиции детектора. Альтернативным вариантом (в частности для экспериментов с временным разрешением) является использование более быстродействующих детекторов (до 1 кГц), которые будут доступны в пуле общего пользования.

Общее расположение оборудования в экспериментальном хатче схематично изображено на **Рисунке 42**.



**Рисунок 42.** План размещения основного оборудования секции 1-1-3 «Макромолекулярная кристаллография»

За гониометром и детектором в экспериментальном хатче зарезервировано ~10 м свободного пространства вдоль пучка для возможности размещения систем рентгеновской визуализации образца (фазоконтрастной микроскопии и микротомографии)[68], а также диагностики пучка в ходе наладки секции.

Для съёмки микрокристаллов с использованием субмикронного пучка рассматривается возможность установки заполненного гелием рукава с целью минимизации рассеяния излучения на воздухе.

### **3 Дополнительное оборудование**

#### **3.1 Мониторинг пучка**

В качестве общего для канала мониторинга пучка по положению планируется использовать монитор в оптическом хатче с использованием выходного окна - алмазной пластинки, оптическая люминесценция которой под пучком СИ регистрируется видеокамерой, интенсивность пучка будет измеряться с помощью пин-диода по рассеянному излучению.

Дополнительный мониторинг в отдельных секциях будет обеспечиваться аналогично, установленной непосредственно после сплиттера-монохроматора алмазной пластиной, а рассеянное рентгеновское излучение — pin-диодом.

Дальнейшая юстировка будет осуществляться средствами секции. На секции 1-1-1 будут установлены два pin-диода, совмещённые с ловушками прямого пучка. Ножевое сканирование сечений пучка планируется осуществлять с помощью трансляторов, имеющихся в блоках размещения образцов. На секции 1-1-3 для юстировки трансфокатора в пучок за ним будет вводиться pin-диод. Ножевое сканирование сечения пучка планируется осуществлять с помощью трансляторов гониометра.

#### **3.2 Сопутствующая инфраструктура**

Тонкая подготовка микрообразцов для исследования с нанометровым разрешением будет выполняться с использованием двулучевого электронного микроскопа (FIB); для монтажа образцов на держатели будет также доступен автоматизированный микроманипулятор.

Для высокопроизводительных вычислений, необходимых для реализации алгоритмов реконструкции фаз, будет доступен вычислительный кластер.

Для дистанционного управления давлением в ячейках с алмазными наковальнями в экспериментальном хатче будут смонтированы капилляры со сжатым (до 200 атм) гелием, для охлаждения держателей образца при проведении высокотемпературных экспериментов будет доступен водяной контур. Для проведения экспериментов с резистивным нагревом и в аппаратах «наковальня с лункой» будут доступны источники питания (до 4 кВт), для проведения низкотемпературных экспериментов — контроллер температуры для криостата. Также будет организован доступ пользователей к ячейкам высокого давления различной конфигурации.

Поскольку подготовка ячеек высокого давления с алмазными наковальнями к экспериментам невозможна без ряда специализированного оборудования, вспомогательные помещения станции и лабораторный корпус ЦКП «СКИФ» планируется оснастить:

- системами сжижения газов для загрузки ячеек высокого давления с алмазными наковальнями (пневматической и криогенной);
- системой прецизионной лазерной резки металлических фольг, а также электроискрового сверления в них микронных отверстий для образцов;
- КР-спектрометром для контроля давления в ячейках с алмазными наковальнями, а также изучения фазовых превращений в образцах после дифракционных экспериментов.

Для транспортировки растворов биополимеров от места, где проводилась его наработка, до лабораторного корпуса ЦКП «СКИФ» могут использоваться буферные растворы для консервирования, которые необходимо заменить на буферные растворы для кристаллизации. Но несмотря на все предосторожности, во время транспортировки возможно деградирование части молекул биополимера. Поэтому лабораторный корпус должен иметь оборудование необходимое для смены буферного раствора, концентрирования растворов биополимеров, определения концентрации раствора белка, доочистки раствора белка от деградированной части белковых молекул, исследования распределения размеров молекул биополимеров.

В зависимости от типа биополимера, его кристаллизация проводится при различных температурах, поэтому в кристаллизационных комнатах будут поддерживаться температуры 4° С и 18° С, в помещениях для приготовления растворов осадителей и раскапывания — 22-25 °С. Остальные нетипичные для кристаллизации температуры возможно поддерживать в инкубаторах, дополнительным преимуществом которых является виброзащита. Извлечение и заморозку кристаллов удобно проводить в отдельном помещении. Консервирование кристаллов проводится при температуре жидкого азота с использованием держателей совместимых с оборудованием исследовательской станции.

## 4 Заключение

В результате проведенной работы по изучению тенденций и мирового опыта по строительству станций по использованию микро- и субмикрочучков предложен проект станции «Микрофокус». Данная станция расширит возможности исследований в области белковой кристаллографии, ядерного гамма-резонанса, экстремальных состояний при высоких давлениях, а также картированию объектов с высоким пространственным разрешением.

## 5 Благодарности

Признательность за ценные комментарии и консультативную поддержку выражается:

В.И. Борщевский (МФТИ)

G. Bourenkov (DESY)

I. Vartanyants (DESY)  
К. Glazyrin (DESY)  
V. Gordeliy (Institut de Biologie Structurale)  
К. Klementiev (MAX IV)  
А.В. Мишин (МФТИ)  
А. Попов (ESRF)  
I. Sergueev (DESY)  
А.А. Снигирёв (БФУ им. И. Канта)  
И.А. Троян (ИК РАН)  
V. Cherezov (University of Southern California)  
О. Chubar (NSLS II)  
А. Chumakov (ESRF)

Отдельная благодарность выражается *L. Rebuffi (APS)* и *M. Sanchez del Rio (ESRF)* за оперативную обратную связь по вопросам использования программного обеспечения для моделирования рентгенооптической конфигурации станции.

## 6 Список цитируемой литературы

- [1] Als-Nielsen J., Freund A. K., Grübel G., Linderholm J., Nielsen M., del Rio M. S., Sellschop J. P. F. Multiple station beamline at an undulator X-ray source // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 1994. – Т. 94, № 3. – P. 306-318. [https://doi.org/10.1016/0168-583X\(94\)95370-8](https://doi.org/10.1016/0168-583X(94)95370-8).
- [2] Grübel G., Als-Nielsen J., Freund A. K. The TROIKA beamline at ESRF // <http://dx.doi.org/10.1051/jp4:1994904>. – 1994. – Т. 04. 10.1051/jp4:1994904.
- [3] Brauer S., Stephenson G. B., Sutton M., Brüning R., Dufresne E., Mochrie S. G., Grübel G., Als-Nielsen J., Abernathy D. L. X-ray intensity fluctuation spectroscopy observations of critical dynamics in Fe<sub>3</sub>Al // Phys Rev Lett. – 1995. – Т. 74, № 11. – P. 2010-2013. doi: 10.1103/PhysRevLett.74.2010.
- [4] Wakatsuki S., Belrhali H., Mitchell E., Burmeister W., McSweeney S., Kahn R., Bourgeois D., Yao M., Tomizaki T., Theveneau P. ID14 'Quadrige', a Beamline for Protein Crystallography at the ESRF // Journal of synchrotron radiation. – 1998. – Т. 5. – P. 215-21. doi: 10.1107/S0909049597018785.
- [5] Tsusaka Y., Yokoyama K., Takeda S., Takai K., Kagoshima Y., Matsui J. Hyogo beamline at SPring-8: multiple station beamline with the TROIKA concept // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 2001. – Т. 467-468. – P. 670-673. doi: 10.1016/S0168-9002(01)00440-5.

[6] PETRA IV: upgrade of PETRA III to the Ultimate 3D X-ray microscope. Conceptual Design Report // Book PETRA IV: upgrade of PETRA III to the Ultimate 3D X-ray microscope. Conceptual Design Report / Editor.

[7] OASYS (OrAnge SYnchrotron Suite): an open-source graphical environment for x-ray virtual experiments. / Rebuffi L., Sánchez del Río M., 2017. – 28 с.

[8] Rebuffi L., Sanchez del Rio M. ShadowOui: a new visual environment for X-ray optics and synchrotron beamline simulations // Journal of Synchrotron Radiation. – 2016. – Т. 23, № 6. – P. 1357-1367. doi:10.1107/S1600577516013837.

[9] Feng Y., Alonso-Mori R., Barends T., Blank V., Botha S., Chollet M., Damiani D., Doak R., Glownia J., Koglin J., Lemke H., Messerschmidt M., Nass K., Nelson S., Schlichting I., Shoeman R., Shvyd'ko Y., Sikorski M., Song S., Boutet S. Demonstration of simultaneous experiments using thin crystal multiplexing at the Linac Coherent Light Source // Journal of Synchrotron Radiation. – 2015. – Т. 22. doi: 10.1107/S1600577515003999.

[10] Stoupin S., Antipov S., Butler J., Kolyadin A., Katrusha A. Large-surface-area diamond (111) crystal plates for applications in high-heat-load wavefront-preserving X-ray crystal optics // Journal of Synchrotron Radiation. – 2016. – Т. 23. doi: 10.1107/S1600577516011796.

[11] Kristiansen P., Johansson U., Ursby T., Jensen B. Vibrational stability of a cryocooled horizontal double-crystal monochromator // Journal of Synchrotron Radiation. – 2016. – Т. 23. doi: 10.1107/S1600577516009243.

[12] Holler M., Guizar-Sicairos M., Tsai E., Dinapoli R., Müller E., Bunk O., Raabe J., Aeppli G. High-resolution non-destructive three-dimensional imaging of integrated circuits // Nature. – 2017. – Т. 543. – P. 402-406. doi: 10.1038/nature21698.

[13] Da Silva J., Pacureanu A., Yang Y., Bohic S., Morawe C., Barrett R., Cloetens P. Efficient concentration of high-energy x-rays for diffraction-limited imaging resolution // Optica. – 2017. – Т. 4. – P. 492-495. doi: 10.1364/OPTICA.4.000492.

[14] Deng J., Vine D., Chen S., Jin Q., Nashed Y., Peterka T., Vogt S., Jacobsen C. X-ray ptychographic and fluorescence microscopy of frozen-hydrated cells using continuous scanning // Scientific Reports. – 2017. – Т. 7. doi: 10.1038/s41598-017-00569-y.

[15] Millot M., Coppari F., Rygg J., Barrios A., Hamel S., Swift D., Eggert J. Nanosecond X-ray diffraction of shock-compressed superionic water ice // Nature. – 2019. – Т. 569. – P. 251-255. doi: 10.1038/s41586-019-1114-6.

[16] Wang Q., Zhang Y., Wu L., Niu S., Song C., Zhang Z., Lu G., Qiao C., Hu Y., Yuen K.-Y., Wang Q., Zhou H., Yan J., Qi J. Structural and Functional Basis of SARS-CoV-2 Entry by Using Human ACE2 // Cell. – 2020. – Т. 181. doi: 10.1016/j.cell.2020.03.045.

- [17] Hauser A., Attwood M. M., Rask-Andersen M., Schiöth H., Gloriam D. Trends in GPCR drug discovery: New agents, targets and indications // *Nature Reviews Drug Discovery*. – 2017. – Т. 16. – С. nrd.2017.178. doi: 10.1038/nrd.2017.178.
- [18] Kovalev K., Astashkin R., Gushchin I., Orekhov P., Volkov D., Zinovev E., Marin E., Rulev M., Alekseev A., Royant A., Carpentier P., Vaganova S., Zabelskii D., Baeken C., Sergeev I., Balandin T., Bourenkov G., Carpena X., Boer R., Maliar N., Borshchevskiy V., Büldt G., Bamberg E., Gordeliy V. Molecular mechanism of light-driven sodium pumping // *Nat Commun*. – 2020. – Т. 11, № 1. – P. 2137. doi: 10.1038/s41467-020-16032-y.
- [19] Stellato F., Oberthur D., Liang M., Bean R., Gati C., Yefanov O., Barty A., Burkhardt A., Fischer P., Galli L., Kirian R. A., Meyer J., Panneerselvam S., Yoon C. H., Chervinskii F., Speller E., White T. A., Betzel C., Meents A., Chapman H. N. Room-temperature macromolecular serial crystallography using synchrotron radiation // *IUCrJ*. – 2014. – Т. 1, № 4. – P. 204-212. doi:10.1107/S2052252514010070.
- [20] Standfuss J. Membrane protein dynamics studied by X-ray lasers - or why only time will tell // *Current opinion in structural biology*. – 2019. – Т. 57. – P. 63-71. doi: 10.1016/j.sbi.2019.02.001.
- [21] Mehrabi P., Schulz E., Dsouza R., Mueller-Werkmeister H. M., Tellkamp F., Miller R., Pai E. Time-resolved crystallography reveals allosteric communication aligned with molecular breathing // *Science*. – 2019. – Т. 365. – P. 1167-1170. doi: 10.1126/science.aaw9904.
- [22] Weinert T., Skopintsev P., James D., Dworkowski F., Panepucci E., Kekilli D., Furrer A., Brünle S., Mous S., Ozerov D., Nogly P., Wang M., Standfuss J. Proton uptake mechanism in bacteriorhodopsin captured by serial synchrotron crystallography // *Science*. – 2019. – Т. 365. – P. 61-65. doi: 10.1126/science.aaw8634.
- [23] Mishin A., Gusach A., Luginina A., Marin E., Borshchevskiy V., Cherezov V. An outlook on using serial femtosecond crystallography in drug discovery // *Expert Opinion on Drug Discovery*. – 2019. – Т. 14. – P. 1-13. doi: 10.1080/17460441.2019.1626822.
- [24] Nango E., Royant A., Kubo M., Nakane T., Kimura T., Tanaka T., Tono K., Song C., Tanaka R., Arima T., Yamashita A., Kobayashi J., Hosaka T., Mizohata E., Nogly P., Sugahara M., Nam D., Nomura T., Iwata S. A three-dimensional movie of structural changes in bacteriorhodopsin // *Science*. – 2016. – Т. 354. – P. 1552-1557. doi: 10.1126/science.aah3497.
- [25] Nogly P., Weinert T., James D., Carbajo S., Ozerov D., Furrer A., Gashi D., Borin V., Skopintsev P., Jaeger K., Nass K., Båth P., Bosman R., Koglin J., Seaberg M., Lane T., Kekilli D., Brünle S., Tanaka T., Wu W., Milne C., White T., Barty A., Weierstall U., Panneels V., Nango E., Iwata S., Hunter M., Schapiro I., Schertler G., Neutze R., Standfuss J. Retinal isomerization in bacteriorhodopsin captured by a femtosecond x-ray laser // *Science*. – 2018. – Т. 361, № 6398. doi: 10.1126/science.aat0094.
- [26] Pande K., Hutchison C., Groenhof G., Aquila A., Robinson J., Tenboer J., Basu S., Boutet S., DePonte D., Liang M., White T., Zatsepin N., Yefanov O., Morozov D., Oberthuer D., Gati C., Subramanian G., James D., Zhao Y., Schmidt M. Femtosecond Structural Dynamics Drives the

Trans/Cis Isomerization in Photoactive Yellow Protein // *Science*. – 2016. – Т. 352. – P. 725-729. doi: 10.1126/science.aad5081.

[27] McCammon C., Griffin W., Shee S., O'Neill H. Oxidation during metasomatism in ultramafic xenoliths from the Wesselton kimberlite, South Africa: Implications for the survival of diamond // *Contributions To Mineralogy and Petrology - CONTRIB MINERAL PETROL*. – 2001. – Т. 141. – P. 287-296.

[28] Nestola F., Cerantola V., Milani S., Anzolini C., McCammon C., Novella D., Kuppenko I., Chumakov A., Rüffer R., Harris J. W. Synchrotron Mössbauer Source technique for in situ measurement of iron-bearing inclusions in natural diamonds // *Lithos*. – 2016. – Т. 265. doi: 10.1016/j.lithos.2016.06.016.

[29] Bragin A., Khruschev S., Lev V., Mezentshev N., Shkaruba V., Syrovatin V., Tarasenko O., Tsukanov V., Volkov A., Zorin A. Short-Period Superconducting Undulator Coils With Neutral Poles: Test Results // *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*. – 2018. – Т. 28, № 4. – P. 1-4. doi: 10.1109/TASC.2018.2805162.

[30] Barriobero-Vila P., Gussone J., Haubrich J., Sandlöbes S., Da Silva J. C., Cloetens P., Schell N., Requena G. Inducing Stable  $\alpha + \beta$  Microstructures during Selective Laser Melting of Ti-6Al-4V Using Intensified Intrinsic Heat Treatments // *Materials*. – 2017. – Т. 10, № 3. – P. 268.

[31] Harry K., Hallinan Jr D., Parkinson D., Macdowell A., Balsara N. Detection of subsurface structures underneath dendrites formed on cycled lithium metal electrodes // *Nature materials*. – 2013. – Т. 13. doi: 10.1038/nmat3793.

[32] da Silva J. C., Guilloud C., Hignette O., Jarnias C., Ponchut C., Ruat M., Labiche J.-C., Pacureanu A., Yang Y., Salome M., Bohic S., Cloetens P. Overcoming the challenges of high-energy X-ray ptychography // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2019. – Т. 26, № 5. – P. 1751-1762. doi:10.1107/S1600577519006301.

[33] Shi X., Reininger R., Sanchez Del Rio M., Assoufid L. A hybrid method for X-ray optics simulation: combining geometric ray-tracing and wavefront propagation // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2014. – Т. 21, № 4. – P. 669-678. doi: 10.1107/s160057751400650x.

[34] Seiboth F., Schropp A., Scholz M., Wittwer F., Rödel C., Wünsche M., Ullsperger T., Nolte S., Rahomäki J., Parfeniukas K., Giakoumidis S., Vogt U., Wagner U., Rau C., Boesenberg U., Garrevoet J., Falkenberg G., Galtier E. C., Ja Lee H., Nagler B., Schroer C. G. Perfect X-ray focusing via fitting corrective glasses to aberrated optics // *Nature Communications*. – 2017. – Т. 8, № 1. – P. 14623. doi: 10.1038/ncomms14623.

[35] Shimomura K., Hirose M., Takahashi Y. Multislice imaging of integrated circuits by precession X-ray ptychography // *Acta Crystallogr A Found Adv*. – 2018. – Т. 74, № Pt 1. – P. 66-70. doi: 10.1107/s205327331701525x.

- [36] Bunk O., Dierolf M., Kynde S., Johnson I., Marti O., Pfeiffer F. Influence of the overlap parameter on the convergence of the ptychographical iterative engine // *Ultramicroscopy*. – 2008. – Т. 108, № 5. – P. 481-487. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2007.08.003>.
- [37] X-ray Microscopy. *Advances in Microscopy and Microanalysis*. / Jacobsen C. – Cambridge: Cambridge University Press, 2019. *Advances in Microscopy and Microanalysis*.
- [38] Cloetens P., Barrett R., Baruchel J., Guigay J.-P., Schlenker M. Phase objects in synchrotron radiation hard x-ray imaging // *Journal of Physics D: Applied Physics*. – 1996. – Т. 29, № 1. – P. 133-146. doi: 10.1088/0022-3727/29/1/023.
- [39] Paganin D., Mayo S., Gureyev T., Miller P., Wilkins S. Simultaneous phase and amplitude extraction from a single defocused image of a homogenous object // *Journal of microscopy*. – 2002. – Т. 206. – P. 33-40. doi: 10.1046/j.1365-2818.2002.01010.x.
- [40] Weitkamp T., Haas D., Wegrzynek D., Rack A. ANKAphase: Software for single-distance phase retrieval from inline X-ray phase-contrast radiographs // *Journal of synchrotron radiation*. – 2011. – Т. 18. – P. 617-29. doi: 10.1107/S0909049511002895.
- [41] Suuronen J.-P., Sayab M. 3D nanopetrography and chemical imaging of datable zircons by synchrotron multimodal X-ray tomography // *Scientific Reports*. – 2018. – Т. 8. doi: 10.1038/s41598-018-22891-9.
- [42] Dubrovinsky L., Dubrovinskaia N., Bykova E., Bykov M., Prakapenka V., Prescher C., Glazyrin K., Liermann H. P., Hanfland M., Ekholm M., Feng Q., Pourovskii L. V., Katsnelson M. I., Wills J. M., Abrikosov I. A. The most incompressible metal osmium at static pressures above 750 gigapascals // *Nature*. – 2015. – Т. 525, № 7568. – P. 226-229. doi: 10.1038/nature14681.
- [43] Bykov M., Khandarkhaeva S., Fedotenko T., Sedmak P., Dubrovinskaia N., Dubrovinsky L. Synthesis of FeN<sub>4</sub> at 180 GPa and its crystal structure from a submicron-sized grain // *Acta Crystallographica Section E*. – 2018. – Т. 74, № 10. – P. 1392-1395. doi:10.1107/S2056989018012161.
- [44] Fahrnbauer F., Rosenthal T., Schmutzler T., Wagner G., Vaughan G. B. M., Wright J., Oeckler O. ChemInform Abstract: Discovery and Structure Determination of an Unusual Sulfide Telluride Through an Effective Combination of TEM and Synchrotron Microdiffraction // *Angewandte Chemie (International ed. in English)*. – 2015. – Т. 54. doi: 10.1002/anie.201503657.
- [45] Mao W., Lin Y., Liu Y., Liu J. Applications for Nanoscale X-Ray Imaging at High Pressure // *Engineering*. – 2019. – Т. 5. doi: 10.1016/j.eng.2019.01.006.
- [46] Dubrovinskaia N., Dubrovinsky L., Solopova N. A., Abakumov A., Turner S., Hanfland M., Bykova E., Bykov M. A.-O., Prescher C. A.-O., Prakapenka V. B., Petitgirard S., Chuvashova I., Gasharova B., Mathis Y. L., Ershov P. A.-O., Snigireva I. A.-O., Snigirev A. A.-O. Terapascal static pressure generation with ultrahigh yield strength nanodiamond // . – 2016. № 2375-2548 (Electronic).
- [47] Mezouar M., Giampaoli R., Garbarino G., Kantor I., Dewaele A., Weck G., Boccato S., Svitlyk V., Rosa A., Torchio R., Mathon O., Hignette O., Bauchau S. Methodology for in situ synchrotron X-ray

studies in the laser-heated diamond anvil cell // High Pressure Research. – 2017. – Т. 37. – P. 1-11. doi: 10.1080/08957959.2017.1306626.

[48] Kurnosov A., Marquardt H., Dubrovinsky L., Vasily P. A waveguide-based flexible CO<sub>2</sub>-laser heating system for diamond-anvil cell applications // Comptes Rendus Geoscience. – 2018. – Т. 351. doi: 10.1016/j.crte.2018.09.008.

[49] Zinin P. V., Bykov A. A., Machikhin A. S., Troyan I. A., Bulatov K. M., Mantrova Y. V., Batshev V. I., Gaponov M. I., Kutuza I. B., Rashchenko S. V., Prakapenka V. B., Sharma S. K. Measurement of the temperature distribution on the surface of the laser heated specimen in a diamond anvil cell system by the tandem imaging acousto-optical filter // High Pressure Research. – 2019. – Т. 39, № 1. – P. 131-149. doi: 10.1080/08957959.2018.1564748.

[50] Bykova E., Aprilis G., Bykov M., Glazyrin K., Wendt M., Wenz S., Liermann H.-P., Roeh J. T., Ehnes A., Dubrovinskaia N., Dubrovinsky L. Single-crystal diffractometer coupled with double-sided laser heating system at the Extreme Conditions Beamline P02.2 at PETRAIII // Review of Scientific Instruments. – 2019. – Т. 90, № 7. – P. 073907. doi: 10.1063/1.5108881.

[51] Snigirev A., Ershov P., Snigireva I., Hanfland M., Dubrovinskaia N., Dubrovinsky L. X-ray Microscopy Opportunities at ID 15B Beamline at the ESRF // Microscopy and Microanalysis. – 2018. – Т. 24. – P. 238-239. doi: 10.1017/S1431927618013533.

[52] Nugent K. A., Arhatari B. D., Peele A. G. A coherence approach to phase-contrast microscopy: theory // Ultramicroscopy. – 2008. – Т. 108, № 9. – P. 937-45. doi: 10.1016/j.ultramic.2008.03.008.

[53] Liermann H.-P., Konôpková Z., Morgenroth W., Glazyrin K., Bednarcik J., McBride E., Petitgirard S., Delitz J., Wendt M., Bican Y., Ehnes A., Schwark I., Rothkirch A., Tischer M., Heuer J., Schulte-Schrepping H., Kracht T., Franz H. The Extreme Conditions Beamline P02.2 and the Extreme Conditions Science Infrastructure at PETRA III // Journal of synchrotron radiation. – 2015. – Т. 22. – P. 908-924. doi: 10.1107/S1600577515005937.

[54] Hastings J. B., Siddons D. P., van Bürck U., Hollatz R., Bergmann U. Mössbauer spectroscopy using synchrotron radiation // Physical Review Letters. – 1991. – Т. 66, № 6. – P. 770-773. doi: 10.1103/PhysRevLett.66.770.

[55] Chumakov A., Ruffer R. Nuclear inelastic scattering // Hyperfine Interactions. – 1998. – Т. 113, № 1. – P. 59-79. doi: 10.1023/A:1012659229533.

[56] Smirnov G., Bürck U., Chumakov A. I., Baron A., Ruffer R. Synchrotron Mössbauer source // Phys. Rev. B. – 1997. – Т. 55. doi: 10.1103/PhysRevB.55.5811.

[57] Sánchez del Río M., Dejus R. XOP v2.4: Recent developments of the X-ray optics software toolkit // Proc SPIE. – 2011. – Т. 8141. doi: 10.1117/12.893911.

[58] Chumakov A., Shvyd'ko Y., Sergueev I., Bessas D., Ruffer R. Hard-X-Ray Spectroscopy with a Spectrographic Approach // Physical Review Letters. – 2019. – Т. 123. doi: 10.1103/PhysRevLett.123.097402.

- [59] Vasily P., Chumakov A., Smirnov G., Celse J.-P., Ruffer R., McCammon C., Dubrovinsky L. The Fe-57 Synchrotron Mossbauer Source at the ESRF // Journal of synchrotron radiation. – 2012. – Т. 19. – P. 559-69. doi: 10.1107/S0909049512015579.
- [60] Gluskin E., Alp E., McNulty I., Sturhahn W., Sutter J. A classical Hanbury Brown-Twiss experiment with hard X-rays // Journal of Synchrotron Radiation. – 1999. – Т. 6. – P. 1065. doi: 10.1107/S090904959900268X.
- [61] Singer A., Lorenz U., Marras A., Klyuev A., Becker J., Schlage K., Skopintsev P., Gorobtsov O., Shabalin A., Wille H.-C., Franz H., Graafsma H., Vartianants I. Intensity Interferometry of Single X-Ray Pulses from a Synchrotron Storage Ring // Physical review letters. – 2014. – Т. 113. doi: 10.1103/PhysRevLett.113.064801.
- [62] Yabashi M., Tamasaku K., Ishikawa T. Characterization of the Transverse Coherence of Hard Synchrotron Radiation by Intensity Interferometry // Physical Review Letters. – 2001. – Т. 87, № 14. – P. 140801. doi: 10.1103/PhysRevLett.87.140801.
- [63] de Oliveira S., Deane C. Co-evolution techniques are reshaping the way we do structural bioinformatics // F1000Research. – 2017. – Т. 6. – P. 1224. doi: 10.12688/f1000research.11543.1.
- [64] Simpkin A., Thomas J., Simkovic F., Keegan R., Rigden D. Molecular replacement using structure predictions from databases // Acta Crystallographica Section D Structural Biology. – 2019. – Т. 75. doi: 10.1107/S2059798319013962.
- [65] Flot D., Mairs T., Giraud T., Guijarro M., Lesourd M., Rey V., van Brussel D., Morawe C., Borel C., Hignette O., Chavanne J., Nurizzo D., McSweeney S., Mitchell E. The ID23-2 structural biology microfocus beamline at the ESRF // Journal of synchrotron radiation. – 2010. – Т. 17, № 1. – P. 107-118. doi: 10.1107/S0909049509041168.
- [66] Zeldin O., Gerstel M., Garman E. Optimizing the spatial distribution of dose in X-ray macromolecular crystallography // Journal of synchrotron radiation. – 2013. – Т. 20. – P. 49-57. doi: 10.1107/S0909049512044706.
- [67] Rajendran C., Dworkowski F. S. N., Wang M., Schulze-Briese C. Radiation damage in room-temperature data acquisition with the PILATUS 6M pixel detector // Journal of Synchrotron Radiation. – 2011. – Т. 18, № 3. – P. 318-328. doi: 10.1107/s090904951100968x.
- [68] Polikarpov M., Bourenkov G., Snigireva I., Snigirev A., Zimmermann S., Csankó K., Brockhauser S., Schneider T. R. Visualization of protein crystals by high-energy phase-contrast X-ray imaging // Acta Crystallographica Section D Structural Biology. – 2019. – Т. 75, № 11. – P. 947-958. doi: 10.1107/s2059798319011379.

## Концептуальный дизайн станции 1-2 «Структурная диагностика»

З.С. Винокуров<sup>1</sup>, Б.А. Захаров<sup>2,3</sup>, Е.В. Болдырева<sup>2,3</sup>, Я.В. Зубавичус<sup>1</sup>, Ю.В. Ларичев<sup>2,3</sup>,  
А.Г. Селютин<sup>1</sup>, А.И. Семерикова<sup>1,3,6</sup>, С.В. Цыбуля<sup>2</sup>, А.Н. Шмаков<sup>1,3</sup>, Д.Д. Мищенко<sup>1</sup>,  
О.А. Булавченко<sup>2</sup>, Д.А. Яценко<sup>2</sup>, Н.Н. Коваль<sup>4</sup>, В.В. Денисов<sup>4</sup>, О.В. Крысина<sup>4</sup>, Ю.Ф. Иванов<sup>4</sup>,  
В.В. Шугуров<sup>4</sup>, С.А. Громилов<sup>3,5</sup>, В.Ю. Комаров<sup>3,5</sup>, А.С. Сухих<sup>5</sup>, С.В. Ращенко<sup>6,3</sup>, К.В.  
Золотарев<sup>7</sup>

<sup>1</sup>ЦКП «СКИФ», Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Никольский пр., 1, Кольцово, 630559

<sup>2</sup>Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, просп. Акад. Лаврентьева, 5, Новосибирск, 630090

<sup>3</sup>Новосибирский государственный университет, ул. Пирогова, д. 1., Новосибирск, 630090

<sup>4</sup>Институт сильноточной электроники СО РАН, просп. Академический, 2/3, г. Томск, Россия, 634055

<sup>5</sup>Институт неорганической химии им. А.В. Николаева, просп. Акад. Лаврентьева, 3, Новосибирск, 630090

<sup>6</sup>Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева, просп. Акад. Коптюга, 3, Новосибирск, 630090

<sup>7</sup>Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера, просп. Акад. Лаврентьева, 11, Новосибирск, 630090

Автор для переписки: [vinokurovzs@catalysis.ru](mailto:vinokurovzs@catalysis.ru)

Аннотация. В главе описывается концепция станции 1-2 «Структурная диагностика». Первый раздел посвящен назначению станции: актуальным научным задачам и методам их решения. Во втором разделе описываются основные параметры вставного устройства в виде сверхпроводящего ондулятора. Третий раздел освещает назначение и оборудование фронтенда. В последнем разделе обсуждается оптическую схему станции и основные характеристики излучения, получаемого в экспериментальных секциях станции, а также комплектация оборудования экспериментальных секций.

Ключевые слова: синхротронное излучение, рентгеноструктурный анализ РСА, *in situ* рентгеновская дифракция, малоугловое рентгеновское рассеяние МУРР, аномальное рентгеновское рассеяние, функция радиального распределения электронной плотности РРЭП, рентгеновская дифракция высокого разрешения.

## **Оглавление**

Список используемых сокращений.....	76
Введение .....	77
1 Портфель научных задач.....	77
1.1 Секция 1-2-1 «Дифрактометрия высокого разрешения».....	77
1.2 Секция 1-2-1 « <i>In Situ</i> PCA».....	79
1.3 Секция 1-2-2 « Малоугловое рентгеновское рассеяние (SAXS)».....	88
2 Устройство генерации излучения .....	93
3 Фронтенд .....	95
4 Описание станции 1-2 .....	97
4.1 Оптика станции.....	97
4.2 Планы по разработке секции «Малоугловое рентгеновское рассеяние (SAXS)».....	104
Заключение.....	109
Список цитируемой литературы .....	109

## **Список используемых сокращений:**

СИ – синхротронное излучение

РСА – рентгеноструктурный анализ

ПЭМ (ТЕМ) – просвечивающая электронная микроскопия

РРЭП (PDF) – радиальное распределение электронной плотности

МУРР (SAXS) – малоугловое рентгеновское рассеяние

USAXS – ультрамалоугловое рентгеновское рассеяние

GISAXS – малоугловое рентгеновское рассеяние в геометрии скользящего падения

WAXS – рентгеновская дифракция

GIWAXS – рентгеновская дифракция скользящего падения

FWHM – полная ширина на полувысоте

CVD – химическое осаждение из газовой фазы

CRL – составная преломляющая линза

ТОТЭ – твердооксидные топливные элементы

*in situ / operando* – исследование в условиях внешних воздействий / исследование в условиях приближенных к условиям технологического процесса и с одновременным измерением каталитических, электрохимических или др. свойств

## Введение

Экспериментальная станция предназначена для решения широкого спектра исследовательских и технологических задач, связанных с использованием методов рентгеновской дифракции. Круг актуальных экспериментальных задач включает исследование фазового состава, локальной атомной и электронной структуры, структурных превращений самых разнообразных веществ и материалов – катализаторов, минералов, функциональных и конструкционных материалов, материалов для энергетики и энергосбережения, для строительной индустрии, фармацевтической промышленности. Реализованные на станции методы позволят проводить эксперименты с высоким угловым и пространственным разрешением в диапазоне энергий излучения от 6.5 до 35 кэВ, в условиях внешних воздействий (*in situ* и *operando*), будут реализованы методы рентгеноструктурного анализа монокристаллов для сильно поглощающих и мелких (с характерным размером менее 10 мкм) объектов. Станция также будет базой для дифракционных исследований методами малоуглового рентгеновского рассеяния наноразмерных, наноструктурированных и аморфных образцов, биополимеров, стекол и др.

## 1 Портфель научных задач

На станции 1-2 «Структурная диагностика» ЦКП «СКИФ» ИК СО РАН предлагается размещение двух секций на одной оптической линии 1-2-1:

### Секция «Дифрактометрия высокого разрешения».

Направленность – решение задач, требующих получения экспериментальных данных с высоким угловым разрешением и минимальным вкладом инструментальной функции в дифракционный профиль; решение задач, требующих плавной перестройки энергии излучения.

### Секция «*In Situ* PCA».

Направленность – решение задач структурного материаловедения, включая дифракцию на монокристаллах. Реализация режимов *in situ* и *operando* рентгеновской дифракции с высоким временным разрешением, в том числе при высоких и низких температурах, фотокристаллографию и кристаллографию при высоких давлениях.

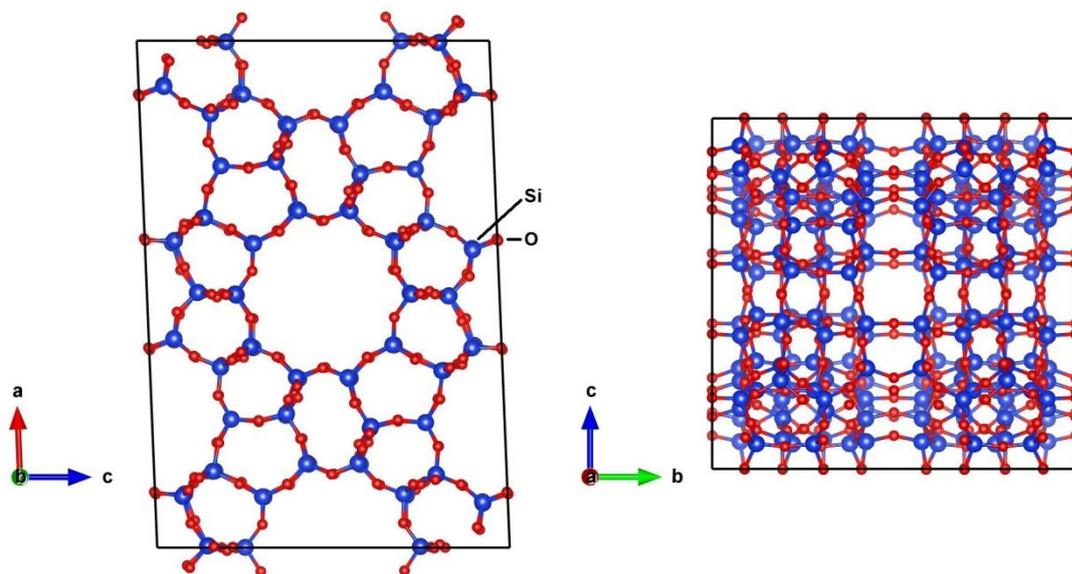
В рамках развития станции предполагается разработка секции «Малоугловое рентгеновское рассеяние (SAXS)» с размещением на отдельную оптическую линию 1-2-2, которая подразумевает параллельную работу при использовании алмазных кристаллоделителей пучка.

### 1.1 Секция 1-2-1 «Дифрактометрия высокого разрешения»

На секции 1-2-1 планируется использование дифрактометра, оснащенного многоканальной системой кристаллов-анализаторов для экспериментов по порошковой дифракции, что имеет несколько преимуществ.

В первую очередь это существенно уменьшает вклад инструментальной функции, что, в свою очередь, позволяет в определенных случаях разрешать перекрывающиеся рефлекссы или получать данные о крайне малых изменениях параметра решетки. Например, данные ID31 (ESRF), измеренные при пяти температурах, были объединены, чтобы определить набор интенсивностей, исходя из которых структура 9-этилбицикло[3.3.1]нона-9-ола была решена прямыми методами, используя анизотропное тепловое расширение элементарной ячейки [1]. В этом случае анизотропные изменения решетки изменяют степень перекрытия соседних отражений. Поэтому важны данные, полученные с высоким разрешением, поскольку сдвиги в относительных положениях пиков с температурой могут быть довольно небольшими и существенно не влияют на перекрытие пиков, если только пики не являются достаточно узкими по своей природе.

Рентгеновская порошковая дифракция высокого разрешения также позволяет расшифровывать кристаллические структуры, используя дополнительную информацию, полученную другими методами. Так, например, для определения структуры сложного цеолита TNU-9 использовались данные порошковой дифракции, полученные на ID31(ESRF), в сочетании с электронной дифракцией для индентирования и определения пространственной группы ( $C2/m$ ,  $a = 28.2219 \text{ \AA}$ ,  $b = 20.0123 \text{ \AA}$ ,  $c = 19.4926 \text{ \AA}$ ,  $\beta = 92.33^\circ$ ), а также, ПЭМ изображения высокого разрешения, из которых были получены начальные фазы для 258 отражений. Всего в структуре 24 топологически различных атомов (Si, Al) и 52 таких атома кислорода (O) (см. **Рисунок 1**) [2].



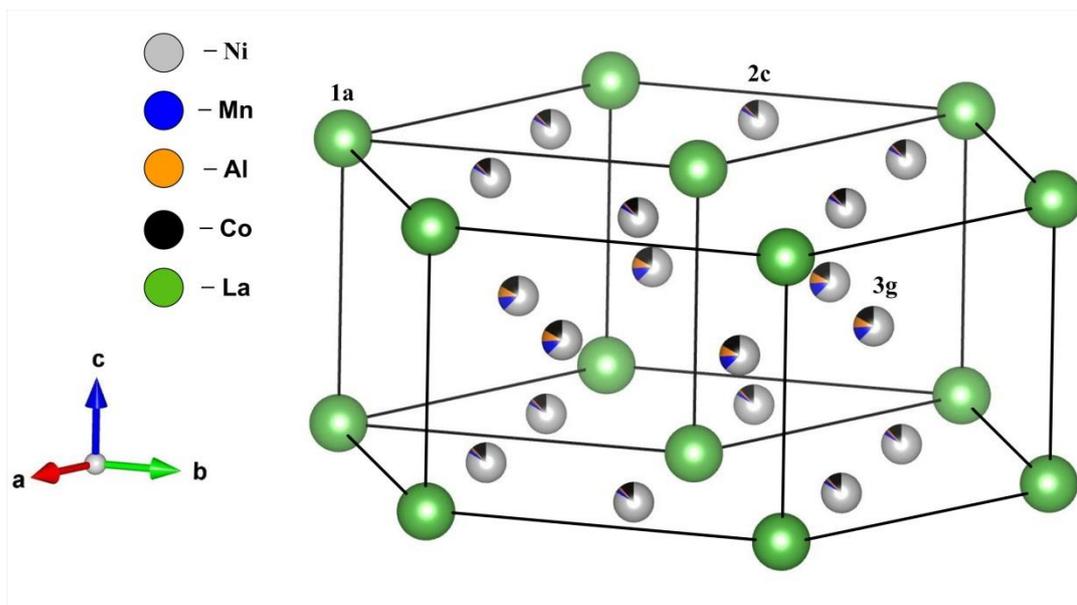
**Рисунок 1.** Структура TNU-9, воспроизведенная в программе VESTA [3], из приложенного файла кристаллографических данных к статье [2].

Узкая полоса пропускания кристалла  $\Delta E/E \sim 10^{-4}$  практически полностью уменьшает фоновые вклады, что особенно актуально для сильно флуоресцирующих образцов и экспериментов с комптоновским рассеянием. Такое подавление фоновых вкладов особенно важно, например, для экспериментов по определению функции РРЭП. Полученная таким

образом информация обладает более высоким качеством в дальних по Q (вектор рассеяния) областях в сравнении с экспериментом, где используется высокая энергия излучения и двухкоординатный детектор [4].

Очевидным недостатком использования кристаллов-анализаторов, что подразумевает использование точечных детекторов, является сильное увеличение времени накопления и, таким образом, ограничивает их применение. Однако, использование источника высокой яркости, такого как синхротрон, вместе с мультicanaльными системами связанных кристаллов (МАС [5]) позволяет решить эту проблему.

Возможность перестройки энергии необходима для использования эффекта резонансного рассеяния, который можно использовать для определения заселенности позиций элементами с близкими атомными факторами рассеяния. J.-M. Joubert и др. использовали набор дифрактограмм снятых вблизи краев Ni, Co и Mn и вдали от их краев для уточнения распределения этих элементов по двум позициям в структуре электродного материала  $\text{LaNi}_{3.55}\text{Mn}_{0.4}\text{Al}_{0.3}\text{Co}_{0.75}$  (см. **Рисунок 2**) [6].



**Рисунок 2.** Структура  $\text{LaNi}_{3.55}\text{Mn}_{0.4}\text{Al}_{0.3}\text{Co}_{0.75}$  (пр.гр.  $P6/mmm$ , стр. тип  $\text{CaCu}_5$ ) с соответствующим распределением элементов по позициям никеля. На рисунке отмечены позиции La – 1a, и Ni – 2c и 3g. Воспроизведена в программе VESTA [3] из данных статьи [6].

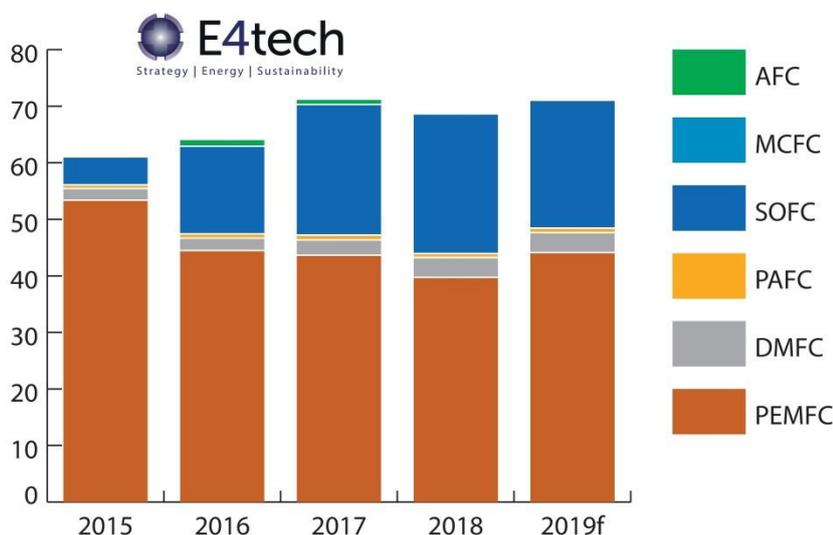
## 1.2 Секция 1-2-1 «In Situ PCA»

Основным назначением секции «*In Situ PCA*» является проведение экспериментов с материалами в условиях протекания какого-либо процесса с соответствующим временным разрешением. Это означает, что, помимо быстрых и эффективных детекторов, требуются различные возможности по воздействию на исследуемые образцы, например, эксперименты с использованием электрохимических ячеек, печей, криостатов, газовых реакторов, ячеек высокого давления и т. д. Другим требованием является большой охват регистрируемых углов, чтобы иметь возможность регистрировать дифракционную картину целиком за один

снимок. Большой угол обзора детектора также повысит качество реконструкции межатомных расстояний по данным РРЭП, что особенно выгодно в случае образования аморфных фаз, например, во время формирования наночастиц. Круг задач для такой станции весьма обширен и включает в себя как задачи классической поликристаллической и монокристаллической дифракции, так и исследование многофазных агломератов, текстурированных образцов, анизотропно микронапряженных образцов и структур с нарушением дальнего порядка.

В круг задач для метода *in situ* и *operando* поликристаллической рентгеновской дифракции входит множество задач, включающих исследование новых материалов для различных областей. Твердоокисные топливные элементы (ТОТЭ) одна из развивающихся перспективных технологий в области водородной энергетики (тенденцию роста рынка ТОТЭ по годам можно отследить на **Рисунок 3**).

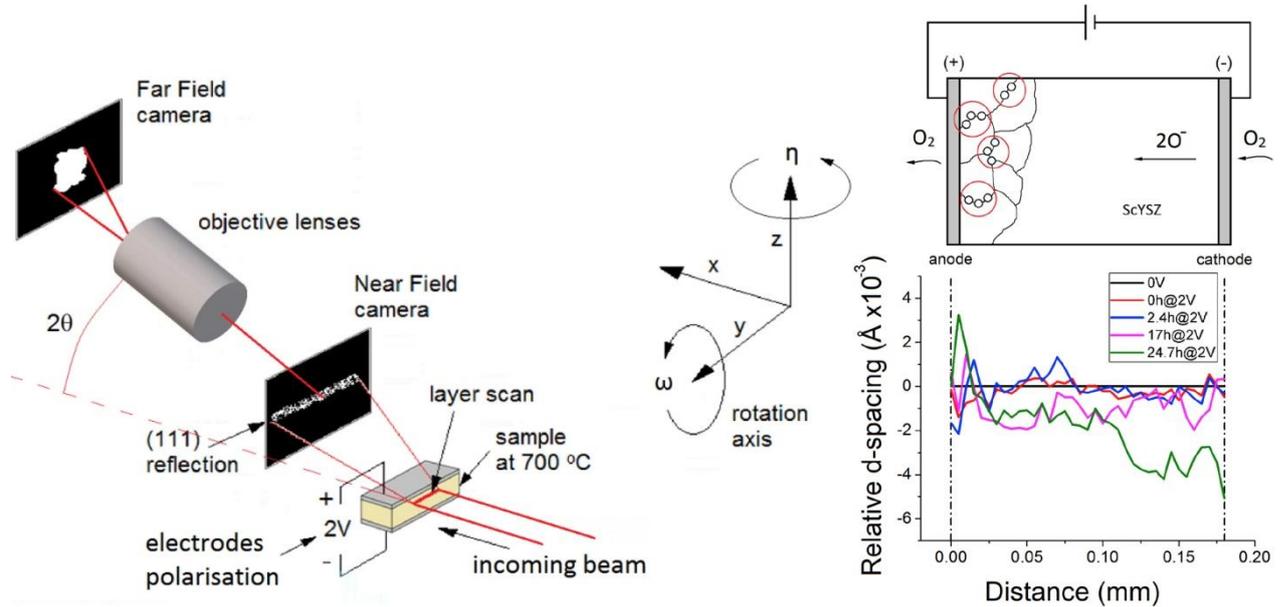
Shipments by fuel cell type 2015 - 2019 (1,000 units)



**Рисунок 3.** Поставки топливных элементов различных типов в тыс. ед. по годам. AFC – щелочной, MCFC – на основе расплавленного карбоната, SOFC – твердоокисный, PAFC – на основе фосфорной кислоты, DMFC – прямой метанольный, PEMFC – с протон-обменной мембраной [7].

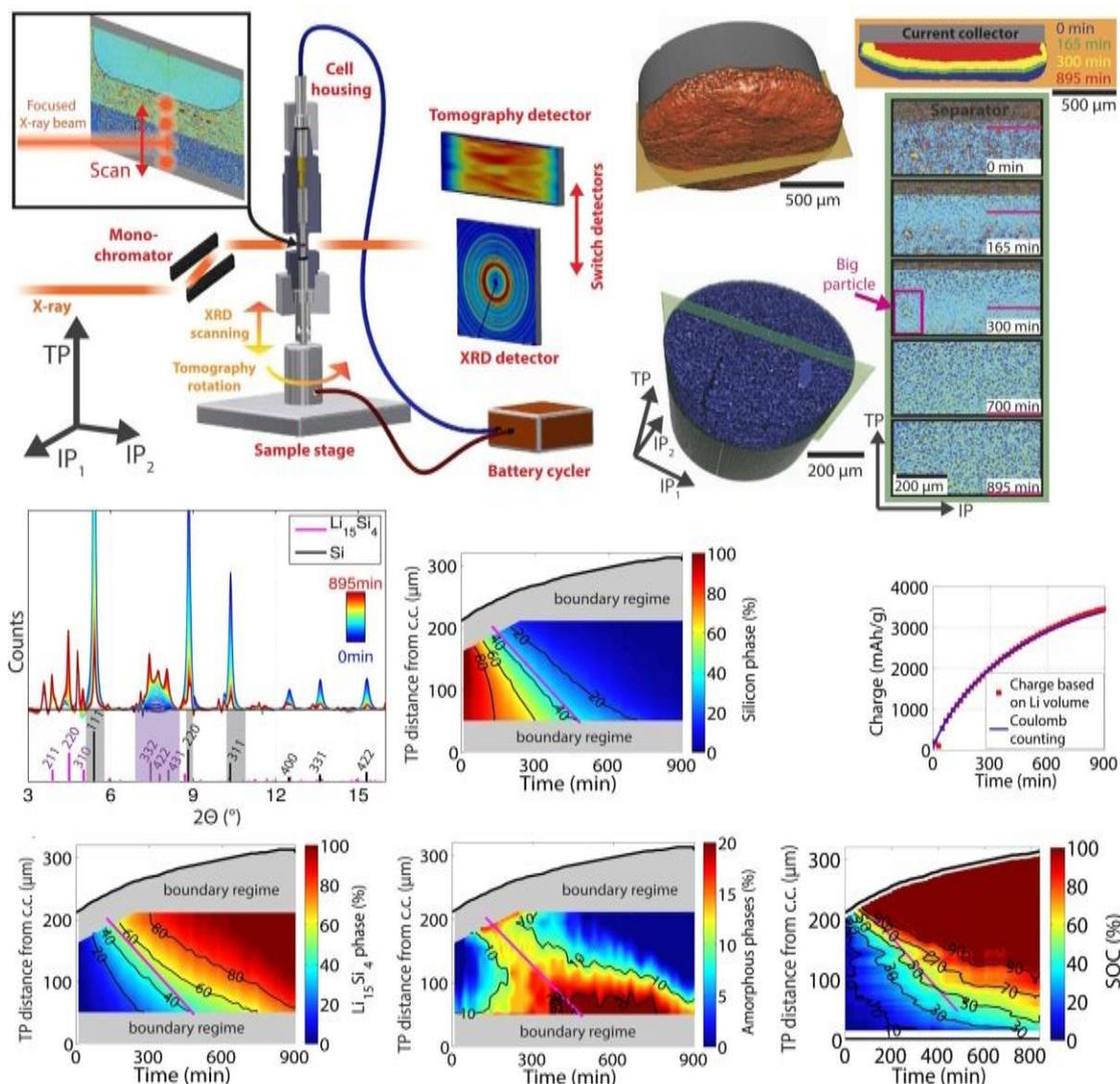
Генерация электроэнергии в такого рода устройствах происходит электрохимически, напрямую из топлива, минуя стадию горения, при этом происходят активные изменения в материале элемента, которые можно отследить, используя синхротронные дифракционные методы. Так, например, Sierra et al. [8] исследовали твердоокисную симметричную ячейку на основе оксида циркония, стабилизированного иттрием и скандием, на канале ID06 (ESRF, см. **Рисунок 4**). Входящий пучок ондуляторного излучения энергией 17 кэВ фокусировали системой рентгеновских линз для получения пятна размерами 350×17 мкм<sup>2</sup> для последующего сканирования ячейки по высоте. Уже через 6 часов работы ячейки было показано начало образования пустот на границах зерен электролита вблизи границы раздела анод / электролит. Темнопольная рентгеновская микроскопия показала увеличение средней осевой деформации зерна в 100 мкм области вблизи границы раздела через 17 ч. Данные сканирующей электронной микроскопии на образце после эксперимента подтвердили

образование пустот, которые привели к деформациям решетки. Таким образом, рентгеновские синхротронные исследования показали механизм деградации, имеющий место в области границы анод / электролит при работе электрохимической ячейки.



**Рисунок 4.** Схематичное изображение схемы *operando* эксперимента по исследованию микроструктуры работающей ячейки ТОТЭ на канале ID06 – слева. Схематичный вид электрохимической ячейки – сверху справа. Черные линии обозначают границы зерен, а образование кислородных пустот вблизи анода отмечено маленькими черными кружками. Изменение межплоскостного расстояния электролита относительно исходного (черная горизонтальная линия, 0 В) как функция расстояния от анода к катоду при 700 °С [8].

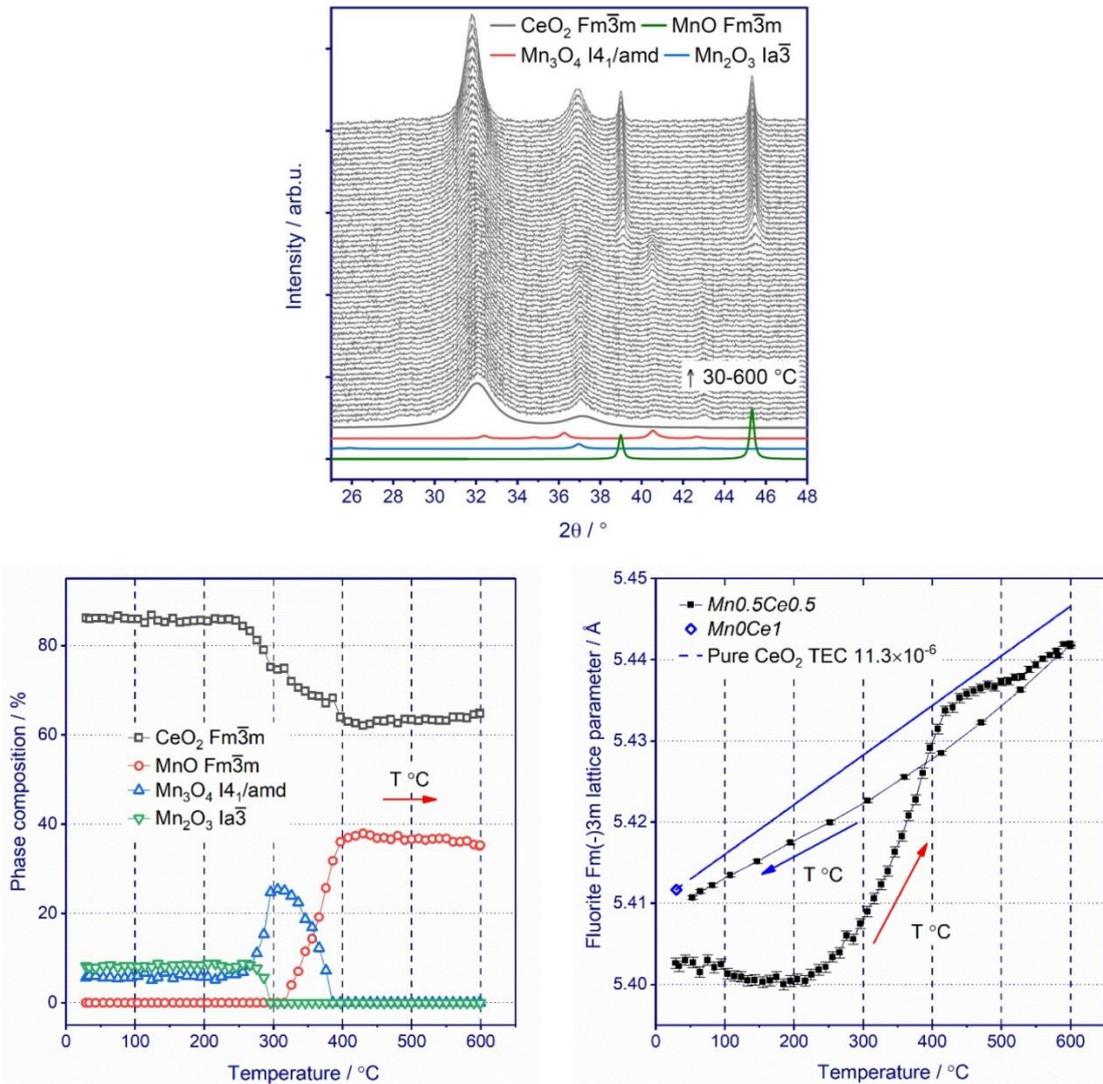
Другой областью, представляющей значительный интерес, является индустрия литий-ионных аккумуляторов. В работе Pietsch et al.[9] комбинация методов сканирующей рентгеновской дифракции и рентгеновской микротомографии использовалась для исследования динамических процессов в литий-ионных аккумуляторах. В то время как аморфные материалы представляют вызов для традиционных дифракционных методов, материалы с близкими коэффициентами поглощения, аналогично, являются проблемными для контрастной томографии. В данной работе сочетание этих методик позволило получить корреляцию между структурными характеристиками материала аккумулятора и микроструктурой материала электрода. Авторы смогли количественно оценить степень растворения металлического литиевого электрода и расширения кремниевого электрода со временем, получить данные по образованию фазы  $Li_{15}Si_4$ , и неинвазивно исследовать кинетические ограничения для кремниевого электрода (см. **Рисунок 5**).



**Рисунок 5.** Схема экспериментальной установки для *operando* исследований литий-ионного аккумулятора – (слева сверху). Реконструкция данных томографии, которая показывает растворение литиевого электрода (коричневый) со временем, литирование и расширение кремниевого электрода (синий) со временем – (справа сверху). Рентгенограммы, полученные с центра кремниевого электрода от времени; изменение фазового состава для трех основных фаз  $\text{Li}_{15}\text{Si}_4$ , аморфной части и фазы кремния как функция от времени и расстояния от центра кремниевого электрода; уровень заряда (SOC) от времени и карта уровня заряда, рассчитанная из данных локального коэффициента поглощения материала кремниевого электрода – (снизу слева направо, соответственно). Пурпурная линия представляет собой след фронта литирования [9].

Обширной областью применения дифракционных методов является гетерогенный катализ. Он охватывает, как эксперименты в условиях *in situ* / *operando*, так и эксперименты с разрешением по времени. Например, в работе Bulavchenko et. al [10] исследовались катализаторы дожига CO на базе Mn-Ce твердых растворов оксидов со структурой флюорита. На **Рисунок 6** показано изменение параметра решетки фазы флюорита для наиболее

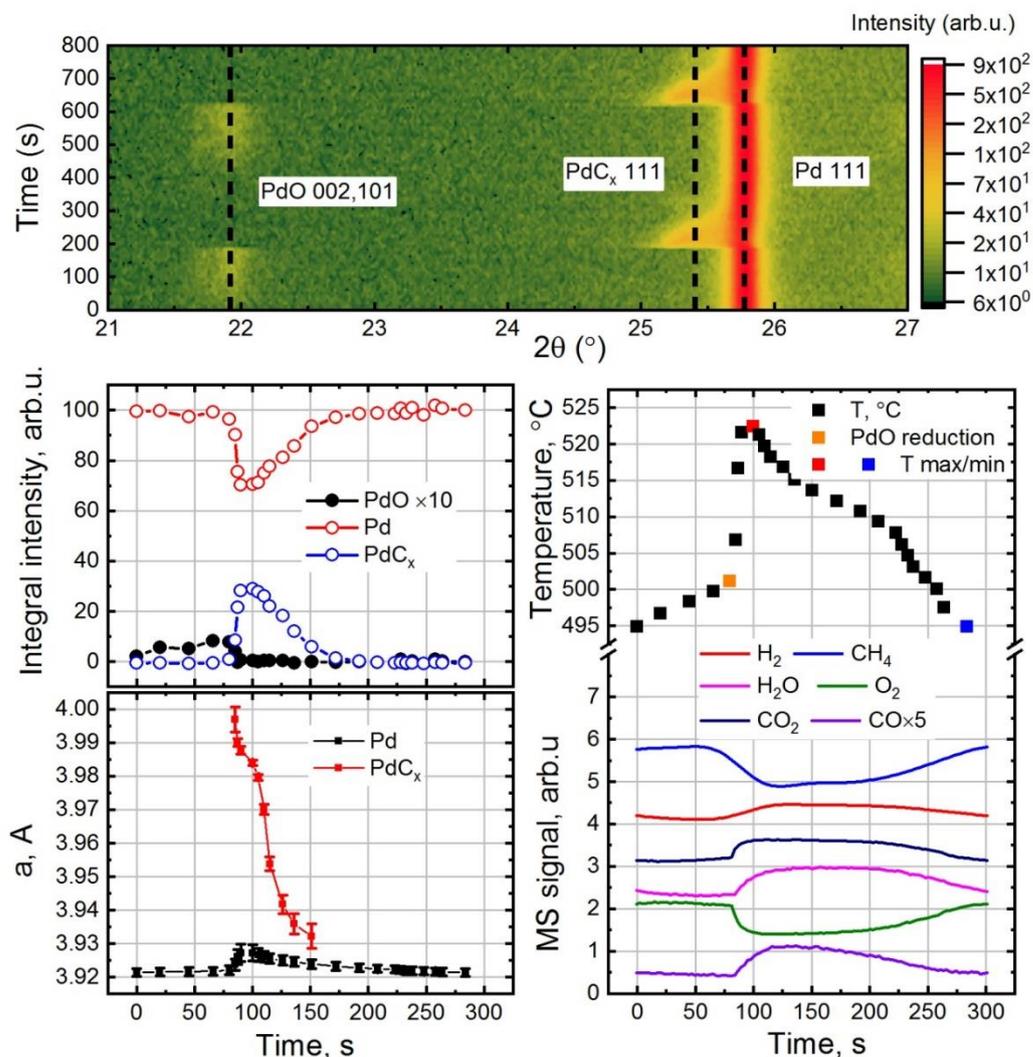
активного катализатора MnCe\_45\_55 (числа – молярное соотношение марганца и церия в оксидах, соответственно) при восстановлении в среде водорода, что связано с восстановлением катионов марганца и церия. Одновременно с этим происходит восстановление фаз оксидов марганца, которые находятся в исходном катализаторе в дисперсном состоянии на поверхности флюорита.



**Рисунок 6.** Дифрактограммы катализатора MnCe\_45\_55, полученные при нагреве в среде водорода – (сверху); цветными линиями показаны модельные кривые соответствующих фаз. Изменения фазового состава катализатора и параметров решетки флюорита – (снизу слева направо, соответственно) [10].

Другим интересным примером экспериментов с разрешением по времени является исследование осцилляций скорости реакции окисления метана на поверхности палладия, проведенное группой Kaichev et. al [11]. *Operando* исследование таких осцилляций методом дифракции одновременно с отслеживанием состава газовой фазы показало, что высокоактивным состоянием для исследуемой реакции полного окисления  $\text{CH}_4$  является палладий в металлическом состоянии, а переход в малоактивное состояние сопровождается

образованием пленки PdO на поверхности палладия. Разложение PdO также сопровождалось в исследуемых условиях ( $\text{CH}_4:\text{O}_2 = 4:1$ ) образованием слоя карбида палладия, что являлось результатом накопления углерода на высокоактивной поверхности металлического палладия и его последующим растворением в объеме палладия (см. **Рисунок 7**).

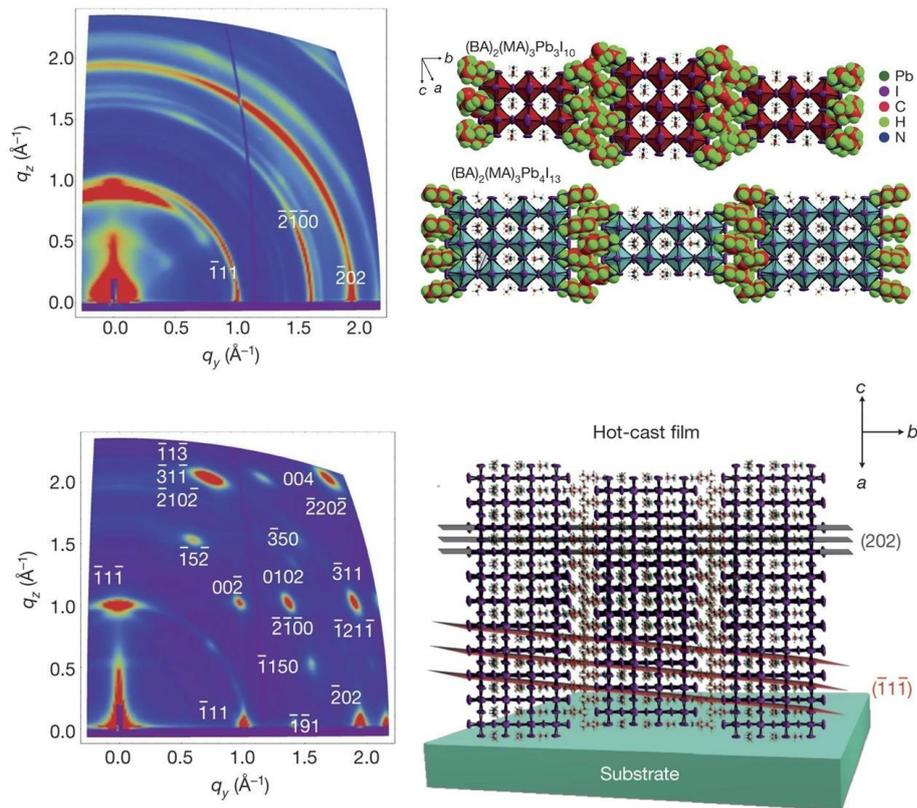


**Рисунок 7.** Карта дифракционной интенсивности от времени и угла дифракции (длина волны излучения 0.1 нм), полученная с поверхности палладиевой фольги в условиях осцилляций скорости реакции окисления метана – (сверху). Графики интегральной интенсивности дифракции для фаз Pd, PdC<sub>x</sub> и PdO, а также параметры решетки фаз Pd и PdC<sub>x</sub>, полученные из дифрактограмм усредненных по нескольким осцилляциям, а также соответствующая им температура и сигналы масс-спектрометра в зависимости от времени – (снизу слева направо, соответственно). Параметр решетки металлического палладия (3.890 Å) с учетом КТР ( $1.17 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ ) составляет 3.913 Å при 525 °С.

Рисунки воспроизведены из данных, представленных в работе [11].

Методика съемки дифракции в геометрии скользящего падения (GIWAXS), которую также планируется реализовать на секции «*In Situ PCA*», позволяет решать множество задач, связанных с тонкими пленками. Достаточно актуальная работа по исследованию слоистых перовскитов на основе  $(\text{BA})_2(\text{MA})_3\text{Pb}_4\text{I}_{13}$  (BA – тетра-*n*-бутиламмоний, MA – метиламмоний),

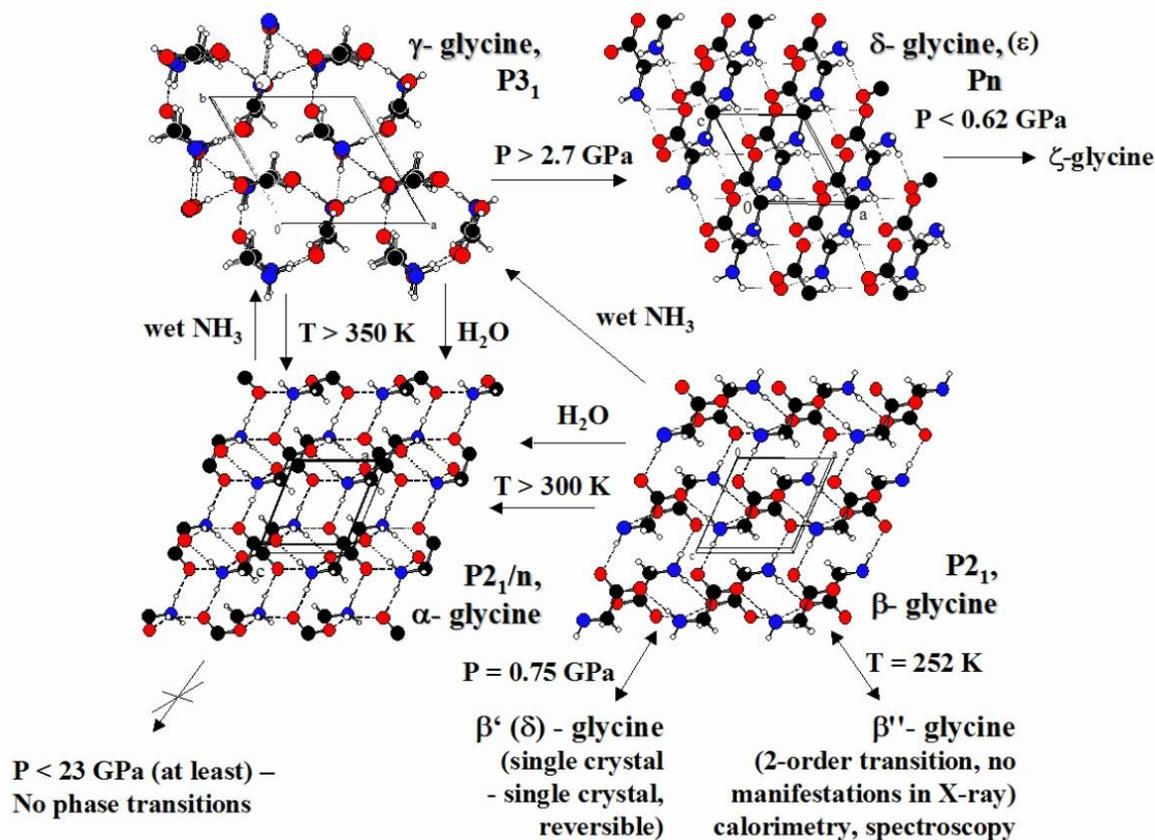
которые являются перспективными материалами для использования в тонкопленочных солнечных батареях, проводилась группой Tsai et. al [12] с привлечением метода GIWAXS. Авторы показали увеличение фотоэлектрической эффективности с 4.7% до 12.5% при внедрении нового метода синтеза горячим литьем, что в первую очередь связано с увеличением кристалличности структуры до почти монокристаллической (см. **Рисунок 8**). Кроме этого, полученный новым методом материал показал более высокую стабильность во влажных условиях при термической и световой нагрузке.



**Рисунок 8.** Данные GIWAXS для поликристаллического образца, полученного литьем при комнатной температуре, и близкого к монокристаллическому состоянию; полученного горячим литьем – (слева сверху вниз, соответственно). Белым показаны индексы Миллера наиболее интенсивных рефлексов (цвет соответствует интенсивности рефлекса). Кристаллическая структура слоистых перовскитов  $(\text{BA})_2(\text{MA})_3\text{Pb}_3\text{I}_{10}$  и  $(\text{BA})_2(\text{MA})_3\text{Pb}_4\text{I}_{13}$  – (справа сверху); слои тетра-*n*-бутиламмония изображены как молекулярные модели, чтобы проиллюстрировать окончание перовскитного слоя. Схематичное изображение (101) ориентации, наряду с плоскостями (111) и (202) двумерного кристалла перовскита, что согласуется с данными GIWAXS – (справа снизу) [12].

Вакуумные ионно-плазменные методы [13-15] позволяют получать слои и покрытия различного функционального назначения, такие как, например, нанокристаллические сверхтвердые покрытия, разработанные на основе известных и широко применяемых бинарных систем TiN [14, 16-19], ZrN [20, 21], MoN [15, 22]. Перечисленные нитридные покрытия используются для увеличения износостойкости и срока службы металлорежущих,

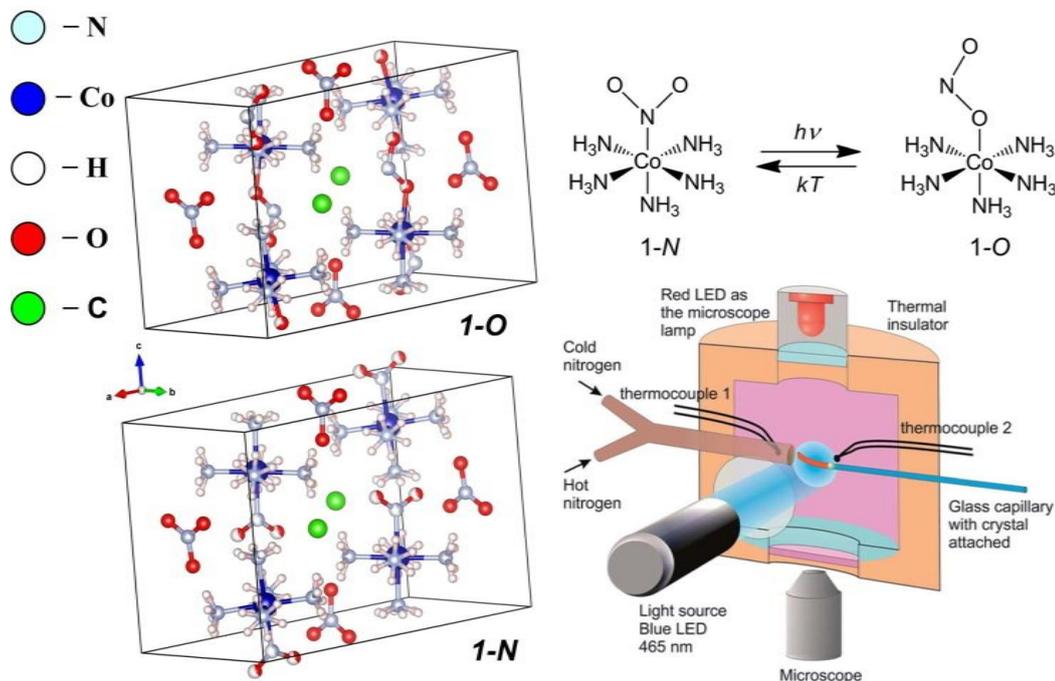
дерево- и металлообрабатывающих инструментов. Дифракционные исследования этих покрытий в геометрии скользящего падения в процессе синтеза позволяют наиболее полно контролировать функциональные свойства исследуемых систем и таким образом оптимизировать технологические процессы их получения в зависимости от заданных условий.



**Рисунок 9.** Кристаллические структуры полиморфных модификаций глицина, применяющегося в медицине в качестве ноотропного средства [23].

Исследование кристаллической структуры веществ в зависимости от температуры, давления и условий их получения также является важной задачей, требующей высокой яркости и интенсивности рентгеновского излучения. Так, разная кристаллическая упаковка действующего вещества, полученного в разных условиях (полиморфизм), может значительно влиять на эффективность и уровень токсичности лекарственного препарата [23]. Скрининг всех возможных кристаллических форм препарата является важным условием для международного признания его регистрации. Необходимо также проводить качественный и количественный анализ образцов, в том числе, выявляя присутствие малых примесей, анализировать размер областей когерентного рассеяния, соотношение содержания кристаллической и аморфной фаз в образце. С учетом важности криотехнологий для получения моно- и полифазных фармацевтических дисперсий, отдельное место будут занимать работы по изучению процессов *in situ* в ходе замораживания фармацевтических растворов до криогенных температур и их отжига (вакуумной сушки) при пониженном

давлении для получения дисперсных частиц, больших пористых композитных частиц и других форм с улучшенными характеристиками, в том числе, для адресной доставки лекарственного вещества к мишени.



**Рисунок 10.** Изомерия связи в комплексном катионе  $[Co(NH_3)_5NO_2]^{2+}$  – (слева). Схема экспериментальной установки – (справа), используемой для определения деформации изгиба монокристалла, инициируемой облучением при контролируемой температуре. Кристалл был прикреплен к капилляру внутри камеры. Температура поддерживалась потоками горячего и холодного азота. Облучение для инициирования фотохимической реакции проводилось синим (465 нм) светодиодом, красная (625 нм) лампа использовалась для освещения и предотвращения побочной фотореакции. Структуры воспроизведены в программе VESTA [3] из данных статьи [24].

Интересной задачей является исследование кристаллов с механическим откликом на световое облучение [25]. Материалы, обладающие такими свойствами, являются перспективными для проектирования различных электронных модулей, дисплеев, настраиваемых переключателей, а также в робототехнике. Сложность исследования таких материалов заключается в том, что информацию об их структуре при протекании в них различных процессов необходимо получать очень быстро, используя малые количества вещества, что невозможно при использовании лабораторного оборудования. Для достижения такой цели необходима высокая интенсивность пучка рентгеновского излучения, а также высокая пространственная когерентность для дополнительной визуализации малых объектов исследования. Оборудование секции «*In Situ PCA*» должно позволять изучать структуры таких материалов, и их работу в реальных условиях – при облучении, нагреве, охлаждении, и других внешних воздействиях. Например, проводить исследования, подобные работе Chizhik et al. [24] по исследованию динамики изгиба молекулярных кристаллов вызванного фотореакцией. Это позволит модифицировать свойства таких материалов, определять

условия их максимально эффективной эксплуатации, а также создавать новые материалы на основе полученных результатов фундаментальных исследований.

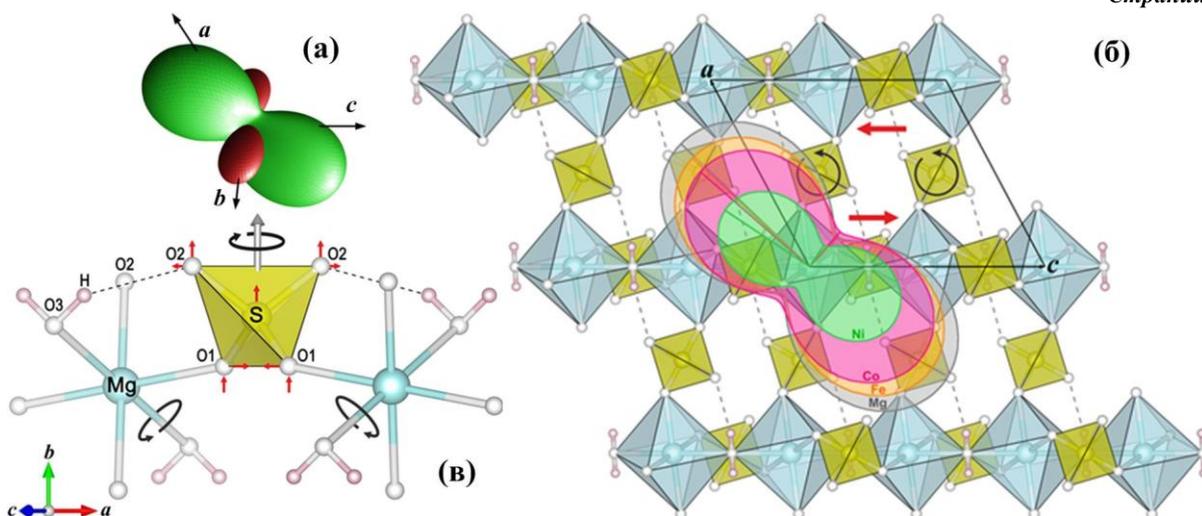
Кристаллографические эксперименты в условиях криогенных температур существенно расширяет возможности экспериментальной секции. Например, использование гелиевого потокового криостата позволило группе Wildner et. al (см. **Рисунок 11**) определить особенности кристаллической структуры и фазовую стабильность представителей ряда  $M^{2+}SO_4 \cdot nH_2O$  ( $M^{2+} = Mg, Ni, Co, Fe$ ) со структурой кизерита до температуры 15 К [26]. Такого рода соединения и условия важны для исследований относящихся к ледяным спутникам Юпитера и Сатурна, и сопоставимым объектам во внешней солнечной системе, а также к полярным регионам Марса или карликовым планетам и астероидам во внутренней солнечной системе. Кроме этого, использование криогенных температур имеет и другие преимущества: в основном связанные с уменьшением радиационного повреждения, улучшением пространственного разрешения и уменьшением влияния теплового движения атомов на распределение электронной плотности. Это открывает возможности или значительно улучшает качество определения структуры белков, нестабильных кристаллов, а также позволяет точнее определять распределение электронной плотности [27].

### 1.3 Секция 1-2-2 « Малоугловое рентгеновское рассеяние (SAXS)»

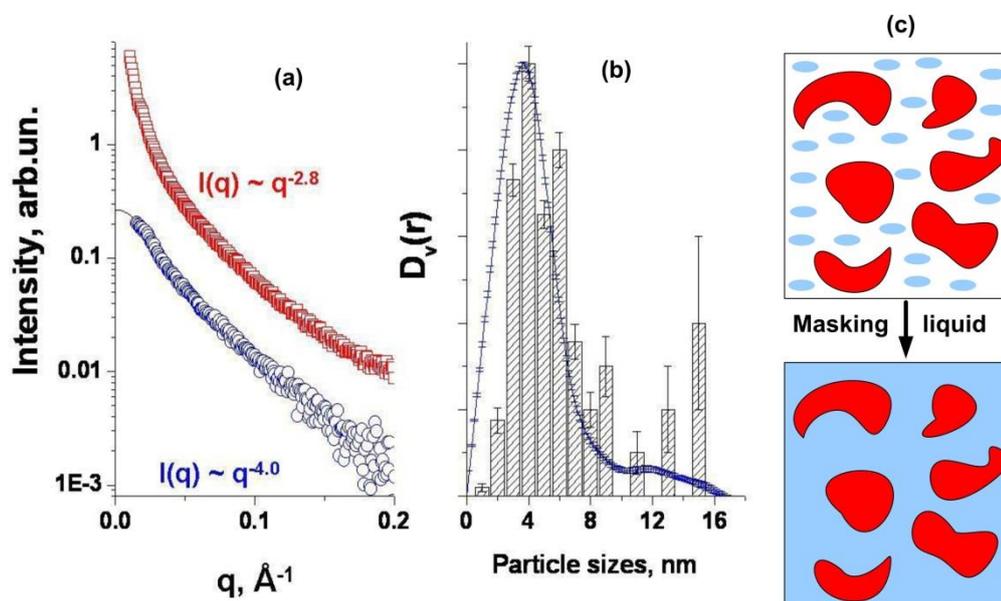
Метод малоуглового рентгеновского рассеяния (SAXS) обычно применяется к системам со слабой степенью кристаллизации, чаще всего это сложные, композитные системы или материалы с различной степенью самоорганизации. Метод SAXS подходит для множества задач, которые варьируются от анализа формы белка в растворе до фазовых превращений, катализа, разработки передовых материалов и инженерных приложений.

Метод SAXS, в отличие от рентгеновской дифракции, позволяет получать распределения частиц по размерам при использовании макроскопических объемов образца независимо от того, какой структурой (кристаллической или аморфной) он обладает. Это могут быть дисперсные катализаторы, полимерные нанокомпозиты, «умные стекла», сплавы, природные материалы, содержащие часть вещества в виде наноразмерных частиц (например, костная ткань, ископаемые угли и проч.), а также многие другие объекты.

Применение источника СИ высокой яркости необходимо для реализации методики контраста и экспрессного определения структурно-дисперсных характеристик активного компонента в композитных материалах, особенно в случае слаборассеивающих органических материалов, в том числе природного происхождения. Так, например, при подборе жидкости с соответствующей плотностью можно селективно получить данные о размере и форме частиц активного компонента в многофазной системе [28]. На **Рисунок 12** показано, как применение контрастирующей жидкости позволяет практически полностью подавить сигнал рассеяния от органической фазы в рисовой шелухе, что позволяет достичь хорошего соответствия с данными ПЭМ по распределению размеров частиц для фазы оксида кремния.



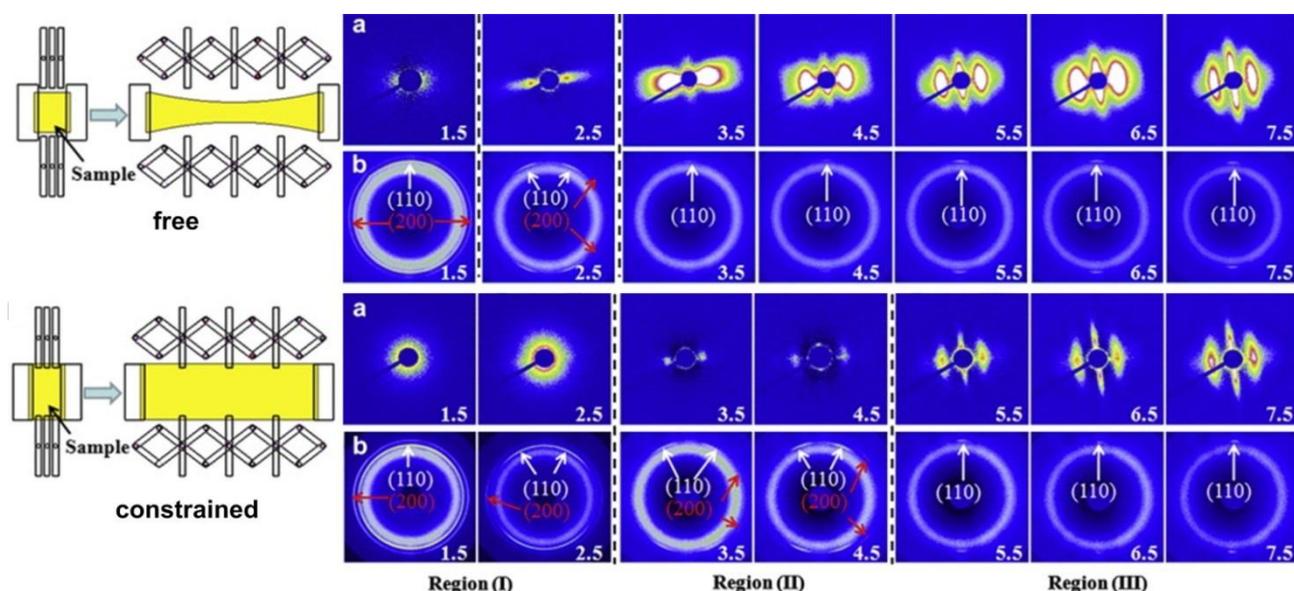
**Рисунок 11.** (а) – Тензор теплового расширения в  $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  при 113 К ( $T_{\text{ref}} = 293$  К), зеленый и красный цвета обозначают положительные и отрицательные значения, соответственно; (б) – сечения тензоров теплового расширения соединений типа кизерита  $\text{MSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ( $M = \text{Mg}, \text{Ni}, \text{Co}, \text{Fe}$ ) при 113 К ( $T_{\text{ref}} = 293$  К) в плоскости  $ac$ , наложенные на соответствующую проекцию структуры кизерита при 113 К; (в) – фрагмент кристаллической структуры кизерита  $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  при 313 К в проекции вдоль направления [203]. Черные стрелки показывают направление вращения полиэдров, красные стрелки обозначают сдвиги тетраэдрических атомов в плоскости проекции в результате охлаждения [26].



**Рисунок 12.** Кривые SAXS для рисовой шелухи (а) без применения контрастирующей жидкости (красная) и с применением (синяя); распределения частиц по размерам (б) из данных ПЭМ – гистограмма, из данных SAXS с применением контрастирующей жидкости – гладкая кривая; схема, демонстрирующая принцип методики контрастирования (с) [29].

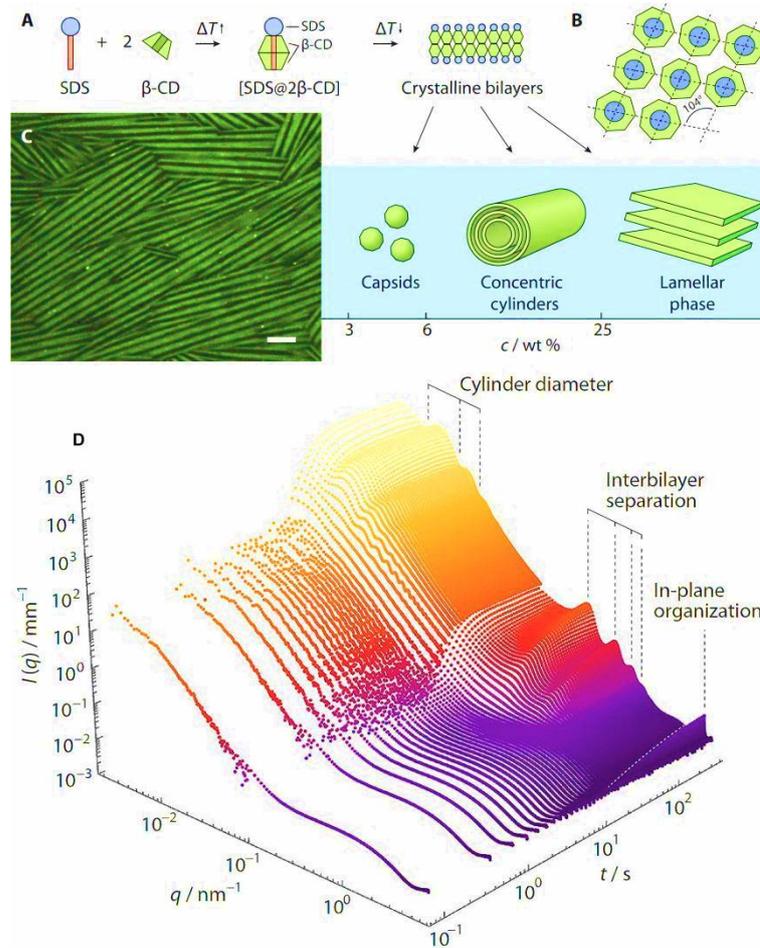
Метод SAXS позволяет эффективно анализировать растворы и расплавы синтетических и природных полимеров. Получаемая информация – это размеры полимерных

молекул в растворах, конформации полимерных молекул в разных растворителях, или при разных температурах, а также изменение структуры полимера в зависимости от прилагаемой нагрузки, в том числе в динамике. Например, методом SAXS *in situ* с использованием синхротронного излучения была получена информация о кристаллизации пленки полиэтилена высокого давления при растяжении двумя способами (см. **Рисунок 13**) [30]. Были определены три характерные области деформации: I – низкий уровень деформации, где индуцируются полностью скрученные ламели; II – промежуточный уровень деформации, что вызывает образование частично скрученных ламелей с относительно большим латеральным размером; III – большая деформация, которая дает плоские ламели с небольшими латеральными размерами. Во время процесса кристаллизации в областях II и III формируется новый тип пластинчатой ламели с меньшим длинным периодом, в то время как в области I для обоих режимов растяжения не появляются новые типы ламелей.



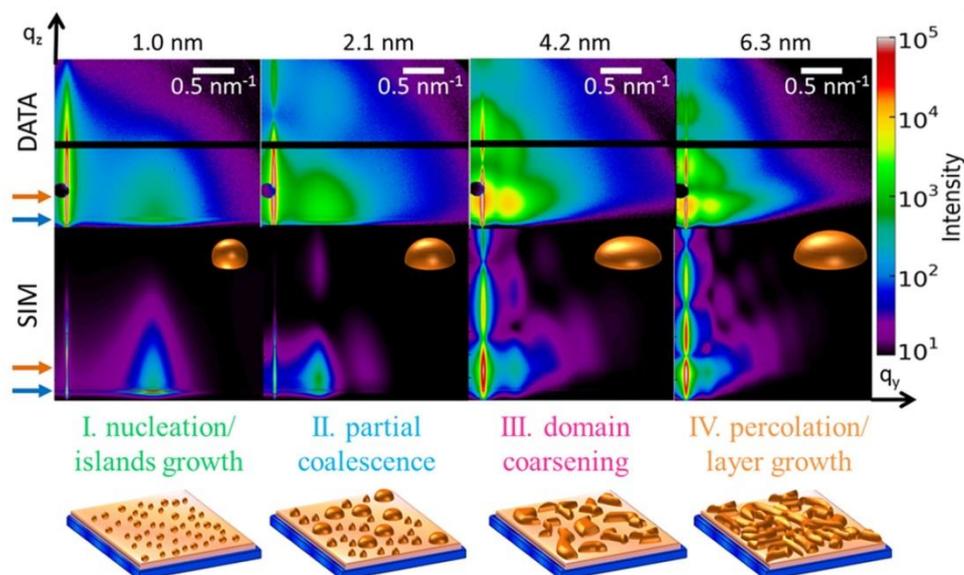
**Рисунок 13.** 2D-картинки SAXS (а) и WAXS (б) при появлении сигнала рассеяния после растяжения с разными степенями вытяжки (I, II, III) для растяжения полиэтилена высокого давления в напряжении (constrained) и свободного (free) [30].

Одним из преимуществ широкого диапазона векторов рассеяния ( $Q$ ) в совместных экспериментах SAXS и обычного рентгеновского рассеяния является возможность отслеживания структурных изменений в разных масштабах. Результаты одного из ярких экспериментов, демонстрирующих такой подход, опубликованы в работе Landman et al. [31]. В этой работе исследовали зарождение и рост микротрубок додецилсульфат натрия (SDS) и  $\beta$ -циклодекстрина ( $\beta$ -CD) после закалки от 348 до 298 К. Эксперименты SAXS / USAXS с разрешением по времени позволили определить, как меняется структура в разных масштабах и механизм внутреннего роста микротрубок, который может использоваться в дальнейшем для множества подобных систем (см. **Рисунок 14**).



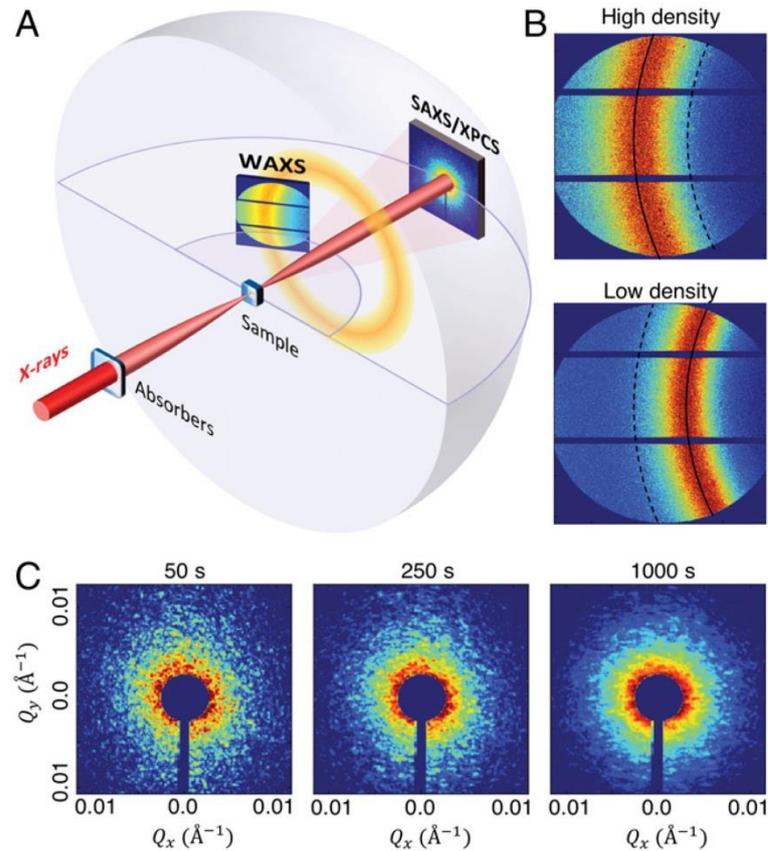
**Рисунок 14.** Принципы самосборки  $\beta$ -CD и SDS в полые концентрические микротрубки, ламеллярные фазы или многогранные капсиды. (А) – образование комплекса [SDS @ 2 $\beta$ -CD] в растворе, образование бислоев при понижении температуры и дальнейшая самоорганизация в полиэдрические капсиды, многослойные микротрубки или ламеллярные фазы в зависимости от концентрации. (В) – комплексы плоско организованы в ромбическую решетку, что является логическим следствием симметрии молекулы  $\beta$ -CD. (С) – конфокальное микроскопическое изображение микротрубок [SDS @ 2 $\beta$ -CD]. Метка шкалы 5 мм. (D) – эволюция по времени профилей SAXS 10 вес.% раствора [SDS @ 2 $\beta$ -CD] при закалке от 348 до 298 К [31].

Изучение наноразмерных структур на пленках и рост пленочных структур являются важными задачами для развития и разработки современных электронных устройств (например, магнитные запоминающие устройства, оптоэлектроника, интегральные схемы и др.), задач катализа (тонкие пленки и монослои наночастиц катализатора). SAXS в геометрии скользящего падения (GISAXS) является методом, позволяющим провести структурную характеристику таких объектов непосредственно в процессе их синтеза. Так, например, Schwartzkopf et al. [32] наблюдали методом микрофокусного GISAXS четыре различных режима роста частиц золота при напылении на тонкие полистирольные пленки: зарождение, рост изолированных островков, рост более крупных агрегатов за счет частичной коалесценции и рост непрерывного слоя (см. **Рисунок 15**).



**Рисунок 15.** 2D дифрактограммы GISAXS (data – эксперимент, sim – моделирование) полученные для разной эффективной толщины пленки золота в процессе напыления. Слева направо  $1.05 \pm 0.02$ ,  $2.14 \pm 0.04$ ,  $4.21 \pm 0.09$ ,  $6.26 \pm 0.13$  нм. Ниже представлены схематические рисунки морфологии кластеров золота во время напыления: (I, зеленый) – зарождение и рост изолированных сферических островков; (II, синий) – частичное слияние полусферических кластеров; (III, пурпурный) – укрупнение разветвленных доменов плоских сфероидов; (IV, оранжевый) – непрерывный рост слоя после перколяции [32].

Высокая степень когерентности излучения для источников 4-го поколения позволяет использовать метод рентгеновской фотон-корреляционной спектроскопии в геометрии малоуглового рассеяния (USA-XPCS). Этот метод позволяет отслеживать равновесную динамику в маловязких средах за счет собственного замедления при малых  $Q$ . Perakis et al. исследовали комбинацией USA-XPCS и WAXS структуру и динамику аморфного льда высокой плотности при его релаксации в форму с низкой плотностью (см. **Рисунок 16**) [33]. Динамика льда высокой плотности при 89 К характеризуется медленной компонентой с большой постоянной времени, возникающей из-за вязкоупругой релаксации и снятием напряжений с неоднородностей нанометрового размера. Выше 110 К появляется более быстрая, сильно зависящая от температуры компонента, с зависимостью векторов рассеяния указывающей на наноразмерную диффузию. Эта динамическая компонента замедляется после перехода в форму с низкой плотностью при 130 К, но остается диффузной. С использованием новых линеек детекторов Lambda (X-Spectrum [34]) с размером пикселя в  $55 \times 55$  мкм<sup>2</sup> и частотой кадров выше 1 кГц мы ожидаем расширение диапазона возможностей до экспериментов с субмиллисекундной динамикой, что позволит исследование многих функциональных биологических систем.



**Рисунок 16.** (А) – экспериментальная геометрия рассеяния с использованием двух детекторов для WAXS и SAXS, соответственно. (В) – Дифракционные картины для форм аморфного льда с высокой (high density) и низкой (low density) плотностью; линии указывают на положение максимумов при  $Q = 2.1 \text{ \AA}^{-1}$  и  $1.7 \text{ \AA}^{-1}$ , соответственно. (С) – картина рассеяния, записанная в геометрии SAXS, при температуре  $T = 89 \text{ K}$  [33].

## 2 Устройство генерации излучения

Для реализации заявленных методик в качестве вставного устройства на станции 1-2 предлагается использовать сверхпроводящий ондулятор с параметрами, представленными в **Таблица 1**. Детальное описание и технические решения по вставному устройству вынесены в отдельную главу монографии. Вставное устройство с источником размерами 108.2 мкм (FWHM, гор.) на 13.33 мкм (FWHM, верт.) расположено в прямолинейном промежутке накопительного кольца с  $\beta$  функцией 15.597 м и 2.364 м, соответственно.

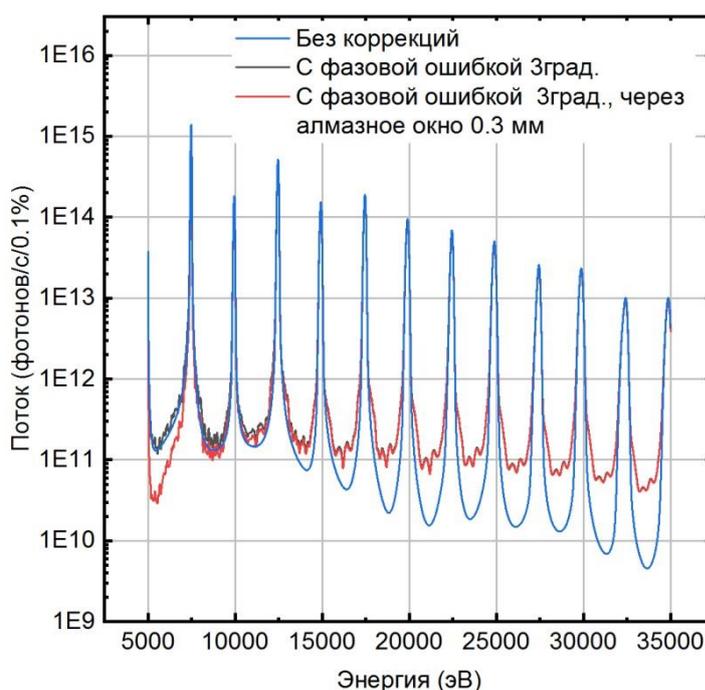
Поскольку планируется использование высших гармоник данного ондулятора, особое внимание должно быть уделено обеспечению фазовой ошибки и ошибки поля устройства в пределах  $3^\circ$  и 0.3 %, соответственно.

Сопроводительные расчёты проведены на основе спектральных и геометрических характеристик источника СИ, рассчитанных с помощью программы SPECTRA [35]. Трассировка лучей проведена с использованием программного пакета SHADOWUI [36].

**Таблица 1.** Параметры сверхпроводящего ондулятора для Станции 1-2.

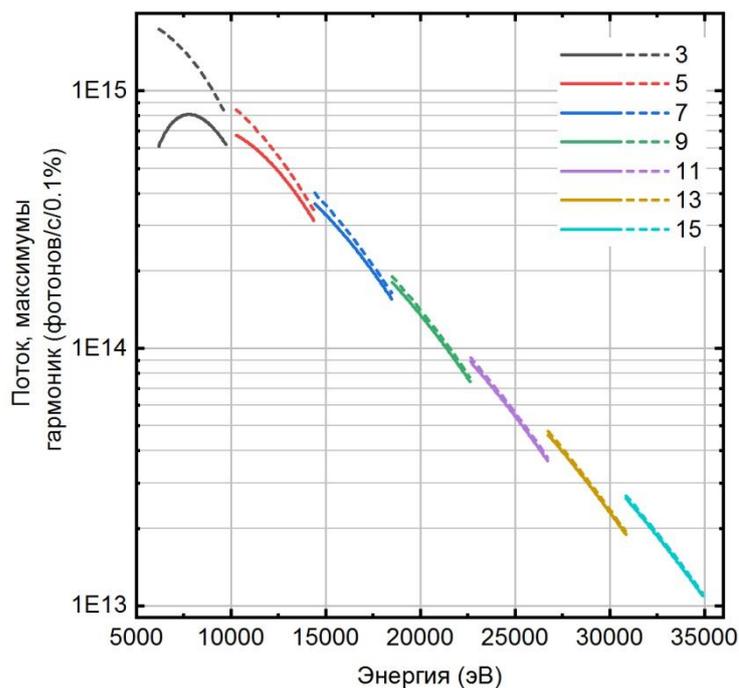
Номинальное магнитное поле, Тл	1.25
Период ондулятора, мм	15.6
Вертикальная апертура для пучка, мм	6
Горизонтальная апертура для пучка, мм	60
Межполюсный зазор, мм	7
Число периодов	128
Магнитная длина, мм	~1997
Мощность излучения (В=1.25 Т, I=0.4 А, E=3 ГэВ), кВт	7.18
Горизонтальный угол излучения, мрад	$\pm 0.4$

На **Рисунок 17** представлены спектральные характеристики потока фотонов через площадку сечением  $1 \times 1 \text{ мм}^2$  на расстоянии 26 м от центра ондулятора с учетом поправок на поглощение в алмазных окнах фронтенда и фазовой ошибки рассчитанных для рабочего поля 1.06 Тл.



**Рисунок 17.** Спектральный поток фотонов через апертуру  $1 \times 1 \text{ мм}^2$  на расстоянии 26 м от центра ондулятора с учетом фазовой ошибки ондулятора ( $3^\circ$ ) и после прохождения алмазных окон общей толщиной 0.3 мм. Поле ондулятора 1.06 Тл.

Реализуемые методики станции предполагают возможность перестройки энергии рабочих гармоник ондулятора для создания рабочего диапазона от 6500 эВ до 35000 эВ. Провалы в спектре допустимы, т.к. станция не предполагает спектральных исследований. На **Рисунок 18** представлен спектр максимумов всех рабочих гармоник ондулятора при перестройке поля, полученный аналогично представленному на **Рисунок 17**.

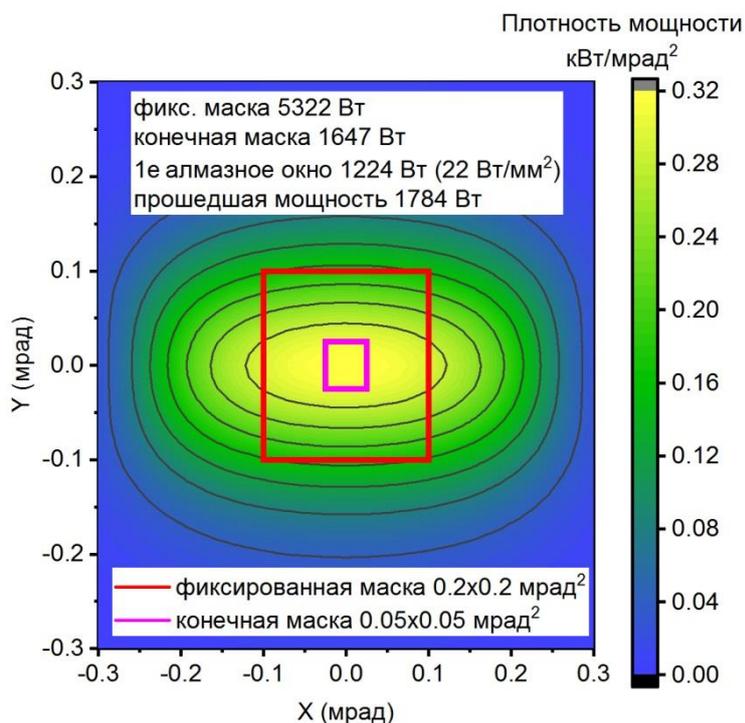


**Рисунок 18.** Спектральный поток фотонов через апертуру  $1 \times 1 \text{ мм}^2$  на расстоянии 26 м от центра ондулятора с учетом фазовой ошибки ондулятора ( $3^\circ$ , штриховые линии) и после прохождения алмазных окон общей толщиной 0.3 мм (сплошные линии) при изменении параметра ондуляторности  $K$  от 1.165 (0.8 Тл) до 1.821 (1.25 Тл).

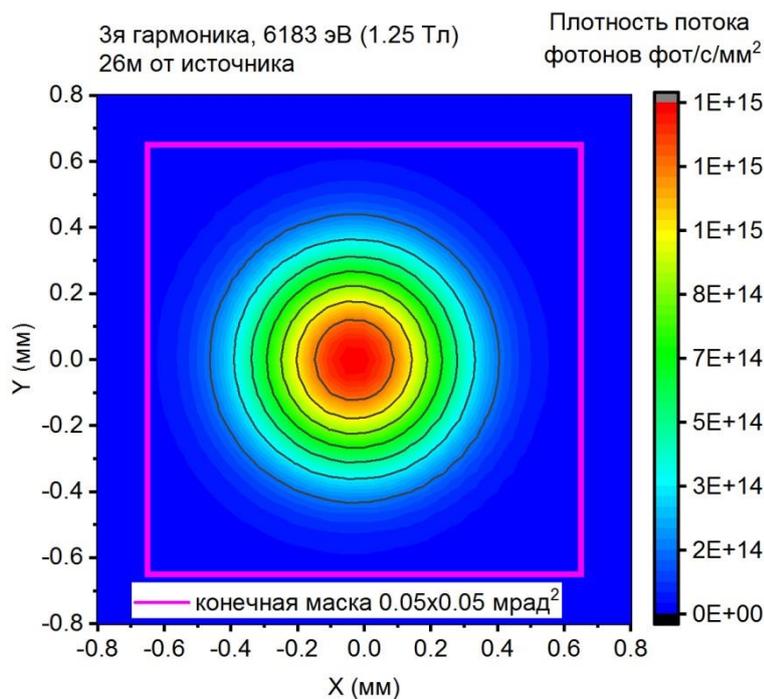
### 3 Фронтенд

Фронтенд предназначен для безопасной транспортировки рентгеновского излучения из накопителя к экспериментальной станции 1-2. Детальное описание оборудования и технических решений фронтенда вынесено в отдельную главу монографии. Фронтенд осуществляет разделение вакуума накопителя с вакуумом канала и защиту по вакууму в случае вакуумной аварии на станции. В качестве разделителей вакуума предполагается использование окон из CVD алмаза для сохранения когерентных свойств пучка общей толщиной 300 мкм. Система радиационных затворов и радиационных обжимок обеспечивает радиационные условия в экспериментальном помещении на уровне, удовлетворяющем санитарным правилам такого типа помещений. Фронтенд также планируется оснастить мониторами положения пучка для контроля состояния источника.

Фронтенд будет оснащен двумя масками пучка: фиксированной и с переменной апертурой. Маски должны обеспечивать снятие тепловой нагрузки (см. **Рисунок 19**) до 5.3 кВт (фиксированная) и до 2 кВт (переменная), при этом первое алмазное окно (150 мкм) должно отводить тепловую мощность до 1.2 кВт. Итоговая апертура фронтенда в  $50 \times 50 \text{ мкрад}^2$  определялась так, чтобы обеспечить прохождение первой рабочей гармоники ондулятора на энергии 6183 эВ с угловым размером  $\sigma_x \times \sigma_y = 8.4 \times 8.4 \text{ мкрад}^2$  (см. **Рисунок 20**).



**Рисунок 19.** Угловое распределение плотности мощности в плоскости перпендикулярной оси ондулятора. Линиями отмечены маски: фиксированная (красная) и подвижная в закрытом положении (пурпурный). Поле 1.25 Тл.



**Рисунок 20.** Распределение потока фотонов 3 гармоника ондулятора на энергии 6183 эВ на расстоянии 26 м от центра устройства. Квадратом отмечена финальная маска фронтенда.

## 4 Описание станции 1-2

### 4.1 Оптика станции

На станции планируется попеременная работа секций «Дифрактометрия высокого разрешения» и «*In Situ* PCA», которые расположены на одной оптической линии. В соответствии с требованиями со стороны реализуемых методик необходимо, чтобы энергия фотонов была доступна в диапазоне от 6.5 до 35 кэВ, желательно с непрерывным спектром. Энергетическое разрешение, при этом должно быть не хуже  $\Delta E_{FWHM}/E = 10^{-4}$ . Размер пучка должен регулироваться в пределах от 10 мкм до ~ 1 мм (FWHM). Оптика должна также сохранять когерентную составляющую пучка, и длина станции не должна превышать 50 м. Дополнительным требованием являлось создание оборудования удобного для пользователя, так, чтобы была возможность перестройки параметров излучения (энергия, геометрические параметры) с минимальным привлечением персонала станции.

Используя в качестве основы опыт станций схожего назначения, таких как ID23-2 (ESRF, макромолекулярная кристаллография [37]), I04-1 (Diamond Light Source, макромолекулярная кристаллография [38]), I11 (Diamond Light Source, дифракция высокого разрешения [39]), P02.1 (PETRA III, дифракция высокого разрешения [40]), DanMAX (MAX IV, *in situ* и *operando* дифракция [41]) на данный момент предложена следующая схема оптических элементов (см. Рисунок 21).

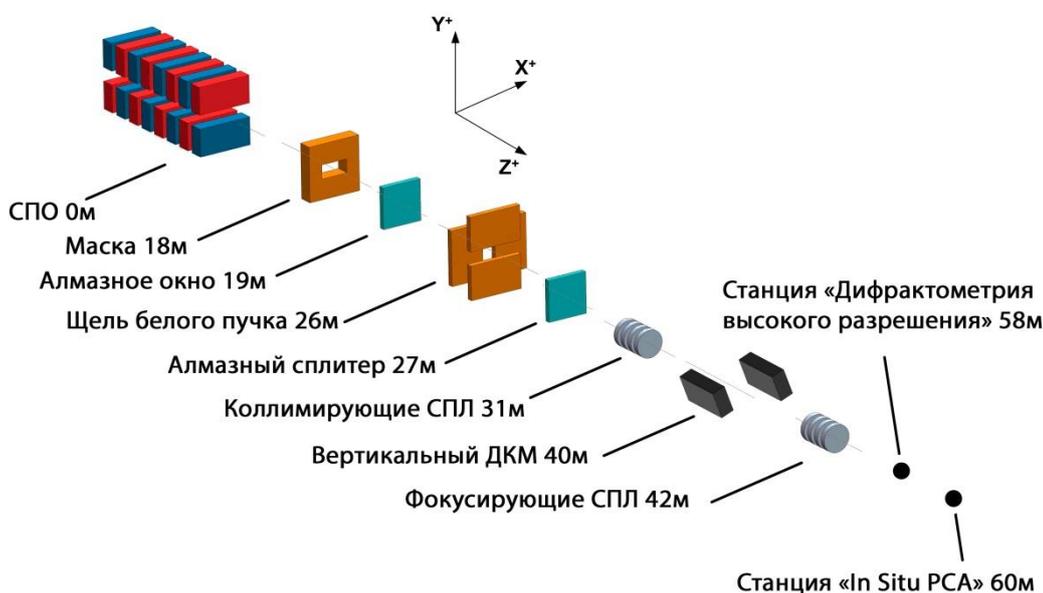
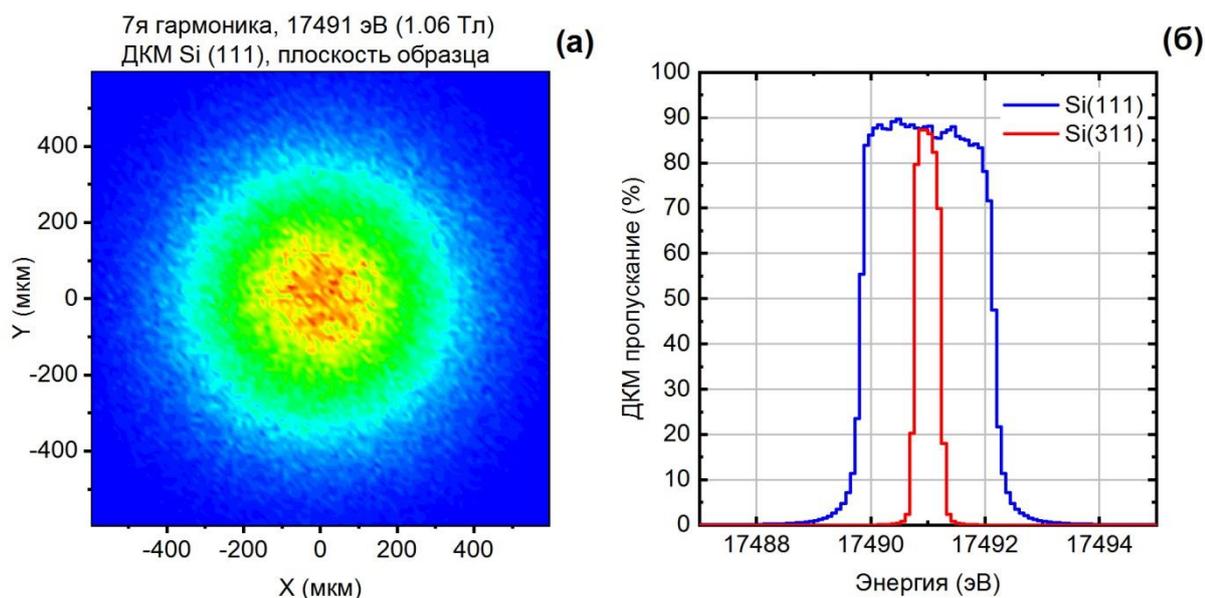


Рисунок 21. Схема расположения оптических элементов для станции 1-2 и координатная система, используемая в данной работе.

Расчетные параметры источника (Гаусс) для энергии 6182 эВ (3-я гармоника, поле 1.25 Тл) составляют: размер – 38.9 мкм (горизонтальный) и 6.7 мкм (вертикальный), и расходимость – 9.8 мкрад (горизонтальный) и 7.9 мкрад (вертикальный). Плотность потока фотонов для этой энергии с учетом поглощения в алмазных окнах через щели на входе в оптический хатч (щели белого пучка на 26 м,  $1 \times 1 \text{ мм}^2$ ) составляет  $6.1 \times 10^{14}$  фот/с/0.1 % эн.

шир. Те же параметры для энергии 30914 эВ (15-я гармоника, поле 1.25 Тл) составляют: размер – 38.9 мкм (горизонтальный) и 4.9 мкм (вертикальный), и расходимость – 5.0 мкрад (горизонтальный) и 7.8 мкрад (вертикальный). Плотность потока фотонов на входе в оптический хатч –  $2.7 \times 10^{13}$  фот/с/0.1 % эн. шир.

Двухкристальный монохроматор с фиксированным выходом расположен на 40 м от источника и оснащен двумя сменными парами кристаллов кремния Si (111) или Si (311). На **Рисунок 22** показано распределение интенсивности в точке расположения образца для секции «Дифрактометрия высокого разрешения», кроме этого представлен энергетический спектр излучения, прошедшего через монохроматор (энергия 17491 эВ, 7-я гармоника, поле 1.06 Тл, источник  $\sigma_x \times \sigma_y = 38.9 \times 4.9$  мкм<sup>2</sup> и  $\sigma_x \times \sigma_y = 7.2 \times 7.3$  мкрад<sup>2</sup>) для обоих наборов кристаллов при дополнительной коллимации пучка набором бериллиевых линз (см. ниже). Энергетический разброс после монохроматора составляет для Si (111) –  $17491 \pm 0.7$  эВ ( $\Delta E_{FWHM}/E = 1.3 \times 10^{-4}$ ) и для Si (311) –  $17491 \pm 0.2$  эВ ( $\Delta E_{FWHM}/E = 2.3 \times 10^{-5}$ ). Отношение потоков прошедших фотонов для них составляет  $I_{311}/I_{111}$  (фот/с) =  $1.1 \times 10^{13}/5.3 \times 10^{13} \approx 0.2$ .



**Рисунок 22.** Распределение интенсивности в точке расположения образца (58 м от источника) для 7 гармоника (17491 эВ, 1.06 Тл) после прохождения двухкристального монохроматора Si(111) – (а); и функция пропускания монохроматора для наборов кристаллов Si(111) и Si(311) – (б).

В режиме высокого разрешения будет использоваться два набора бериллиевых линз: CRL1\_XY\_R500 – 2D параболические линзы коллиматора (31 м) с радиусом кривизны 500 мкм и эффективной апертурой 1.4 мм, CRL2\_XY\_R500 – 2D параболические линзы конденсора (42 м) с теми же характеристиками. Параметры линз для расчета использовались аналогичные коммерчески доступным линзам производства фирмы RXOPTICS GmbH & Co. KG [42].

Точка фокусировки для секции «Дифрактометрия высокого разрешения» будет располагаться на расстоянии 58 м от источника излучения. Для регистрации дифракционной картины планируется использовать специализированный многоканальный прецизионный дифрактометр, аналогичный представленному на канале I11 (Diamond Light Source) производства фирмы Newport [39]. Дифрактометр оборудован пятью секциями, включающими по 9 каналов регистрации каждая с кристаллами-анализаторами и полупроводниковыми или сцинтилляционными детекторами, всего 45 каналов регистрации дифрагированного излучения.

В предлагаемой оптической конфигурации инструментальное угловое разрешение дифрактометра, т.е. вклад, вносимый источником излучения, монохроматором и кристаллами-анализаторами в ширину дифракционной линии, с хорошей точностью можно оценить из формулы:

$$\Delta 2\theta_{FWHM} = \left\{ \Psi^2 (2m - m' - 1)^2 + \frac{1}{2} (m' - 2m)^2 \Delta_M^2 + \Delta_A^2 \right\}^{1/2}, \quad (1)$$

где  $\Psi$  – вертикальная расходимость пучка;  $m = \tan\theta / \tan\theta_M$ ,  $m' = \tan\theta_A / \tan\theta_M$ ;  $\theta_M, \theta_A$  – углы Брэгга монохроматора и анализатора;  $\Delta_M$  и  $\Delta_A$  – ширины кривых качания кристаллов монохроматора и анализатора, соответственно [43]. В случае одинаковых кристаллов монохроматора и анализатора ( $m' = 1$ ) формула упрощается:

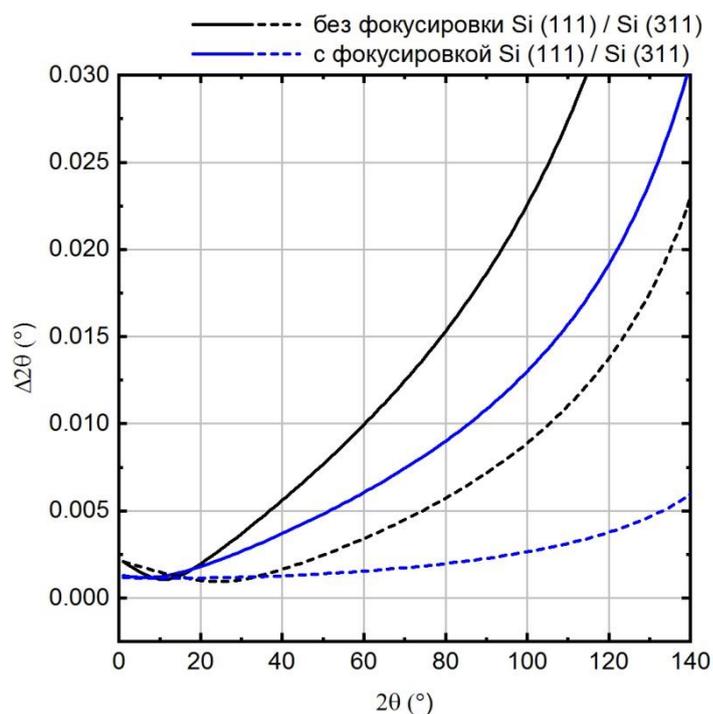
$$\Delta 2\theta_{FWHM} = \left\{ \Psi^2 [2(m - 1)]^2 + \frac{1}{2} (1 - 2m)^2 \Delta_M^2 + \Delta_A^2 \right\}^{1/2}. \quad (2)$$

При использовании фокусирующей оптики в случае полной коллимации входящего пучка и фокусировки после монохроматора в исходный размер формула изменится на [44]:

$$\Delta 2\theta_{FWHM} = \left\{ \Delta_{F,eff}^2 + (1 - 2m)^2 (\Delta_M^2/2 + \Delta_C^2) + \Delta_A^2 \right\}^{1/2}, \quad (3)$$

где  $\Delta_C$  и  $\Delta_{F,eff}$  – размер расходимости пучка после коллиматора и фокусирующих линз соответственно. Инструментальная функция для обоих случаев посчитанная для энергии излучения 17491 эВ (7-я гармоника, поле 1.06 Тл, источник  $\sigma_x \times \sigma_y = 38.9 \times 4.9$  мкм<sup>2</sup> и  $\sigma_x \times \sigma_y = 7.2 \times 7.3$  мкрад<sup>2</sup>, кристалл-анализатор Si (111)) представлена на **Рисунок 23**.

Согласно формуле (3), при использовании 7-й гармоники ондулятора с энергией 17.5 кэВ, и одинаковых кристаллов монохроматора и анализатора, в области кварцевого триплета (20~30°) инструментальный вклад в ширину дифракционной линии составит  $\Delta 2\theta \sim 0.0026^\circ$  для Si (111) и  $\Delta 2\theta \sim 0.0010^\circ$  для Si (311). Соответствующее разрешение по межплоскостным расстояниям  $\Delta d/d \sim 1.7 \cdot 10^{-4}$  и  $\Delta d/d \sim 6.4 \cdot 10^{-5}$ . В **Таблица 2** приведены характеристики пучка для различных вариантов фокусировки для кристаллов монохроматора Si (111) / Si (311) в схеме с высоким разрешением.



**Рисунок 23.** Теоретические кривые инструментальной функции основной секции режима высокого разрешения для энергии 17.5 кэВ при использовании кристаллов Si (111) и Si (311). Кристалл-анализатор Si (111). Синий – для схемы с фокусировкой, черный – без фокусировки.

**Таблица 2.** Параметры излучения в плоскости расположения образца (58м) для различных вариантов фокусировки в режиме высокого разрешения.

Типы и количество линз, CRL1_XY_R500, CRL2_XY_R500	Размер пятна излучения, FWHM2, мкм2	Полный поток, фот/с, (% от исходного пучка)	Плотность потока, фот/с/мм2	Разрешение на 30° (Q = 4.6Å <sup>-1</sup> ), FWHM, °
7, 14 (максимальный фокус)	45×11 Si (111) 45×11 Si (311)	1.8×10 <sup>13</sup> (79%) 8.5×10 <sup>12</sup> (78%)	3.6×10 <sup>16</sup> 1.9×10 <sup>16</sup>	0.0027 0.0012
7, 10	132×132 Si (111) 147×141 Si (311)	4.3×10 <sup>13</sup> (82%) 8.9×10 <sup>12</sup> (81%)	2.5×10 <sup>15</sup> 4.3×10 <sup>14</sup>	0.0026 0.0011
7, 0	498×511 Si (111) 483×498 Si (311)	4.9×10 <sup>13</sup> (92%) 1.0×10 <sup>13</sup> (90%)	1.9×10 <sup>14</sup> 4.2×10 <sup>13</sup>	0.0026 0.0005
0, 0	963×979 Si (111) 960×953 Si (311)	5.3×10 <sup>13</sup> (100%) 1.1×10 <sup>13</sup> (100%)	5.6×10 <sup>13</sup> 1.2×10 <sup>13</sup>	0.0037 0.0006

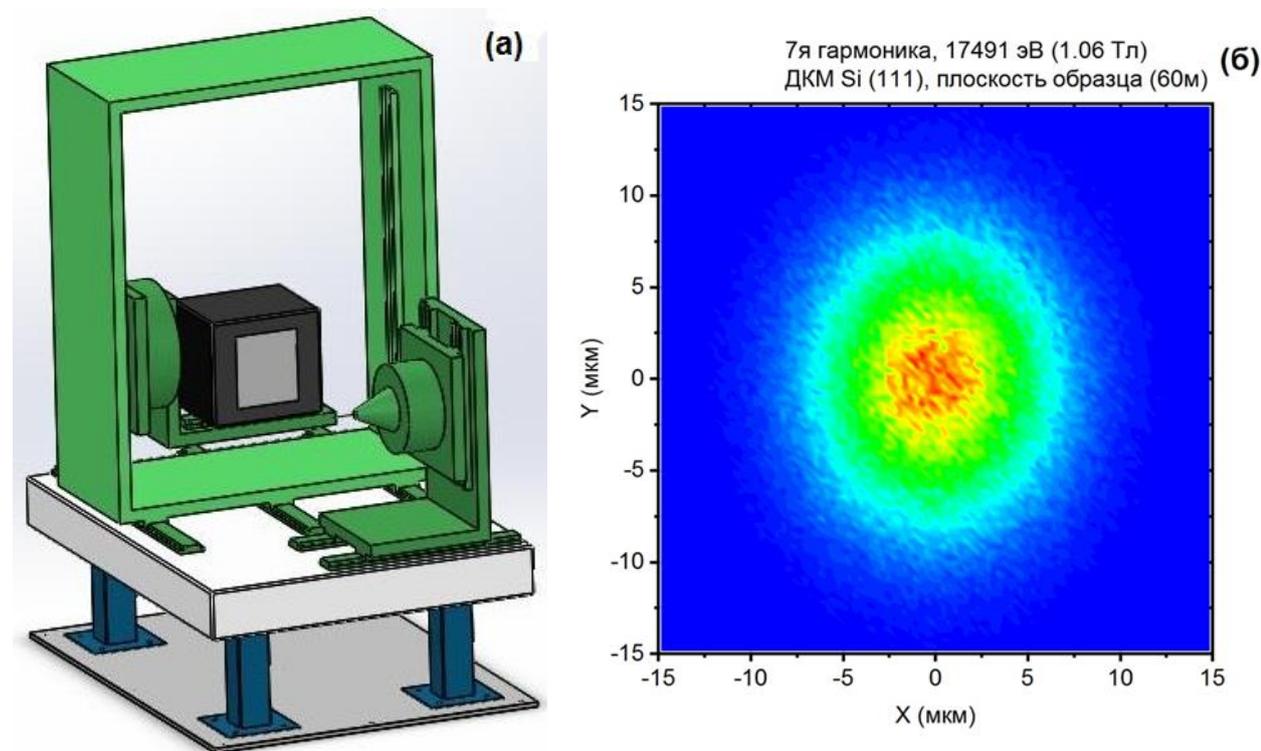
Основным направлением работы секции «**Дифрактометрия высокого разрешения**» будет получение экспериментальных рентгенограмм поликристаллических материалов с высокими угловым разрешением и низким соотношением «сигнал-шум» в широком интервале углов дифракции за времена порядка нескольких минут при комнатной температуре и атмосферном давлении. В большинстве случаев образцы будут помещаться в тонкостенные кварцевые капилляры, и смена образцов будет осуществляться в автоматическом режиме. При необходимости капилляр с образцом может быть нагрет или охлажден потоком воздуха или азота в диапазоне температур от 77 К до ~1300 К. Дополнительным режимом работы предусмотрены измерения аномального рассеяния с медленной перестройкой энергии вставного устройства.

Секция «*In Situ* PCA» располагается сразу за секцией «**Дифрактометрия высокого разрешения**» (точка расположения образца 60 м от источника). Секция будет решать задачи как дифрактометрии монокристаллов, включая эксперименты с высокой фокусировкой, так и задачи по *in situ / operando* дифракции порошков и сплавов. Для экспериментов с микронным фокусом предполагается использование дополнительного трансфокатора, располагающегося непосредственно перед дифрактометром секции (CRL3\_XY\_R50 – 2D параболические линзы (59 м) с радиусом кривизны 50 мкм и эффективной апертурой 0.4 мм). В **Таблица 3** приведены характеристики пучка (параметры пучка аналогично расчету для секции «**Дифрактометрия высокого разрешения**», выше) для различных вариантов фокусировки при использовании кристаллов монохроматора Si (111) в схеме с максимальным фокусом (см. также **Рисунок 24, б**).

**Таблица 3.** Параметры излучения в плоскости расположения образца (60 м) для различных вариантов фокусировки в режиме максимального фокуса для энергии 17491 эВ и кристаллов монохроматора Si (111).

Типы и количество линз, CRL1_XY_R500, CRL2_XY_R500, CRL3_XY_R50,	Размер пятна излучения, FWHM <sup>2</sup> , мкм <sup>2</sup>	Полный поток, фот/с, (% от исходного пучка)	Плотность потока, фот/с/мм <sup>2</sup>	Расходимость на образце, FWHM <sup>2</sup> , мкрад <sup>2</sup>
7, 10, 75 (максимальный фокус)	3×0.5	2.7×10 <sup>13</sup> (51%)	1.8×10 <sup>19</sup>	341×343
7, 10, 50	11×10	3.1×10 <sup>13</sup> (58%)	2.8×10 <sup>17</sup>	263×253
7, 10, 10	52×47	4.0×10 <sup>13</sup> (75%)	1.6×10 <sup>16</sup>	125×120
7, 10, 0	108×103	4.3×10 <sup>13</sup> (82%)	3.9×10 <sup>15</sup>	22×20
7, 0, 0	489×513	4.9×10 <sup>13</sup> (92%)	2.0×10 <sup>14</sup>	3×1
0, 0, 0	999×1013	5.3×10 <sup>13</sup> (100%)	5.2×10 <sup>13</sup>	16×17

В качестве системы позиционирования предполагается использовать дифрактометр, аналогичный установленному на станции BM01A ESRF [45] (**Рисунок 24, а**). Для регистрации дифракционной картины будет использоваться двухкоординатный детектор гибридного счета фотонов типа Dectris PILATUS 3X CdTe 2M[46]. CdTe сенсор детектора обладает высокой квантовой эффективностью (не менее 80%) во всем диапазоне рабочих энергий секции. Детектор обладает достаточно высокой скоростью счета до  $10^7$  фот/с на пиксель, частотой записи кадров до 250 Гц и значительной областью детектирования в  $253.7 \times 288.8$  мм<sup>2</sup>. Недостатком, однако, является довольно большой размер пикселя в  $172 \times 172$  мкм<sup>2</sup>, поэтому окончательный выбор системы детектирования будет сделан позднее.

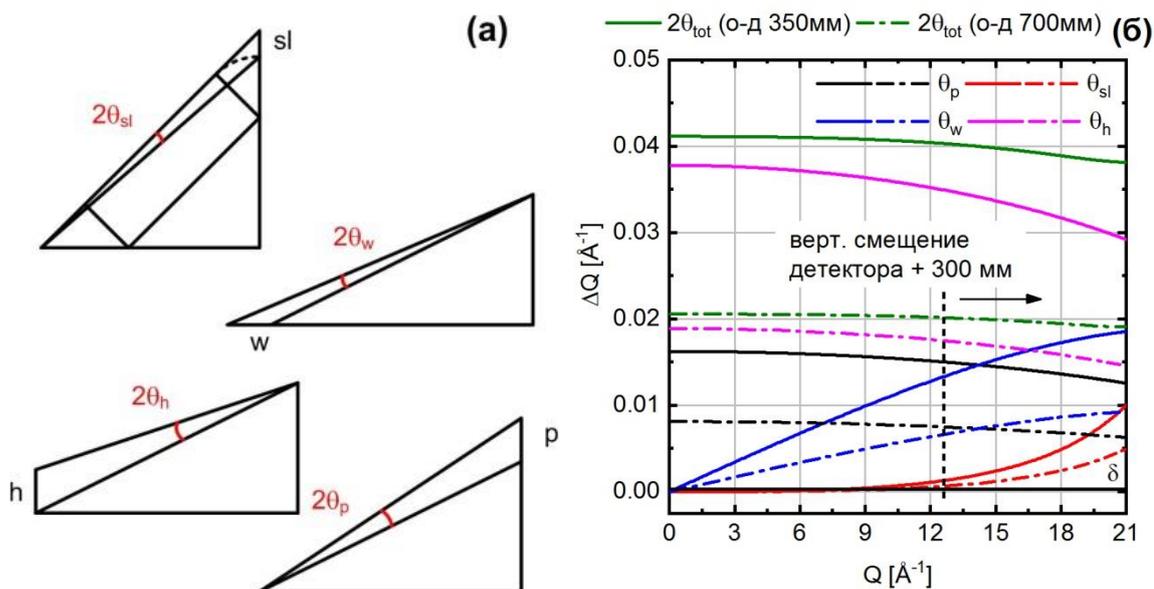


**Рисунок 24.** Схематичное изображение гониометра секции «*In Situ PCA*», аналогичного установленному на линии BM01A ESRF [45] – (а). Распределение интенсивности в точке расположения образца (60 м от источника) для 7 гармоника (17491 эВ, 1.06 Тл, монохроматор Si(111)) после фокусировки – (б).

В схеме эксперимента с двухкоординатным детектором, исходя из простых геометрических соображений (см. **Рисунок 25, а**), вклад в уширение рефлексов и точность определения их положения будут вносить следующие поправки: размер пикселя детектора –  $2\theta_p$ , поправка, связанная с не ортогональным расположением детектора по отношению к рассеянному излучению –  $2\theta_{sl}$ , диаметр капилляра –  $2\theta_w$ , размер пучка –  $2\theta_h$ , расходимость рассеянного излучения –  $\delta$ . Соответственно, свертка всех этих вкладов для профиля Гаусса дает следующее выражение для общей поправки:

$$\Delta 2\theta_{tot} = (2\theta_p^2 + 2\theta_{sl}^2 + 2\theta_w^2 + 2\theta_h^2 + \delta^2)^{0.5}. \quad (4)$$

**Рисунок 25, б** показывает оценки вкладов в уширение рефлексов по формуле (4) для расстояния образец-детектор 350 и 700 мм, размера пикселя детектора 172 мкм, для пучка высотой 0.4 мм (с незначительной расходимостью в 3 мкрад) и капилляра диаметром 0.4 мм. Увеличение расстояния существенно улучшает разрешение, однако для захвата аналогичного диапазона векторов рассеяния необходимо смещать детектор по вертикали. Максимально достижимое разрешение в данном режиме съемки при использовании слабо расходящегося пучка составит для расстояния 700 мм (со смещением детектора)  $\Delta d/d \approx 6 \cdot 10^{-4}$  и для 350 мм –  $\Delta d/d \approx 1.3 \cdot 10^{-3}$ .



**Рисунок 25.** Оценка различных вкладов в уширение рефлексов исходя из простых геометрических соображений, для плоского двухкоординатного детектора – (а). Отдельные вклады в уширение рефлексов и общая свертка (Гаусс) во всем диапазоне векторов рассеяния для заданной геометрии: расстояние образец-детектор 350 и 700 мм, диаметр капилляра 0.4 мм, размер пучка 0.4 мм, размер детектора 289 мм, размер пикселя детектора 0.172 мм – (б).

Использование такого набора оптики позволит исследовать широкий спектр монокристаллических образцов – как микрокристаллы, так и кристаллы «стандартных размеров», а также проводить картирование образца, например, при исследовании кристаллов-включений или исследовании нескольких кристаллов, помещенных в одну камеру – например, ячейку с алмазными наковальнями. Для съемки монокристаллических образцов планируется использование  $\kappa$ -гониометра для обеспечения сбора полной сферы рефлексов в обратном пространстве.

Использование такой системы позиционирования позволит достичь максимальных углов по  $2\theta$  порядка  $80^\circ$ . При энергии излучения 17.5 кэВ ( $\lambda = 0.7088 \text{ \AA}$ ) такие углы соответствуют минимально достижимым значениям межплоскостных расстояний  $d = 0.36 \text{ \AA}$  ( $\sin\theta/\lambda = 1.39 \text{ \AA}^{-1}$ ). Таким образом, подобная конфигурация позволит проводить исследования, направленные на установление распределения электронной плотности в кристаллах. Благодаря такой конструкции, при большинстве структурных исследований со стандартным

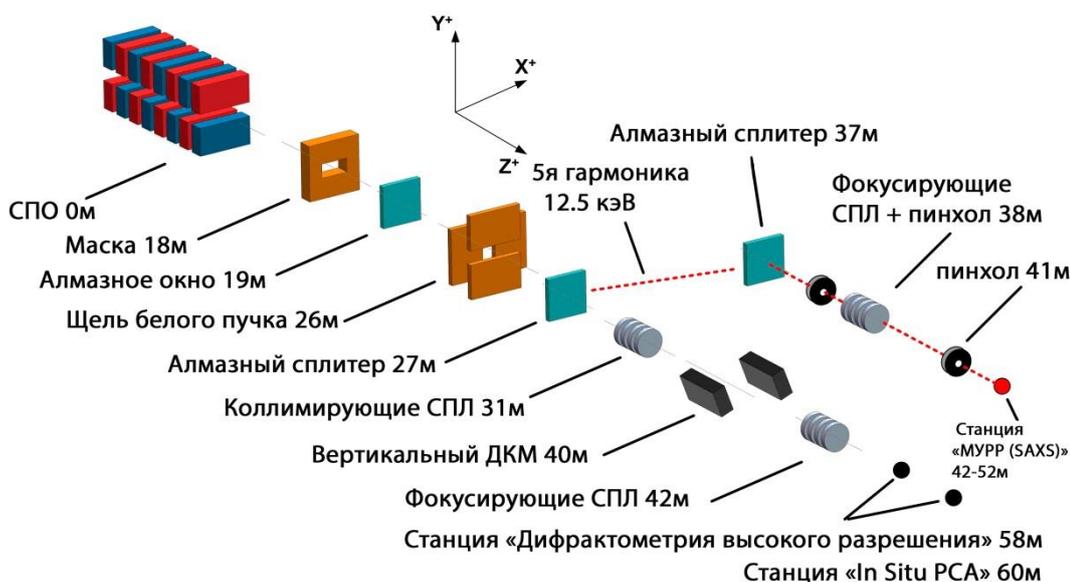
разрешением, необходимым для локализации атомов ( $d = 0.8 \text{ \AA}$ ), поворот или смещение детектора в ходе эксперимента не потребуются, что позволит значительно увеличить скорость сбора данных.

Для проведения *in situ / operando* исследований планируется использование дополнительного оборудования. Для контроля температуры образца будут использоваться потоковые гелиевые и азотные криостаты (например, Oxford Cryosystems Cryostream 800[47] и Agilent Helijet[48]). Использование таких криостатов позволит варьировать температуру образца в пределах 80-400 К и 15-90 К соответственно. Для исследования структур кристаллов при повышенных температурах (до 1000 К) планируется использование трубчатых потоковых нагревателей (например, FMB Oxford Gas Blower[49]). При исследованиях в условиях высоких давлений, а также при исследовании превращений в кристаллах планируется использование КР спектрометра, который позволит записывать колебательные спектры для образца *in situ* непосредственно на дифрактометре, не снимая образец с гониометрической головки. Возможность выбора жесткой энергии (более 20 кэВ) позволит проводить эксперименты в закрытых ячейках (алмазных наковальнях, температурных камерах, реакторах и пр.), а также получать дифракционные картины для сильнопоглощающих образцов. Для работы с газовыми реакторами планируется система подачи газовой смеси и масс-спектрометр для контроля газовой фазы. Для визуального отбора монокристаллов будут использованы современные оптические (в т.ч. поляризационные) микроскопы. Исследования *in situ* будут также проводиться при различных внешних физических воздействиях (ИК, видимое и УФ излучение, магнитное и электрическое поле, давление, нагрев). Также планируется использование уникальных ячеек собственной разработки, например, для исследований топливных элементов в процессе работы или каталитических процессов.

## 4.2 Планы по разработке секции «Малоугловое рентгеновское рассеяние (SAXS)»

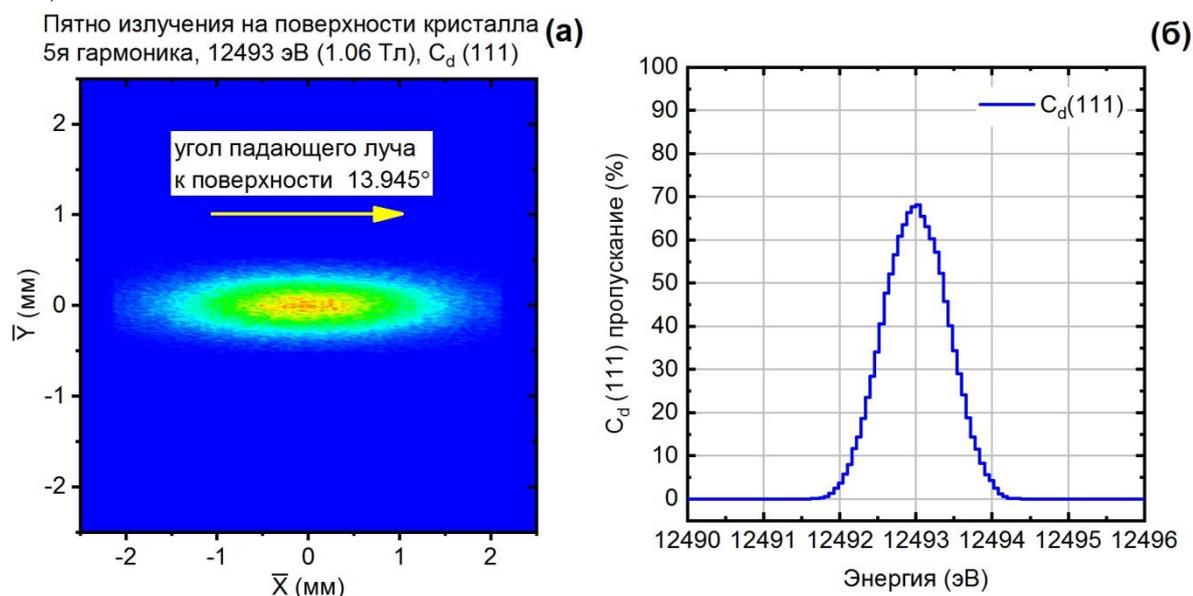
Эффективное использование спектра вставного устройства предполагает возможность одновременного проведения на станции нескольких экспериментов путем распределения компонентов спектра СИ между различными секциями станции с помощью рентгеновской оптики. Данный подход был впервые реализован на станции TROIKA источника СИ ESRF [50] за счёт использования двух «полупрозрачных» алмазных монохроматоров, отражающих излучение с фиксированными длинами волн в две боковые секции станции и пропускающих оставшуюся часть спектра вставного устройства на третью секцию, установленную на прямом пучке. В настоящее время подобная схема функционирует, например, на станции MASSIF [51] того же источника СИ. В большинстве дифракционных методов исследования не требуется сканирования по энергии, поэтому на многих источниках синхротронного излучения соответствующие станции используют излучение с фиксированной энергией. В качестве дальнейшего развития станции 1-2 мы предполагаем создание секции «Малоугловое рентгеновское рассеяние (SAXS)» на отдельной оптической линии с помощью использования алмазных сплиттеров.

Оптическая схема секции 1-2-2 «Малоугловое рентгеновское рассеяние (SAXS)» представлена на **Рисунок 26**. Пучок, используемый на секции 1-2-2, отводится алмазным монохроматором-сплиттером  $\text{C}_d(111)$  (27 м от источника, 5-я гармоника, 12493 кэВ, поле 1.06 Тл), расположенным сразу после щелей для белого пучка (26 м) на выходе с фронтенда. Расчетные параметры источника излучения (Гаусс) для 5-й, рабочей гармоники данной секции составляют: размер – 39 мкм (горизонтальный) и 4.9 мкм (вертикальный), и расходимость – 8.1 мкрад (горизонтальная) и 7.4 мкрад (вертикальная). Плотность потока фотонов для этой энергии через щели на входе в оптический хатч составляет  $4.9 \times 10^{14}$  фот/с/0.1 % эн. шир.



**Рисунок 26.** Схема расположения оптических элементов для станции 1-2 и координатная система, используемая в данной работе. Красной веткой показана монохроматическая линия секции «Малоугловое рентгеновское рассеяние (SAXS)».

Потери в интенсивности, связанные с поглощением в монохроматоре (для кристалла толщиной 100 мкм), для прошедшего спектра эквивалентны прохождению 0.4 мм алмаза, т.е увеличат потери прошедшего излучения чуть более чем в 2 раза. **Рисунок 27** показывает распределение интенсивности на поверхности первого кристалла алмаза и энергетический спектр отраженной компоненты. Энергетический разброс после монохроматора составляет  $12493.0 \pm 0.4$  эВ ( $\Delta E_{FWHM}/E = 7.7 \times 10^{-5}$ ). Потери на границах кристалла (рабочая область кристалла алмаза была принята за  $5 \times 5$  мм<sup>2</sup>, исходя из максимально коммерчески доступного возможного размера бездефектной области) менее 1% от входящей интенсивности гармоники.



**Рисунок 27.** Распределение интенсивности на поверхности кристалла алмаза  $C_d(111)$  в отражающем положении (угол поверхности к падающему излучению  $13.945^\circ$ ) – (а); и функция пропускания монохроматора-сплиттера – (б).

После монохроматизации возможно дальнейшее формирование пучка двумя способами, в зависимости от требований эксперимента:

**Режим без фокусировки пучка.** В данном режиме используется исходный расходящийся пучок, который после сплиттера формируется сменной круглой апертурой (41 м), которая ставится перед образцом (42 м). Используется, если нужен большой размер пучка на образце.

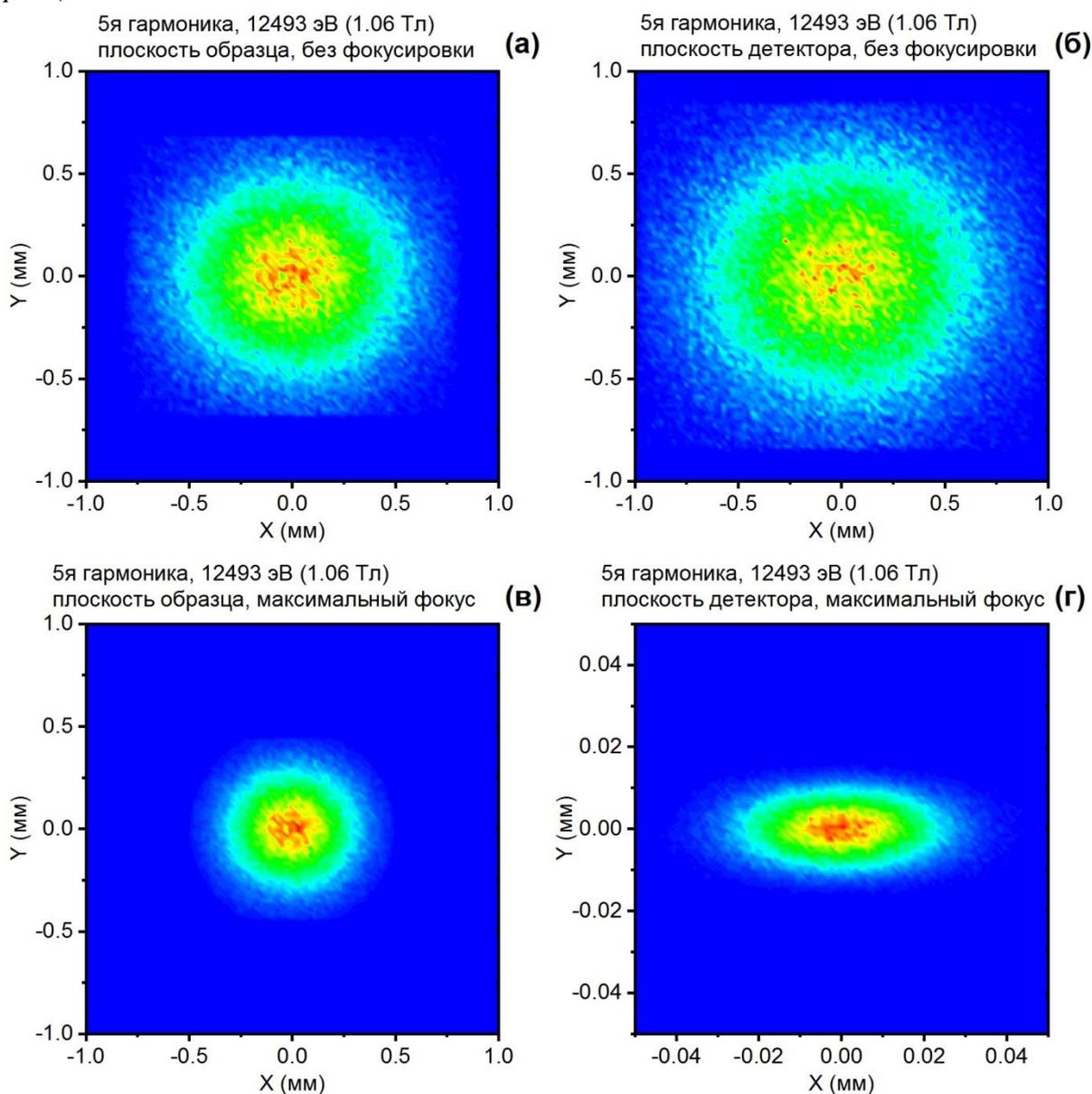
**Режим с фокусировкой пучка на плоскости детектора.** В данном режиме фокусировка пучка осуществляется с помощью бериллиевых линз (аналогичные CRL1\_XY\_R500, см. ранее), расположенных сразу за сплиттером (39 м от источника). Фокусировка при этом осуществляется на плоскости детектора (52 м) для достижения минимального угла по  $2\theta$ . Этот режим позволит получать малоугловые спектры максимальной интенсивности с  $Q$  вплоть до  $10^{-4} \text{ \AA}^{-1}$ . Использование CRL-трансфокатора с фокусировкой на детекторе позволит уменьшить потери интенсивности на коллимирующих щелях и получить минимально возможный угол по  $2\theta$ . Расчетные параметры пучка излучения в плоскости расположения образца (42 м) для апертур разного размера представлены в **Таблица 4**.

**Таблица 4** Параметры излучения в плоскости расположения образца для различных апертур.

Схема с фокусировкой					
Диаметр апертуры линз, мм	Диаметр коллимирующей апертуры, мм	Размер пятна излучения на образце, FWHM <sup>2</sup> , мкм <sup>2</sup>	Размер пятна излучения на детекторе (beamstop, мм), FWHM <sup>2</sup> , мкм <sup>2</sup>	Полный поток, фот/с, (% от открытого пучка)	$Q_{\min} = 4\pi \sin(\theta_{\min})/\lambda, \text{ \AA}^{-1}$
0.35	0.12	88×79	29×4 (0.3)	$1.9 \times 10^{12}$ (3%)	$1.0 \times 10^{-4}$
0.7	0.22	172×159	29×6 (0.6)	$6.5 \times 10^{12}$ (11%)	$3.7 \times 10^{-4}$
1.4	0.43	295×272	32×9 (1.2)	$1.9 \times 10^{13}$ (32%)	$7.3 \times 10^{-4}$

Распределение интенсивности в области расположения образца для схемы без фокусировки с полностью открытыми щелями и для схемы с максимальной фокусировкой показаны на **Рисунок 28**. Максимальный и минимальный размеры пучка в плоскости образца при этом составляют  $0.78 \times 0.70 \text{ мм}^2$  и  $0.44 \times 0.40 \text{ мм}^2$  (FWHM<sup>2</sup>), в плоскости детектора –  $0.98 \times 0.86 \text{ мм}^2$  и  $0.049 \times 0.040 \text{ мм}^2$ . Полный поток фотонов на образце составляет  $5.9 \times 10^{13}$  фот/с и  $4.5 \times 10^{13}$  фот/с, соответственно.

В данном расчете использовались 12 линз CRL\_XZ\_R500, а также сменная апертура, расположенная сразу за линзами. Коллимирующая апертура (41 м) располагалась перед образцом и ее размеры определялись исходя из формулы  $A_G = L_{AA}/L_{SA} \cdot A_S + L_{AD}/(L_{AA} + L_{AD}) \cdot A_{CRL}$  (см. **Рисунок 29**). При этом минимально возможный угол регистрации по  $2\theta$  будет определяться формулой  $\theta_{\min} = 1/2 L_{AD} \cdot [(L_{AA} + L_{AD})/L_{SA} \cdot A_S + L_{AD}/L_{AA} \cdot 2A_{CRL} + d_{\text{pixel}}]$ , где  $d_{\text{pixel}}$  – размер пикселя детектора. А угловое разрешение  $\Delta\theta \approx F_{CRL}/L_{SA} \cdot d/L_D$ , где  $d$  – размер пятна излучения на детекторе. Однако, эти формулы не учитывают эффекты когерентности, которые имеют большое влияние для малых апертур и будут уточнены позднее. Максимум диапазона векторов рассеяния ( $Q_{\max}$ ) будет определяться размером рабочей области детектора и для Eiger2 S 4M [52] ( $155.1 \times 162.2 \text{ мм}^2$ ) на 10 м будет составлять  $0.20 \text{ \AA}^{-1}$ .

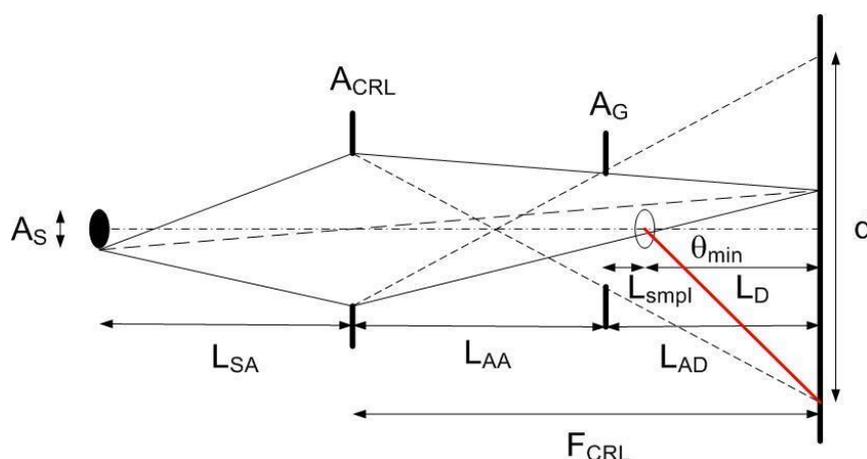


**Рисунок 28.** Распределение интенсивности в плоскости расположения образца (42м) и детектора (52м), соответственно, в схеме без фокусировки – (а), (б); и с фокусировкой – (в), (г).

В качестве дифрактометра на станции предполагается использовать аналогичный по параметрам серийному модулю Xeuss 3.0 (длина 10 метров[53]). Дифрактометр будет оборудован двумя детекторами, расположенными на разном расстоянии от образца для одновременной регистрации SAXS (аналог Eiger2 X 4M) и WAXS (аналог PILATUS3 X 100K-M). Кроме этого предполагаются следующие возможности:

- откачка воздуха в камере образца до форвакуума;
- роботизированный автосэмплер для автоматической подачи жидких образцов в капилляр и промывки капилляра после съемок;
- для твердых образцов будет предусмотрена специальная кассета, позволяющая загружать сразу до двух десятков образцов для непрерывной съемки;

- специальная кювета для вязких и пастообразных образцов;
- приставка GISAXS, позволяющая анализировать пленки;
- приставка, позволяющая изучать растяжение образцов с нагревом и охлаждением;
- приставка USAXS для анализа образцов, содержащих очень крупные частицы;
- при необходимости будет предусмотрен монтаж в камеру реакционной приставки, позволяющей проводить эксперименты с нагревом образцов и подачей газов для проведения экспериментов в условиях реакции.



**Рисунок 29.** Схема фокусировки пучка на детекторе (плоскость справа).  $A_{CRL}$  – апертура линз,  $A_G$  – апертура коллимирующей щели,  $A_S$  – размер источника,  $F_{CRL}$  – фокусное расстояние для линз,  $L_{SA}$ ,  $L_{AA}$ ,  $L_{AD}$  – соответствующие расстояния.

## Заключение

В данной статье представлены научные задачи, техническое описание и планы развития экспериментальной станции 1-2 «Структурная диагностика» источника синхротронного излучения поколения 4+ ЦКП «СКИФ». Станция 1-2 «Структурная диагностика» станет мощным инструментом для исследования различных материалов (от поликристаллических, включая монокристаллы, до аморфных) комплексом дифракционных методов. Оборудование станции позволит проводить эксперименты в условиях повышенных или криогенных температур, исследовать кинетику протекающих процессов, отслеживать структурные характеристики и морфологию частиц. Использование ондулятора и бериллиевой оптики позволит получать пучки малой расходимости с высоким фотонным потоком, что в свою очередь позволит получать высокое угловое и временное разрешение. В настоящий момент финализируется дизайн станции и начинается техническая разработка, ввод станции в эксплуатацию назначен на 2024 г.

## Список цитируемой литературы

[1] Brunelli M, Wright JP, Vaughan GBM, Mora AJ, Fitch AN. Solving Larger Molecular Crystal Structures from Powder Diffraction Data by Exploiting Anisotropic Thermal Expansion.

Angewandte Chemie International Edition (2003) 42, 2029-32.  
<https://doi.org/10.1002/anie.200250607>.

[2] Gramm F, Baerlocher C, McCusker LB, Warrender SJ, Wright PA, Han B, et al. Complex zeolite structure solved by combining powder diffraction and electron microscopy. *Nature* (2006) 444, 79-81. 10.1038/nature05200.

[3] Momma K, Izumi F. VESTA 3 for three-dimensional visualization of crystal, volumetric and morphology data. *Journal of Applied Crystallography* (2011) 44, 1272-6. doi:10.1107/S0021889811038970.

[4] Brühne S, Uhrig E, Luther K-D, Assmus W, Brunelli M, Masadeh AS, et al. PDF from X-ray powder diffraction for nanometer-scale atomic structure analysis of quasicrystalline alloys. *Zeitschrift für Kristallographie - Crystalline Materials* (2005) 220, 962-7. doi:10.1524/zkri.2005.220.11\_2005.962.

[5] Hodeau J-L, Bordet P, Anne M, Prat A, Fitch A, Dooryhee E, et al. Nine-crystal multianalyzer stage for high-resolution powder diffraction between 6 keV and 40 keV: SPIE; 1998.

[6] Joubert J-M, Cerny R, Latroche M, Percheron-Guegan A, Yvon K. Site Occupancies in the Battery Electrode Material  $\text{LaNi}_{3.55}\text{Mn}_{0.4}\text{Al}_{0.3}\text{Co}_{0.75}$  as Determined by Multiwavelength Synchrotron Powder Diffraction. *Journal of Applied Crystallography* (1998) 31, 327-32. doi:10.1107/S0021889897010911.

[7] <https://fuelcellindustryreview.com/archive/TheFuelCellIndustryReview2019.pdf>.

[8] Sierra JX, Poulsen HF, Jørgensen PS, Detlefs C, Cook P, Simons H, et al. In-operando observation of microstructural evolution in a solid oxide cell electrolyte operating at high polarization. *Journal of Power Sources* (2019) 413, 351-9. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2018.12.057>.

[9] Pietsch P, Hess M, Ludwig W, Eller J, Wood V. Combining operando synchrotron X-ray tomographic microscopy and scanning X-ray diffraction to study lithium ion batteries. *Scientific Reports* (2016) 6, 27994. 10.1038/srep27994.

[10] Bulavchenko OA, Afonassenko TN, Osipov AR, Pochtar' AA, Saraev AA, Vinokurov ZS, et al. The Formation of Mn-Ce Oxide Catalysts for CO Oxidation by Oxalate Route: The Role of Manganese Content. *Nanomaterials* (2021) 11. 10.3390/nano11040988.

[11] Kaichev VV, Vinokurov ZS, Saraev AA. Self-sustained oscillations in oxidation of methane over palladium: the nature of “low-active” and “highly active” states. *Catalysis Science & Technology* (2021) 11, 4392-7. 10.1039/d1cy00132a.

[12] Tsai H, Nie W, Blancon J-C, Stoumpos CC, Asadpour R, Harutyunyan B, et al. High-efficiency two-dimensional Ruddlesden–Popper perovskite solar cells. *Nature* (2016) 536, 312-6. 10.1038/nature18306.

[13] Shugurov VV, Koval NN, Krysina OV, Prokopenko NA. QUINTA equipment for ion-plasma modification of materials and products surface and vacuum arc plasma-assisted deposition of

coatings. *Journal of Physics: Conference Series* (2019) 1393, 012131. 10.1088/1742-6596/1393/1/012131.

[14] Devyatkov VN, Ivanov YF, Krysina OV, Koval NN, Petrikova EA, Shugurov VV. Equipment and processes of vacuum electron-ion plasma surface engineering. *Vacuum* (2017) 143, 464-72. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2017.04.016>.

[15] Krysina OV, Koval NN, Kovalsky SS, Shugurov VV, Lopatin IV, Prokopenko NA, et al. Low-inertia method of control over nitrogen concentration in the PVD nitride coatings by non-self-sustained arc discharge with thermionic and hollow cathodes. *Vacuum* (2021) 187, 110123. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2021.110123>.

[16] Коваль НН, Гончаренко ИМ, Крысина ОВ, Колубаева ЮА, Кошкин КА, Иванов ЮФ. Структура и свойства нанокристаллических покрытий Ti-Si-N, синтезированных в вакууме электродуговым методом. (2007).

[17] Крысина О, Коваль Н, Шмаков А, Винокуров З. Рентгеноструктурные in situ исследования покрытий на основе нитрида титана при высокотемпературном окислении на воздухе. Поверхность Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования (2016), 77-82.

[18] Krysina OV, Ivanov YF, Goncharenko IM, Lobach MI, Pribytkov GA, Andreeva IA, et al. SSYNTHESIS OF NANOSTRUCTURED NITRIDE COATINGS BY VACUUM ARC EVAPORATION OF SINTERED Ti&minus;Al CATHODES. (2013) 17, 153-60. 10.1615/HighTempMatProc.2015013754.

[19] Ivanov YF, Koval NN, Krysina OV, Baumbach T, Doyle S, Slobodsky T, et al. Superhard nanocrystalline Ti-Cu-N coatings deposited by vacuum arc evaporation of a sintered cathode. *Surface and Coatings Technology* (2012) 207, 430-4. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.07.037>.

[20] Krysina OV, Ivanov YF, Prokopenko NA, Shugurov VV, Petrikova EA, Denisova YA, et al. Influence of Nb addition on the structure, composition and properties of single-layered ZrN-based coatings obtained by vacuum-arc deposition method. *Surface and Coatings Technology* (2020) 387, 125555. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125555>.

[21] Krysina OV, Prokopenko NA, Ivanov YF, Tolkachev OS, Shugurov VV, Petrikova EA. Multi-layered gradient (Zr,Nb)N coatings deposited by the vacuum-arc method. *Surface and Coatings Technology* (2020) 393, 125759. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125759>

[22] Krysina O, Ivanov YF, Koval N, Prokopenko N, Shugurov V, Petrikova E, et al. Composition, structure and properties of Mo-N coatings formed by the method of vacuum-arc plasma-assisted deposition. *Surface and Coatings Technology* (2021) 416, 127153.

[23] Boldyreva EV, Sowa H, Ahsbahs H, Goryainov SV, Chernyshev VV, Dmitriev VP, et al. Pressure-induced phase transitions in organic molecular crystals: a combination of x-ray single-crystal and powder diffraction, raman and IR-spectroscopy. *Journal of Physics: Conference Series* (2008) 121, 022023. 10.1088/1742-6596/121/2/022023

[24] Chizhik S, Sidelnikov A, Zakharov B, Naumov P, Boldyreva E. Quantification of photoinduced bending of dynamic molecular crystals: from macroscopic strain to kinetic constants and activation energies. *Chemical Science* (2018) 9, 2319-35. 10.1039/c7sc04863g

[25] Naumov P, Chizhik S, Panda MK, Nath NK, Boldyreva E. Mechanically Responsive Molecular Crystals. *Chemical Reviews* (2015) 115, 12440-90. 10.1021/acs.chemrev.5b00398

[26] Wildner M, Zakharov BA, Bogdanov NE, Talla D, Boldyreva EV, Miletich R. Crystallography relevant to Mars and Galilean icy moons: crystal behavior of kieserite-type monohydrate sulfates at extraterrestrial conditions down to 15 K. *IUCrJ* (2022) 9. doi:10.1107/S2052252521012720

[27] Zakharov BA, Miletich R, Bogdanov NE, Boldyreva EV. N<sub>2</sub>-O<sub>2</sub> icing in single-crystal in-house X-ray diffraction experiments using an open-flow helium cryostat. *Journal of Applied Crystallography* (2021) 54, 1271-5. doi:10.1107/S1600576721006440

[28] Larichev YV, Tuzikov FV. Advances in small-angle X-ray scattering for the study of supported catalysts. *Journal of Applied Crystallography* (2013) 46, 752-7. doi:10.1107/S0021889813009023

[29] Larichev YV. Application masking liquid technique for SAXS study of natural bio-nanocomposites. *Journal of Physics: Conference Series* (2017) 848, 012025. 10.1088/1742-6596/848/1/012025

[30] Meng L, Xu J, Chen X, Tian N, Lin Y, Cui K, et al. Constrained and free uniaxial stretching induced crystallization of polyethylene film: A comparative study. *Polymer Testing* (2014) 36, 110-8. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2014.04.002>

[31] Landman J, Ouhajji S, Prévost S, Narayanan T, Groenewold J, Philipse Albert P, et al. Inward growth by nucleation: Multiscale self-assembly of ordered membranes. *Science Advances* (2018) 4, eaat1817. 10.1126/sciadv.aat1817

[32] Schwartzkopf M, Santoro G, Brett CJ, Rothkirch A, Polonskyi O, Hinz A, et al. Real-Time Monitoring of Morphology and Optical Properties during Sputter Deposition for Tailoring Metal–Polymer Interfaces. *ACS Applied Materials & Interfaces* (2015) 7, 13547-56. 10.1021/acsami.5b02901

[33] Perakis F, Amann-Winkel K, Lehmkuhler F, Sprung M, Mariedahl D, Sellberg JA, et al. Diffusive dynamics during the high-to-low density transition in amorphous ice. *Proceedings of the National Academy of Sciences* (2017) 114, 8193-8. 10.1073/pnas.1705303114

[34] <https://x-spectrum.de/products/lambda/>

[35] Tanaka T. Universal representation of undulator phase errors. *Physical Review Accelerators and Beams* (2018) 21, 110704. 10.1103/PhysRevAccelBeams.21.110704

[36] Rebuffi L, Sanchez del Rio M. ShadowOui: a new visual environment for X-ray optics and synchrotron beamline simulations. *Journal of synchrotron radiation* (2016) 23, 1357-67. doi:10.1107/S1600577516013837

[37] Flot D, Mairs T, Giraud T, Guijarro M, Lesourd M, Rey V, et al. The ID23-2 structural biology microfocus beamline at the ESRF. *Journal of synchrotron radiation* (2010) 17, 107-18. doi:10.1107/S0909049509041168

- [38] Materlik G, Rayment T, Stuart DI. Diamond Light Source: status and perspectives. *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* (2015) 373, 20130161. doi:10.1098/rsta.2013.0161
- [39] Thompson SP, Parker JE, Potter J, Hill TP, Birt A, Cobb TM, et al. Beamline I11 at Diamond: A new instrument for high resolution powder diffraction. *Review of Scientific Instruments* (2009) 80, 075107. 10.1063/1.3167217
- [40] Dippel A-C, Liermann H-P, Delitz JT, Walter P, Schulte-Schrepping H, Seeck OH, et al. Beamline P02.1 at PETRA III for high-resolution and high-energy powder diffraction. *Journal of synchrotron radiation* (2015) 22, 675-87. doi:10.1107/S1600577515002222
- [41] <https://www.maxiv.lu.se/accelerators-beamlines/beamlines/danmax/>,
- [42] <https://www.rxoptics.de/>
- [43] Sabine T. A powder diffractometer for a synchrotron source. *Journal of Applied Crystallography* (1987) 20, 173-8. doi:10.1107/S0021889887086886
- [44] Gozzo F, De Caro L, Giannini C, Guagliardi A, Schmitt B, Prodi A. The instrumental resolution function of synchrotron radiation powder diffractometers in the presence of focusing optics. *Journal of Applied Crystallography* (2006) 39, 347-57. doi:10.1107/S0021889806009319
- [45] Dyadkin V, Pattison P, Dmitriev V, Chernyshov D. A new multipurpose diffractometer PILATUS@SNBL. *Journal of synchrotron radiation* (2016) 23, 825-9. doi:10.1107/S1600577516002411
- [46] <https://www.dectris.com/detectors/x-ray-detectors/pilatus3/pilatus3-for-synchrotrons/pilatus3-x-cdte/>
- [47] <https://www.oxcryo.com/product/cryostream-800>
- [48] [https://www.agilent.com/cs/library/usermanuals/public/Helijet\\_User\\_Manual.pdf](https://www.agilent.com/cs/library/usermanuals/public/Helijet_User_Manual.pdf)
- [49] <https://fmb-oxford.com/products/detectors-diagnostics/gas-blower/>
- [50] Grübel G, Als-Nielsen J, Freund A, K. The TROIKA beamline at ESRF. *J Phys IV France* (1994) 04, C9-27-C9-34.
- [51] Wakatsuki S, Belrhali H, Mitchell EP, Burmeister WP, McSweeney SM, Kahn R, et al. ID14 'Quadriga', a Beamline for Protein Crystallography at the ESRF. *Journal of synchrotron radiation* (1998) 5, 215-21. doi:10.1107/S0909049597018785
- [52] <https://www.dectris.com/products/eiger2/eiger2-s-for-synchrotron/eiger2-s-4m/>
- [53] <https://www.xenocs.com/saxs-products/saxs-equipment-xeuss/#overview>

## Концептуальный проект станции 1-3 "Быстропротекающие процессы"

И.А. Рубцов<sup>1</sup>, Э.Р. Прууэл<sup>2</sup>, К.А. Тен<sup>2</sup>, А.О. Кашкаров<sup>2</sup>, А.С. Аракчеев<sup>1,3</sup>, К.В. Золотарев<sup>1</sup>,  
Я.В. Зубавичус<sup>1</sup>, А.Ю. Коновалова<sup>1</sup>, К.Э. Купер<sup>1</sup>, А.А. Студенников<sup>1</sup>, С.Р. Казанцев<sup>3</sup>,  
Л.И. Шехтман<sup>3</sup>, Н.И. Разумов<sup>4</sup>, Б.П. Толочко<sup>4</sup>, Ю.В. Хомяков<sup>5</sup>, А.Ю. Гармашев<sup>6</sup>,  
Д.В. Петров<sup>6</sup>, Е.Б. Смирнов<sup>6</sup>, А.Л. Михайлов<sup>7</sup>, И.А. Спиринов<sup>7</sup>, В.Б. Титова<sup>7</sup>, А.Е. Курепин<sup>8</sup>

<sup>1</sup> ЦКП "СКИФ", Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Никольский пр., 1, 630559,  
Кольцово

<sup>2</sup> Институт гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО РАН, Лаврентьева пр., 15, 630090,  
Новосибирск

<sup>3</sup> Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, Лаврентьева пр., 11, 630090,  
Новосибирск

<sup>4</sup> Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Кутателадзе ул., 18, 630128,  
Новосибирск

<sup>5</sup> Новосибирский государственный университет, Пирогова ул., 2, 630090, Новосибирск

<sup>6</sup> Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский Федеральный Ядерный  
Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики имени  
академика Е.И. Забабахина» Васильева ул., 13, 456770, Снежинск

<sup>7</sup> Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский Федеральный Ядерный  
Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики»  
Мира пр., 37, 607188, Саров

<sup>8</sup> АО «Государственный научно-исследовательский институт машиностроения  
им. В.В. Бахирева», Свердлова пр., 11А, 606002, Дзержинск

Автор для переписки: [i.a.rubtsov@srf-skif.ru](mailto:i.a.rubtsov@srf-skif.ru)

*Аннотация.* Работа посвящена концепции экспериментальной станции по исследованию  
быстропротекающих процессов (распространения ударных и детонационных волн,  
взаимодействию плазмы с веществом и т.п.) на новом источнике синхротронного излучения  
ЦКП «СКИФ».

*Ключевые слова:* синхротронное излучение, новая экспериментальная станция, новые  
исследовательские методики, плазма, микротрещины, взрывчатые вещества, детонация,  
характеристики детонационного течения, ударные волны.

## **Оглавление**

Введение .....	116
1. Научные задачи экспериментальной станции .....	116
1.1 Секция 1-3-1 «Динамические процессы» .....	116
1.2 Секция 1-3-2 «Плазма» .....	117
2. Экспериментальные методики реализуемые на станции .....	118
2.1 Скоростная радиография плотности .....	120
2.2 Скоростная фазоконтрастная радиография .....	120
2.3 Малоугловое рентгеновское рассеяние с высоким временным разрешением .....	120
2.4 Дифракция с высоким временным разрешением .....	121
3. Вставное устройство станции.....	123
3.1 Специальные режимы работы ускорительного комплекса .....	124
4. Системы регистрации.....	126
5. Оптическая схема Станции.....	128
6. Станции-аналоги.....	129
Заключение .....	130
Список цитируемой литературы .....	130

## **Введение**

Экспериментальная станция исследования быстропротекающих процессов состоит из двух секций, работающих последовательно: «Динамические процессы» и «Плазма».

Основная задача станции – исследование быстропротекающих процессов с характерными масштабами изменения процесса от пикосекунд до миллисекунд. Исследование таких процессов с использованием синхротронного излучения в мире начали в г. Новосибирске, объединением усилий трех институтов СО РАН: института гидродинамики им. М.А. Лаврентьева, института ядерной физики им. Г.И. Будкера и института химии твердого тела и механохимии [1-4].

В последние годы в мире направление исследования быстропротекающих процессов с помощью синхротронного излучения начало активно развиваться: Англия, Франция и Германия проводили исследования по изучению ударных волн, генерируемых пушками и/или лазерами, также за эти годы очень активно начали развиваться методики для таких исследований [5-10]. А станция в США на сегодняшний день по многим параметрам является мировым лидером по исследованию быстропротекающих процессов с использованием синхротронного излучения [11-12].

Таким образом, разработка новой экспериментальной станции и совершенствование методик исследования быстропротекающих процессов с использованием синхротронного излучения в Российской Федерации необходимо для поддержания лидирующих позиций в этой области исследований [13-14].

## **1. Научные задачи экспериментальной станции**

### **1.1 Секция 1-3-1 «Динамические процессы»**

Исследования секции 1-3-1 «Динамические процессы» направлены на исследования процессов, происходящих в условиях взрыва и импульсных ударных нагрузок. Основные направления работ на секции – исследование поведения вещества при интенсивных динамических воздействиях в условиях взрыва и импульсного лазерного излучения, в том числе изучение:

- структуры ударного и детонационного фронтов; фазовых переходов при сжатии; протекания химических реакций и динамического формирования наноструктур;
- скоростного деформирования и разрушения материалов, элементов конструкций.

Особенностью секции является исследование быстрых процессов с характерными скоростями движения объектов до 20 км/с и временем экспозиции порядка 100 пс и менее.

Будет реализовано совмещение методов синхротронной диагностики с традиционными методиками регистрации быстропротекающих процессов (электроконтактные, лазерные, радиоволновые и прочие) с одновременной регистрацией экспериментальной информации. Данная возможность позволяет изучать одновременно один и тот же процесс с разных сторон, а также калибровать различные приборы и методики, например, PDV интерферометры [15-17].

Детальное понимание механики и химии взрывных и ударно-волновых процессов позволит решить ряд проблем в области безопасности эксплуатации и эффективности работы устройств и технологий, использующих энергию взрыва, в том числе гарантирует безопасность и работоспособности специальных зарядов.

Вышеперечисленные методы исследования будут применены не только для разрешения во времени течений в эпицентре процесса, но и определения сопряженных структурных изменений в элементах конструкции.

Бесконкурентным преимуществом станции является возможность регистрации малоуглового рентгеновского рассеяния в одnobанчевом режиме с субмикросекундной экспозицией в масштабных полях течений во взрывной камере с максимальным весом зарядов взрывчатых веществ (ВВ) 2 кг в тэ, что позволит наблюдать процессы в реальных, практически используемых масштабах, а также исследовать масштабный эффект в динамических процессах.

На основе полученных экспериментальных данных будет проводиться реконструкция микро- и макроскопических свойств энергетических материалов, которая позволит решить фундаментальную задачу разработки уравнений состояния энергетических материалов, получить практические знания о распространении ударных и детонационных волн в веществе с учётом формы изделий и масштабных эффектов, а также разработать и развить инновационные методы исследования сверхбыстрых процессов [13].

Другой бесконкурентной задачей является регистрация процесса пыления с поверхностей ударно-нагруженных материалов, экстремально малые массы и при этом имеющие экспериментально значимое влияние, вылетающие с этих поверхностей возможно регистрировать только в мягком спектре излучения (порядка 20 кэВ) [18].

Современные и перспективные экспериментальные станции других мировых центров синхротронного излучения с возможностью проведения экспериментов с субмикросекундным разрешением чаще всего направлены на исследование процессов в микромасштабах, например, лазерно-индуцированные ударные волны и химические реакции в ограниченных объёмах и, как правило, не допускают возможности масштабирования до более близких к реально используемым размерам полей течений. Подходы, реализуемые в рамках секции 1-3-1 Динамические процессы, напротив, позволяют использовать традиционные способы создания протяжённых ударно-волновых течений, пневматических и легкогазовых пушек, метание ударников взрывом зарядов ВВ, при этом техническое задание на измерительную аппаратуру и требования к пучку позволяют в перспективе регистрировать быстропротекающие процессы и на микромасштабах.

Научные задачи направления секции соответствуют Стратегии научно-технологического развития Российской Федерации.

## **1.2 Секция 1-3-2 «Плазма»**

Работа секции 1-3-2 «Плазма» будет направлена на исследование воздействия на материалы мощного импульсного нагрева, приводящего к деформации, возникновению

механических напряжений и механическому разрушению материалов. Данная задача возникла из моделирования условий на диверторных пластинах термоядерного реактора [19]. При развитии программы по созданию установок для реализации управляемого термоядерного синтеза с целью получения энергии в течение нескольких десятилетий экспоненциально росли параметры удерживаемой и нагреваемой плазмы. Это привело к тому, что в следующем поколении термоядерных установок мощность потока плазмы на стенки вакуумной камеры возрастёт настолько, что основным механизмом эрозии станет механическое разрушение из-за импульсных нагревов при выбросах плазмы на материал и транспорт материала в расплавленном виде при аварийных событиях. Механическое разрушение вольфрама как перспективного материала для диверторных пластин активно изучалось на специализированных стендах с различными методами симуляции импульсного нагрева. При этом основные проблемы исследования механического разрушения при импульсном нагреве заключаются в диагностике происходящих в материале явлений. Основным диагностическим методом механического разрушения вольфрама была микроскопия поверхности облучённого образца для определения наличия трещин. Появляющиеся динамические диагностики часто измеряют только характеристики, косвенно связанные с изучаемым явлением: шероховатость, количество распылённого материала, излучение поверхности и так далее. Поэтому разработка методик, позволяющих измерять деформации и механические напряжения в материале непосредственно во время мощного импульсного нагрева, позволит получить новые данные о механизмах разрушения материалов при экстремальных нагрузках. Исходя из моделируемых условий, для разрабатываемой диагностики ставится задача измерения деформаций и напряжений в материале с временным разрешением не хуже 10 мкс.

Несмотря на то, что задача исследования воздействия на материалы мощного импульсного нагрева возникла из моделирования условий на диверторных пластинах термоядерного реактора, область применения разрабатываемой диагностики значительно шире. Решение предлагаемой задачи важно для понимания фундаментальных механизмов механического разрушения и прикладного использования в целях моделирования разнообразных импульсных воздействий на материалы.

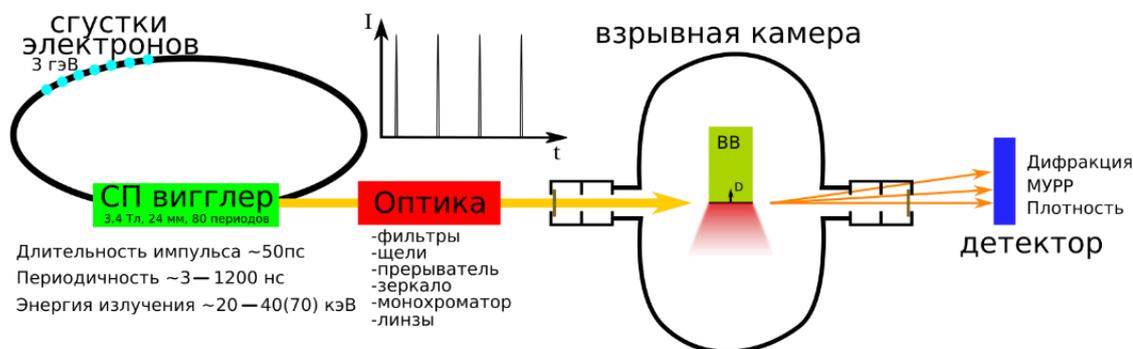
Научные задачи направления секции соответствуют Стратегии научно-технологического развития Российской Федерации.

## **2. Экспериментальные методики реализуемые на станции**

На секции 1-3-1 «Динамические процессы» предполагается реализовать две основные методики для регистрации быстропротекающих процессов: скоростная рентгенография и малоугловое рентгеновское рассеяние (МУРР) с высоким временным разрешением. Обе методики были успешно опробованы и систематически применяются для исследования на станциях «Субмикросекундная диагностика» и «Экстремальное состояние вещества» в ИЯФ СО РАН, где используется СИ из накопителей ВЭПП-3 и ВЭПП-4 [3, 4, 20, 21]; а также американскими коллегами в Dynamic Compression Sector на Advanced Photon Source [11, 12, 22]. Кроме этого, предполагается дальнейшее развитие методик и использование фазово-контрастной рентгенографии, дифракции и рентгеноабсорбционной спектроскопии в

регистрации быстропротекающих процессов. Основной проектной задачей является одновременное совмещение нескольких методик регистрации: предполагается совмещать методики СИ с пьезодатчиками, лазерными интерферометрическими методиками, методами микроволновой диагностики, оптической съемкой и другими методиками регистрации быстропротекающих процессов [20, 21].

Общая схема эксперимента представлена на **Рисунке 1**. При прохождении СИ через исследуемый объект исследования часть излучения поглощается самим веществом. Проходящий без отклонения луч имеет наибольшую интенсивность и несет информацию о плотности вещества. Лучи, дифрагируемые (отклоняемые) на малый угол, несут информацию о флуктуации плотности в веществе, их интенсивность уже на несколько порядков ниже. И, наконец, третий тип лучей – дифрагированное рассеяние на большие углы – имеет еще более низкую интенсивность и несет информацию о параметрах периодических структур в веществе, прежде всего о межатомном расстоянии.



**Рисунок 1.** Схема постановки экспериментов по использованию СИ для исследования быстропротекающих процессов на секции 1-3-1.

Основные методики, которые позволят решить поставленные научные задачи – это динамические методики, обладающие высоким временным разрешением: скоростная радиография (абсорбционная, фазоконтрастная), малоугловое рентгеновское рассеяние с высоким временным разрешением, дифракция с высоким временным разрешением.

Комплексный подход к исследованию энергетического материала заключается в его всестороннем изучении, последовательном применении всех методик с использованием СИ и их совмещением с другими методами регистрации. Это позволяет получить всю информацию об исследуемом объекте, построить уравнение состояния и использовать его для дальнейших расчётов [20-21].

При исследовании конструкционных и других инертных материалов на сегодняшний день крайне актуальна задача пыления ударно нагруженных материалов. Как оказалось, комплексный подход с использованием всех методик СИ, пьезодатчиков и PDV системы позволил значительно продвинуться в этих исследованиях [15-17].

## 2.1 Скоростная радиография плотности

На секции 1-3-1 предполагается исследовать распределение плотности при детонации цилиндрических зарядов исследуемого ВВ диаметром до 10 см. Схема постановки эксперимента подробно описаны в [2-4, 20, 21]. Угол расходимости пучка СИ определяется фиксированной маской внутри фронтенда и составляет  $1.8 \cdot 0.1$  мрад, таким образом пучок СИ имеет протяженную ширину (~10 см) и узкую высоту (~1 см). Исследуемый образец (заряд ВВ) можно просвечивать как вдоль распространения детонационной волны, так и поперек. При регистрации излучения вдоль распространения волны, можно определить ее скорость. А при регистрации поперек распространения волны. В случае цилиндрической симметрии можно поставить задачу однокурсной томографии и восстановить все параметры детонационного течения [4].

## 2.2 Скоростная фазоконтрастная радиография

Преимуществом нового источника по сравнению с существующими будет разработка и использование методики фазо-контрастной радиографии для исследования быстропротекающих процессов. Подобные эксперименты уже были реализованы американцами на APS [23]. Фазо-контрастная радиография гораздо более эффективна для визуализации материалов с низкой плотностью и атомными номерами, чем традиционная рентгенография. Она основана на пространственном изменении фазы когерентного или полукogerентного рентгеновского излучения и его интерференции, а не на их поглощении [24]. Данный метод более чувствителен к внутренним границам через интерференционные эффекты и может использоваться с интенсивными полихроматическими пучками синхротронного излучения, которые позволяют отображать высокоскоростную деформацию в пикосекундных временных масштабах.

Необходимость использования подобного метода диктуется тем, что зачастую исследуются объекты очень близкой плотности, и обычная радиография на просвет не позволяет определить детальную структуру материала. Этот метод позволит «подсвечивать» границы близких по плотности материалов, например, это могут быть границы зерен ВВ, различные волокна или разнообразные включения в заряд. Кроме этого, градиент плотности будет давать и сам фронт ударной/детонационной волны.

Одна из постановок может быть следующая: в исследуемый объект внедряется полимерный шарик близкой плотности, и по процессу его деформации в результате воздействия ударной волны могут быть определены все параметры течения.

## 2.3 Малоугловое рентгеновское рассеяние с высоким временным разрешением

На станции 1-3 «Быстропротекающие процессы» предполагается реализация метода малоуглового рентгеновского рассеяния с рекордным временным (10 нс) и пространственным (50 мкм) разрешением. Кроме этого, следует отметить, что измерение МУРР является единственным способом определения размеров неоднородностей плотности в диапазоне от 2 нм до 2 мкм. Подробно это методика описана в [2-4, 20, 21, 25, 26]. Это не обязательно

являются углеродные частицы, образованные при взрыве заряда ВВ, но и любые другие неоднородности плотности.

Использование нового источника позволит:

- Проводить регистрацию в монохроматическом СИ;
- Уменьшить минимальный угол измерения;
- Получить распределение наночастиц по размерам в широком диапазоне.

## 2.4 Дифракция с высоким временным разрешением

Схема дифракции и характерная динамика дифрактограммы приведены на **Рисунках 2 и 3**. Подробно методика описана в [27]. Диагностика имеет три основные особенности, необходимые для исследования и воздействия импульсной тепловой нагрузки на материалы:

- Измерения параметров деформации внутри материала;
- Динамические измерения с временным разрешением порядка 10 мкс;
- Измерения с пространственным разрешением по глубине под поверхностью.

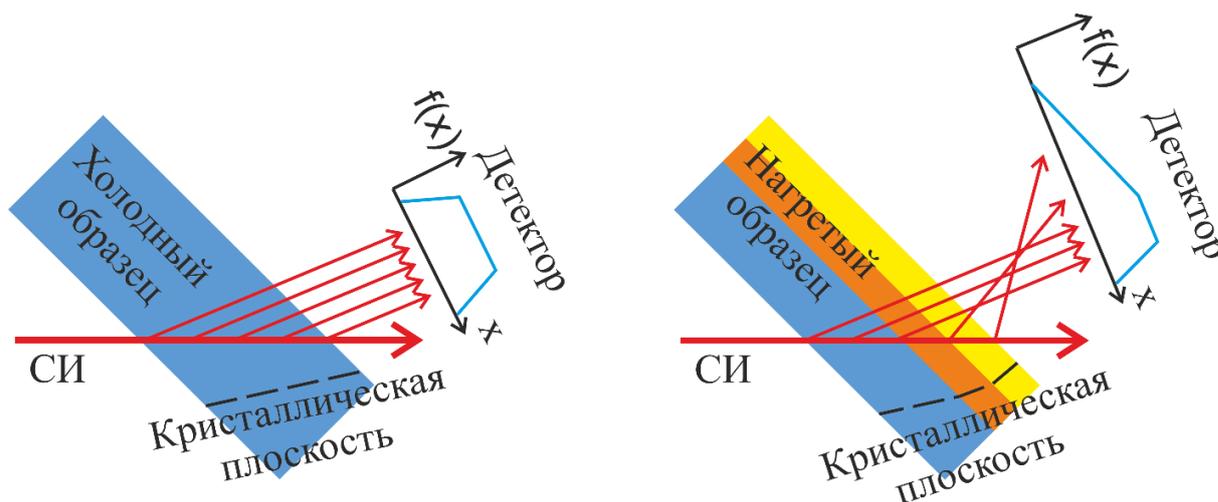
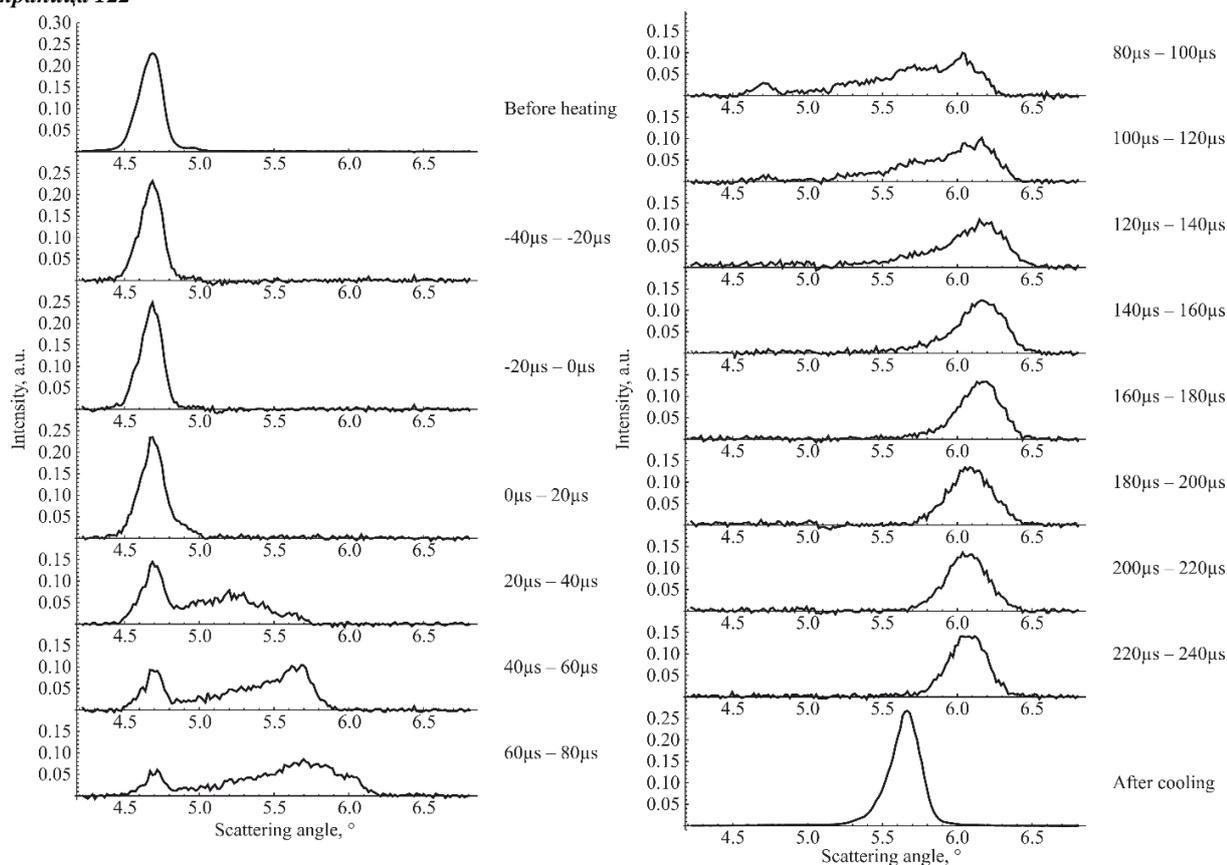


Рисунок 2. Схема дифракции на образце при импульсном нагреве.



**Рисунок 3.** Измеренная динамика дифрактограмм при импульсном нагреве.

Из-за того, что при мощном импульсном облучении происходит значительное изменение угла дифракции, для успешного применения этой секции требуется синхротронное излучение с широким спектром. Кроме того, для просвечивания образцов требуется большая средняя по времени интенсивность синхротронного излучения с энергией около 69 кэВ (К-край поглощения вольфрама).

Существенным ограничением реализованной диагностики является возможность измерений только монокристаллических образцов, что не соответствует реальным техническим условиям. Для перехода на поликристаллические образцы требуется отказаться от измерения распределения по глубине и использовать геометрию дифракции Брэгга. Для этого понадобится монохроматическое синхротронное излучение и одновременное измерение положения нескольких дифракционных пиков, чтобы исключить влияние изменения положения поверхности образца.

Кроме обеспечения параметров исходного синхротронного излучения, для успешной работы секции нужно будет использовать систему импульсного нагрева материалов, обеспечивающую однородное по поверхности и контролируемое по длительности воздействие.

### 3. Вставное устройство станции

В качестве источника синхротронного излучения на Станции 1-3 предполагается использовать сверхпроводящий вигглер. Для перечисленных выше методик требуются пучки излучения в рентгеновском диапазоне с максимальным потоком фотонов на один электронный сгусток. Для решения задач на секции «Динамические процессы» требуется излучение в диапазоне от 20 до 40 кэВ, на секции «Плазма» до 70 кэВ. Излучение из вигглера удовлетворяет всем этим требованиям, излучение ондулятора здесь не удастся использовать, поскольку его высокие гармоники обладают низкой интенсивностью.

В качестве вставного устройство, оптимального для заданной энергии и имеющего широкий пучок для решения задач радиологии был выбран вигглер с периодом 27 мм, магнитным полем 2.8 Тл и количеством периодов – 74. Полная мощность излучения составляет 36 кВт. Спектральная характеристика такого источника и ее сравнение с синхротронным излучением из вигглера на ВЭПП-4 представлены на **Рисунке 4**.

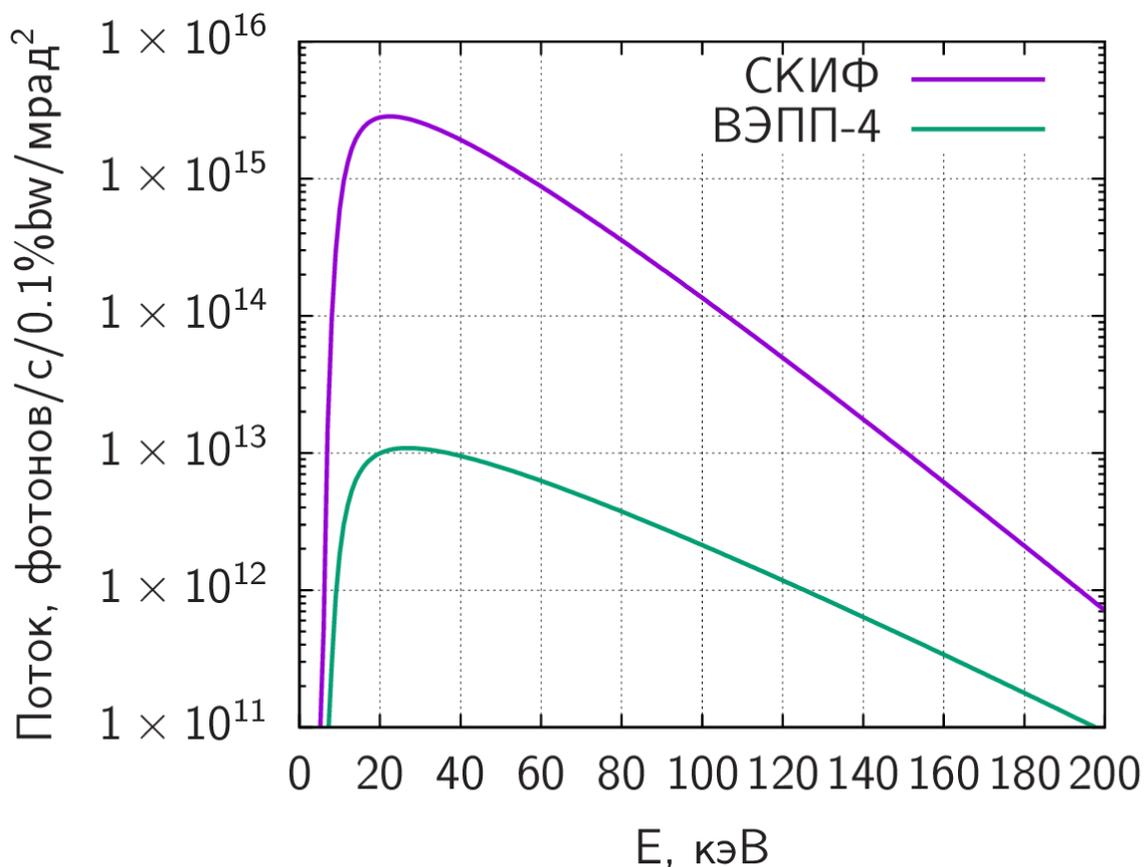


Рисунок 4. Спектральная характеристика источника.

### 3.1 Специальные режимы работы ускорительного комплекса

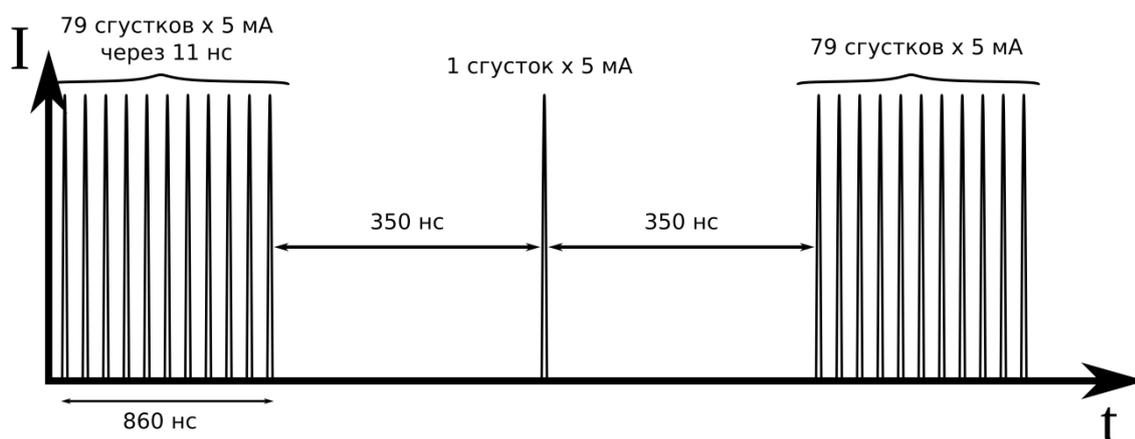
Для реализации основных методик на секции 1-3-1 «Динамические процессы» требуется высокая яркость за одну вспышку СИ, для этого предполагается реализация следующих специальных режимов работы ускорительного комплекса, режимы с равномерным заполнением электронных сгустков по периметру кольца представлены в **Таблице 1**.

**Таблица 1.** Режимы с равномерным заполнением, используемые на станции

№	Кол-во банчей	Время м/у эл. сгустками, нс	Ток в ускорителе, мА
4	12	133	$12 \cdot 5 = 60$
5	32	50	$32 \cdot 5 = 160$
6	70	22,9	$70 \cdot 5 = 350$
7	571	2,9	$571 \cdot 0,7 = 400$

Кроме этого требуются режимы с неравномерным заполнением:

1. 79 банчей через 11 нс, далее пустой промежуток в 350 нс, 1 банч, пустой промежуток в 350 нс. Важен максимальный ток в каждом банче (не менее 5 мА). При токе 5 мА в каждом банче, получается суммарный ток в 400 мА. Предполагается совместное использование данного режима со Станцией 1-1. Требуется очистка паразитных банчей. Временная диаграмма режима представлена на **Рисунке 5**.
2. 3 банча подряд (в каждую сепаратрису, через 2.8 нс), далее промежуток около 55-60 нс, снова 3 банча подряд и т.д. Требуется максимальный ток в каждом банче (не менее 5 мА). При токе 5 мА в каждом банче и 80 банчах в накопителе, получается суммарный ток в 400 мА. Временная диаграмма режима представлена на **Рисунке 6**.



**Рисунок 5.** Временная характеристика импульсов излучения для режима 1.

Предполагается, что детектор интегрирует интенсивность трейна в 3 банча, что позволит увеличить интенсивность в 3 раза по сравнению с использованием режима с одним

сгустком через 50 нс. Используя данный режим, можно исследовать процессы со скоростями менее 8.3 км/с (исходя из разрешения детектора в 50 мкм).

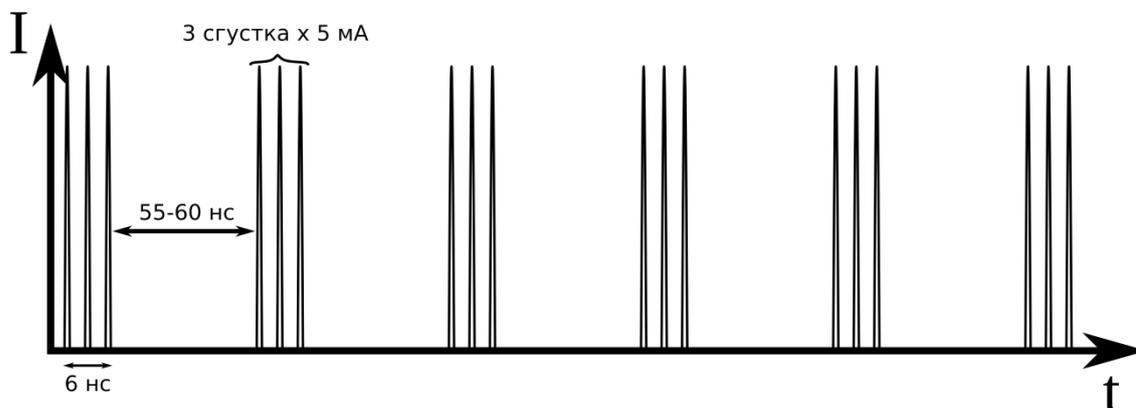


Рисунок 6. Временная характеристика импульсов излучения для режима 2.

- 8 банчей подряд (в каждую сепаратрису, через 2.8 нс), далее промежуток около 150-160 нс, снова 8 банчей подряд и т.д. Требуется максимальный ток в каждой банче (не менее 5 мА). При токе 5 мА в каждой банче, получается суммарный ток в 400 мА. Временная диаграмма режима представлена на **Рисунке 7**.

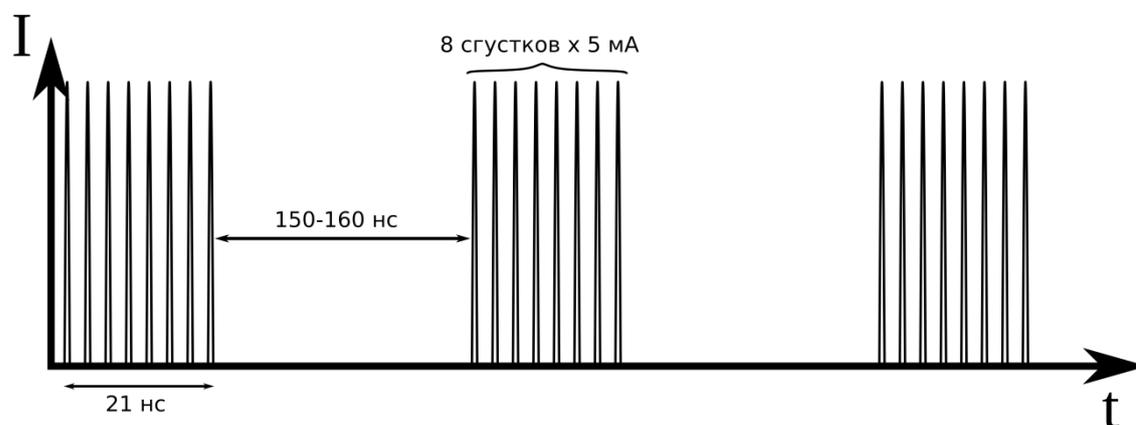


Рисунок 7. Временная характеристика импульсов излучения для режима 3.

Предполагается, что детектор интегрирует интенсивность трейна в 8 банчей, что позволит увеличить интенсивность в 8 раз по сравнению с использованием режима с одним сгустком через 150 нс. Используя данный режим, можно исследовать процессы со скоростями менее 2 км/с (исходя из разрешения детектора в 50 мкм), что достаточно для исследования ударных волн и динамики их развития, а в тяжелых конструкционных материалах, для исследования которых высокая интенсивность представляется крайне актуальной.

## 4. Системы регистрации

Для регистрации СИ в экспериментах на станциях 1-3 будут применяться детекторы серии DIMEX [28-34].

Детектор DIMEX-G представляет собой ионизационную камеру высокого давления с микрополосковым считыванием сигнала от быстрой электронной компоненты ионизации. DIMEX-G позволяет записывать распределение потока рентгеновского излучения по одной координате и изменение этого распределения во времени. В процессе эксперимента детектор записывает последовательность пространственных распределений излучения (кадров) с временем экспозиции каждого кадра до 100 нс минимум и скоростью записи кадров до 10 МГц. Число кадров в одном эксперименте равно 100. Число каналов в детекторе равно 667, шаг каналов 150 мкм, длина чувствительной зоны равна 100 мм. пространственное разрешение DIMEX-G равно 250 мкм (ширина на полувысоте), временное разрешение составляет 50 нс. Максимальный поток рентгеновского излучения со средней энергией 20 кэВ, который может регистрировать детектор в линейном режиме при максимальной скорости записи составляет примерно 2000 зарегистрированных фотонов в канале детектора от одного сгустка электронов в накопителе (в одном кадре). Квантовая эффективность DIMEX-G при энергии фотонов 20 кэВ (DQE) составляет около 40%, поэтому максимальный регистрируемый поток в 2000 фотонов/канал от одного сгустка соответствует потоку 5000 фотонов/канал от одного сгустка, падающему на поверхность детектора. Предполагается, что DIMEX-G будет в основном применяться в динамических экспериментах по малоугловому рассеянию, из-за ограниченного максимального потока. В настоящее время детекторы DIMEX-G с апертурой 50 мм работают на станциях «Субмикросекундная диагностика» и «Экстремальное состояние вещества» на накопителях ВЭПП-3 и ВЭПП-4М в ИЯФ СО РАН. При этом DIMEX-G в различных модификациях успешно работает на ВЭПП-3 уже более 16 лет.

Детектор DIMEX-Si основан на одно-координатном кремниевом микрополосковом сенсоре, расположенном под малым углом к пучку СИ (1.5 – 2 градуса). Такое расположение детектора позволяет получить достаточно высокую квантовую эффективность регистрации фотонов со средней энергией 25 кэВ. Толщина сенсора равна 320 микрон, что при угле наклона 1.5 градуса к пучку дает толщину кремния, которую пересекает пучок, равную 10 мм, при этом DQE составляет примерно 45%. Шаг полосок сенсора равен 50 мкм. Каждая полоска присоединена ко входу специализированной большой интегральной схемы (СБИС), разработанной для этого детектора, которая позволяет регистрировать сигнал от вспышек СИ, соответствующих отдельным сгусткам. При этом максимальный поток фотонов от одного сгустка, регистрируемый в одном канале детектора в линейном режиме, может достигать 100000 фотонов. Скорость записи в СБИС регистрации может достигать 50 МГц. Количество записываемых кадров такое же, как в DIMEX-G – 100. Количество каналов равно 2048, ширина чувствительной зоны 103 мм, пространственное разрешение для фотонов со средней энергией 25 кэВ равно 70 мкм (ширина на полувысоте). DIMEX-Si будет применяться для экспериментов по динамической рентгенографии, поскольку максимальный регистрируемый поток в канале детектора позволяет получить точность измерения на уровне 0.3%.

Детектор DIMEX-Si2D представляет собой модификацию детектора DIMEX-Si с пятью микрополосковыми сенсорами, расположенными один над другим на расстоянии 1 мм под малым углом к пучку СИ. Таким образом, этот детектор позволяет регистрировать двухкоординатное изображение с шагом каналов по вертикали 1 мм и по горизонтали 50 мкм. Все остальные характеристики этого детектора совпадают с DIMEX-Si.

Для экспериментов на станции 1-3 «Плазма» будут применяться детекторы для более медленных исследований: интегрирующий детектор DiffrGaAs и счетный детектор SOCOD в модификациях Si и GaAs.

Детектор DiffrGaAs – однокоординатный детектор, предназначенный для регистрации потоков фотонов от  $10^5$  фотонов/мм<sup>2</sup>с до  $10^9$  фотонов/мм<sup>2</sup>с. Поскольку при максимальных потоках в этом диапазоне в канале детектора с большой вероятностью регистрируется более одного фотона, DiffrGaAs работает в режиме интегрирования сигнала во время экспозиции. Детектор основан на микрополосковом сенсоре из арсенида галлия с шагом полосок 50 мкм. Время экспозиции меняется от 100 нс до 10 мкс, частота записи кадров составляет от 10 МГц до 100 кГц. Максимальное число кадров равно 103. Число каналов равно 2048, ширина чувствительной зоны 102 мм.

Детектор SOCOD – однокоординатный детектор, предназначенный для дифракционных экспериментов с потоками излучения до  $10^7$  фотонов/мм<sup>2</sup>с. Детектор работает в режиме прямого счета фотонов. SOCOD имеет две модификации – с сенсором на основе GaAs и на основе кремния. В обеих модификациях сенсор имеет 2048 полосок с шагом 50 мкм, длину чувствительной зоны 103 мм. Электроника регистрации детектора основана на СБИС, позволяющей распределять регистрируемые фотоны по разным счетчикам в зависимости от энергии. Максимальное число счетчиков с различным порогом по энергии равно четырем. Минимальное время экспозиции кадра – 10 мкс, частота записи кадров до 100 кГц, максимальное число кадров по времени не ограничено. Модификация на основе кремниевого сенсора предназначена для экспериментов при энергии до 30 кэВ, а модификация на основе сенсора из арсенида галлия – для экспериментов с более высокой энергией фотонов.

Другой возможной системой регистрации является использование сцинтиллятора переводящего синхротронное излучение в оптическое, в совокупности с скоростной фотокамерой. Ключевыми параметрами у сцинтилляторов при этом является эффективность преобразования и время затухания. В качестве перспективных материалов сцинтилляторов для изучения быстропротекающих процессов предполагается использовать материалы приведенные в **Таблице 2**.

**Таблица 2.** Характеристики распространенных сцинтилляционных материалов, наиболее пригодных для задач исследования быстропротекающих процессов [35].

Материал	Плотность, г/см <sup>3</sup>	Испускаемая длина волны, нм (максимум в спектре)	Время затухания, нс	Эффективность преобразования
CeBr <sub>3</sub>	5.23	370	18	130
LaCl <sub>3</sub> :Ce(0.9)	3.79	350	70	95-100
NaI(Tl)	3.67	415	230	100
CsI(Na)	4.51	420	630	85
LYSO:Ce	7.20	420	50	70-80
YAP(Ce)	5.55	350	27	35-40
BGO	7.13	480	300	15-20

## 5. Оптическая схема Станции

Все рентгеновские фокусирующие элементы, за исключением дополнительной рентгеновской оптики секций станции, будут расположены внутри оптического хатча, установленного вне кольцевого туннеля ускорителя. Это позволит получить доступ ко всем основным компонентам рентгеновской оптики станции, не влияя на работу накопительного кольца. Оптический хатч обеспечит надлежащее подавление фонового излучения, а также ограничит несанкционированный доступ в радиационно-опасную зону. Излучение, выходящее из оптического хатча, уже может использоваться для запланированных экспериментов, но при необходимости может быть дополнительно подвергнуто коллимации, тонкой фокусировке системой Кирпатрик-Байс, фильтрации либо дополнительной монохроматизации и т.п. дополнительной рентгеновской оптики секций.

Основные оптические элементы, которые предполагается использовать на станции для получения излучения с нужными для эксперимента параметрами: фильтры/окна внутри фронтенда, монитор пучка, фильтр для настройки, прерыватель пучка, щели, комплект зеркал.

Требования к пучку на образце представлены в **Таблицах 3-5**.

**Таблица 3.** Требования к пучку на секции 1-3-1 (внутри основного здания).

Параметр	Значение
Расстояние от точки излучения до образца	~45 м
Размер пучка на образце (радиография)	до 60*6 мм
Размер пучка на образце (МУРР)	~1*1 мм (оптимум между размером и потоком)
Спектральный диапазон	15-40 кэВ

**Таблица 4.** Требование к пучку на секции 1-3-2.

Параметр	Значение
Расстояние от точки излучения до образца	~53 м
Размер пучка на образце	до 20*5 мм
Спектральный диапазон	20 - 75 кэВ

**Таблица 5.** Требование к пучку на секции 1-3-1 (отдельное здание).

Параметр	Значение
Расстояние от точки излучения до образца	~120 м
Размер пучка на образце	до 100*10 мм
Размер пучка на образце (МУРР)	~1*1 мм (оптимум между размером и потоком)
Спектральный диапазон	20 - 70 кэВ

Первым оптическим элементом является блок фильтров, который поглощает все мягкие компоненты синхротронного излучения (до 10-15 кэВ) для уменьшения тепловой нагрузки на последующие вакуумно-плотные окна.

Вторым элементом является быстрый затвор (прерыватель пучка), основная задача которого заключается в открытии пучка на короткое время проведения эксперимента (~ 100 мкс – 20 мс). Кроме того, он позволит снизить тепловую нагрузку на последующие элементы.

Основная задача следующих оптических элементов - сфокусировать пучок на основной секции (120 метров) до размеров канала детектора 0.5 x 0.05 мм и отрезать неиспользуемую жесткую компоненту излучения.

В качестве фокусирующих элементов предполагается использование тороидального зеркала, фокусирующего пучок в обеих плоскостях, рефракционных линз и фокусирующих кристаллов-монокроматоров.

## 6. Станции-аналоги

В России и мире имеются станции со схожими задачами и назначениями, причем их количество в последние годы активно растет.

Для секции «Динамические процессы», основная задача которой – исследование быстропротекающих процессов, в первую очередь связанных с энергетическими материалами, аналогами в России являются станции «Субмикросекундная диагностика», введенная в эксплуатацию в конце 90х годов, и станция «Экстремальное состояние вещества», введенная в эксплуатацию в 2014 году; обе эти станции располагаются в ИЯФ СО РАН [1-4]. Единственным мировым аналогом, где исследуются ВВ, является станция The Dynamic Compression Sector (DCS) на накопителе Advanced Photon Source (APS, США), построенная в 2014 году. В последние годы в мире направление исследования быстропротекающих процессов с помощью синхротронного излучения начало активно развиваться: Англия, Франция и Германия проводили исследования по изучению ударных

волн, генерируемых пушками и/или лазерами, также за эти годы очень активно начали развиваться методики для таких исследований [98 - 109]

Для секции «Плазма» в качестве аналогов можно привести станцию «Плазма» на ускорительном комплексе ВЭПП-4 [27] и все вышеперечисленные зарубежные станции. Кроме этого, здесь следует отметить, что скоростные дифракционные эксперименты являются современным трендом, и большинство мировых синхротронных центров движется в этом направлении.

Таким образом, в последние годы в мире появилось большое количество станций по исследованию быстропротекающих процессов, многие из которых по некоторым задачам (ударные волны, генерируемые лазерами, пушками, а также в дифракционных исследованиях и фазо-контрастной радиографии) начинают нас опережать.

## Заключение

В результате проделанной работы разработана концепция экспериментальной станции по исследованию быстропротекающих процессов на источники СИ ЦКП «СКИФ».

На основе полученных экспериментальных данных на данной Станции будет проводиться реконструкция микро- и макроскопических свойств энергетических материалов, которая позволит решить фундаментальную задачу разработки уравнений состояния энергетических материалов, получить практические знания о распространении ударных и детонационных волн в веществе с учётом формы изделий и масштабных эффектов, разобраться в фундаментальных механизмах механического разрушения импульсных воздействий на материалы, а также разработать и развить инновационные методы исследования сверхбыстрых процессов.

Секция «Плазма» позволит изучить проблемы, возникающие при импульсном нагреве и определить условия, возникающие на диверторных пластинах термоядерного реактора. Решение этой задачи также важно для понимания фундаментальных механизмов механического разрушения и прикладного использования в целях моделирования разнообразных импульсных воздействий на материалы

## Список цитируемой литературы

- [1] Алешаев, А. Н., Евдоков О. В., Зубков П. И., Кулипанов Г. Н., Лукьянчиков Л. А., Ляхов Н. З., Мишнев С. И., Тен К. А., Титов В. М., Толочко Б. П., Федотов М. Г., Шарафутдинов М. Р., Шеромов М. А. Применение синхротронного излучения для исследования детонационных и ударно-волновых процессов // Новосибирск, 2001. - (Препринт; 92) – 51 с.
- [2] Алешаев А. Н., Зубков П. И., Кулипанов Г. Н., Лукьянчиков Л. А., Ляхов Н. З., Мишнев С. И., Тен К. А., Титов В. М., Толочко Б. П., Федотов М. Г., Шеромов М. А. Применение синхротронного излучения для исследования детонационных и ударно-волновых процессов // Физика горения и взрыва. 2001. Т. 37. № 5. С. 104–113.
- [3] Титов В. М., Прууэл Э. Р., Тен К. А., Лукьянчиков Л. А., Мержиевский Л. А., Толочко Б. П., Жуланов В. В., Шехтман Л. И. Опыт применения синхротронного излучения для

исследования детонационных процессов // *Физика горения и взрыва*. 2011. Т. 47. № 6. С. 3–15.

[4] Прууэл Э. Р., Тен К. А., Толочко Б. П., Мержиевский Л. А., Лукьянчиков Л. А., Аульченко В. М., Жуланов В. В., Шехтман Л. И., Титов В. М. Реализация возможностей синхротронного излучения в исследованиях детонационных процессов // *Доклады Академии наук. Техническая физика*. 2013. Т. 448. № 1. С. 38–42.

[5] Cammarata M., Eybert L., Ewald F., Reichenbach W., Wulff M., Anfinrud P., Schotte F., Plech A., Kong Q., Lorenc M., Lindenau B., Rabiger J., Polachowski S. Chopper system for time resolved experiments with synchrotron radiation // *Review of Scientific Instruments*. 2009. V. 80. N 1. P. 015101.

[6] Olbinado M. P., Cantelli V., Mathon O., Pascarelli S., Grenzer J., Pelka A., Roedel M., Prencipe I., Garcia A. L., Helbig U., Kraus D., Schramm U., Cowan T., Scheel M., Pradel P., Resseguier T. D., Rack A. Ultra high-speed x-ray imaging of laser-driven shock compression using synchrotron light // *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2018. V. 51. N 5. P. 055601.

[7] Eakins D. E., Chapman D. J. X-ray imaging of subsurface dynamics in high-Z materials at the Diamond Light Source // *Review of Scientific Instruments*. 2014. V. 85. N 12. P. 123708.

[8] McMahon M., Zastra U. Conceptual design report. Dynamic laser compression experiments at the HED instrument of European XFEL // *European XFEL N XFEL.EU TR-2017-001*. 2017. 175 p. 104.

[9] Mason P., Banerjee S., Smith J., Butcher T., Phillips J., Hoppner H., Moller D., Ertel K., De Vido M., Hollingham I., Norton A., Tomlinson S., Zata T., Merchan J. S., Hooker C., Tyldesley M., Toncian T., Hernandez-Gomez C., Edwards C., Collier J. Development of a 100 J, 10 Hz laser for compression experiments at the High Energy Density instrument at the European XFEL // *High Power Laser Science and Engineering*. 2018. V. 6. e65. p. 10.

[10] Shen Q., Lee W.-K., Fezzaa K., Chu Y. S., De Carlo F., Jemian P., Ilavsky J., Erdmann M., Long G. G. Dedicated full-field X-ray imaging beamline at Advanced Photon Source // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. 2007. V. 582, N 1. P. 77-79.

[11] Capatina D., D'Amico K., Nudell J., Collins J., Schmidt O. DCS - A high flux beamline for time resolved dynamic compression science – Design highlights // *AIP Conference Proceedings*. 2016. V. 1741. N 1. P. 030036.

[12] Bagge-Hansen M., Lauderbach L., Hodgkin R., Bastea S., Fried L., Jones A., van Buuren T., Hansen D., Benterou J., May C., Graber T., Jensen B. J., Ilavsky J., Willey T. M. Measurement of carbon condensates using small-angle X-ray scattering during detonation of the high explosive hexanitrostilbene // *Journal of Applied Physics*. 2015. V. 117. N 24. P. 245902.

[13] Рубцов И.А., Прууэл Э.Р., Тен К.А., Кашкаров А.О., Студенников А.А., Халеменчук В.П., Аракчеев А.С., Золотарев К.В., Купер К.Э., Мезенцев Н.А., Разумов Н.И., Ракшун Я.В., Требушинин А.Е., Хомяков Ю.В., Чернов В.А., Шехтман Л.И., Шкаруба В.А., Зубавичус Я.В.,

Коновалова А.Ю., Ращенко С.В., Толочко Б.П. Концептуальный проект Станции 1-3 "Быстропротекающие процессы" на источнике синхротронного излучения ЦКП "СКИФ" // Боеприпасы XXI век. 2021. № 2.

[14] Студенников А.А., Рубцов И.А., Прууэл Э.Р., Тен К.А., Кашкаров А.О., Халеменчук В.П., Аракчеев А.С., Золотарев К.В., Купер К.Э., Мезенцев Н.А., Николенко А.Д., Ракшун Я.В., Толочко Б.П., Шехтман Л.И., Шкаруба В.А., Зубавичус Я.В., Коновалова А.Ю., Ращенко С.В., Хомяков Ю.В. Проект станции 1-3 «Быстропротекающие процессы» на источнике синхротронного излучения ЦКП «СКИФ» // Забабахинские научные чтения: сборник материалов XV Международной конференции 27 сентября – 1 октября 2021, Снежинск – Т. 1. – РФЯЦ – ВНИИТФ., 2021. – С. 73-74. – ISBN 9785604508749.

[15] Ten K.A., Prueel E.R., Kashkarov A.O., Rubtsov I.A., Antipov M.V., Georgievskaya A.B., Mikhailov A.L., Spirin I.A., Shekhtman L.I., Zhulanov V.V., Tolochko B.P. Dynamic Registration of Ejection from Shock-Loaded Metals // Journal of Physics: Conference Series. 2019. V. 1147. P. 012020:1-15. DOI:10.1088/1742-6596/1147/1/012020.

[16] Тен К.А., Прууэл Э.Р., Кашкаров А.О., Рубцов И.А., Антипов М.В., Георгиевская А.Б., Михайлов А.Л., Спиринов И.А., Аульченко В.М., Шехтман Л.И., Жуланов В.В., Толочко Б.П. Регистрация выброса частиц из ударно-нагруженных металлов методами синхротронного излучения // Физика горения и взрыва. 2018. Т. 54. № 5. С. 103-111. DOI:10.15372/fgv20180514.

[17] Тен К.А., Прууэл Э.Р., Кашкаров А.О., Рубцов И.А., Петров Д.В., Гармашев А.Ю., Смирнов Е.Б., Кучко Д.П., Малев В.В., Мухин Д.В., Широбоков А.Е., Фефилов С.А., Федоров А.Ю., Шехтман Л.И., Жуланов В.В., Толочко Б.П. Регистрация пылевого облака методами СИ, ЛГМ и пьезодатчиками // Забабахинские научные чтения: сборник материалов XV Международной конференции 27 сентября – 1 октября 2021, Снежинск – Т. 1. – РФЯЦ – ВНИИТФ., 2021. – С. 27-28.1-17 – ISBN 9785604508749.

[18] Власов А.Н., Журавлёв А.В., Пашенцев В.А., Смирнов В.Н., Смирнов Е.Б., Столбиков М.Ю., Черемазов В.Е., Тен К.А., Прууэл Э.Р., Кашкаров А.О., Рубцов И.А., Кременко С.И. Рентгенографическое исследование динамики развития пылевых струй с поверхности металла // Физика горения и взрыва, 2019, Т. 55, № 4, с. 42-50. DOI:10.15372/FGV20190406.

[19] Ikeda K. Progress in the ITER Physics Basis // Nuclear Fusion. 2007. V. 47. N. 6. E1. DOI:10.1088/0029-5515/47/6/E01.

[20] Базаров Ю. Б., и др.; под ред. Михайлова А. Л. Невозмущающие методы диагностики быстропротекающих процессов // Российский федеральный ядерный центр - Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики. – Саров : ФГУП "РФЯЦ-ВНИИЭФ", 2015. 321 с. – ISBN 9785951503084.

[21] Жерноклетов М. В. и др.; под ред. Жерноклетова М. В. Экспериментальные методы в физике ударных волн и детонации // Российский федеральный ядерный центр - Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики. – Саров : ФГУП "РФЯЦ-ВНИИЭФ", 2020. 517 с.

- [22] Nielsen M. H., Hammons J. A., Bagge-Hansen M., Lauderbach L. M., Hodgkin R. L., Champley K. M., Shaw W. L., Sinclair N., Klug J. A., Li Y., Schuman A., van Buuren A. W., Watkins E. B., R. L. Gustavsen R. L., Huber R. C., Willey T. M. Single-bunch imaging of detonation fronts using scattered synchrotron radiation // *Journal of Applied Physics*. 2018. V. 123. P. 225902. DOI:10.1063/1.5029912.
- [23] Luo S. N., Jensen B. J., Hooks D. E., Fezzaa K., Ramos K. J., Yeager J. D., Kwiatkowski K., Shimada T. Gas gun shock experiments with single-pulse x-ray phase contrast imaging and diffraction at the Advanced Photon Source // *Review of Scientific Instruments*. 2012. V. 83. P. 073903. DOI:10.1063/1.4733704.
- [24] Wang J., Landahl E., Graber T., Pahl R., Young L., Chen L. X., Alp E. E. Time-resolved activities at the Advanced Photon Source requiring the pulsed structure of the x-ray beam // *Synch. Rad. News*. 2005. V. 18, P. 24-31.
- [25] Rubtsov I.A., Ten K.A., Prueel E.R., Kashkarov A.O., Tolochko B.P., Shechtman L.I., Zhulanov V.V. Synchrotron Radiation Method for Study the Dynamics of Nanoparticle Sizes in Trinitrotoluene During Detonation // *Physics Procedia*. 2016. V. 84. P. 374-381. DOI:10.1016/j.phpro.2016.11.064 I.A. Rubtsov, K.A. Ten, E.R. Prueel, A.O. Kashkarov, B.P. Tolochko, L.I. Shechtman, V.V. Zhulanov. *Physics Procedia*, Vol. 84. pp. 374 - 381, 2016. DOI: 10.1016/j.phpro.2016.11.063.
- [26] Rubtsov I.A., Ten K.A., Prueel E.R., Kashkarov A.O., Zubavichus Y.V., Peters G.S., Veligzhanin A.A. Restoring Size of Detonation Nanodiamonds from Small-Angle X-Ray Scattering of Polychromatic Synchrotron Radiation Beam // *Journal of Physics: Conference Series*. 2021. V. 1787. N 1. P. 012029:1-5. DOI:10.1088/1742-6596/1787/1/012029.
- [27] Arakcheev A.S., Aulchenko V.M., Balash I.I., Burdakov A.V., Chernyakin A.D., Dokutovich V.A., Evdokov O.V., Kasatov A.A., Kazantsev S.R., Kosov A.V., Popov V.A., Sharafutdinov M.R., Shekhtman L.I., Shoshin A.A., Tolochko B.P., Vasilyev A.A., Vyacheslavov L.N., Vaigel L.A., Zhulanov V.V. Dynamic observation of X-ray Laue diffraction on single-crystal tungsten during pulsed heat load // *Journal of Synchrotron Radiation*. V. 26. I. 5. P. 1644-1649. DOI: 10.1107/S1600577519007306.
- [28] Aulchenko V. M., Baru S. E., Evdokov O. V., Leonov V. V., Papishev P. A., Porosev V. V., Savinov G. A., Sharafutdinov M. R., Shekhtman L. I., Ten K. A., Titov V. M., Tolochko B. P., Vasiljev A. V., Zhogin I. L., Zhulanov V. V. Fast high resolution gaseous detectors for diffraction experiments and imaging at synchrotron radiation beam // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*. 2010. V. 623. P. 600–602.
- [29] Aulchenko V. M., Evdokov O. V., Zhogin I. L., Zhulanov V. V., Prueel E. R., Tolochko B. P., Ten K. A., Shekhtman L. I. A detector for imaging of explosions on a synchrotron radiation beam // *Instruments and Experimental Techniques*. 2010. V. 53. N 3. P. 334–349.
- [30] Аульченко В. М., Евдоков О. В., Жогин И. Л., Жуланов В. В., Прууэл Э. Р., Толочко Б. П., Тен К. А., Шехтман Л. И. Детектор для изучения взрывных процессов на пучке синхротронного излучения // *Приборы и техника эксперимента*. 2010. № 3. С. 20–35.

[31] Shekhtman L. I., Aulchenko V. M., Bondar A. E., Dolgov A. D., Kudryavtsev V. N., Nikolenko D. M., Papushev P. A., Prueel E. R., Rachek I. A., Ten K. A., Titov V. M., Tolochko B. P., Zhilich V. N., Zhulanov V. V. GEM-based detectors for SR imaging and particle tracking // Journal of Instrumentation. 2012. V. 7. P. C03021.

[32] Shekhtman L. I., Aulchenko V. M., Kudryavtsev V. N., Kutovenko V. D., Titov V. M., Zhulanov V. V., Prueel E. R., Ten K. A., Tolochko B. P. Upgrade of the Detector for Imaging of Explosions // Physics Procedia. 2016. V. 84. P. 189–196.

[33] Aulchenko V., Prueel E., Shekhtman L., Ten K., Tolochko B., Zhulanov V. Development of the microstrip silicon detector for imaging of fast processes at a synchrotron radiation beam // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. 2017. V. 845. P. 169–172.

[34] Shekhtman L., Aulchenko V., Kudashkin D., Kudryavtsev V., Prueel E., Ten K., Tolochko B., Zhulanov V. Operation of a silicon microstrip detector prototype for ultra-fast imaging at a synchrotron radiation beam // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. 2020. V. 958. P. 162655.

[35] Berkeley Nucleonics Corporation. Scintillation Crystals and Detectors NaI, CsI, CeBr, LYSO, CaF<sub>2</sub>, BGO and More [Electronic resource]. URL: <https://www.berkeley-nucleonics.com/scintillation-crystals-and-detectors> (accessed 01.12.2021).

## Станция 1-4 «XAFS-спектроскопия и магнитный дихроизм»

А.А. Сараев<sup>1</sup>, М.С. Платунов<sup>1,2</sup>, В. В. Каичев<sup>3</sup>, А. Е. Требушинин<sup>4</sup>, А.Н. Шмаков<sup>1</sup>,  
К.В. Золотарев<sup>4</sup>, В.А. Шкаруба<sup>4</sup>, Н.А. Мезенцев<sup>4</sup>, Т.И. Асанова<sup>5</sup>, Я. В. Зубавичус<sup>1</sup>

<sup>1</sup> ЦКП "СКИФ", Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Никольский пр., 1, 630559,  
Кольцово

<sup>2</sup> Институт физики им. Л.В. Киренского СО РАН, Академгородок, д. 50, стр. 38, 660036,  
Красноярск

<sup>3</sup> Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, пр. Акад. Лаврентьева, д. 5, 630090.

<sup>4</sup> Институт ядерной физики им. Г.К. Будкера СО РАН, пр. Акад. Лаврентьева, д. 11, 630090.

<sup>5</sup> Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, пр. Акад. Лаврентьева, д. 3,  
630090.

Автор для переписки: [asaraev@catalysis.ru](mailto:asaraev@catalysis.ru)

*Аннотация. Спектроскопия рентгеновского поглощения является высокоэффективным методом исследования локальной пространственной, электронной и магнитной структуры широкого класса объектов. С использованием разработанного сверхпроводящего ондулятора, который генерирует синхротронное излучение высокой яркости и интенсивности, становится возможным исследовать объекты с экстремально низким содержанием элементов, выполнять *in situ/operando* исследования функциональных материалов, а также реализовать методы рентгеновской эмиссионной спектроскопии с высоким энергетическим разрешением и рентгеновских магнитных дихроизмов.*

*Ключевые слова: XANES, EXAFS, спектроскопия рентгеновского поглощения, спектроскопия магнитного дихроизма, рентгеновская эмиссионная спектроскопия.*

## Оглавление

Введение .....	138
1 Научные задачи.....	138
1.1 Катализ и каталитические технологии .....	138
1.2 Функциональные материалы .....	140
1.2.1 Аккумуляторы и топливные элементы .....	140
1.2.2 Конструкционные материалы, керамики, защитные покрытия .....	141
1.2.3 Магнитные материалы.....	141
1.2.4 Изучение процессов осаждения и роста диэлектрических, полупроводниковых и металлических пленок.....	141
1.3 Нанотехнологии .....	142
1.3.1 Металл-органические каркасные структуры.....	142
1.3.2 Газовые сенсоры.....	142
1.3.3 Искусственные ферменты на основе атомов или наночастиц.....	142
1.4 Науки о жизни и Земле, геология, защита окружающей среды.....	143
1.4.1 Биологические объекты.....	143
1.4.2 Исследование геологических объектов .....	143
1.4.3 Исследование материалов для рационального природопользования и защиты окружающей среды.....	143
2 Описание станции.....	144
2.1 Основные характеристики станции .....	144
2.2 Источник синхротронного излучения .....	145
2.2.1 Выбор источника синхротронного излучения .....	145
2.2.2 Спектр излучения источника СИ.....	149
2.2.1 Спектр излучения на выходе из фронтенда.....	149
2.1 Рентгенооптические элементы оптического хатча.....	149
2.1.1 Оценка тепловых нагрузок на первый кристалл монохроматора .....	153
2.1.2 Двухкристальный монохроматор .....	155
2.1.3 Быстродействующий монохроматор.....	156
2.1.4 Система зеркал .....	157
3 Экспериментальные секции станции.....	158
3.1 Секция «Спектроскопия рентгеновского поглощения».....	159
3.2 Секция «Рентгеновская эмиссионная спектроскопия» .....	161
3.3 Секция «Спектроскопия магнитного дихроизма».....	161
3.4 Системы детектирования .....	162
3.5 Системы окружения образца .....	162
3.5.1 Проведение экспериментов в режиме in situ и operando .....	162

3.5.2	Проведение экспериментов при высоком давлении.....	162
4	Помещения станции .....	164
4.1	Оптический хатч .....	164
4.2	Экспериментальный хатч.....	165
4.3	Контрольная кабина.....	165
4.4	Комната пробоподготовки (по периметру кольца).....	165
	Заключение.....	165
	Список цитируемой литературы .....	166

## Введение

Станция 1-4 «XAFS-спектроскопия и магнитный дихроизм» предназначена для проведения исследований с использованием спектроскопии рентгеновского поглощения, рентгеновской эмиссионной спектроскопии и спектроскопии магнитного дихроизма. Станция использует сочетание уникального преимущества источника синхротронного излучения (СИ) 4-го поколения и последних достижений рентгеновской оптики для решения приоритетных задач фундаментальной и прикладной науки, требующих применения высокоинтенсивных сфокусированных пучков СИ. Станция включает в себя секции спектроскопии рентгеновского поглощения, рентгеновской эмиссионной спектроскопии с высоким энергетическим разрешением и спектроскопии магнитного дихроизма.

Возможности станции «XAFS-спектроскопия и магнитный дихроизм» будут использованы при исследовании локальной пространственной, электронной и магнитной структуры широкого класса объектов, которые могут находиться в любом агрегатном состоянии. Более того, отсутствие требования к наличию дальнего порядка позволяет исследовать как кристаллические, так и аморфные материалы (стёкла, наночастицы, одноатомные центры и кластеры). Важным преимуществом спектроскопии рентгеновского поглощения является элементная чувствительность, что позволяет, например, определять наличие примесей в сплавах или тяжелых элементов в биологической матрице с содержанием анализируемого элемента вплоть до 0.001%. Предполагается, что исследования будут охватывать множество научных областей, такие как физика твердого тела, материаловедение, геология, экология, неорганическую химию, коллоидную химию, гетерогенный и гомогенный катализ, микроэлектронику.

## 1 Научные задачи

Большинство научных задач, решаемых на станции, имеют непосредственное отношение к фундаментальным и промышленно мотивированным исследованиям, обозначенным в стратегии научно-технологического развития Российской Федерации. В частности, переход к новым материалам, переход к экологически чистой и ресурсосберегающей энергетике, формирование новых источников, способов транспортировки и хранения энергии, а также фундаментальные исследования, необходимые для создания научного и технологического задела.

### 1.1 Катализ и каталитические технологии

Катализ играет огромную роль, как в экономике страны, так и в повседневной жизни, являясь структурообразующим и инновационным базисом химической промышленности и смежных отраслей экономики России, а также большинства природоохранных технологий. С помощью каталитических технологий получают основную часть моторных, реактивных топлив, практически все полимерные материалы, производят серную и азотную кислоты; аммиак, мочевины и карбамид; достигают современные экологические стандарты моторных топлив; повышают октановое число бензинов; производят очистку дымовых и выхлопных газов стационарных (например, ТЭЦ) и мобильных (автомобили) систем. Катализаторы

обеспечивают синтез с атомарной точностью сложных органических соединений для нужд фармакологии, сельского хозяйства, лакокрасочной и парфюмерно-косметической промышленности. В химической промышленности в настоящий момент около 90% используемых технологий, обеспечивающих около 10-15% материальной составляющей ВВП России, относятся к каталитическим. В связи с этим обеспечение широкого фронта исследований в области катализа имеет не только научное, но и ярко выраженное практическое значение, так как востребованность в разработке новых высокоэффективных катализаторов и каталитических процессов крайне высока.

Характерными особенностями гетерогенных катализаторов являются, как правило, малое содержание активного компонента (0.001-5 вес. %), его высокая дисперсность, малый размер активной фазы, неоднородность системы, а также возможное наличие фазы взаимодействия активного компонента и носителя (strong metal-support interaction, SMSI). Данные особенности делают невозможным применение большинства физико-химических методов исследования, исключение составляет метод спектроскопии рентгеновского поглощения. Применение данного метода позволяет получать информацию о химическом строении, фазовом составе и морфологии синтезированных или отработанных катализаторов, которая необходима в дальнейшем при совершенствовании методики синтеза катализаторов, создании новых катализаторов и установлении причин их дезактивации.

Наиболее исследованными катализаторами являются катализаторы на основе благородных металлов (Pd, Pt, Rh, Ru, и т. д.) и металлов группы Ib Периодической системы элементов (Cu, Ag, Au), нанесенных на какой-либо оксидный носитель (оксиды алюминия, кремния, церия и т. д.). Как правило, металлы наносятся на поверхность носителя в виде наночастиц или отдельных кластеров, что позволяет в значительной степени снизить стоимость катализатора. Исследование данных катализаторов с помощью спектроскопии рентгеновского поглощения позволяет установить взаимодействие активной фазы с носителем, наличие дефектов в структуре, особенности морфологии частиц (их размера, формы и химического строения). Полученные знания могут быть использованы для разработки научных основ управляемого синтеза высокоэффективных катализаторов.

Также важно отметить, что в настоящее время наблюдается повышенный интерес к созданию биметаллических катализаторов на основе благородных и переходных металлов. Добавление второго металла к монометаллическим системам позволяет изменять структуру и каталитические свойства нанесенных биметаллических частиц. Такие катализаторы имеют большой потенциал для использования в различных каталитических процессах: переработка нефти, природного газа и газового конденсата в ценные химические продукты, синтез полимеров и сложных химических продуктов с заданными свойствами, обезвреживание токсичных техногенных отходов, тонкий органический синтез. Однако создание подобных катализаторов представляет сложную научную задачу, решение которой во многом зависит от информации, получаемой с помощью метода спектроскопии рентгеновского поглощения.

Определение активного компонента катализатора и построение детальных механизмов каталитических реакций имеет определяющее фундаментальное и прикладное значение. С фундаментальной точки зрения это безусловно способствует развитию катализа и

каталитических технологий. С практической точки зрения знание детальной информации о протекании каталитических реакций позволит осуществлять целенаправленный синтез катализаторов, проявляющих максимальную активность и селективность, а также подбирать оптимальные условия протекания каталитического процесса. В связи с этим необходимость проведения *operando* исследований, дающих сведения о состоянии катализатора непосредственно в условиях реакции, основных интермедиатах промежуточных реакций и маршрутах протекания каталитических превращений, не вызывает сомнений. В большинстве случаев такой подход дает более детальную информацию о состоянии катализатора, чем «классический» метод исследования, основанный на *ex situ* анализе катализаторов, т. е. до и после каталитических испытаний. Последние десятилетия данный подход широко используется в мировой научной практике и с каждым годом приобретает все большую популярность.

*Operando* исследование позволяет изучать как состояние катализатора непосредственно в условиях протекания каталитического процесса, так и интермедиаты промежуточные продукты реакции, адсорбированные на поверхности катализатора, а также состав реагентов и продуктов в газовой фазе. Для исследования изменения морфологии, химического строения и фазового состава активного компонента катализатора будет применяться спектроскопия рентгеновского поглощения с высоким временным разрешением. Для изучения интермедиатов реакции будет применяться UV-vis- и ИК-спектроскопия, анализ газовой фазы будет осуществляться с помощью метода масс-спектрометрии и газовой хроматографии.

## 1.2 Функциональные материалы

### 1.2.1 Аккумуляторы и топливные элементы

Разработка нового типа ионных аккумуляторов высокой емкости на основе лития, натрия и 3d-переходных металлов для гибридных и полностью электрических автомобилей в настоящее время является одной из наиболее важных научных задач. Дополнительно емкость данного типа аккумуляторов не должна значительно снижаться после большого количества циклов разряд-заряд, также они должны характеризоваться высокой скоростью заряда, низкой стоимостью, простотой изготовления и безопасностью. Достижение вышеуказанных характеристик требует всестороннего исследования структуры катодных и анодных материалов и электрохимических реакций в объеме аккумулятора с помощью широкого набора физико-химических методов. Наиболее подходящим методом исследования является спектроскопия рентгеновского поглощения, которая позволяет установить электронное строение и структуру локального окружения атомов, входящих в состав материалов анода и катода. Наиболее ценная информация может быть получена при исследовании аккумуляторов непосредственно в процессе заряда и разряда, т.е. в режиме *in situ*. Спектроскопия рентгеновского поглощения в режиме *in situ* с использованием широкого пучка рентгеновского излучения и двумерного детектора позволит строить карты распределения элементов в объеме и на поверхности материалов анода и катода, а также определять их степени окисления, изменения фазового состава и коэффициенты диффузии катионов.

Топливные элементы являются наиболее эффективными экологически чистыми системами получения энергии, в которых в качестве топлива используется водород или спирт, а в качестве окислителя – кислород воздуха. В настоящее время разработано несколько типов топливных элементов, на основе протон-обменных мембран с использованием полимерных электролитов, фосфорной кислоты, твердых кислот, твердых оксидов и многое другое. Однако, как и аккумуляторы, топливные элементы состоят из трех основных компонентов: анод, катод и электролит. По этой причине для исследования данного типа систем применяются аналогичные подходы, что и для исследования аккумуляторов, а именно спектроскопия рентгеновского поглощения в режиме *in situ* с временным и пространственным разрешением.

### **1.2.2 Конструкционные материалы, керамики, защитные покрытия**

Данный тип работ будет направлен на решения задач в области создания новых функциональных материалов для авиационной, космической, автомобильной, ядерной, оборонной и химической промышленности. Будут проведены исследования с целью получения необходимых структурных данных, что позволит в дальнейшем изготавливать подобные материалы с заданными свойствами. Проведение *in situ* XAFS-исследований при высоких давлениях и температурах, позволит установить области стабильности исследуемых материалов и сформулировать рекомендации по улучшению их характеристик.

### **1.2.3 Магнитные материалы**

Магнитные материалы сегодня присутствуют практически в любой области техники. При этом создание новых магнитных материалов с управляемыми электронными и магнитными переходами, существующими при комнатной температуре и выше, во многом определяет развитие техники и технологии будущего. Например, в оксидах переходных металлов смешанной валентности – шпинелевые ферриты, перовскиты марганца, двойные перовскиты, купраты, кобальтиты, ириидаты и т. д. – представляется богатое разнообразие кристаллографических, электронных и магнитных фаз. Для таких систем наблюдаются уникальные эффекты, такие как фазовый переход Верви, колоссальное магнитосопротивление или высокотемпературная сверхпроводимость. Спектроскопия рентгеновского поглощения и спектроскопия магнитного дихроизма с учетом их элементной и орбитальной чувствительности представляют собой прекрасные инструменты для изучения не только вышеназванных свойств магнитных материалов, но и других, включая зарядовое и орбитальное упорядочение, электрические и магнитные квадрупольные моменты, тороидальные моменты, энантиоморфизм и др.

### **1.2.4 Изучение процессов осаждения и роста диэлектрических, полупроводниковых и металлических пленок**

Как известно, пленки, выращенные на различных подложках (Si, SiO<sub>2</sub>, Ge, Ni и т.д.), различного генезиса представляют собой двумерные системы, свойства которых отличаются от объемных объектов того же химического и фазового состава. Физико-химические свойства

тонких пленок во много определяются морфологией и взаимодействием с подложкой, по этой причине изучение процесса осаждения и роста пленок является важной научной задачей. Так как пленки представляют собой двумерные объекты толщиной в несколько монослоев, то спектроскопия рентгеновского поглощения является практически единственным способом, позволяющим непосредственно в процессе роста контролировать морфологию, химическое состояние и фазовый состав пленки, исследовать границу раздела пленка-подложка.

## **1.3 Нанотехнологии**

### **1.3.1 Металл-органические каркасные структуры**

В последнее десятилетие металлоорганические каркасные соединения (МОКС, также известные как координационные полимеры), представляющие новый класс пористых материалов, привлекают большое внимание исследователей во всем мире. Решетка МОКС состоит из ионов металлов или металлических кластеров, связанных между собой органическими лигандами. В отличие от цеолитов МОКС обладают большим разнообразием состава, а также формы и размера пор. Согласно недавней классификации, координация неорганического связующего может варьироваться от 3 до 66. Хотя в настоящее время прикладное использование МОКС не очень велико, очевидно, что новый класс подобных материалов найдет широкое применение в ближайшем будущем. С этой точки зрения, исследование их структурных и электронных свойств является важной научной задачей, решение которой позволит использовать их для разделения газов и их очистки, разделения жидкостей, хранения газов, доставки лекарств, фотокатализаторов, твердотельных ионных проводников и многих других практических применений.

### **1.3.2 Газовые сенсоры**

Газовые сенсоры на основе оксидов металлов ( $\text{SnO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{In}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CdO}$  и т. д.) являются наиболее распространенными твердотельными устройствами обнаружения газа для бытовых, коммерческих и промышленных применений, которые имеют много преимуществ, таких как низкая стоимость, простота производства и компактные размеры. Основные свойства, такие как чувствительность, селективность, скорость реакции и т.д., определяются локальной и электронной структурой нанесенных оксидных наночастиц, а также их взаимодействием с носителем. Современные требования к чувствительности (меньше м.д.) и селективности требуют разработки новых типов газовых сенсоров, например, допированием оксидов металлов различными элементами. Спектроскопия рентгеновского поглощения в режиме *in situ* позволит исследовать изменение локальной и электронной структуры атомов, входящих в состав сенсоров, что в свою очередь позволит создавать более эффективные газовые детекторы.

### **1.3.3 Искусственные ферменты на основе атомов или наночастиц**

В настоящее время основной проблемой тонкого органического синтеза является проблема создания катализаторов, обладающих схожей активностью, селективностью и молекулярной избирательностью, что и природные ферменты. Одно из решений – создание

искусственных ферментов на основе атома металла или металлических кластеров, окруженных лигандами. Комплексные соединения металлов с определенной структурой лигандного окружения напоминают активные центры ферментов. Лигандная структура определяет селективность по тому или иному типу молекул, а центральный атом или металлический кластер – определяет реакционную способность и селективность по целевому продукту. Другими словами, структура искусственного фермента определяет его каталитические свойства. Так как искусственные ферменты по своей сути являются макромолекулами, т.е. системами, не обладающими дальним порядком, то единственным способом изучения их электронной и локальной структуры является спектроскопия рентгеновского поглощения и рентгеновская эмиссионная спектроскопия. Получаемая информация о геометрическом строении, координации атомов и их валентном состоянии, типе лигандов в ближайшем окружении наряду с каталитическими свойствами искусственных ферментов позволит определить механизм реакции, а также в дальнейшем синтезировать новые искусственные ферменты с заданными каталитическими свойствами.

## **1.4 Науки о жизни и Земле, геология, защита окружающей среды**

### **1.4.1 Биологические объекты**

В настоящее время рентгеновская эмиссионная спектроскопия наряду с спектроскопией рентгеновского поглощения широко используется для решения биологических задач, таких как определение центров связывания металлов в белках; определение локальной структуры и координации металлов в металлопротеинах (таких как гемоглобин); определение степеней окисления металлов в белковых системах; определение локальной структуры металлов в растениях; определение центров связывания металлов в живых организмах; взаимодействие ионов металлов с мертвыми тканями растений; анализ токсичных тяжелых атомов, содержащихся в биологических материалах.

### **1.4.2 Исследование геологических объектов**

Исследование состава и структуры геологических образцов необходимо для решения широкого круга задач – от оценки экологической обстановки до повышения эффективности поиска и добычи полезных ископаемых. Спектроскопия рентгеновского поглощения позволяет определить элементный состав образцов, а также степени окисления определенных элементов и их локальное окружение, строить карты распределения элементов по образцу. Дополнительно проведение *in situ* XAFS-исследований при высоких давлениях и температурах, позволит получить новые фундаментальные знания о процессах, протекающих в земной коре, и сделать выводы о формировании планет в Солнечной системе.

### **1.4.3 Исследование материалов для рационального природопользования и защиты окружающей среды**

В настоящее время в области рационального природопользования и защиты окружающей среды разрабатываются технологии для безопасного извлечения стратегически важных металлов и их соединений из руд и отходов, переработки отходов предприятий

металлургической, химической, горной и машиностроительной индустрии и топливно-энергетического комплекса, включая твердые отходы химических, нефтеперерабатывающих и нефтегазохимических предприятий, деревообрабатывающих, целлюлозно-бумажных производств. Разрабатываются новые эффективные способы утилизации твердых органических отходов, сточных вод и рекультивации мусорных полигонов, в частности, разработка и синтез активных сорбентов и полимерных связующих для временной консервации мусорных полигонов с подавлением газовой выделением и безопасной переработки накопившихся отходов в оптимальных условиях. Для успешной реализации разрабатываемых технологий необходимы материалы с определенными свойствами (термическая стабильность, высокая прочность, радиационная стабильность, коррозионная стойкость и т. д.), создание подобных материалов невозможно без знаний об их структуре, химическом строении и фазовом составе. Эти данные могут быть получены в результате XAFS-исследований, проведенных на станции «XAFS-спектроскопия и магнитный дихроизм». Проведение *in situ* XAFS-исследований при высоких давлениях и температурах позволит установить области стабильности исследуемых материалов и сформулировать рекомендации по улучшению их характеристик.

## 2 Описание станции

### 2.1 Основные характеристики станции

На станции 1-4 «XAFS-спектроскопия и магнитный дихроизм» будут реализованы следующие методики:

- спектроскопия рентгеновского поглощения;
- рентгеновская эмиссионная спектроскопия;
- спектроскопия магнитного дихроизма.

Основные характеристики станции приведены в **Таблице 1**.

**Таблица 1.** Основные характеристики станции «XAFS-спектроскопия и магнитный дихроизм».

Параметр	Значение
Поток фотонов	$>10^{14}/\text{с}$
Поляризация	Линейная горизонтальная
Энергетический диапазон	$2.4 \text{ кэВ} < E < 35 \text{ кэВ}$
Энергетическое разрешение, $\Delta E/E$ (без использования коллимирующей оптики)	Si(111) $2 \times 10^{-4}$ Si(311) $2 \times 10^{-4}$
Размер пучка, мм×мм	мин. $0.010 \times 0.025$ ( $\mu\text{XAS}$ ); макс. $4 \times 4$

## 2.2 Источник синхротронного излучения

### 2.2.1 Выбор источника синхротронного излучения

Для решения научных задач экспериментальной станции «XAFS-спектроскопия и магнитный дихроизм» и обеспечения требуемых режимов работы в качестве устройства генерации излучения может быть использовано одно из следующих устройств:

- поворотный магнит (bending magnet - BM);
- сверхпроводящий вигглер (superconducting wiggler - SCW);
- сверхпроводящий ондулятор (superconducting undulator - SCU).

#### 2.2.1.1 Поворотный магнит

Поворотный магнит – базовый элемент магнитной структуры ускорительно-накопительного комплекса и в то же время, самый простой источник синхротронного излучения. Вертикальный угол излучения составляет примерно  $1/\gamma$  при критической энергии, при этом он уменьшается с увеличением энергии в накопителе. Горизонтальный угол излучения соответствует углу отклонения поворотного магнита. Энергетический спектр зависит от напряженности магнитного поля. В настоящий момент в магнитной структуре ускорительно-накопительного комплекса предполагается использование двух типов поворотных магнитов с полем 1.6 и 2.05 Тл, что соответствует критической энергии ( $E_{кр}$ ) 9.5 и 12.3 кэВ. Важно отметить, что хотя спектр излучения и непрерывен, однако обладает крайне низкой интенсивностью, что делает невозможным использование поворотного магнита в качестве источника для рентгеновской эмиссионной спектроскопии.

#### 2.2.1.2 Сверхпроводящий вигглер

В рабочем режиме устройство генерации СИ излучает непрерывный спектр в диапазоне до  $\approx 100$  кэВ. Непрерывный спектр является без сомнения оптимальным для проведения исследований, требующих сканирование по энергии в широком диапазоне. Тем не менее у данного устройства генерации СИ имеются существенные ограничения:

- необходимое энергетическое разрешение используемых методик составляет порядка  $10^{-4}$ , поэтому несмотря на высокий средний поток излучения, количество фотонов в заданном диапазоне в 10-100 раз ниже, чем в излучении из ондулятора, что существенно снижает чувствительность метода в случае рентгеновской эмиссионной спектроскопии;
- основной поток излучения из вигглера является паразитным и приводит к значительному нагреву и, следовательно, деградации рентгенооптических элементов фронтенда и станции;
- к недостаткам вигглеров со средним значением параметра  $K$  можно отнести неоднородность распределения интенсивности потока фотонов в зависимости от энергии.

### 2.2.1.3 Сверхпроводящий ондулятор

Так как ни поворотный магнит, ни вигглер не являются подходящими источниками СИ для станции, то в качестве источника СИ рассматривается ондулятор. Группой специалистов по вставным устройствам было предложено два типа сверхпроводящих ондуляторов с периодом 15.6 и 18 мм, параметры которых представлены в **Таблице 2**. При использовании в качестве источника СИ ондулятора сканирование по энергии осуществляется за счет изменения магнитного поля в межполюсном зазоре. В случае ондуляторов на постоянных магнитах изменение величины поля происходит за счет изменения межполюсного зазора (gap) с помощью механической системы перемещения полюсов. В случае электромагнитных ондуляторов – путем изменения тока в катушках ондулятора. Для сверхпроводящих ондуляторов время изменения величины магнитного поля для обеспечения перестройки по энергии в диапазоне 1 кэВ составляет порядка 10-60 с в зависимости от гармоник. Перестройка поля осуществляется синхронно с перестройкой положения кристаллов монохроматоров, таким образом, чтобы обеспечить максимум интенсивности излучения на образце.

**Таблица 2.** Параметры сверхпроводящих ондуляторов

Параметр	Тип 1	Тип 2
Номинальное магнитное поле, Тл	1.25	1.6
Минимальное магнитное поле, Тл	0.6	0.6
Диапазон изменения параметра ондуляторности, К	0.9-1.8	1-2.7
Период ондулятора, мм	15.6	18
Вертикальная апертура для пучка, мм	5	5
Горизонтальная апертура для пучка, мм	40	40
Межполюсный зазор, мм	7	7
Число периодов	128	111
Магнитная длина, мм	≈2000	≈2000
Длина магнита, мм	≈2170	≈2170
Длина между фланцами	≈2700	≈2700
Высота от пола, мм	2146	2146
Ток в обмотке, А	до 440	до 440
Максимальная мощность излучения, кВт	7.1 (1.25 Тл)	11.7 (1.6 Тл)
Среднеквадратичная фазовая ошибка, град	< 3	< 3
Горизонтальный угол излучения, мрад	± 0.32	± 0.46

В **Таблицах 3 и 4** представлены параметры излучения ондуляторов с периодом 15.6 и 18 мм при различном поле в межполюсном зазоре (при различных К). Как известно, для проведения исследований с помощью спектроскопии рентгеновского поглощения необходимо, чтобы энергия рентгеновского излучения изменялась непрерывно во всем требуемом диапазоне. Как можно заметить, для ондулятора с периодом 15.6 мм существует диапазон энергий, который не «захватывается» 1 и 3 гармониками, а именно диапазон 4-6.2 кэВ (**Таблица 3**). Данный «нерабочий» энергетический диапазон приводит к тому, что для

исследования становятся не доступны К-края многих элементов (скандия, ванадия, титана и хрома), а также L-края элементов: олово, сурьма, теллур, йод, ксенон, цезий, барий, лантан, церий, празеодим, неодима. Таким образом, для работы станции ондулятор с периодом 15.6 мм является неоптимальным выбором.

**Таблица 3.** Параметры излучения сверхпроводящего ондулятора с периодом 15.6 мм (Тип 1) в зависимости от величины магнитного поля в магнитном зазоре.

Поле, Тл	К	Энергия ондуляторной гармоники, кэВ					Р, кВт
		1 <sup>я</sup>	3 <sup>я</sup>	5 <sup>я</sup>	7 <sup>я</sup>	9 <sup>я</sup>	
0.60	0.87	3.97	11.90	19.83	27.76	35.70	1.64
0.65	0.95	3.78	11.35	18.92	26.49	34.06	1.92
0.70	1.02	3.61	10.82	18.03	25.24	32.46	2.23
0.75	1.09	3.43	10.30	17.16	24.03	30.89	2.56
0.80	1.17	3.26	9.79	16.32	22.85	29.38	2.91
0.85	1.24	3.10	9.31	15.51	21.72	27.92	3.29
0.90	1.31	2.95	8.84	14.74	20.63	26.53	3.69
0.95	1.38	2.80	8.40	14.00	19.60	25.20	4.11
1.00	1.46	2.66	7.98	13.30	18.62	23.94	4.55
1.05	1.53	2.53	7.58	12.63	17.68	22.74	5.02
1.10	1.60	2.40	7.20	12.00	16.80	21.60	5.51
1.15	1.68	2.28	6.84	11.40	15.97	20.53	6.02
1.20	1.75	2.17	6.51	10.84	15.18	19.52	6.55
1.25	1.82	2.06	6.19	10.31	14.44	18.56	7.11

Как видно из **Таблицы 4**, ондулятор с периодом 18 мм (Тип 2) обеспечивает требуемый диапазон рабочих энергий. Более того, при условии минимизации фазовой ошибки ондулятора меньше 3° возможно расширение рабочего диапазона станции до 40 кэВ за счет 11<sup>й</sup> и 13<sup>й</sup> ондуляторных гармоник. Таким образом, оптимальным источником СИ для станции 1-4 является **ондулятор с периодом 18 мм**.

### 2.2.1.1 Расширение энергетического диапазона ниже 4 кэВ

В некоторых случаях есть потребность в диапазоне ниже 4 кэВ, например исследование К-края серы (2.4 кэВ). Действительно выбранный ондулятор с периодом 18 мм позволяет генерировать фотоны в данном диапазоне (и даже в более низкоэнергетической области). Однако в данном случае значительные требования предъявляются к системе транспортировки пучка, более того необходимо свести к минимуму количество окон, разделяющих вакуум станции и вакуум накопителя, так называемый, безфольговый режим. Важно уточнить, что даже при условии вывода всех бериллиевых окон из пучка, остаются полимерные окна ионизационных камер. В случае двух ионизационных камер пучок преодолевает 4 каптоновых окна суммарной толщиной 100 мкм, что приводит к падению интенсивности в районе 2.4 кэВ примерно в 40 раз. При этом исследуемый образец помещается в специальную камеру с возможностью откачки до 10<sup>-3</sup> мбар и ниже.

**Таблица 4.** Параметры излучения сверхпроводящего ондулятора с периодом 18 мм (Тип 2) в зависимости от величины магнитного поля в магнитном зазоре.

Поле, Тл	К	Энергия ондуляторной гармоники, кэВ							Р, кВт
		1 <sup>я</sup>	3 <sup>я</sup>	5 <sup>я</sup>	7 <sup>я</sup>	9 <sup>я</sup>	11 <sup>я</sup>	13 <sup>я</sup>	
0.60	1.01	3.15	9.45	15.74	22.04	28.34	34.64	40.94	1.88
0.65	1.09	2.97	8.92	14.87	20.82	26.77	32.72	38.67	2.20
0.70	1.18	2.81	8.42	14.04	19.65	25.27	30.88	36.49	2.55
0.75	1.26	2.65	7.94	13.24	18.53	23.82	29.12	34.41	2.93
0.80	1.34	2.49	7.48	12.47	17.46	22.45	27.44	32.43	3.33
0.85	1.43	2.35	7.05	11.76	16.46	21.16	25.86	30.56	3.76
0.90	1.51	2.22	6.65	11.08	15.51	19.94	24.37	28.80	4.22
0.95	1.60	2.09	6.26	10.44	14.62	18.79	22.97	27.15	4.70
1.00	1.68	1.97	5.91	9.85	13.78	17.72	21.66	25.60	5.21
1.05	1.76	1.86	5.57	9.29	13.00	16.72	20.43	24.15	5.74
1.10	1.85	1.75	5.26	8.77	12.27	15.78	19.29	22.80	6.30
1.15	1.93	1.66	4.97	8.28	11.59	14.91	18.22	21.53	6.89
1.20	2.02	1.57	4.70	7.83	10.96	14.09	17.22	20.35	7.50
1.25	2.10	1.48	4.44	7.41	10.37	13.33	16.29	19.26	8.14
1.30	2.18	1.40	4.21	7.01	9.82	12.62	15.43	18.23	7.69
1.35	2.27	1.33	3.99	6.65	9.30	11.96	14.62	17.28	8.29
1.40	2.35	1.26	3.78	6.30	8.82	11.35	13.87	16.39	8.92
1.45	2.44	1.20	3.59	5.98	8.38	10.77	13.16	15.56	9.57
1.50	2.52	1.14	3.41	5.68	7.96	10.23	12.51	14.78	10.24
1.55	2.61	1.08	3.24	5.41	7.57	9.73	11.89	14.06	10.93
1.60	2.69	1.03	3.09	5.15	7.20	9.26	11.32	13.38	11.65

Понижение рабочего диапазона станции ниже 2.4 кэВ сопряжено со значительными техническими трудностями и требует использования другой системы измерения интенсивности рентгеновского излучения. Диапазон от 3 до 4 кэВ может быть перекрыт 3<sup>й</sup> гармоникой при увеличении поля с 1.35 до 1.6 Тл, хотя это и является рабочим диапазоном ондулятора, тем не менее приводит к значительному увеличению мощности с  $\approx 7.7$  кВт до  $\approx 11$  кВт, поглощаемой элементами фронтенда, а именно фиксированной маской. Подобное увеличение мощности устройства может приводить к значительному нагреву и деградации элементов фронтенда. С другой стороны, уменьшение поля до 0.35 Тл позволит увеличить рабочий диапазон 1<sup>й</sup> гармоники до 4 кэВ. Важно отметить, что уменьшение поля ниже 0.6 Тл может приводить к неоднородностям магнитного поля в межполюсном зазоре и снижать

эффективность ондулятора. Таким образом, расширение рабочего диапазона станции ниже 4 кэВ связано с некоторыми трудностями и требует проверки на уже работающем вставном устройстве.

### **2.2.2 Спектр излучения источника СИ**

Для работы станции в «классическом» диапазоне от 4 до 35 кэВ сверхпроводящий ондулятор должен обеспечивать возможность варьирования поля от 0.6 до 1.35 Т. На **Рисунке 1** представлен график изменения интенсивностей ондуляторных гармоник при различных значениях энергии. Как отмечалось выше при таком режиме становится недоступным энергетический диапазон от 3.15 до 4 кэВ, возможность работы в этом диапазоне обсуждается в параграфе 2.2.1.1.

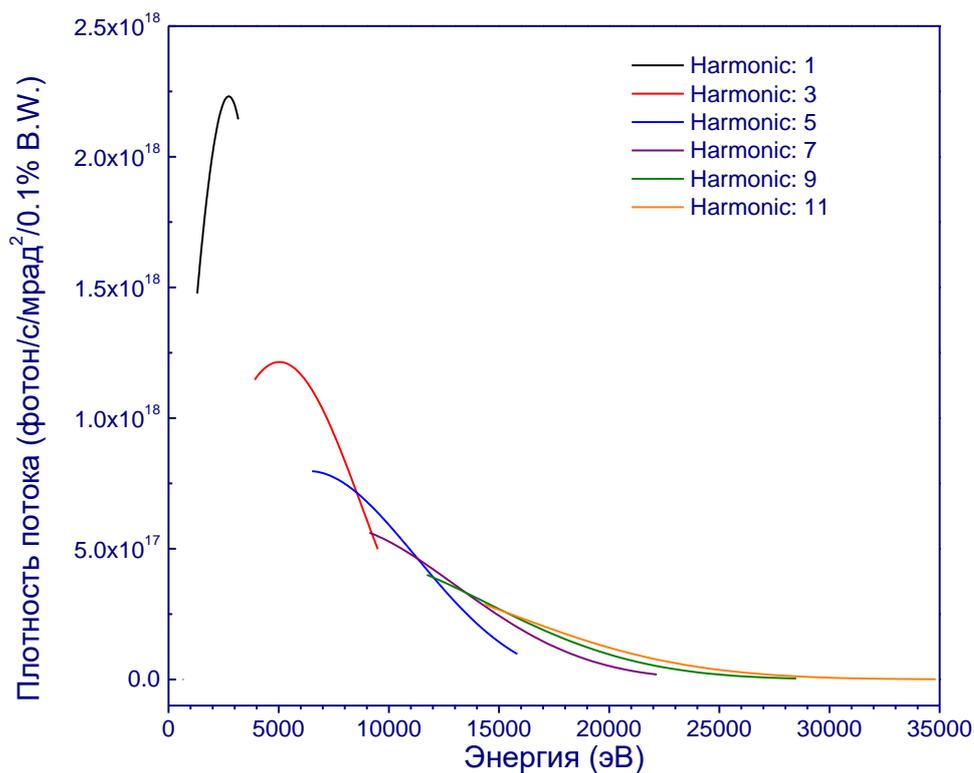
### **2.2.1 Спектр излучения на выходе из фронтенда**

Для снижения тепловых нагрузок во фронтенде предусмотрено наличие фиксированной маски с приемной апертурой  $1.3 \times 1.2$  мрад<sup>2</sup> и выходной апертурой  $0.12 \times 0.10$  мрад<sup>2</sup>. На **Рисунке 2** представлен график изменения интенсивностей ондуляторных гармоник при различных значениях энергии на выходе из фротненда (угловой размер  $0.12 \times 0.10$  мрад<sup>2</sup>, расстояние от точки излучения 25 м). Важно отметить, что фронтенд является безфольговым, т. е. имеет общий вакуум с накопителем, отсутствие бериллиевых фольг, как указывалось выше, необходимо для работы в низкоэнергетическом диапазоне. Однако в случае работы станции в области энергий выше 4 кэВ требование к отсутствию фольг снимается, что позволяет повысить вакуумную безопасность путем разделения вакуума станции от вакуума фронтенда и накопителя. Для этой цели используется вакуумный шибер с бериллиевым окном или несколько вакуумных шиберов с бериллиевыми окнами с суммарно толщиной бериллия 300 мкм, расположенный на выходе из фронтенда, которые открываются при работе в низкоэнергетическом диапазоне. На **Рисунке 3** представлен график изменения интенсивностей ондуляторных гармоник при различных значениях энергии на выходе из фротненда (угловой размер  $0.12 \times 0.10$  мрад<sup>2</sup>, расстояние от точки излучения 25 м) при использовании вакуумного шибера с бериллиевыми окнами.

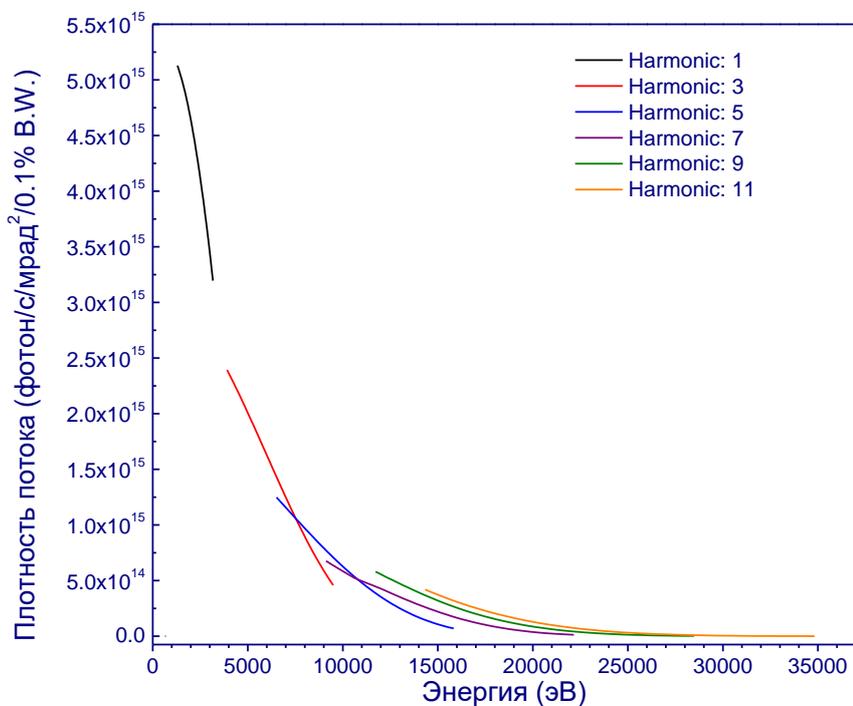
## **2.1 Рентгенооптические элементы оптического хатча**

Рентгеновская оптика станции предназначена для формирования монохроматического пучка фотонов заданной энергии для дальнейшего их использования на секциях станции. Рентгеновская оптика расположена в оптическом хатче, находящимся в экспериментальном зале. Основными компонентами рентгеновской оптики являются блоки рентгеновских щелей, монохроматоры, рентгеновские зеркала, затвор монохроматического пучка. Также в состав оптики входят аттенюатор белого пучка, коллиматоры тормозного излучения и мониторы положения пучка (флуоресцентные). На **Рисунке 4** представлена схема расположения основных компонентов рентгеновской оптики.

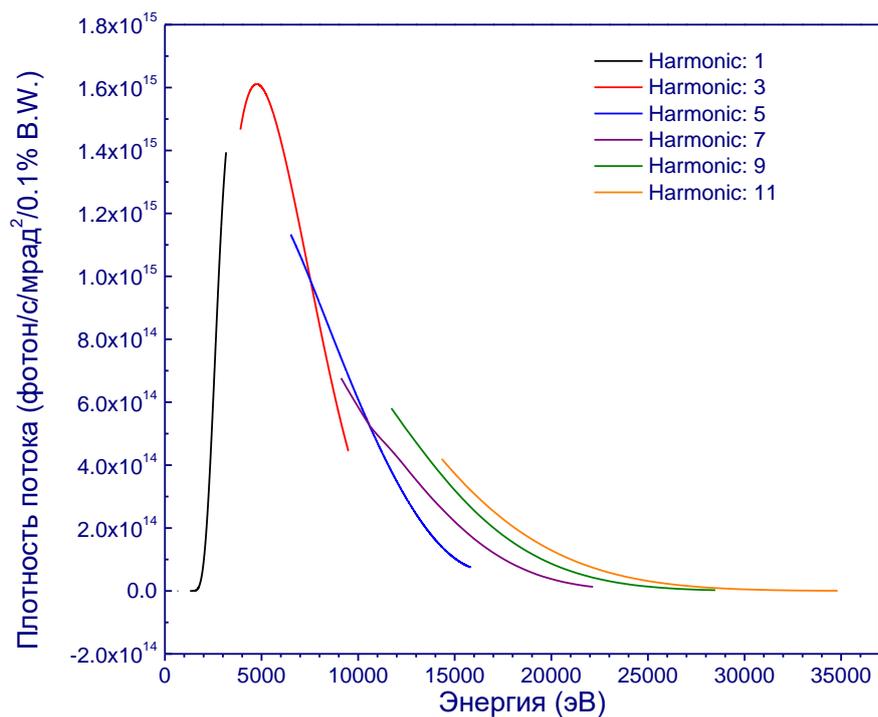
В **Таблице 5** представлен перечень основных компонентов рентгеновской оптики, а также указано их функциональное назначение.



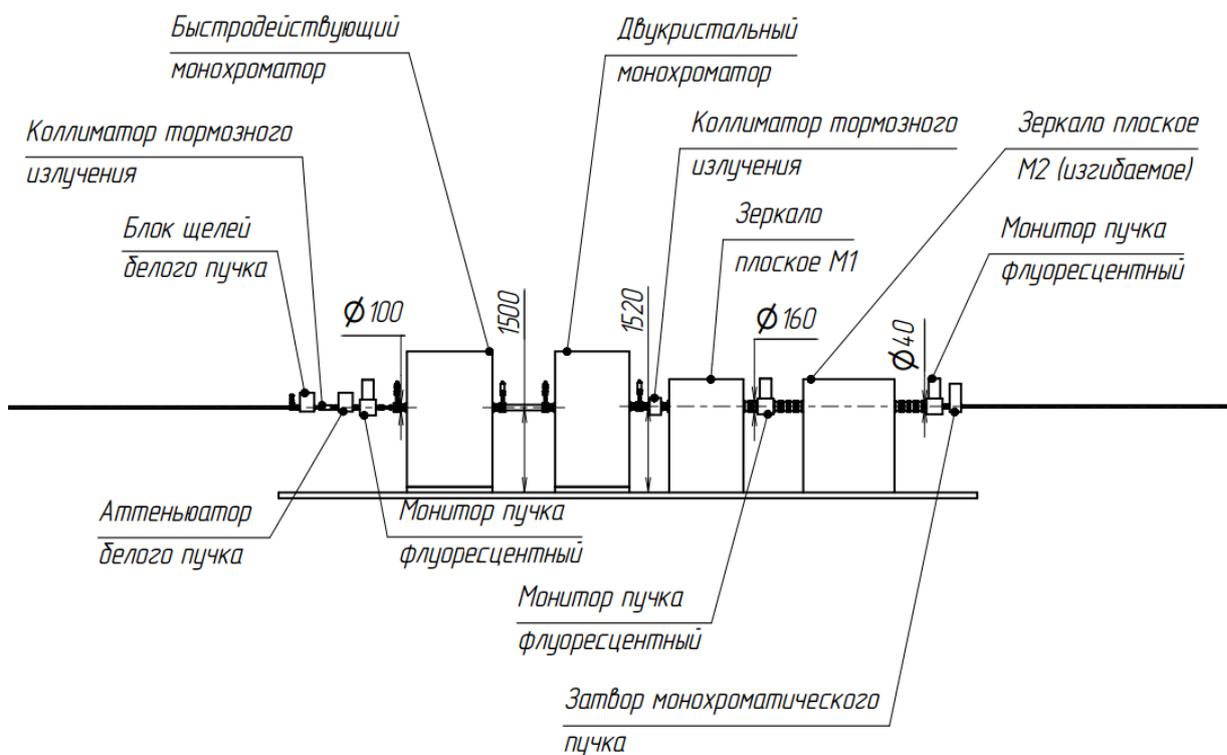
**Рисунок 1.** Спектральный поток фотонов из ондулятора с периодом 18 мм ( $E=3\text{ГэВ}$ ,  $I=400\text{ мА}$ ) при изменении поля в ондуляторе от 0.6 до 1.35 Тл.



**Рисунок 2.** Спектральный поток фотонов из ондулятора с периодом 18 мм ( $E=3\text{ГэВ}$ ,  $I=400\text{ мА}$ ) при изменении поля в ондуляторе от 0.6 до 1.35 Тл на выходе из фронтенда с размером пучка  $0.12 \times 0.10\text{ мрад}^2$ .



**Рисунок 3.** Спектральный поток фотонов из ондулятора с периодом 18 мм ( $E=3\text{ГэВ}$ ,  $I=400\text{ мА}$ ) при изменении поля в ондуляторе от 0.6 до 1.35 Тл на выходе из фронтенда с размером пучка  $0.12 \times 0.10\text{ мрад}^2$  и бериллиевым окном (300 мкм).



**Рисунок 4.** Схема размещения основных рентгенооптических элементов станции «XAFS спектроскопия и магнитный дихроизм» (оптический хатч).

**Таблица 5.** Рентгенооптические элементы станции (оптический хатч), их положение относительно центра источника СИ, а также краткое описание функционального назначения.

Компоненты	Положение, м	Функции
Источник СИ	0.00	Сверхпроводящий ондулятор с периодом 18 мм
Элементы фронтенда	15-20	Система охлаждаемых масок и щелей, выделяющая центральный конус излучения ( $0.12 \times 0.10$ мрад <sup>2</sup> )
Бериллиевое окно фронтенда	25.00	Разделение вакуума фронтенда и оптического хатча. Толщина 300 мкм. Водоохлаждаемое окно.
Блок щелей белого пучка	42.00	Задание размера пучка. Щель четырехстворчатая с водоохлаждаемыми лезвиями, с измерением тока утечки с каждого лезвия для мониторинга положения пучка.
Аттенюатор белого пучка	42.50	Уменьшение мощности входящего излучения в области рабочих энергий. Набор водоохлаждаемых фильтров из стеклоглерода различной толщины (0.05-10 мм)
Монитор пучка флуоресцентный Монитор интенсивности пучка	42.75	Контроль положения и интенсивности пучка фотонов
Быстродействующий монохроматор (на схеме не представлен)	43.00	Монохроматизация пучка СИ в режиме быстрого сканирования (высокое временное разрешение). Моноблочные двухкристалльные монохроматоры - Si(111) и Si(311) с охлаждением жидким азотом.
Двухкристалльный монохроматор	45.00	Монохроматизация пучка СИ. Двухкристалльный монохроматор, два типа монокристаллов Si(111) и Si(311), охлаждение жидким азотом, гониометр <b>Первый кристалл монохроматора – первый оптические элемент</b>
Плоское зеркало M1 с возможностью фокусировкой в горизонтальном направлении	48.50	Оптическая длина 1200 мм. Подложка – кремний. Три плоских отражающих поверхности шириной 10 мм, покрытие Rh и Pt и без покрытия. Две отражающих цилиндрических поверхности (R = 10мм): одна без покрытия и одна с платиновым покрытием.

(продолжение на следующей странице)

Компоненты	Положение, м	Функции
Монитор пучка флуоресцентный	49.25	Контроль положения пучка фотонов
Плоское изгибаемое зеркало M2 с возможностью фокусировкой в вертикальном направлении	50.00	Оптическая длина 1200 мм. Подложка – кремний. Три плоских отражающих поверхности шириной 10 мм, покрытие Rh и Pt и без покрытия. Радиус изгиба до
Затвор монохроматического пучка	52.0	Перекрытие монохроматического пучка для обеспечения безопасности во время смены образцов и проведения различных технических работ в экспериментальном хатче

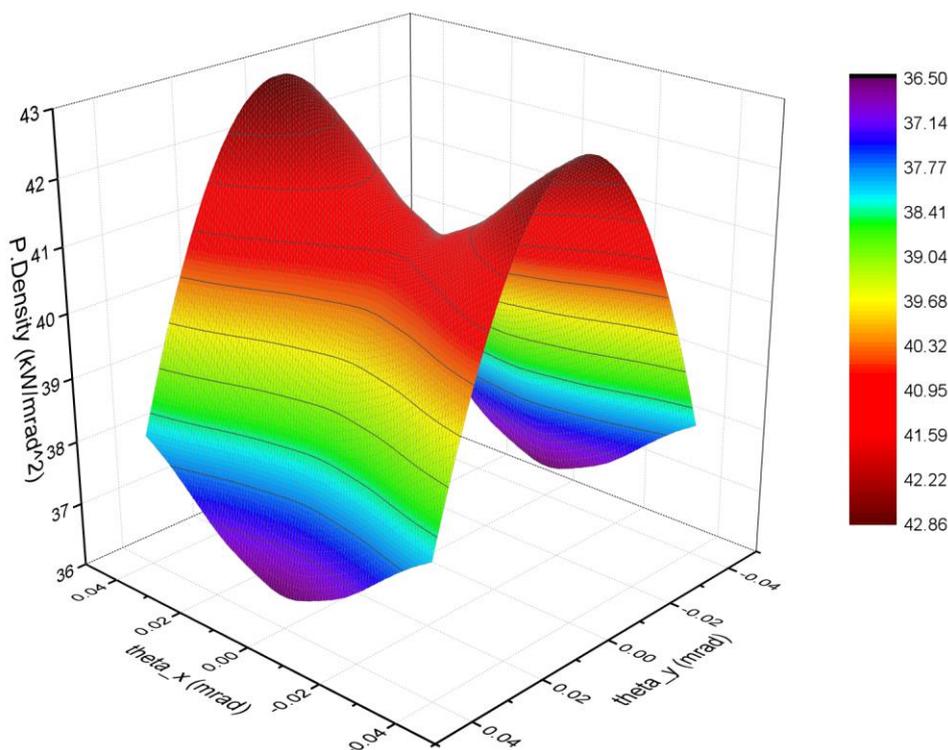
### 2.1.1 Оценка тепловых нагрузок на первый кристалл монохроматора

Первым оптическим элементом, который принимает на себя основную мощность входящего излучения, является первый кристалл двухкристального монохроматора или первая плоскость кристалла быстродействующего монохроматора. Важно отметить, что в случае использования быстродействующего монохроматора, мощность, приходящая на первую плоскость монокристалла, ниже, т. к. используется уширенная ондуляторная гармоника, по этой причине, оценка тепловых нагрузок для данного монохроматора не производилась.

Для оценки тепловой нагрузки выбран режим, при котором достигается максимальная мощность излучения сверхпроводящего ондулятора. Как известно, мощность излучения ондулятора зависит от величины магнитного поля в межполюсном зазоре, таким образом, максимальная тепловая нагрузка на первый кристалл монохроматора будет в случае максимального рабочего поля. Расчеты показывают, что при величине магнитного поля 1.35 Тл, мощность ондуляторного излучения составляет 8.3 кВт, при этом фиксированная маска поглощает примерно 7.73 кВт, а мощность излучения, прошедшего через фиксированную маску, – 563 Вт. Также в данном режиме предполагается введение в пучок бериллиевых фольг суммарной толщиной 300 мкм, на которых будет дополнительно поглощаться порядка 105 Вт. Важно отметить, что поглощаться будут преимущественно фотоны 1<sup>й</sup> ондуляторной гармоники. В таком режиме 3<sup>я</sup> гармоника является основной рабочей гармоникой с энергией 3986 кэВ и выше (при уменьшении магнитного поля). При этом коэффициент пропускания 300 мкм бериллиевой фольги для энергии 3986 эВ составляет  $\approx 0.63$ . Данный наиболее теплонагруженный режим в дальнейшем используется для моделирования тепловых нагрузок на первый кристалл монохроматора.

Важно отметить, что размер 3<sup>й</sup> гармоники при максимальном поле составляет  $0.08 \times 0.08$  мрад<sup>2</sup> и при дальнейшем уменьшении магнитного поля также уменьшается, достигая  $0.05 \times 0.05$  мрад<sup>2</sup> при поле 0.6 Тл, что соответствует энергии 9443 эВ. Размер 5й гармоники с энергией 6656 эВ (1.35 Тл) составляет  $0.06 \times 0.07$  мрад<sup>2</sup>, 7й гармоники с энергией

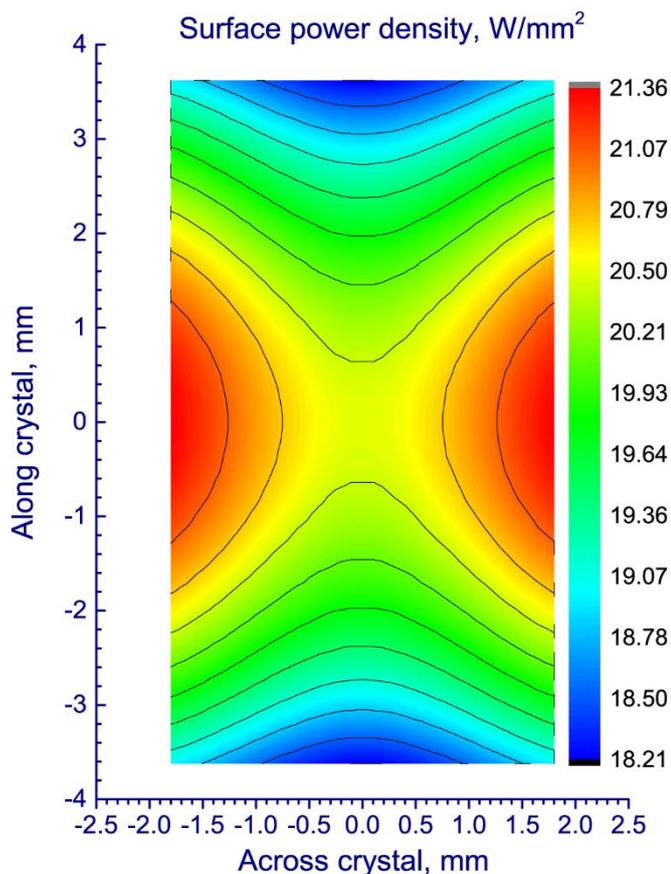
9305 эВ (1.35 Тл) –  $0.06 \times 0.07$  мрад<sup>2</sup>, 9й гармоники с энергией 11952 эВ (1.35 Тл) –  $0.05 \times 0.07$  мрад<sup>2</sup>. Блок щелей белого пучка позволяет задать проходную апертуру, соответствующую размеру третьей гармоники, что снижает мощность прошедшего излучения до 250 Вт с аксиальной плотностью мощности  $\approx 41$  кВт/мрад<sup>2</sup>. На **Рисунке 5** представлен график плотности мощности пучка с угловым размером  $0.08 \times 0.08$  мрад<sup>2</sup> после блока щелей белого пучка.



**Рисунок 5.** Плотность мощности пучка СИ из ондулятора с периодом 18 мм ( $E=3\Gamma$ эВ,  $I=400$  мА,  $V=1.35$  Тл) с размером пучка  $0.08 \times 0.08$  мрад<sup>2</sup> ( $l(\text{Be}) = 300$  мкм).

Первый кристалл монохроматора может быть охлаждаемым как водой, так и жидким азотом. Выбор системы охлаждения зависит от тепловой нагрузки, как правило для низких тепловых нагрузок  $1 \text{ Вт/мм}^2$  достаточно охлаждения водой (подобная тепловая нагрузка характерна для станций, использующих в качестве источника СИ поворотные магниты). Для значительных тепловых нагрузок  $2-100 \text{ Вт/мм}^2$  охлаждения водой уже неэффективно и используется охлаждение жидким азотом (подобная тепловая нагрузка характерна для станций, использующих в качестве источника СИ ондуляторы и вигглеры) [1-6].

Поперечный размер пучка, а также поверхностная плотность мощности пучка СИ на первом кристалле монохроматора (45 метров от источника) представлены на **Рисунке 6**. Для энергии 3986 эВ угол Брегга ( $\theta$ ) монокристалла Si(111) составляет  $\approx 29.8^\circ$ , таким образом, размер пучка на монокристалле составляет  $3.6 \times 7.2 \text{ мм}^2$ . Поверхностная плотность мощности находится в диапазоне  $18-21.5 \text{ Вт/мм}^2$ , что однозначно указывает на необходимость охлаждения кристаллов монохроматора с помощью жидкого азота.



**Рисунок 6.** Поверхностная плотность мощности пучка СИ из ондулятора с периодом 18 мм ( $E=3\text{ГэВ}$ ,  $I=400\text{ мА}$ ,  $B=1.35\text{ Тл}$ ) с размером пучка  $0.08\times 0.08\text{ мрад}^2$  ( $I(\text{Be}) = 300\text{ мкм}$ ) на первом кристалле монохроматора ( $\text{Si}(111)$ ,  $\theta = 29.8^\circ$ , 45 м от источника).

Важно отметить, что дополнительно снизить мощность излучения приходящего на первый кристалл монохроматора, в случае необходимости, можно с помощью аттенюатора белого пучка, расположенного перед монохроматором.

### 2.1.2 Двухкристальный монохроматор

Двухкристальный монохроматор (ДКМ) с двумя парами монокристаллов  $\text{Si}(111)$  и  $\text{Si}(311)$  для монохроматизации синхротронного излучения в диапазоне энергий от 2.5 до 45 кэВ. ДКМ обеспечивает постоянное вертикальное смещение монохроматизированного пучка относительно пучка СИ вверх на 20 мм. Монохроматор оборудован системой охлаждения жидким азотом замкнутого цикла.

В стандартном режиме работы ДКМ происходит непрерывное изменение положения монокристаллов, обеспечивающие сканирование по энергии фотонов. Важно, что в таком режиме происходит одновременное изменение тока в электромагнитных катушках ондулятора так, чтобы максимум текущей рабочей гармоники ондуляторного излучения соответствовал текущей энергии, пропускаемой монохроматором.

Юстированный режим работы – работа при постоянной энергии. Данный режим используется для настройки рентгеновской оптики, расположенной после монохроматора, уточнения положения образца, подготовки образца для проведения исследования (подбор толщины, разбавление образца инертным материалом и др.), трассирования каналов и др.

Режим выведенных монокристаллов необходим для функционирования быстродействующего монохроматора. В этом режиме монохроматизированный пучок, выходящий из быстродействующего монохроматора, проходит через двухкристальный монохроматор, не взаимодействуя с оптическим элементом ДКМ.

Первый кристалл установлен на медном блоке, который непосредственно охлаждается жидким азотом. Второй кристалл охлаждается аналогичным образом, но с меньшей снимаемой мощностью. Механика монохроматора охватывает диапазон углов 5-54°, что соответствует энергетическому диапазону 2.4-22.5 кэВ для кристаллов Si(111) и 4.7-45 кэВ для кристаллов Si(311). Монохроматор имеет фиксированное смещение пучка фотонов в 20 мм. Из-за того, что первый монокристалл установлен на большой медный охлаждающий блок, он может только вращаться, меняя угол падения пучка СИ; второй монокристалл вращается, а также перемещается по вертикали и горизонтали, чтобы обеспечить фиксированный выход фотонов (20 мм).

### **2.1.3 Быстродействующий монохроматор**

Для расширения спектра задач, решаемых на станции 1-4, предполагается постепенное расширение функционала. Одним из этапов расширения функционала является установка второго монохроматора – быстродействующего монохроматора. Предполагается использовать быстродействующий монохроматор (БМ) с двумя блочными монокристаллами-монохроматорами Si(111) и Si(311) для монохроматизации СИ в диапазоне энергий от 4 до 45 кэВ. Монохроматор также оборудован системой охлаждения жидким азотом замкнутого цикла. БМ расположен перед двухкристальным монохроматором на расстоянии 43 м от источника СИ (Таблица 5).

В стандартном режиме работы БМ происходит высокочастотное (до 100 Гц) качение блока монокристалла-монохроматора, обеспечивающие сканирование по энергии фотонов. Важно, что для реализации такого режима происходит уширение гармоник ондуляторного излучения со 100-200 эВ до 1200-1400 эВ. Уширение происходит за счет создания градиента магнитного поля в ондуляторе вдоль оси движения электронов.

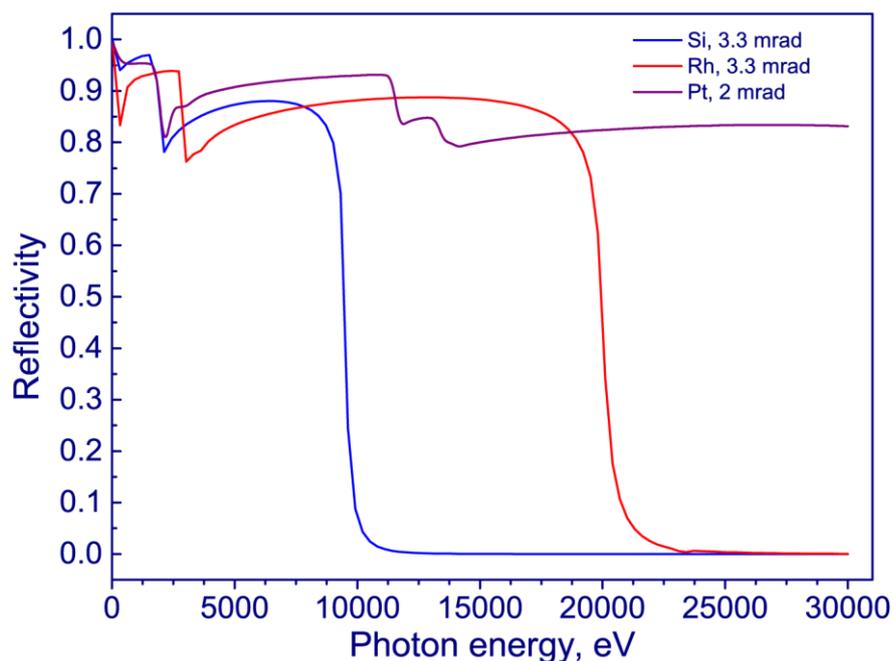
Юстированный режим работы – работа при постоянной энергии. Данный режим используется для настройки рентгеновской оптики, расположенной после монохроматора, уточнения положения образца, подготовки образца для проведения исследования (подбор толщины, разбавление образца инертным материалом и др.), трассирования каналов и др.

Режим выведенных монокристаллов необходим для функционирования двухкристального монохроматора. В этом режиме пучок СИ, выходящий из фронтенда, проходит через быстродействующий монохроматор, не взаимодействуя с оптическим элементом БМ.

### 2.1.4 Система зеркал

Основное назначение системы зеркал – подавление высших гармоник, что крайне важно для получения высококачественных EXAFS-спектров. Следовательно, для оптимальной работы необходимо комбинировать разные покрытия и углы наклона зеркал. Необходимость использования двух отдельных зеркал обусловлена требованием сохранения горизонтальности монохроматического пучка. В то же время комбинация двух зеркал приводит к лучшему подавлению высших гармоник, а также их можно использовать для раздельной фокусировки в горизонтальном и вертикальном направлениях.

Для обоих зеркал в качестве подложки выбран кремний. На каждом зеркале есть три отражающие поверхности с разным покрытием: платина (Pt), родий (Rh) и одна поверхность без покрытия (чистый кремний). Предполагается, что первое зеркало будет иметь дополнительные отражающие цилиндрические поверхности, одна без покрытия, вторая – с родиевым покрытием. Это позволит проводить горизонтальную фокусировку монохроматического пучка. Второе зеркало будет иметь систему для изгибания его вдоль пучка, для вертикальной фокусировки. Эти различные покрытия в сочетании с углами падения от 2 до 5 мрад могут эффективно использоваться для подавления высших гармоник в рабочем диапазоне от 4 до 35 кэВ. Работа со сфокусированным пучком также возможна в диапазоне от 4 до 20 кэВ.



**Рисунок 7.** Отражательная способность двух зеркал для различных покрытий и углов падения.

Для эффективного подавления высших гармоник рабочего диапазона 4-10 кэВ необходимо, чтобы «cut-off» энергия зеркала составляла 10 кэВ, для этого диапазона необходимо использовать в качестве отражающей поверхности кремний, а угол наклона зеркал должен составлять 3.3 мрад (**Рисунок 7**). При этом коэффициент пропускания системы зеркал для 3968 эВ составляет 0.86, а для высшей гармоники с энергией  $\approx 12$  кэВ –  $3.2 \times 10^{-3}$ .

Учитывая возможность монохроматора к дополнительной разъюстировке монокристаллов (обычно до 80%), «примесь» гармоники с энергией  $\approx 12$  кэВ может быть снижена до  $10^{-5}$ . Так как положение первого зеркала составляет 48.5 м, второго - 50 м, размер пучка 3й гармоники при угловом размере  $0.08 \times 0.08$  мрад<sup>2</sup> составляет  $3.88 \times 1176$  мм<sup>2</sup> на первом зеркале и  $4 \times 1213$  мм<sup>2</sup> на втором зеркале. Для лучшего подавления высших гармоник также можно увеличивать угол наклона зеркал, однако в случае использования цилиндрического зеркала для фокусировки в горизонтальном направлении данный способ не подходит, так как фокусировка в сагитальном направлении напрямую связана с углом наклона зеркала. В то же время можно использовать вертикальную (меридианальный) фокусировку с помощью второго зеркала.

Для энергетического диапазона 10-20 эВ уже необходимо использовать зеркало с поверхностью покрытой родием. Угол наклона зеркала также может составлять 3.3 мрад. Для данного диапазона используются 7<sup>я</sup>, 9<sup>я</sup> и 11<sup>я</sup> гармоника ондулятора, угловые размеры которых не превышают  $0.07 \times 0.07$  мрад<sup>2</sup>. Таким образом размер монохроматического пучка на первом зеркале не будет превышать  $3.4 \times 1030$  мм<sup>2</sup> и  $3.5 \times 1060$  мм<sup>2</sup> на втором зеркале. Аналогично, как и в случае с парой зеркал с кремниевой отражающей поверхностью, можно увеличивать подавление высших гармоник, увеличивая угол наклона зеркала.

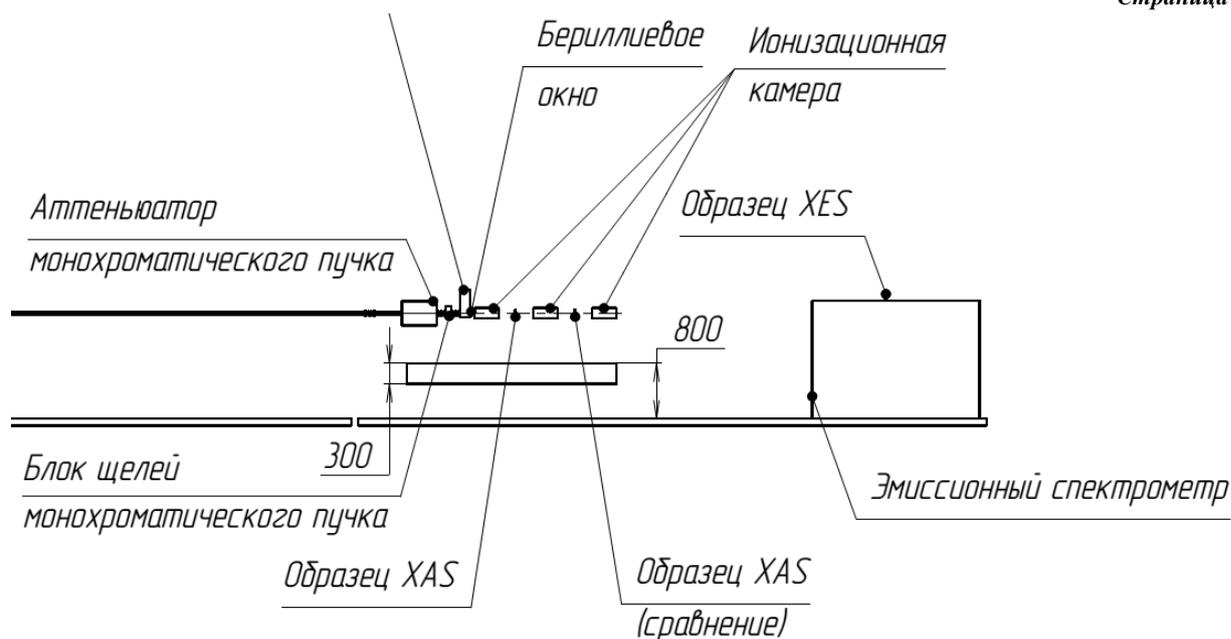
Для энергетического диапазона выше 20 кэВ используется зеркало с платиновым покрытием. Угол наклона зеркала также может составлять 2 мрад. Для данного диапазона используются 11<sup>я</sup> и 13<sup>я</sup> гармоника ондулятора, угловые размеры которых не превышают  $0.03 \times 0.04$  мрад<sup>2</sup>. Таким образом размер монохроматического пучка на первом зеркале не будет превышать  $1.5 \times 970$  мм<sup>2</sup> и  $1.5 \times 1000$  мм<sup>2</sup> на втором зеркале.

Таким образом, длина рабочей поверхности зеркал не превышает 1200 мм во всем рабочем энергетическом диапазоне. Стоит отметить, что подобная длина зеркал является стандартной, а увеличение длины приводит к значительному росту стоимости.

Пожалуйста, напиши мне, с кем обсуждалось оптика? Кто считал?

### 3 Экспериментальные секции станции

Рентгенооптические элементы и системы детектирования станции расположены в экспериментальном хатче и предназначены для реализации методов спектроскопии рентгеновского поглощения, спектроскопии магнитного дихроизма и рентгеновской эмиссионной спектроскопии. На **Рисунке 8** представлена схема расположения основных элементов станции, а в **Таблице 6** приведен перечень основных элементов станции, используемых для реализации соответствующих методов, и их функциональное назначение.



**Рисунок 8.** Схема размещения основных рентгенооптических элементов и систем детектирования станции «XAFS-спектроскопия и магнитный дихроизм» (экспериментальный хатч).

### 3.1 Секция «Спектроскопия рентгеновского поглощения»

Спектроскопия рентгеновского поглощения в геометрии «на пропускание» – наиболее востребованный и в то же время наиболее простой экспериментальный метод, который будет реализован на станции. Метод применим для исследования образцов с высоким содержанием исследуемого элемента ( $> 1\%$ ). Для того чтобы уменьшить влияние пространственной неоднородности потока фотонов при сканировании по энергии необходимо расположить образец максимально удаленно от источника излучения. Учитывая размеры экспериментального холла, блок размещения исследуемого образца находится на расстоянии 67.7 м. Измерение в геометрии «на пропускание» реализуется с помощью трех ионизационных камер, первая из которых используется для измерения интенсивности входного монохроматического пучка  $I_0$ , вторая – для измерения интенсивности прошедшего излучения. Третья ионизационная камера используется для измерения интенсивности излучения, прошедшего через образец стандарта (образца сравнения), как правило металлической фольги. Наличие стандарта необходимо для калибровки шкалы энергии. Коэффициент линейного поглощения определяется как  $\mu(E) \cdot x = \ln(I_0/I)$ , где  $x$  – толщина образца.

Спектроскопия рентгеновского излучения в режиме измерения выхода флуоресценции используется для исследования сильноразбавленных систем с концентрацией исследуемого элемента меньше 1% или для случаев, когда проведение исследования в геометрии «на пропускание» не представляется возможным (сильно поглощающая матрица, пленки, покрытия, полупроводниковые матрицы). Для регистрации флуоресцентных спектров элементов, края поглощения которых лежат ниже 20 кэВ, будет использован многоэлементный энергодисперсионный кремниевый дрейфовый детектор (silicon drift

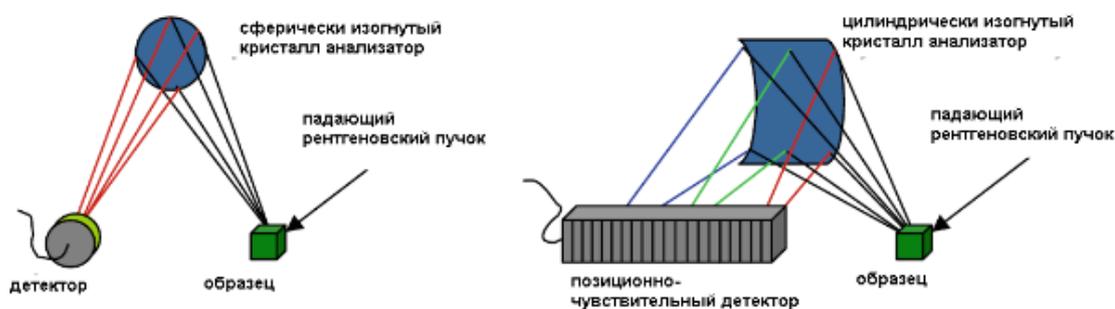
detector, SDD). Для регистрации флуоресцентных спектров элементов, края поглощения которых лежат в диапазоне  $>20$  кэВ, можно использовать сцинтилляционные детекторы на основе иттрий-алюминиевого перовскита (YAP detector) или детектор Литла (ионизационная камера большой площади). Для энергодисперсионной флуоресценции (выше 20 кэВ) можно будет использовать также многоэлементный энергодисперсионный кремниевый дрейфовый детектор с толщиной чипа 0.45-0.50 мм. Также предполагается использование многоэлементного энергодисперсионного германиевого детектора, с охлаждением жидким азотом. Характеристики систем детектирования представлены в разделе 3.4.

**Таблица 6.** Рентгенооптические элементы станции (экспериментальный хатч), их положение относительно центра источника СИ, а также краткое описание функционального назначения.

Компоненты	Положение, м	Функции
Аттенюатор монохроматического пучка	66.35	Уменьшение мощности монохроматического излучения рабочего диапазона (4.5-45 кэВ).
Блок щелей монохроматического пучка	66.75	Задание окончательной геометрии монохроматического пучка
Монитор положения пучка высокого пространственного разрешения	67.00	Измерение положения пучка фотонов с высокой точностью
Бериллиевое окно	67.00	Шибер с бериллиевым окном. Используется для отделения вакуума оптического канала от атмосферы. В случае работы в энергетическом диапазоне $< 4$ кэВ бериллиевое окно выводится из оптического канала.
Ионизационная камера	67.300	Измерение интенсивности пучка фотонов
Блок размещения образца	67.70	Прецизионный XYZ-держатель образца, совмещённый с гониометром; пьезоактуаторы и система контроля положения образца.
Система детектирования флуоресценции	67.70	Флуоресцентные детекторы рентгеновской флуоресценции (HPGe, SDD, лавинные диоды, PIPS-диод).
Ионизационная камера	68.10	Измерение интенсивности пучка фотонов
Блок размещения образца (образец сравнения)	68.55	Прецизионный XYZ-держатель образца, совмещённый с гониометром; пьезоактуаторы и система контроля положения.
Ионизационная камера	68.95	Измерение интенсивности пучка фотонов
Эмиссионный спектрометр	73.00	Комбинация фон Хамосовского и Иогановского эмиссионных спектрометров с системой позиционирования образца и системой детектирования

### 3.2 Секция «Рентгеновская эмиссионная спектроскопия»

Современные рентгеновские эмиссионные спектрометры в основном основаны на так называемой геометрии круга Роуланда, которая позволяет одновременно фокусировать фотоны на детектор и различать их по энергии. В этой геометрии источник (образец), кристалл-анализатор и детектор лежат на круге Роуланда, а кристалл-анализатор изогнут, сферически или цилиндрически, с радиусом изгиба, равным удвоенному радиусу круга Роуланда. Для лучшего энергетического разрешения и фокусировки угол Брэгга должен быть близким к  $90^\circ$ . В зависимости от типа используемых кристаллов-анализаторов выделяют две геометрии спектрометров: йоханосовская геометрия со сферически изогнутыми кристаллами и фон-хамосовская геометрия с цилиндрически изогнутыми кристаллами (**Рисунок 9**).



**Рисунок 9.** Йоханосовская геометрия (слева) и фон-хамосовская геометрия эмиссионных спектрометров.

На станции 1-4 предполагается использование комбинированный спектрометр, использующий обе геометрии, при этом спектрометр будет иметь общую систему позиционирования образца и отдельные системы позиционирования кристаллов-анализаторов и детекторов. Подобная комбинированная схема была успешно реализована на станции FXE, расположенную на Европейском рентгеновском лазере на свободных электронах (European XFEL, Гамбург, Германия).

### 3.3 Секция «Спектроскопия магнитного дихроизма»

Измерения спектров рентгеновского поглощения в случае спектроскопии магнитного дихроизма аналогично спектроскопии рентгеновского поглощения за некоторым дополнением. При реализации данного метода образец помещается в сильное магнитное поле, а рентгеновское излучение с помощью специального поляризатора приобретает заданную левую и правую круговую поляризацию (рентгеновский магнитный круговой дихроизм, x-ray magnetic circular dichroism, XMCD) или линейную горизонтальную и вертикальную поляризацию (рентгеновский магнитный линейный дихроизм, x-ray magnetic linear dichroism, XMLD). Измерение спектров рентгеновского поглощения осуществляется также в режимах пропускания и измерения выхода флуоресценции для каждой поляризации.

Для реализации экспериментов с рентгеновским магнитным круговым дихроизмом использование четвертьволновой пластины считается единственным способом в случае использования источника с линейно поляризованным излучением: вигглер и ондулятор.

Преимуществом такого поляризатора является возможность быстрого изменения спиральности и, таким образом, получения дихроичных спектров в постоянно направленном магнитном поле, что позволяет проводить исследования гистерезисной намагниченности с селективностью по элементам. Использование двух пластинок позволяет получить полуволновой поляризатор, преобразующий горизонтальную поляризацию в вертикальную.

### **3.4 Системы детектирования**

Реализация перечисленных выше методик требует использования различных систем детектирования, от ионизационных камер до полупроводниковых детекторов. В **Таблице 7** приведен перечень основных систем детектирования, использование которых предполагается на станции «XAFS-спектроскопия и магнитный дихроизм».

### **3.5 Системы окружения образца**

Спектр решаемых научных задач напрямую связан с дополнительными возможностями проведения экспериментов, по этой причине станция 1-4 будет оснащена различными системами окружения образца (печи, криокулеры, реакционные камеры, вакуумная камера и т. д.). Для проведения экспериментов с варьированием температуры (50-750К), экспериментов с использованием рабочего диапазона ниже 5 эВ, экспериментов по спектроскопии магнитного дихроизма станция будет оснащена вакуумной камерой. Вакуумная камера может быть заменена на поворотный столик для закрепления держателей образцов (невакуумное исполнение).

#### **3.5.1 Проведение экспериментов в режиме *in situ* и *operando***

Станция будет оборудована различными типами химических и каталитических реакторов, позволяющих проводить измерения в конфигурациях «на прохождение» и по выходу флуоресценции, для проведения экспериментов в режимах *in situ/operando*. Одновременно с регистрацией спектров рентгеновского поглощения будет осуществляться запись ИК- и UV-vis спектров образцов. Для этого будет разработана оригинальная ячейка для спектроскопии диффузного отражения с возможностью ввода и вывода рентгеновского излучения. Для обеспечения функционирования представленных выше секций в режиме с высоким временным разрешением станция будет оборудована специальным быстродействующим монохроматором, который может осуществлять сканирование по энергиям с частотой до 50 Гц, и специальными быстродействующими ионизационными камерами. Это позволит изучать изменения структурных, магнитных и электронных свойств веществ в динамике в зависимости от времени, температуры, давления и/или состава газовой смеси.

#### **3.5.2 Проведение экспериментов при высоком давлении**

Станция будет оборудована прессом Париж-Эдинбург для проведения измерений спектров рентгеновского поглощения в геометрии «на прохождение» при высоком давлении.

**Таблица 7.** Перечень систем детектирования и их характеристики.

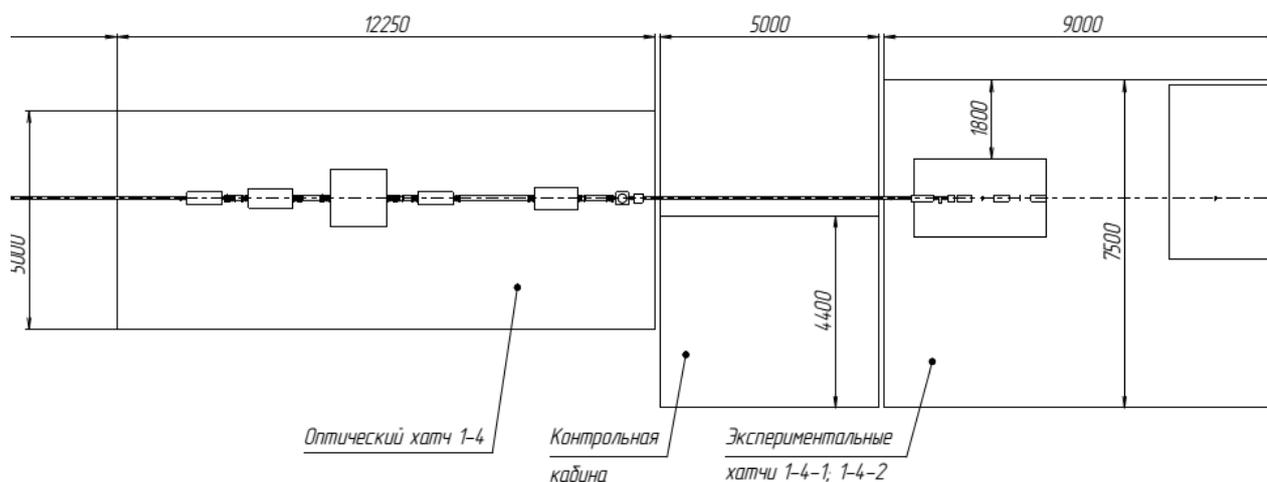
<b>XAFS-спектроскопия и магнитный дихроизм</b>	
Ионизационные камеры	<p>Рабочий диапазон: 2.4-35 кэВ Длина: 300 мм Напряжение между электродами: до 3000 В Рабочий газ: воздух, N<sub>2</sub>, He, Ar, Xe и их смеси Автоматическая система смены рабочего газа</p>
Флуоресцентные детекторы	<p>энергодисперсионный кремниевый дрейфовый детектор (silicon drift detector, SDD) Рабочий диапазон: &lt;30 кэВ Количество элементов: 5-7 Толщина чипа: 0.45-0.50 мм</p>
	<p>энергодисперсионный германиевый детектор (HPGe detector) Рабочий диапазон: 15-50 кэВ Количество элементов: 7-50</p>
	<p>Диод с лавинным усилением (Avalanche Photo Diode, APD) Рабочий диапазон: &lt;20 кэВ Количество элементов: 1 Площадь чипа: 5×5 мм<sup>2</sup></p>
	<p>Сцинтилляционный детектор (Scintillation Detector) Рабочий диапазон: &lt;20 кэВ Материал чипа: NaI(Tl) Диаметр чипа: 13-30 мм</p>
	<p>Сцинтилляционный детектор (Scintillation Detector) Рабочий диапазон: &lt;20 кэВ Материал чипа: LaBr<sub>3</sub>(Ce) Диаметр чипа: 13-30 мм</p>
	<p>энергодисперсионный плоский пассивированный имплантированный кремниевый детектор (Passivated Implanted Planar Silicon Detectors) Рабочий диапазон: &lt;20 кэВ Материал чипа: Si Площадь чипа: 300 мм<sup>2</sup></p>
<b>Рентгеновская эмиссионная спектроскопия</b>	
Фон-Хамосовский эмиссионный спектрометр	<p>Si(111) - 8 кристаллов Si(110) - 8 кристаллов Si(311) - 6 кристаллов Si(400) - 6 кристаллов Si(331) - 6 кристаллов Si(422) - 6 кристаллов Кристаллы цилиндрически изогнуты, размер кристаллов 100x40 мм, радиус кривизны - 500 мм.</p>

(продолжение на следующей странице)

Иогановский эмиссионный спектрометр	Si(111) - 6 кристаллов Si(733) - 1 кристалл Ge(111) - 1 кристалл Ge(100) - 1 кристалл Ge(331) - 1 кристалл Si(211) - 1 кристалл Si(531) - 1 кристалл Диаметр кристаллов 100 мм, радиус кривизны - 1000 мм.
Детекторы	Позиционно-чувствительный кремниевый детектор, 1280 полос 0.05x8 мм
	2D детектор с размером пикселя 0.172x0.122 мм <sup>2</sup>

## 4 Помещения станции

Основные помещения станции, в которых происходит работа персонала станции – это оптический хатч, экспериментальный хатч, контрольная кабина (**Рисунок 10**) и помещение пробоподготовки/лабораторная комната (лабораторная). Доступ персонала в оптический должен быть исключен при открытой заслонке СИ, доступ персонала в экспериментальные хатчи должен быть исключен при открытой заслонке монохроматического излучения.



**Рисунок 10.** Схема расположения различных помещений станции «XAFS спектроскопия и магнитный дихроизм» в экспериментальном холле.

### 4.1 Оптический хатч

В оптическом хатче размещено основное оборудование, необходимое для формирования монохроматического излучения (двухкристальный монохроматор – ДКМ и быстродействующий монохроматор – БМ), для формирования геометрии пучка СИ и монохроматического излучения (щели, система зеркал), для уменьшения интенсивности излучения (аттенюатор) и для мониторинга положения и интенсивности (мониторы интенсивности и флуоресцентные экраны). При безаварийном режиме функционирования

станции заслонка СИ открыта всегда для обеспечения постоянной тепловой нагрузки на оптические элементы. В оптическом хатче необходима стабилизация температуры  $22\pm 0.1$  °С.

## **4.2 Экспериментальный хатч**

В экспериментальном хатче размещается оборудование для проведения экспериментов (детекторы, щели, электроника), а также система окружения образца (держатели, передвижки, печи, криокулеры и др.) и другое необходимое технологическое оборудование (вакуумные посты, масс-спектрометры, ИК-спектрометры). Запуск эксперимента, управление системой окружения образца, контроль давления, управление подачей газа и др., в том числе открытие заслонки монохроматического пучка, должен осуществляться из контрольной кабины дистанционно. При запуске эксперимента запись данных с детектирующих устройств осуществляется в локальное хранилище, которое при необходимости синхронизируется с ЦОД. В контрольной комнате также должен быть организован доступ к ЦОД для доступа к экспериментальным данным и их предварительной обработки. В экспериментальном хатче необходима стабилизация температуры  $22\pm 0.1$ °С.

## **4.3 Контрольная кабина**

В контрольной комнате размещается оборудование для контроля управления станцией (компьютеры, серверы, при необходимости - стойки, крейты и пр. радиоэлектронное оборудование), а также рабочие места для персонала и пользователей, которые выполняют эксперимент. Из контрольной комнаты осуществляется контроль и управление следующими элементами станции: управление ондулятором, закрытие заслонки монохроматического пучка в оптическом хатче, затвор СИ во фронтенде, система фокусировки/щелей, монохроматоры, система позиционирования оптических элементов канала, система позиционирования образца, детекторы и мониторы пучка, системы подачи газов, системы охлаждения печей, системы контроля нагрева, система видеонаблюдения, потоковые криостаты, спектрометры, а также другое оборудование, необходимое для проведения экспериментов. Дополнительная стабилизация температуры не требуется, система вентиляции может быть общая с экспериментальным залом.

## **4.4 Комната пробоподготовки (по периметру кольца)**

В комнате пробоподготовки размещаются рабочие столы и лабораторное оборудование, необходимое для подготовки экспериментов – прессование образцов, забивки капилляров, закрепления кристаллов и ячеек на гониометрических головках, набивка кювет, подготовка систем автоматической смены образцов, простой ремонт оборудования. Дополнительная стабилизация температуры не требуется, система вентиляции может быть общая с экспериментальным залом.

## **Заключение**

Станция 1-4 «XAFS-спектроскопия и магнитный дихроизм» – это универсальная ондуляторная станция, предназначенная для решения широкого класса научно-исследовательских задач в области катализа, функциональных материалов, нанотехнологий,

наук о жизни и Земле. Станция обладает уникальными характеристиками, позволяющими реализовать метод спектроскопии рентгеновского поглощения и магнитного дихроизма, а также метод рентгеновской эмиссионной спектроскопии, требующий очень высокого потока фотонов. Станция придет на смену УНУ «EXAFS-спектроскопия» СЦСТИ (Новосибирск, Россия). Географическое расположение ЦКП «СКИФ» позволит большому количеству российских научных групп решать актуальные научные задачи. Миссия станции – служить всему сообществу пользователей, предоставляя доступ к уникальному научному оборудованию и методикам.

На станции 1-4 будут доступны измерения спектров рентгеновского поглощения с высоким отношением сигнал/шум в широком диапазоне энергий (2.4-35 кэВ), спектроскопия рентгеновского поглощения с высоким временным разрешением (quick-EXAFS спектроскопия), спектроскопия магнитного кругового и линейного дихроизма в широком интервале магнитных полей и температур. Рентгеновская эмиссионная спектроскопия будет реализована с помощью комбинированного йоханосовского и фон-хамосовского спектрометра с широким набором кристаллов-анализаторов. Станция будет обладать широким набором оборудования для исследования функциональных материалов в режимах *in situ* и *operando*.

## Список цитируемой литературы

- [1] Mochizuki, T., Zhang, X., Sugiyama, H., Zhao, J., Ando, M., Yoda, Y., Review of Scientific Instruments **1995**, 66, 2167-2170, <https://doi.org/10.1063/1.1146454>.
- [2] Proux, O., Nassif, V., Prat, A., Ulrich, O., Lahera, E., Biquard, X., Menthonnex, J.J., Hazemann, J.L., Journal of synchrotron radiation **2006**, 13, 59-68, <https://doi.org/10.1107/S0909049505037441>.
- [3] Khounsary, A.M., Revesz, P., Morawe, C., Kazimirov, A., Savino, J.J., Goto, S., MacGahan, C.J., Windisch, E.L., **2009**, 7448, 744805, <https://doi.org/10.1117/12.826394>.
- [4] Zhang, L., Sanchez Del Rio, M., Monaco, G., Detlefs, C., Roth, T., Chumakov, A.I., Glatzel, P., Journal of synchrotron radiation **2013**, 20, 567-580, <https://doi.org/10.1107/S0909049513009436>.
- [5] Chumakov, A.I., Sergeev, I., Celse, J.P., Ruffer, R., Lesourd, M., Zhang, L., Sanchez del Rio, M., Journal of synchrotron radiation **2014**, 21, 315-324, <https://doi.org/10.1107/S1600577513033158>.
- [6] Kristiansen, P., Johansson, U., Ursby, T., Jensen, B.N., Journal of synchrotron radiation **2016**, 23, 1076-1081, <https://doi.org/10.1107/S1600577516009243>.

## Концептуальный проект Станции 1-5 «Диагностика в высокоэнергетическом рентгеновском диапазоне»

К.Э. Купер<sup>1,2</sup>, А.А. Легкодымов<sup>1,2</sup>, А.А. Дучков<sup>3</sup>, А.Г. Маликов<sup>4</sup>, А.А. Филиппов<sup>4</sup>,  
Е.Л. Завьялов<sup>5</sup>, А.И. Анчаров<sup>6</sup>, А.Р. Шацкий<sup>7</sup>

<sup>1</sup>ЦКП «СКИФ», Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Никольский пр., 1,  
Кольцово, 630559

<sup>2</sup>ИЯФ СО РАН, Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, Лаврентьева пр., 11,  
630090, Новосибирск

<sup>3</sup>ИНГГ СО РАН Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А.Трофимука СО РАН,  
пр. Коптюга 3, 630090, г. Новосибирск

<sup>4</sup>ИТПМ СО РАН Институт теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича  
СО РАН, ул. Институтская 4/1, 630090, г. Новосибирск

<sup>5</sup>ИЦиГ СО РАН Институт цитологии и генетики СО РАН, Лаврентьева пр., 11, 630090,  
Новосибирск

<sup>6</sup>ИХТТМ СО РАН Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, ул. Кутателадзе,  
18, 630128, Новосибирск

<sup>7</sup>ИГМ СО РАН Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева СО РАН, пр. Коптюга 3,  
630090, г. Новосибирск

Автор для переписки: [K.E.Kuper@inp.nsk.su](mailto:K.E.Kuper@inp.nsk.su)

Аннотация. В статье представлен концептуальный дизайн экспериментальной станции 1-5 «Диагностика в высокоэнергетическом рентгеновском диапазоне, входящей в число станций первой очереди источника синхротронного излучения ЦКП «СКИФ». На станции предполагается реализовать методы рентгеноструктурного и рентгенофлуоресцентного анализа в жестком диапазоне от 25 до 150 кэВ, а также метод фазовоконтрастной радиографии. В работе приведена оптическая схема станции и показан концептуальный проект трех секций позволяющий решать уникальные задачи для исследований в области материаловедения, геологии, археологии, палеонтологии и биомедицины.

Ключевые слова: синхротронное излучение, жесткий рентгеновский диапазон, томография, фазовый контраст, материаловедение, геология, археология, палеонтология, биомедицина

## Оглавление

Введение .....	170
1. Портфель научных задач .....	170
1.1 Блок задач 1. Исследование материалов под воздействием высоких температур 170	
Задача 1.1. Рентгеноструктурные исследования материалов под воздействием высоких температур.....	170
Задача 1.2. Синтез тугоплавких соединений и механокомпозитов .....	173
Задача 1.3. Рентгеноструктурный анализ динамики процессов плавления и последующей кристаллизации во время сварки .....	175
Задача 1.4. Радиография материалов под воздействием высоких температур .....	176
1.2 Блок задач 2. Исследование геологических образцов.....	177
Задача 2.1. Изучение in-situ динамики образования и разложения газогидратов в пористых средах.....	177
Задача 2.2. Изучение in-situ динамики многофазной фильтрации в средах со сложной поровой структурой .....	178
Задача 2.3. Исследования трехмерной структуры фазового состава и текстурно- структурных особенностей горных пород .....	179
Задача 2.4. Исследования структуры кристаллов методом рентгеновской топографии .....	180
Задача 2.5. Исследования геологических образцов при высоких давлениях и температуре .....	182
1.3 Блок задач 3. Исследование уникальных археологических и палеонтологических находок .....	183
Задача 3.1. Фазово-контрастная радиография археологических и палеонтологических предметов.....	184
Задача 3.2. Рентгеноструктурный анализ радиография археологических и палеонтологических предметов.....	185
1.4 Блок задач 4. Создание новых композитных материалов.....	185
Задача 4.1. Исследования трехмерной структуры композитных образцов методом рентгеновской томографии .....	185
Задача 4.2. Исследования композитных образцов при высоких давлениях и температуре .....	186
Задача 4.3. Исследования напряжений и механизмов разрушения композитных образцов .....	186
1.5 Блок задач 5. Биомедицинские и ветеринарные технологии .....	188
Задача 5.1. Терапия сложных онкологических заболеваний.....	189
Задача 5.2. Получение высококонтрастных рентгеновских изображений биологических объектов .....	190

1.6	Блок задач 6. Высокоэнергетическая рентгеновская флуоресценция .....	191
	Задача 6.1. Высокоэнергетический РФА-СИ для анализа редкоземельных элементов (РЗЭ) в геологических образцах .....	192
	Задача 6.2. Высокоэнергетический РФА-СИ для биологических применений....	194
	Задача 6.3. Высокоэнергетический РФА-СИ в применении к наукам об окружающей среде .....	194
	Задача 6.4. Высокоэнергетический РФА-СИ для археологии и историко-культурных материалов .....	195
	Задача 6.5. Высокоэнергетический РФА-СИ для геохимии .....	196
2.	Методы решения научных задач .....	197
2.1	Секция 1-5-3 «Рентгенофлуоресцентного и рентгеноструктурного анализа в высокоэнергетическом диапазоне» .....	197
2.2	Секция 1-5-2 «Исследование материалов при высоких давлениях и температуре»	198
2.3	Секция 1-5-1 «Рентгеновской микроскопии и томографии» .....	198
3.	Схема станции .....	199
3.1	Общая схема станции .....	199
3.2	Оптический хатч и оптическая схема станции .....	204
3.3	Экспериментальный хатч секции 1-5-3 .....	212
3.4	Экспериментальный хатч секции 1-5-2 .....	215
3.5	Экспериментальный хатч секции 1-5-1 .....	216
	Заключение .....	219
	Список литературы .....	219

## Введение

Разрабатываемый проект станции СИ «Диагностика в высокоэнергетическом рентгеновском диапазоне» станет базой для передовых научных экспериментов в областях медицины, материаловедения, геофизики, археологии и палеонтологии. На станции будет реализовано ряд исследовательских методик с использованием высокоразрешающей рентгеновской микроскопии, дифракции и рассеяния рентгеновских лучей. Энергетический диапазон от 25 до 150 кэВ и высокая пространственная когерентность источника «СКИФ» позволит использовать передовые методы фазово-контрастной радиографии для получения высококонтрастных изображений с микрометровым и субмикрометровым разрешением.

В качестве источника высокоэнергетического излучения планируется использовать сверхпроводящий вигглер, который обеспечит высокий поток излучения на уровне  $10^{11}$ - $10^{13}$  фотон/сек./мм<sup>2</sup> в диапазоне энергий рентгеновских квантов от 25 до 150 кэВ. На станции планируется разместить три экспериментальных установки (секции), которые будут функционировать в последовательном режиме. Ближайшая к источнику секция будет нацелена на исследования, проводимые с использованием рентгенофлуоресцентного и рентгеноструктурного анализа в высокоэнергетическом диапазоне. Следующая секция предназначена для исследования *in situ* больших (до 1 см<sup>3</sup>) объёмов вещества в экстремальных условиях методами энергодисперсионной дифракции и радиографии. В конце канала будет размещена секция, позволяющая получать высококонтрастные изображения в рентгеновском диапазоне для медицинских исследований. Также на этой секции будет реализована возможность получать информацию в реальном времени о изменениях в структуре, которые происходят в промышленных устройствах, находящихся в нагруженном состоянии. На всех секциях будет предусмотрена возможность работы как с полихроматическим излучением, с использованием рентгеновских фильтров, так и использование монохроматического излучения с полосой пуска на уровне  $\Delta E/E=10^{-3}$ .

### 1. Портфель научных задач

#### 1.1 Блок задач 1. Исследование материалов под воздействием высоких температур

Рентгеновская дифракция позволяет получать информацию об атомной структуре различных веществ и материалов. С помощью рентгеновской дифракции можно исследовать тип симметрии и параметры кристаллической решетки, Уширение дифракционных пиков позволяет исследовать размер областей когерентного рассеяния и микронапряжения и т.д. Обычно такие исследования проводят при комнатной температуре. Диапазон температур, в которых работают современные материалы простирается до 2000 °С. Требуется также проводить исследования динамических процессов, которые необходимо исследовать *in situ*.

##### ***Задача 1.1. Рентгеноструктурные исследования материалов под воздействием высоких температур***

Исследование параметров элементарной ячейки при различных температурах позволяет измерить коэффициент теплового расширения материала бесконтактным методом.

Также можно определить и изучить изменение растворимости в твердых растворах и исследовать возникновение и размер макронапряжений [1-3].

Проведение фазового анализа в диапазоне высоких и экстремально высоких температур позволит построить диаграммы состояния высокотемпературных материалов, а также исследовать химические процессы, происходящие при этих температурах.

Взаимодействие порошковых металлов и сплавов с жидкими галлиевыми эвтектиками является основой образования диффузионно- твердеющих сплавов. В таких многокомпонентных системах одновременно или последовательно могут образовываться несколько фаз: интерметаллических и (или) металлических, которые будут влиять и на кинетику процесса, и на условия формирования друг друга, и, следовательно, на свойства конечного материала. При взаимодействии твердого и жидкого металлов, если в качестве компонентов используются не чистые металлы, а их сплавы, то по мере взаимодействия одного из компонентов этого сплава другой компонент освобождается. В результате в системе появляются свободные элементы из эвтектического расплава и из сплава, которые также могут взаимодействовать между собой с образованием интерметаллических соединений. Неизвестно, какое из интерметаллических соединений будет образовываться первым, если, согласно равновесной диаграмме состояния, в системе освобождающихся элементов может существовать несколько интерметаллических соединений. Неясно, будет ли происходить кристаллизация освобождающихся из эвтектического расплава и из сплава металлов в виде отдельных фаз или они будут взаимодействовать с образованием интерметаллических соединений.

С использованием синхротронного излучения изучен процесс химического взаимодействия меди, твердого раствора галлия в меди и интерметаллида  $\text{Cu}_9\text{Ga}_4$  с жидким галлием [4]. Показано, что независимо от фазового состава этих твердых компонентов сразу же после смешения их с жидким галлием регистрируется образование интерметаллида  $\text{CuGa}_2$ . По распределению интенсивности вдоль дифракционных колец установлено, что наибольший размер и наибольший разброс по размерам образующихся кристаллитов  $\text{CuGa}_2$  характерен для взаимодействия медного порошка, наименьший – для интерметаллида  $\text{Cu}_9\text{Ga}_4$ . По результатам экспериментов, показано, что сначала происходит растворения меди в жидком галлии. В жидкой фазе образуется и затем кристаллизуется интерметаллид  $\text{CuGa}_2$ . Изучено влияние третьего элемента на фазообразование в системе Cu-Ga. В качестве третьего элемента были испытаны индий и олово. Третий элемент вводился как в твердой фазе, в виде твердого раствора или интерметаллида, так и в жидкой – в виде эвтектического сплава с галлием, а также в твердой и жидкой одновременно. Показано, что на формирование первой интерметаллической фазы оказывает влияние наличие второго (освобождающегося) компонента. Во всех случаях размер рефлексов от интерметаллида  $\text{CuGa}_2$  превышает размер рефлексов от интерметаллида, получающегося в двухкомпонентной системе. Показано, что в трёхкомпонентных системах Cu-Ga (In, Sn) кристаллизуется вторая, кроме  $\text{CuGa}_2$ , фаза в виде твердого раствора галлия в индии (или олове). Образование второй фазы имеет индукционный период, величина которого обратно пропорциональна концентрации третьего элемента. Характер кинетических кривых образования второй фазы свидетельствует о том, что процесс начинается с растворения третьего элемента в жидком галлии (или его эвтектике)

с последующей кристаллизацией твердого раствора галлия в третьем элементе. При использовании в качестве твердофазного реагента интерметаллического соединения  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  ход процесса взаимодействия меняется. На первых, полученных после смешения интерметаллида и галлий оловянного расплава эвтектического состава, дифракционных картинах наблюдается образование интерметаллида  $\text{CuGa}_2$  и выделение олова в виде отдельной фазы. Рефлексы от фазы интерметаллида  $\text{CuGa}_2$  сливаются в сплошные кольца, что свидетельствует о размере кристаллитов меньше 1 мкм. В тоже время рефлексы от фазы олова представляют собой крупные, высокоинтенсивные пятна.

Большинство известных в настоящее время твердых ракетных топлив в качестве металлического горючего содержат порошки алюминия. Добавка алюминия (15-20%) значительно повышает температуру сгорания (на 1000 К и более), что приводит к существенному росту скорости истечения продуктов сгорания и эффективности ракетного топлива, обеспечивая увеличение дальности полета и возможность доставки большей полезной массы. Однако, до настоящего времени, полностью реализовать энергетические возможности алюминия не удалось, что связано с высокими защитными свойствами его оксида и низкой температурой плавления самого металла. Для снижения защитных характеристик барьерного слоя продуктов окисления на поверхности частиц был разработан метод поверхностного модифицирования микроразмерных порошков алюминия, основанный на их пропитке ванадийсодержащим гидрогелем состава  $\text{V}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  [5]. Исследованная добавка позволила сместить зону начала активного взаимодействия в низкотемпературную область, повысить скорость и полноту окисления микроразмерных частиц алюминия при взаимодействии с кислородом воздуха. Разработан механизм воздействия геля на кинетику окисления Al. Однако остались вопросы, связанные с деталями этого сложного механизма в области температур интенсивного окисления в жидкой фазе. Результаты дифракционных исследований со скоростью нагрева 3 К/мин. показали, что при 873 К начальный фазовый состав представляет собой металлический Al,  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  и  $\text{AlVO}_4$ . При 945 К возникает фаза металлического ванадия, наблюдается рост интенсивностей  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  при одновременном исчезновении линий, соответствующих  $\text{AlVO}_4$  и металлического алюминия при температуре около 913-915 К. На следующем этапе при 981 К фиксируется  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ . При 1017 К фазовый состав представлен в виде:  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ,  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  и V. При дальнейшем нагреве наблюдается рост  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , при уменьшении максимумов интенсивностей, соответствующих  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ . При 1071 К исчезает металлический V и появляется оксид ванадия VO. При максимальной температуре нагрева фазовый состав представлен в виде  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_3\text{V}$ ,  $\text{Al}_8\text{V}_5$ . Наличие в структуре порошка указанных интерметаллидов соответствует равновесной диаграмме системы Al-V.

В случае нанодисперсного алюминия его высокая реакционная способность делает непригодным порошок для модифицирования ванадийсодержащим гидрогелем, так как он может реагировать с содержащейся в нем водой, вызывая понижение концентрации активного металла. В этой связи предложен альтернативный способ поверхностной активации, основанный на пропитке порошков алюминия ванадийсодержащим раствором, полученный растворением метаванадата аммония в этиленгликоле при слабом нагревании. Использование неводного растворителя понижает вероятность его взаимодействия с металлом и делает возможным проводить активацию порошков алюминия с широким

диапазоном степени дисперсности. По данным термогравиметрического анализа и ДСК, участку активного окисления исходного порошка АСД-4 при нагревании на воздухе соответствует пик экзотермического эффекта при температуре 1318 К, степень превращения при 1523 К составляет 44%. Модифицированный метаванадатом в этиленгликоле порошок алюминия начинает заметно взаимодействовать с кислородом воздуха при температуре около 773 К, то есть ниже точек плавления Al (933 К) и V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (943 К, получена по кривой ДСК NH<sub>4</sub>VO<sub>2</sub> + HOCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH). Степень превращения модифицированного порошка при температуре 1523 К составляет 60%.

Результаты дифракционных исследований с использованием синхротронного излучения при нагревании образца модифицированного порошка АСД-4 со скоростью 10 К/мин. показали, что на начальной стадии окислительного процесса фазовый состав представлен в виде Al, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и VO<sub>2</sub>. При нагревании до температуры 473 К ванадий меняет свою валентность и наблюдается промежуточная его фаза V<sub>6</sub>O<sub>13</sub>. Нагревание образца на воздухе выше 673 К приводит к образованию V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Выше этой температуры, то есть после перехода алюминия и модификатора V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> в жидкое состояние, на дифракционных спектрах появляется линии AlVO<sub>4</sub> при одновременном исчезновении линий, соответствующих всем кристаллическим формам оксидов металлов (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>). Дальнейший рост температуры приводит к появлению на дифрактограмме интенсивных максимумов от оксида алюминия ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) и слабых рефлексов, обусловленных образованием интерметаллидов составов Al<sub>3</sub>V и Al<sub>8</sub>V<sub>5</sub>. На дифрактограммах образцов, снятых при максимально возможной температуре в условиях эксперимента 1373 К, интенсивность линий, принадлежащих металлическим фазам заметно снижается, уменьшается галло от жидкой фазы.

Исходя из полученных экспериментальных данных видно, что многообразие практически одновременно протекающих процессов в объеме и на поверхности образца, связанное с поливалентностью ванадия, и низкотемпературное разрушение оксидной оболочки способствует эффективному переносу окислителя (кислорода) к металлической поверхности.

### ***Задача 1.2. Синтез тугоплавких соединений и механокомпозитов***

Все больший вклад в общий объем энергии вносит атомная энергетика. Атомные электростанции позволяют обеспечить дешевой электрической и тепловой энергией большое количество населения и промышленных предприятий. Однако, увеличение производства энергии влечет увеличение радиоактивных отходов (РАО), которые получаются в результате переработки отработанного ядерного топлива. По этим причинам модернизация контейнеров для транспортировки и хранения РАО является важной задачей. Добавление защитного слоя внутри контейнера незначительно уменьшит внутренний объем. Материал защитного покрытия должен ослаблять поток альфа-, бета-, гамма- и нейтронного излучения. Для этой цели хорошо подходят бориды тяжелых металлов. Атомы металла поглощают альфа-, бета- и гамма- излучение, а атомы бора нейтроны. Кроме этих свойств, бориды обладают высокой температурой плавления и высокой твердостью. Электроннолучевая обработка позволяет быстро разогреть локальную область образца до высоких температур 4000-5000°С. При этом,

если в состав образца входят вещества с сильно различающимся удельным весом, не успевает произойти гравитационное разделение компонентов.

Использование методов аддитивных технологий позволяет наращивать слои материалов с различными концентрациями, или добавлять в новые слои с другими компонентами и обеспечивать градиент физико-химических характеристик по толщине образца [6].

Из всех высокотемпературных материалов карбид гафния является самыми тугоплавким. По последним данным температура плавления карбида гафния определена как  $3965\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ . Кроме того, он относится к разряду высокотвердых материалов. Развитие аэрокосмической техники требует материалов способных выдерживать высокие температуры и обладающие высокой стойкостью к окислению при этих температурах. При движении летательного аппарата со скоростью, превышающей 5-кратную скорость звука, кромки носового обтекателя и рулевого оперения разогреваются до температур, превышающих  $2000\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Высокая твердость, химическая стабильность, низкое давления пара, хорошее сопротивление тепловому удару характерные свойства материалов для современной аэрокосмической техники. Изделия из карбида гафния используются так же в ядерной энергетике. Карбид гафния обладает низкой работой выхода электронов  $2.04\text{ эВ}$ . Для сравнения, широко используемый для изготовления катодов гексаборид лантана имеет работу выхода электрона  $2.66\text{ эВ}$  и температуру плавления  $2740\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Таким образом из карбида гафния можно изготавливать самые эффективные катоды для крупных ускорителей заряженных частиц.

Карбид гафния получают в ходе взаимодействия углерода с гафнием, а также с их хлоридами и гидридами и другими способами. Видимое взаимодействие порошков гафния с углеродом начинается при температуре около  $1200^{\circ}\text{C}$  и с увеличением температуры скорость реакции возрастает. Получают изделия из карбида гафния методом порошковой металлургии. Сначала получают карбид гафния. Затем порошок карбида гафния прессуют и подвергают спеканию. Из-за своей высокой твердости карбиды плохо прессуются, поэтому получаемые при спекании изделия имеют высокую пористость. Для уменьшения пористости используются методики горячего прессования и с использованием искровой плазмы. В настоящее время большинство работ посвящено способам получения карбида гафния в высокодисперсном состоянии, что позволило бы уменьшить пористость и улучшить спекание порошка. Надо отметить, что для получения этим способом изделий из карбида гафния требует высокотемпературных прессов, значительной выдержки при температурах  $2000\text{-}2500\text{ }^{\circ}\text{C}$  и образцов небольшого размера. Это делает процесс массового производства изделий экономически невыгодным. Разработка высокотехнологических процессов по получению изделий из карбида вольфрама связана с проблемой плавления и синтеза карбида гафния. До сих пор остается открытым вопрос – идет ли синтез, в только в твердой фазе, но также и в жидкой. Подобные вопросы возникают и при синтезе других тугоплавких соединений (боридов, силицидов, карбидов).

### ***Задача 1.3. Рентгеноструктурный анализ динамики процессов плавления и последующей кристаллизации во время сварки***

Процессы плавление и кристаллизация широко распространены в современном производстве. Между тем, общепринятая теория жидкого состояния отсутствует. Что происходит на границе твердой и жидкой фазы, почему можно существенно переохладить жидкую фазу ниже температуры плавления, и невозможно перегреть твердую. Ответы на эти вопросы позволят управлять процессами кристаллизации, получать изделия с мелким зерном, без усадочных пор, дендритной и гравитационной ликвации.

Соединение элементов конструкции в единое целое часто осуществляется с помощью сварки. В авиационной технике особенно важно заменить клепанные соединения сварными. При сварке и свариваемый и присадочный материал являются не чистыми металлами, а сплавами. При плавлении, в сварочной ванне могут проходить различные процессы, идет образование интерметаллидов, карбидов, силицидов и т.д. Твердые аморфные и жидкие вещества по своему строению представляют собой неупорядоченные системы, в которых отсутствует дальний порядок и трехмерная периодичность. Однако в них существует ближний порядок, при котором расположение атомов вокруг любого из атомов системы можно охарактеризовать функцией радиального распределения атомов ФРРА. Эта функция, имеющая статистический характер, обозначает вероятность встречи с атомом того или иного сорта, находящимся на расстоянии  $r$  от отсчетного. ФРРА сферически-симметрична, с ее помощью можно найти величины расстояний  $r$ , но не их направление; ФРРА имеет несколько максимумов, по большей части два-три, которые соответствуют первым, вторым, третьим ближайшим соседям. Максимумы функции ФРРА размыты, что свидетельствует о некотором наборе расстояний  $r$  около наиболее вероятного расстояния, отвечающего этой функции. Параметрами, характеризующими ближний порядок, являются величины ближайших расстояний: первых, вторых, третьих, определяющих координационные сферы. Количество атомов вокруг атома, выбранного за начальный, в первой, второй, третьей координационных сферах, называют координационным числом.

В любой точке жидкого вещества этот порядок сохраняется на протяжении до десяти или немного больше ангстрем от отсчетного атома. За этими расстояниями все другие расстояния равновероятны и распределение атомов определяется средней атомной плотностью, иными словами, числом атомов в единице объема. Проводя Фурье анализ кривой экспериментальной интенсивности, можно найти функцию ФРРА без каких-либо предварительных предположений о строении вещества. Выявление ближнего порядка и является целью исследования структуры жидких веществ. Особый интерес представляет сопоставление данных для одного и того же вещества в трех состояниях — твердом кристаллическом, твердом аморфном и жидком. Этот интерес вызван необходимостью создания моделей структуры и теории аморфного и жидкого состояний вещества. Твердые аморфные и жидкие вещества сходны по наличию в них ближнего порядка и отсутствию дальнего. Тем не менее твердые аморфные вещества резко отличаются от жидких тем, что в них атомы в основном остаются на одних и тех же местах (если отвлечься от теплового движения вблизи некоторых положений равновесия) в то время как в жидком они

перемещаются, изменяя свое положение и меняясь местами с другими атомами. Эти перемещения несколько меняют конкретный ближний порядок, но статистически, по всем возможным конфигурациям, он в среднем сохраняется, если неизменны термодинамические условия существования жидкости: температура и давление. При изменении этих внешних условий, при повышении или понижении температуры и давления ближний порядок может измениться. Сопоставление параметров ближнего порядка для элементов и соединений, накопление данных по структуре аморфных и жидких веществ являются необходимой стадией для выявления структурных закономерностей, классификации элементов по параметрам упорядоченности, установления зависимости физических свойств от структуры и построения теории аморфного и жидкого состояний. Основной вопрос, на который следует обратить внимание, это получение экспериментальной кривой интенсивности рассеяния с максимально возможной статистической точностью.

В процессе кристаллизации в твердую фазу переходят сначала вещества с более высокой температурой плавления, затем с более низкой и т.д. В результате образуется неоднородность состава и свойств по сварному шву. Это часто приводит к ухудшению механических свойств. Проведения исследований непосредственно в ходе сварки позволит эффективно выбрать оптимальные режимы плавления.

#### ***Задача 1.4. Радиография материалов под воздействием высоких температур***

Использование высокоскоростных методов рентгенографии для мониторинга СЛП позволяют изучать такие важные процессы как: динамику плавления, выброс материала из зоны нагревания, а также скорость и локальность кристаллизации. В частности, можно экспериментально наблюдать образования поровых пространств в парогазовых каналах. Полученные таким образом данные будут способствовать пониманию динамики и кинетики процесса СЛП. Экспериментальные данные позволят подбирать оптимальные условия и материалы для создания надёжных конструкций методами аддитивных технологий.

За последние три десятилетия аддитивное производство (3D-печать) металлических материалов переживает огромный прогресс, особенно в областях медицинской, аэрокосмической, автомобильной и оборонной промышленности [7,8]. Благодаря своему превосходному свойству создавать геометрически сложные детали селективное лазерное плавление (СЛП) металлических порошков является наиболее распространённым методом аддитивных технологий. В процессе СЛП лазерный луч сканирует по тонкому слою металлического порошка расплавляя его на необходимую для создания детали глубину. Не смотря на то что процесс выглядит чрезвычайно просто, есть очень много быстропротекающих процессов, связанных со скоростью нагрева и охлаждения, которые необходимо контролировать: плавление и частичное испарение металлического порошка, динамика потока расплавленного металла в парогазовом канале, выброс и перераспределение порошка, быстрое затвердевание, и т. д. В результате не оптимально подобранных условий и материалов может получиться деталь с высокой шероховатостью и значительной пористостью, влияющей на ее прочностные характеристики. Чтобы понять механизмы, ответственные за формирование этих дефектов, можно использовать сверхскоростную радиографию и

дифрактометрию на базе сверх ярких источников СИ. Такой экспериментальный подход, обеспечит наибольшее понимание физических процессов, происходящих во время СЛП, и будет способствовать дальнейшему прогрессу методов аддитивных технологий.

## **1.2 Блок задач 2. Исследование геологических образцов**

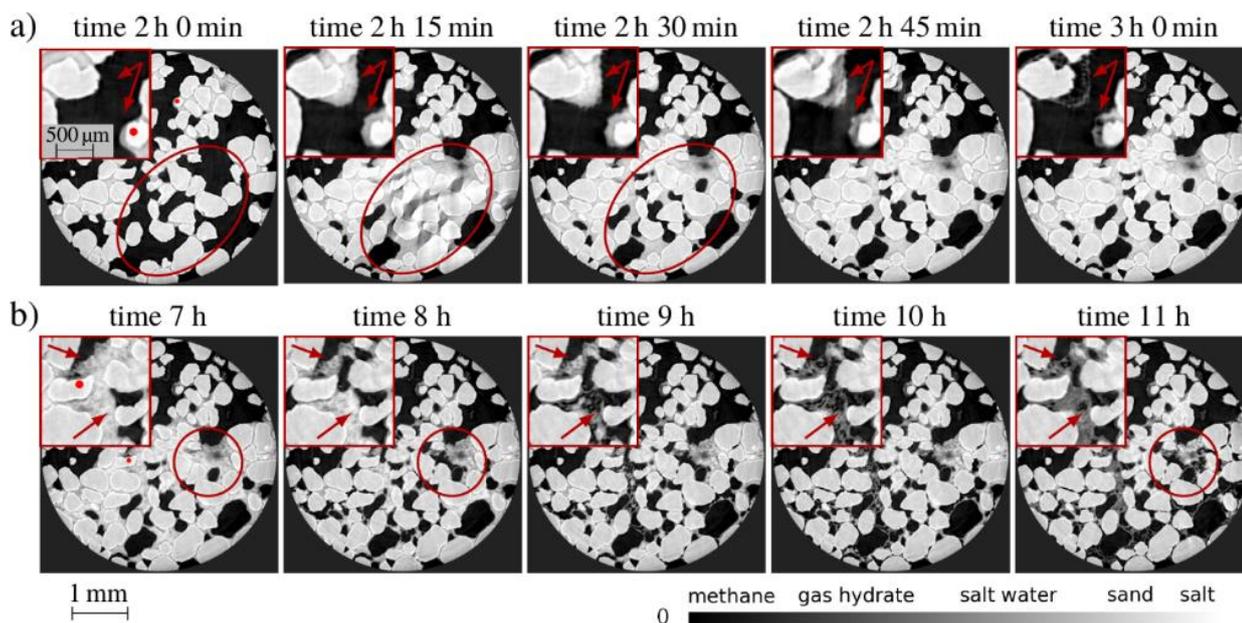
На данный момент рентгеновская компьютерная томография стала одним из распространенных методов изучения геологических материалов благодаря ее преимуществам, основным из которых является возможность восстановления внутренней структуры без разрушения изучаемых образцов. Данный подход позволяет определить одни из наиболее важных свойств геоматериалов: пористость, распределение пор и трещин, их размер, а также геометрию и связность. Сопоставление полученных 3D-данных с измерениями различных физических свойств, полученными с помощью других методов, позволяет проводить качественную интерпретацию измеренных данных. Так, микротомография спровоцировала создание целого направления по изучению цифрового ядра (*digital rock physics*). Цифровой ядро позволяет определять физические свойства породы с помощью численных расчетов на основе сегментированных 2D или 3D изображений. Это позволяет установить прямую связь между микроструктурой и свойствами породы.

Также в течение последнего десятилетия рентгеновская томография сделала возможной визуализацию *in-situ* процессов в геоматериалах [9,10]. Основной движущей силой для изучения этих процессов является рентгеновская томография, благодаря ее высокому разрешению и скорости съемки. При уровне разрешения 1 мкм для параллельной геометрии рентгеновская томография превосходит все другие методы трехмерной визуализации для быстрых динамических процессов. Характерное время для одного полного сканирования составляет около 1–5 минут, в зависимости от размера образца, оптики прибора и аппаратных ограничений. Важные области применения быстрой визуализации включают многофазное течение жидкости в пористых породах, деформационные и геомеханические испытания образцов, изучение динамики фазовых переходов вулканических расплавов, а также при образовании и разложении газовых гидратов.

### ***Задача 2.1. Изучение in-situ динамики образования и разложения газогидратов в пористых средах***

Процессы, происходящие в газогидратных системах, охватывают широкий диапазон характерных времен их протекания. Изучение этих процессов необходимо как для создания эффективных методов разработки природных газогидратных систем, так и для прогнозирования динамики развития аварийных событий, связанных с разложением газогидратов на газ и воду. Образование газогидратов в лабораторных экспериментах может занимать часы или дни, их разложение занимает несколько секунд, или часы в режиме самоконсервации, перераспределение воды/газа во время образования/разложения газогидратов может занимать секунды или минуты. Происходящие при этом перетоки воды могут быть множественными с периодами стабильного распределения фаз.

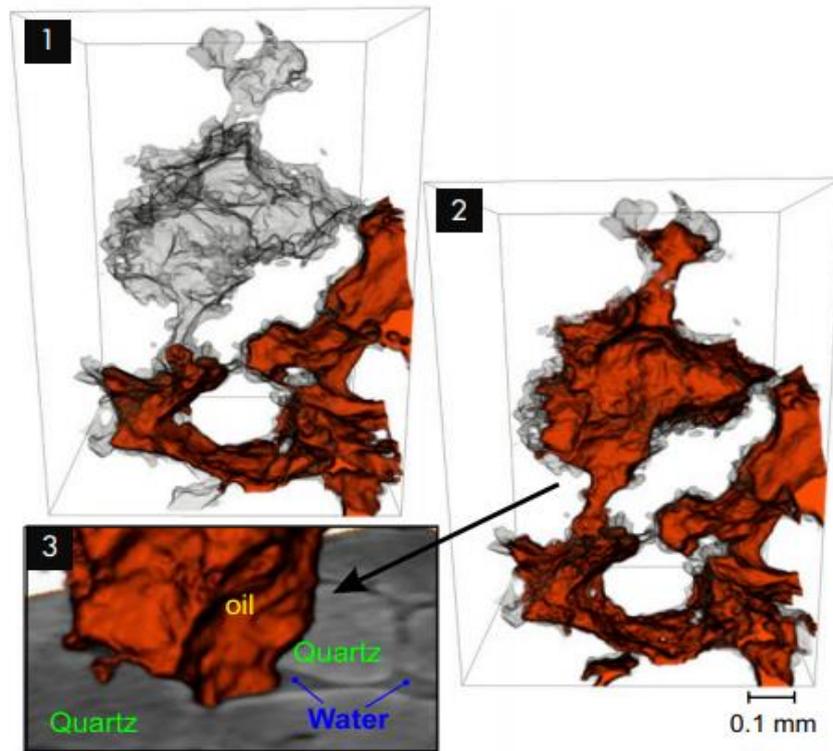
На **Рисунке 1** приведен пример таких перетоков. На времени 2 ч 15 мин произошел первый приток воды в область сканирования, связанный с формированием гидрата метана, который привел к возникновению характерных артефактов (движение во время съемки). В данном случае время съемки одного изображения составляло 70 с, что позволило оценить высокую скорость движения воды. Далее идут периоды, когда перетоков не наблюдается и когда происходят локальные оттоки не перешедшей в гидрат воды, при этом сформировавшийся гидрат остается на месте. При разложении газогидрата происходит формирование пузырьков высвободившегося газа в газогидратном объеме. Использование различных режимов разложения газогидратов (повышение температуры, сброс давления) приводит к различной динамике этого процесса, что также требует изучения посредством быстрой томографической съемки.



**Рисунок 1.** Изображения, полученные методом синхротронной рентгеновской томографии, иллюстрирующие быстрые множественные перетоки воды при формировании гидрата метана в песчаном образце.

### ***Задача 2.2. Изучение in-situ динамики многофазной фильтрации в средах со сложной поровой структурой***

Современные станции позволяют установить элементы оборудования, которые бы формировали линии тока различных жидкостей в изучаемых геологических образцах (**Рисунок 2**) [11]. Использование синхротронного излучения большой мощности позволяет преодолеть компромисс между времен съемки изображения и его качеством, что позволяет перейти от изучения стабильных или медленных потоков к изучению потоков нестационарных. Изучение нестационарных потоков нескольких несмешивающихся фаз представляет собой сложную задачу, которая позволит добиться прогресса в решении таких задач, как эффективная закачка углекислого газа в пласт и расчет его последующего распределения, исследование мобилизации захваченных фаз углеводородов при использовании различных методов повышения нефтеотдачи пластов.



**Рисунок 2.** Изображение фильтрации нефти в породе, при которой тонкие водяные пленки отделяют нефть и смоченную водой породу.

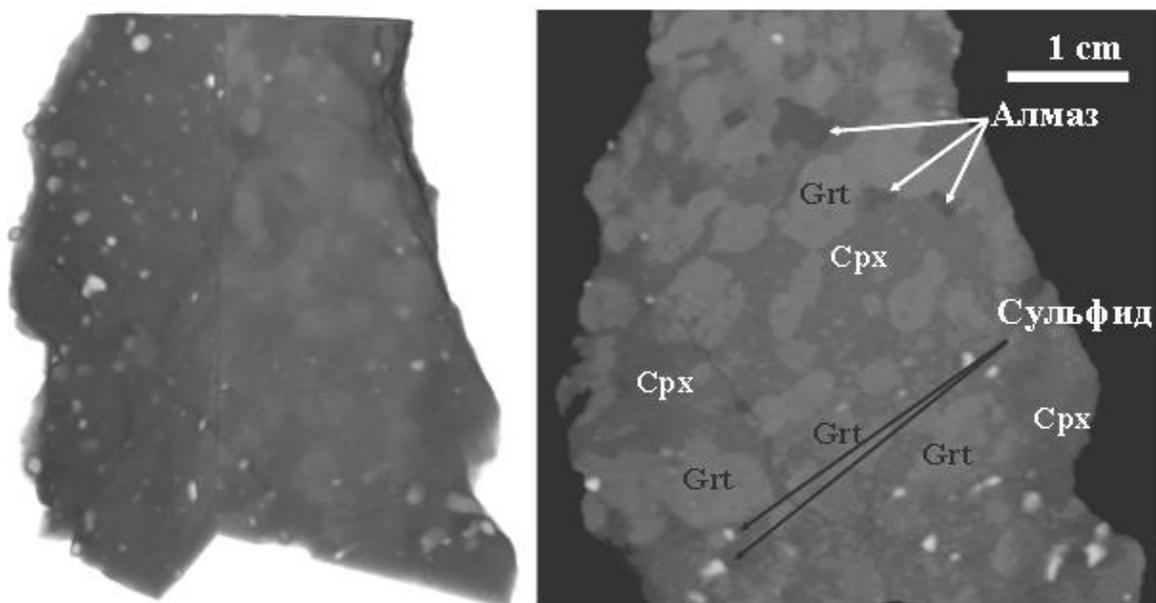
### ***Задача 2.3. Исследования трехмерной структуры фазового состава и текстурно-структурных особенностей горных пород***

Метод рентгеновской томографии является крайне востребованным для исследования уникальных геологических объектов. Рентгеновская томография позволяет во многих случаях оптимизировать геологические исследования при определении минерального (фазового) состава и текстурно-структурных особенностей горных пород и промышленных руд. Привлекательность метода состоит в его неdestructивности, простоте процедуры съемки, отсутствии этапа предварительной подготовки объекта (распиловка, изготовление полированных шлифов, напыление и др.). Таким образом, использование метода рентгеновской томографии является крайне востребованным для исследования уникальных геологических объектов.

Практически единственными источниками коренных месторождений алмаза являются кимберлиты. Наряду с алмазом кимберлиты содержат глубинные ксенолиты (ксенос - чуждый, литос - камень) - включения коровых или мантийных кристаллических пород, захваченных и вынесенных кимберлитовой магмой к земной поверхности. Последние представлены глубинными ультраосновными породами (гранатовыми перидотитами, лерцолитами, дунитами) и эклогитами. За 100 лет изучения ксенолитов в них обнаружены десятки очень редких минералов, характерных исключительно для пород, сформировавшихся при высоком давлении. Наибольший практический и научный интерес вызывают находки в кимберлитах алмазоносных ксенолитов - обломков глубинных пород, в которых встречается

алмаз. Изучение коренных алмазоносных пород с помощью метода рентгеновской томографии позволяет определить пространственное распределение породообразующих и аксессуарных минералов (в т.ч. алмазов) и охарактеризовать генетические взаимоотношения и последовательность кристаллизации алмазов и сопутствующих минералов в глубинных зонах нашей планеты.

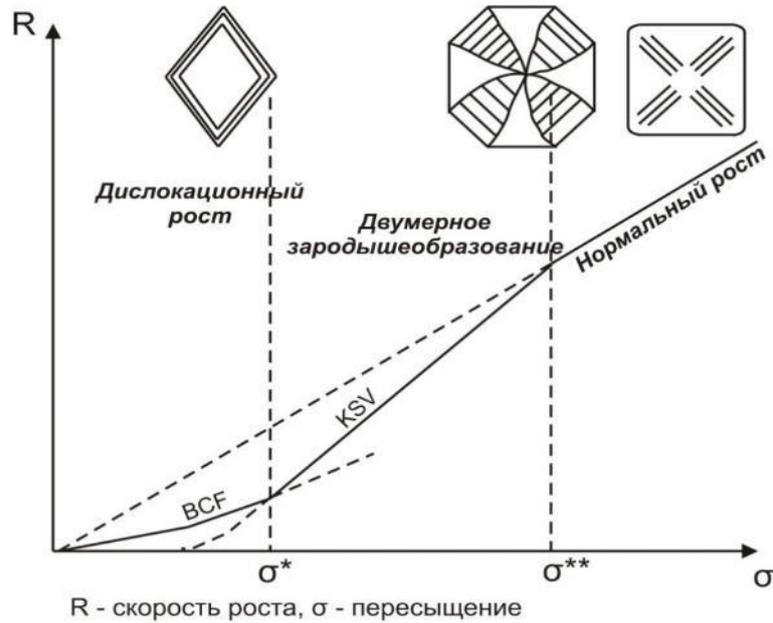
В результате таких исследований могут быть получены полные данные (**Рисунок 3**) о текстурных особенностях и распределении минералов в объеме горных пород с пространственным разрешением на уровне 1 мкм [12].



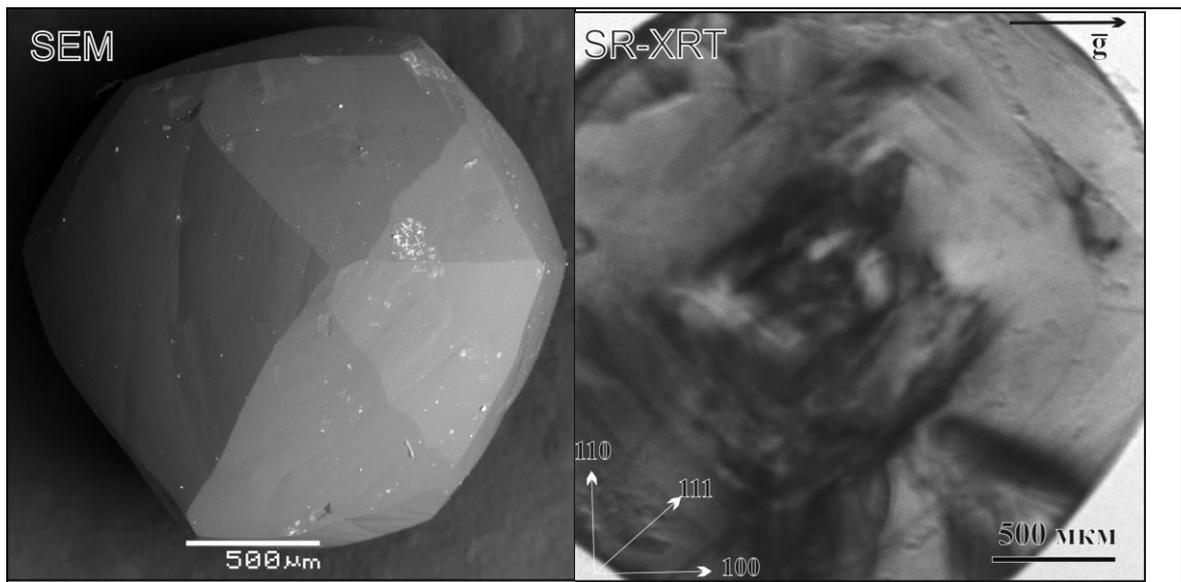
**Рисунок 3.** Распределение породообразующих минералов в образце алмазоносной породы, полученное методом рентгеновской томографии (Срх - клинопироксен; Grt - гранат).

#### ***Задача 2.4. Исследования структуры кристаллов методом рентгеновской томографии***

Метод рентгеновской томографии позволяет получить данные о дефектах в структуры кристаллов. К нарушениям в строении можно отнести разориентацию и дилатацию (изменение межплоскостного расстояния) решетки, вызванные изменением условий роста кристалла. СИ является уникальным источником для таких исследований по следующим причинам. Широкий спектр СИ дает возможность учесть условия поглощения и оптимизировать геометрию эксперимента таким образом, чтобы чувствительность рентгеновской томографии к деформации в образце была максимальной. Вследствие низкой расходимости СИ топографические эксперименты проводятся на большом расстоянии от источника, что дает возможность работать с широким пучком на образце в приближении плоской волны.



**Рисунок 4.** Зависимость морфологии алмаза от скорости роста и пересыщения.



**Рисунок 5.** Образец природного алмаза, изображение, полученное сканирующей электронной микроскопией (слева) и методом РТ (справа).

Особенно актуальной задачей является исследование методом рентгеновской топографии природного алмаза, характеризующегося большим разнообразием внутренних структур [13].

Наиболее распространенной структурой является зональное октаэдрическое строение – результат послойного роста (двумерное зародышеобразование или рост посредством винтовых дислокаций), который происходит в условиях невысокого пересыщения и с низкой скоростью (**Рисунок 4**). В качестве альтернативной модели можно

рассматривать нормальный механизм роста алмазов кубических кристаллов, часто имеющих волокнистую структуру. Нормальный механизм роста предполагает одинаковую вероятность присоединения частицы к любой точке поверхности растущего кристалла. Свидетельства нормального роста указывают на сильно пересыщенную среду кристаллизации с высокой скоростью роста.

В процессе кристаллизации условия могут неоднократно меняться. С изменением условий среды изменяться будет и морфология [14]. Свидетельством этому являются кристаллы с очень сложным внутренним строением, отражающим несколько дискретных этапов роста.

В центре алмаза (**Рисунок 5**) наблюдается кристалл октаэдрической формы, зародышем для которого послужило включение инородной фазы. Дальнейшая эволюция роста кристалла характеризуется чередованием зон октаэдра и куба.

### ***Задача 2.5. Исследования геологических образцов при высоких давлениях и температуре***

Несмотря на широкое распространение метода создания высокого статического давления с помощью алмазных наковален, он является оптимальным далеко не для всех исследований вещества в экстремальных условиях. Основным ограничением метода алмазных наковален является микроразмер исследуемого образца, объём которого не превышает  $0,01 \text{ мм}^3$ . Последнее сильно затрудняет или делает невозможными подготовку сложных многофазных образцов, анализ состава и текстуры образцов после эксперимента, а также измерение ряда свойств (например, вязкости расплавов при высоком давлении).

Одним из привлекательных образцов для рентгеноструктурных исследований при высоком давлении и температуре являются кимберлиты. Кимберлиты – это самые глубинные магмы, когда-либо изливавшиеся на земную поверхность. Эти магмы зарождались под континентами на глубине около 200 км. В ходе стремительного подъема они захватывали фрагменты мантийных пород и минералов, в том числе алмазов. Достигнув поверхности эти магмы застыли в породу кимберлит и образовали крупнейшие месторождения алмазов в Сибири, Африке, Канаде и на всех других континентах, включая Антарктиду. Не смотря на большой научный и коммерческий интерес к кимберлитам, физические свойства этих расплавов остаются малоизученными. В силу своего древнего возраста кимберлитовые породы претерпели значительные изменения. Только совсем недавно ученым удалось реконструировать первоначальный состав этих пород и состав магматического расплава [15].

С использованием СИ и многопуансонного пресса мы будем измерять физические свойства кимберлитового расплава, а именно его плотность и вязкость, при давлении 6 ГПа в интервале температур 1200-1600 °С, что соответствует глубине 200 км. Эти данные необходимы для построения моделей сегрегации протокимберлитовых расплавов на глубинах  $\geq 200$  км, а также для моделирования их последующего подъема вдоль гидравлических разломов к поверхности.

Многопуансонный пресс, который будет стоять на станции «Диагностика в высокоэнергетическом рентгеновском диапазоне», будет моделировать условия,

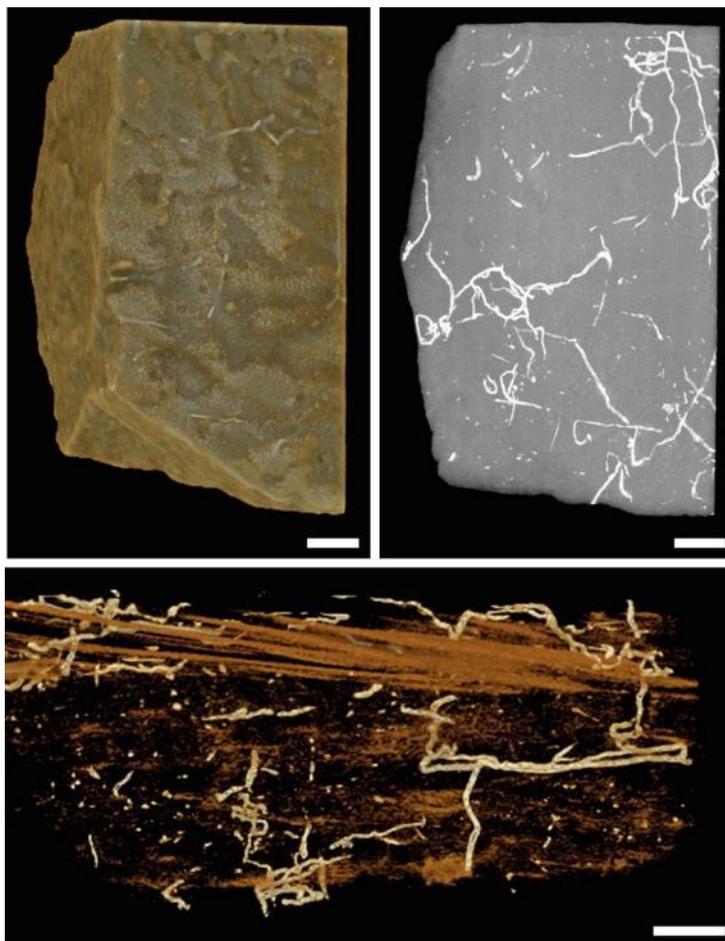
соответствующие тому, что происходит на глубине порядка 1000 км. Прессовый аппарат и СИ позволят нам воспроизводить процессы, близкие к природным, чтобы выращивать алмазы и изучать глубинное строение нашей планеты. Мы сможем исследовать фазовые переходы в минералах при условиях сопоставимых с параметрами верхней мантии (глубина до 410 км), переходной зоны (410—660 км) и частично нижней мантии (660—1000 км) Земли [16,17].

На станции «Диагностика в высокоэнергетическом рентгеновском диапазоне» с использованием 6-ти пуансонного пресса планируется проводить следующие исследования:

- Изучение фазовых P-T диаграмм систем, моделирующих мантийные минералы и породы. Эти данные несут информацию о внутреннем состоянии Земли, условиях образования глубинных расплавов и минералов (например, алмазов).
- Изучение P-V-T уравнений состояния минералов (т.е. данные об изменении плотности минералов при их погружении на большие глубины). Результаты этих исследований позволяют рассчитать термодинамические константы, необходимые для моделирования внутреннего строения и процессов глобальной конвекции в недрах Земли и других планет.
- Изучение кинетики протекания фазовых превращений и химических реакций, протекающих на фоне изменения давления и температуры. Отток тепла из ядра Земли реализуется по средству мантийной конвекции и термохимических плюмов. На поверхности этот глобальный процесс проявляется в таких катастрофических явлениях как землетрясения и извержения вулканов. Скорости протекания фазовых превращений в породах и минералах во многом контролируют данные явления.
- Изучение структуры глубинных расплавов их плотности и вязкости. Теоретические расчеты указывают на определяющий вклад жидкого компонента (расплава) в отток тепла, выделяемого ядром Земли, по термохимическим плюмам, с которыми связана активная вулканическая деятельность (например, Гавайи). Данные о физических свойствах (плотность, вязкость) и их изменении с глубиной необходимы для оценки скорости подъема термохимических плюмов, а также для оценки скоростей подъема мантийных расплавов (например, кимберлитов, содержащих алмазы).
- Изучение реологических свойств мантийных минералов и пород при давлениях и температурах верхней мантии Земли. Результаты данных исследований необходимы для расчета конвективных течений в верхней мантии Земли. Моделирование процессов субдукции (погружения) океанических плит под континенты (холодные нисходящие потоки вещества в мантии). Моделирование горячих восходящих потоков (например, термохимические плюмы).

### **1.3 Блок задач 3. Исследование уникальных археологических и палеонтологических находок**

Все методики, реализованные на базе источников синхротронного излучения, предусматривают не разрушающее воздействие на структуру исследуемых образцов. Поэтому изучение археологических и палеонтологических уникальных находок с использованием СИ является подчас единственным способом получения максимально возможной информации о предметах исследования.



**Рисунок 6.** Исследования образца с следами жизнедеятельности из пограничных отложений венда и кембрия Оленекского поднятия Сибирской платформы.

Условно все методы, используемые для исследования в области археологии и палеонтолог, которые реализованы на базе передовых центров по использованию СИ, можно разделить на две основные части. Первое направление, которое в силу исторических причин развито наиболее сильно, относится к исследованию внутренней микроструктуры непрозрачных образцов методами прецизионной радиографии. Это направление прежде всего востребовано в палеонтолог, где требуется изучать структуру древних растений и животных, скрытых в окаменелостях (**Рисунок 6**) [18].

Второе направление включает в себя рентгеноструктурный анализ, позволяющий понять происхождение и природу исследуемого объекта.

### ***Задача 3.1. Фазово-контрастная радиография археологических и палеонтологических предметов***

Используя методы, развитые на источниках синхротронного излучения, можно получать высококачественные изображения в рентгеновском диапазоне, где контраст создается не поглощением, а изменением фазы излучения. Фазовые изображения объектов обладают повышенной контрастностью в сравнении с обычными рентгеновскими изображениями позволяют визуализировать детали, отличающиеся по плотности на доли

процентов. Наибольшая признания, как отмечалось выше, эти методы получили в палеонтологии. Окаменелости древних животных и растений представляют собой почти монолитные предметы, в которых структура проявляется в мельчайших изменениях составляющих их вещества.

Так развитый в европейском центре по использованию СИ (ESRF) метод голо-томографии, позволяет получать фазовые изображения объектов в слабо-монохроматическом высокоэнергетическом излучении [19,20]. Это метод идеально подходит для исследования крупногабаритных окаменелостей, требующих для просвечивания рентгеновские фотоны с энергиями свыше 50 кэВ. Суть метода заключается в использовании СИ как источника с высокой поперечной когерентностью позволяющего на некоторых определенных расстояниях, контрастировать дифракцию на границах деталей в объекте исследования.

### ***Задача 3.2. Рентгеноструктурный анализ радиография археологических и палеонтологических предметов***

В комбинации с методами рентгеновской визуализации археологических и палеонтологических объектов можно использовать технику рентгеноструктурного анализа. Это позволяет не только исследовать трехмерное изображение, но и с помощью локального рентгенодифракционного и рентгенофлуоресцентного анализа получить данные о структуре деталей в объекте исследования [21].

## **1.4 Блок задач 4. Создание новых композитных материалов**

### ***Задача 4.1. Исследования трехмерной структуры композитных образцов методом рентгеновской томографии***

Исследование трехмерной структуры композитных энергетических материалов (ЭМ) с помощью РТ позволяет охарактеризовать их свойства на основе данных о распределении плотности неоднородностей в изучаемом объекте. Чувствительность к детонации во многом определяется микроструктурой ЭМ. Так, например, детонационная устойчивость пресованных и литых взрывчатых веществ (ВВ) может различаться на порядок. В настоящее время существуют множество теорий, определяющих качественную зависимость детонационных свойств ЭМ от плотности неоднородностей (имеется в виду количество неоднородностей в единице объема). Однако до сих пор неясно, как и какие неоднородности оказывают на это максимальное влияние. Поэтому для полного понимания таких свойств ЭМ, как устойчивость к детонации и стабильность энерговыделения, необходимо проведение исследований их трехмерной структуры на микронном субмикронном уровне [22,23].

Еще одним актуальным примером является исследование микроструктуры композитных материалов, армированных волокнами, включая нанотрубки и полимеры, которые в настоящее время рассматриваются как наиболее перспективные заменители алюминиевых и титановых сплавов в аэрокосмических приложениях, в первую очередь за счет их высокой прочности и одновременно рекордной легкости.

### ***Задача 4.2. Исследования композитных образцов при высоких давлениях и температуре***

Важные результаты с помощью комбинации много пуансонного прессы большого объёма плюс синхротронное излучение получают и в области наук о материалах. Так можно подобрать условия для высокобарическойковки жаропрочных авиационных сплавов на основе интерметаллидов алюминия-титана [24], исследовать фазовые переходы при спекании под давлением, влияющие на свойства магнитных нанокompозитов [25]. Исследовать синтез новых сегнетомагнитных материалов (мультиферроиков) происходящий путём закалки высокобарических перовскитов [26].

### ***Задача 4.3. Исследования напряжений и механизмов разрушения композитных образцов***

Появление композитных материалов и конструкций, развитие компьютерного моделирования процессов нагружения, деформирования и разрушения конструкционных материалов, а также высокие требования к определению срока эксплуатации приводит к необходимости детального анализа механического поведения материалов. На сегодняшний день недостаточно получение зависимости «нагружение-деформация» для образцов того или иного материала, а необходимо иметь значения перемещений в каждой точке материала вовремя нагружения. На межфазной границе материала (полимер-волокно, материал-пора, частица-частица для порошковых материалов) возникают локальные концентраторы напряжений, приводящие к существенному изменению деформационного поведения материала. Зависимости механических свойств гетерогенных материалов в зависимости от концентрации, размеров и расположения таких неоднородностей материала возможно решить лишь при условии, что обе фазы гетерогенного материала ведут себя линейно упруго [27].

Методика фазово-контрастной съёмки будет полезна в диагностики напряжений и механизмов разрушения композитных материалов при моделировании наиболее распространенных видов деформаций (изгиб, кручение, сжатие, растяжение) на механических стендах. Одной из задач, которая на протяжении долгого времени стоит перед учеными и практиками, является задача обледенения крыльев и фюзеляжа летательных аппаратов. Ледовые наросты могут менять форму крыльев, приводя к увеличению сопротивления и уменьшению подъемной силы, а также приводить к блокировке подвижных частей крыла, нарушая его функциональность. При этом условия и закономерности роста ледовых наростов до конца неясны. Широкая апертура станции, достигающая на станции до 300 мм и метод фазовых изображений, помогут детально исследовать зарождение наростов и вызываемые ими напряжения в материале крыла, что поможет в борьбе с этим явлением.

Исследование внутренней структуры гетерогенных материалов и конструкций при тестовых механических испытаниях позволят получить экспериментальные данные для сравнения с численным моделированием, проводить рациональное проектирование конструкций из материалов с различными сценариями механического поведения, определять сроки службы, и предельные нагрузки при эксплуатации изделия.

Оборудование станции позволит реализовывать различные напряженно-деформированные состояния вещества в комбинации с различными температурными режимами условий испытаний.

На станции «Диагностика в высокоэнергетическом рентгеновском диапазоне» в рамках данного блока задач планируется проводить следующие исследования:

- Определение деформационного поведения полимерных композиционных материалов. Современное авиа-, автомобиле- и судостроение, спортивная индустрия активно применяют полимерные композиционные материалы, у которых удельная жесткость (соотношение между модулем Юнга и плотностью) превосходит удельную жесткость металлических сплавов. В то же время полимерные материалы характеризуются как нелинейно-упругие, с невысокими значениями трещиностойкости, склонными к ползучести. Упруго-прочностные свойства полимерных материалов могут существенно зависеть от скоростей приложения нагрузки. Волокнистые материалы имеют высокие значения жесткости и прочности, однако воспринимают нагрузки только в направлении расположения волокон. Локальное исследование межфазных границ «полимерная матрица-волокно» внутри объема материала, непосредственно в процессе нагружения позволят разобраться в механизмах разрушения полимерных композитов [28].
- Определение деформационного поведения порошковых и гранулированных материалов при прессовании и спекании. Изготовление материалов и изделий из порошков и гранул активно применяется при создании изделий из цветных металлов, резиновой крошки, древесного-стружечного волокна. Достижение минимальных значений пористости при изготовлении материала приводят к повышению прочности изделия. Изучение распределения и размеров пор при прессовании дает возможность оптимизировать технологию производства порошковых и гранулированных материалов [29].
- Определение деформационного поведения и физико-механических характеристик метаматериалов. Появление материалов, чья структурная неоднородность является периодической требует иерархического подхода к изучению упруго-прочностных характеристик. Например, такие материалы как ауксетики (материалы с отрицательным коэффициентом Пуассона) могут демонстрировать механическое поведение, нехарактерное для большинства используемых материалов. Предсказание свойств таких материалов возможно лишь при локальном учете перемещений каждой точки материала во всем объеме при нагружении. Наиболее перспективным применением ауксетиков предполагается изготовление стентов коронарных сосудов [30].
- Структурная диагностика механизмов упрочнения низкоуглеродистых и низколегированных сталей с одновременным возрастанием их пластичности и вязкости разрушения. Упрочнение металлических материалов сопровождается снижением их пластичности. Это вполне естественно, так как упрочнение блокирует движение дислокаций, ответственных за пластичность. В то же время, есть возможность получить обратный эффект, если в объеме материала создать кривизну

кристаллической решетки. В этих условиях трансляционная инвариантность кристаллической решетки нарушена и пластичность связана не только с подвижностью дислокаций. Очень важно, что в условиях кривизны кристаллической решетки многочастичный потенциал межатомного взаимодействия создает в междоузлиях новые структурные состояния [31]. Возникает эффект пластической дисторсии, когда атомы из узлов кристаллической решетки могут переходить в междоузлия, создавая в основной решетке неравновесные вакансии. Эти вакансии являются новым каналом релаксационных процессов, способных осуществлять пластическое течение материала. В низкоуглеродистых сталях такой переход легирующих элементов в междоузлия будет сопровождаться взаимодействием с углеродом и создаст мартенситную фазу бейнит, что обеспечит упрочнение материала. Неравновесные вакансии в основной решетке обеспечат пластичность материала движением точечных дефектов. Принципиально важно, что неравновесные вакансии могут проявляться и при низких температурах. Это означает, что они могут повышать ударную вязкость в области низких температур. А это стратегическая задача арктических материалов.

- Исследование процессов образования газогидратов в пористой среде. Извлечение природного газа из высокопористой среды, находящейся в высоконагруженном состоянии (давления порядка 30-50 МПа, температура до 1500 °С) затруднено наличием воды, водяного пара, солей и других примесей. Взаимодействие природного газа при таких условиях с водой может приводить к фазовым переходам природного газа и образованию различных типов газогидратов. Определение механизмов формирования газогидратов необходимо не только для повышения дебета газовых скважин, но и для создания перспективных видов ископаемого топлива на основе природного газа [32].

Перечисленный ряд фундаментальных задач сложно переоценить, однако стоит отметить что для всех перечисленных задач необходимо детальное понимание процессов изменения сил и перемещений, концентрации и распределения фаз в объеме материала, находящегося в напряженном или деформированном состоянии. На сегодняшний день оценку перемещений в сложных нагруженных конструкциях возможно осуществлять лишь численными методами, которые требуют экспериментальной верификации.

## **1.5 Блок задач 5. Биомедицинские и ветеринарные технологии**

В настоящее время, в передовых научных центрах, специализирующихся на использование синхротронного, в области медицинских технологий развиваются два основных направления. Первым наиболее значимым вектором развития является использование синхротронного излучения для терапии сложных онкологических заболеваний. Второе направление заключается в получении высококачественных рентгеновских изображений, позволяющих визуализировать слабоконтрастные структуры в биологических тканях.

### **Задача 5.1. Терапия сложных онкологических заболеваний**

В настоящее время радиотерапия является необходимым общепринятым методом лечения онкологических заболеваний, хотя избыточное радиационное воздействие остается пагубным для людей. В случае глиобластомы – злокачественной агрессивной опухоли головного мозга – применяется адьювантная радиохимиотерапия. Однако, эффективность существующей схемы лечения остается недостаточной, а заболевание – неизлечимым. При этом, стоимость лечения опухолей головного мозга имеет самые высокие значения по сравнению с расходами на медицинскую помощь при любой другой опухоли. Насущная необходимость разработки и внедрения новых диагностических подходов и препаратов для лечения глиом не вызывает сомнения.

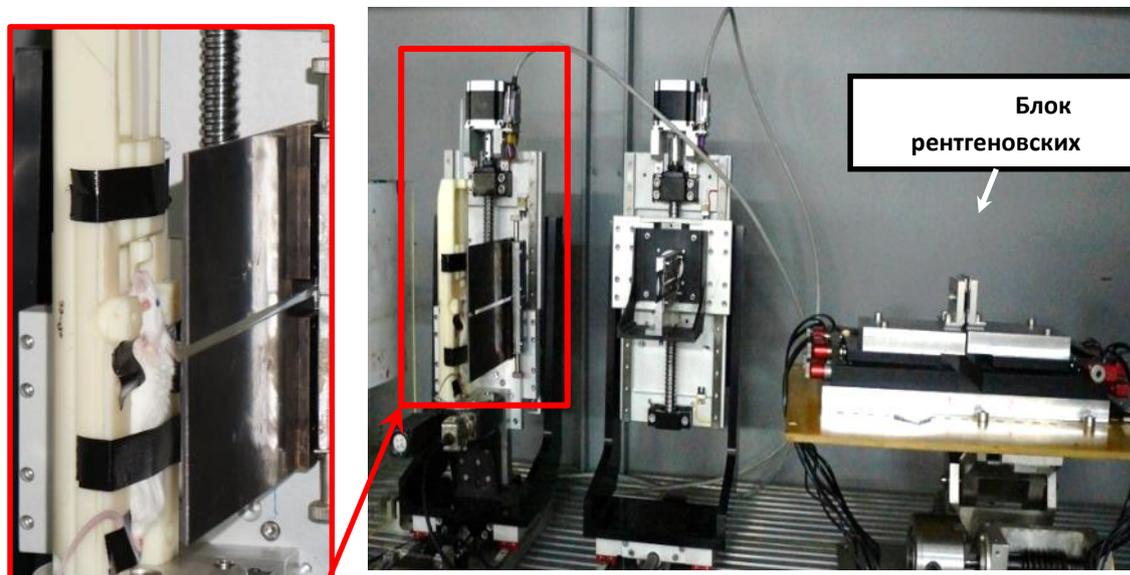
Методы лучевой терапии [33,34] получили существенный импульс к развитию благодаря созданию источников высокоэнергетического излучения, а также разработке инструментов, обеспечивающих точную локализацию и строгое дозирование времени радиотерапевтического воздействия. Кроме того, активно развивается такое направление оптимизации лучевых методов, как разработка способов искусственного управления радиочувствительностью здоровых и опухолевых тканей с помощью различных модифицирующих агентов избирательного действия и наибольшая эффективность пока достигается при ее сочетании с химиотерапией.

Вместе с тем, аналогичные результаты были показаны при применении лучевой терапии на фоне введения наночастиц золота или серебра в культуру опухолевых клеток U251 и в мышей в модели ортотопической ксенотрансплантации [35]. Причем наибольшей эффективности и увеличения сроков жизни животных удалось достичь при сочетании облучения и введения НЧ серебра [36]. Однако негативные эффекты высоких доз облучения остаются актуальными, как и оптимизация параметров облучения и уменьшения дозы облучения.

Широкое поле для совершенствования терапевтических технологий, основанных на синхротронном излучении, открывает совместное использование лучевой терапии и химиотерапии, в том числе, насыщение опухолевой ткани магнито-контрастными или цитотоксическими наночастицами. Несмотря на очевидные успехи радиотерапии, в настоящее время остается много нерешенных вопросов, как в области создания источников излучения, так и в поиске оптимальных комбинаций комплексной радио-химио-нано-терапии, что предопределяет многолетнюю актуальность исследований в данном направлении. Несмотря на очевидные успехи экспериментальной микропучковой терапии, остается много нерешенных вопросов как в области конфигурации источников излучения, так и в поиске оптимальных комбинаций комплексной радио-химио-нано-терапии, что предопределяет многолетнюю актуальность исследований в данном направлении.

В Российской Федерации работы в данной области фактически не проводились, что, в первую очередь, было обусловлено отсутствием высокоинтенсивного источника излучения в «жестком» рентгеновском диапазоне. Однако, с вводом в строй экспериментального стенда для радиационного воздействия на онкологические ткани (**Рисунок 7**), использующего излучение из 9-ти полюсного вигглера, установленного на ВЭПП-4М, появилась реальная

возможность начать исследовательские работы в этой области. В настоящее время на стенде проводятся полноценные эксперименты с культурами клеток и небольшими по размерам лабораторными животными при участии биологов из Института цитологии и генетики СО РАН.



**Рисунок 7.** Экспериментальный стенд для радиационного воздействия на онкологические ткани лабораторных животных в ИЯФ СО РАН.

### **Задача 5.2. Получение высококонтрастных рентгеновских изображений биологических объектов**

Существует две основные методики, по которым развивается технология получения высококачественных рентгеновских изображений с использованием синхротронного излучения.

Первый метод заключается в использовании рентгеноконтрастных веществ, позволяющих получать изображения с высоким пространственным разрешением и минимально возможной дозой нагрузки на биологические ткани. В качестве контраста используются вещества содержащие химические элементы с высоким атомным числом, такие как йод, ксенон, гадолиний, висмут и золото. Для получения предельного контраста используется методика разностной радиографии. Суть метода заключается в получении двух изображений в монохроматическом излучении с энергиями рентгеновских фотонов лежащих, до и после К края поглощения исследуемого элемента. Разница этих изображений подчеркивает объекты, содержащие элемент, испытывающий резкий скачок в поглощении при изменении энергии рентгеновских фотонов всего на 100 эВ. Так при использовании препаратов на основе йода можно получать высококачественные изображения кровеносной системы, что является очень важным при диагностики ишемических заболеваний на ранней стадии. Использование небольших концентраций ксенона позволяет визуализировать процессы насыщения легких воздухом на различных стадиях дыхания, что позволяет определять пораженные части легочной системы с высокой точностью.

Другой метод визуализации основан на получение контраста основанного на изменении фазы рентгеновских лучей при прохождении через объект исследования. На станции «Диагностика в высокоэнергетическом рентгеновском диапазоне» планируется изучать физиологический отклик организма на терапевтическое вмешательство и проводить исследования, связанные с диагностикой заболеваний. Фазовые изображения биологических объектов позволяют визуализировать слабоконтрастные детали в организме, информацию о которых невозможно получить, используя традиционную радиографию. При этом дозовая нагрузка на пациента значительно меньше чем при стандартном радиологическом исследовании, а пространственное разрешение изображений на порядок выше. Такие исследования особенно важны при диагностике злокачественных опухолей на ранней стадии развития, и позволяют контролировать ход развития патологии в течении процесса лечения. Фазово-контрастная радиография очень актуальна при исследованиях приживаемости имплантатов в организме человека. Получаемы изображения позволяют с хорошей точностью диагностировать воспалительные процессы, вызываемые при протезировании суставов или при установки зубных имплантатов.

## **1.6 Блок задач 6. Высокоэнергетическая рентгеновская флуоресценция**

Рентгенофлуоресцентный элементный анализ (РФА) широко используется во всем мире как для количественного определения содержания элементов, так и для визуализации картины распределения химических элементов в самых различных образцах. Использование синхротронного излучения для возбуждения рентгеновской флуоресценции позволяет радикально улучшить возможности РФА.

В этом случае:

- Малая угловая расходимость и непрерывный спектр синхротронного излучения (СИ) позволяют с высокой эффективностью осуществлять перестраиваемое в широком диапазоне энергий монохроматическое возбуждение.
- Естественная поляризация СИ создает возможность на один-два порядка уменьшить фон от рассеяния возбуждающего излучения на образце.
- Высокая яркость и интенсивность пучков СИ эффективно увеличивает чувствительность метода рентгеновской флуоресценции и позволяет проводить локальный анализ с высоким пространственным разрешением, а также работать с очень тонкими образцами.

Разработка новой аппаратуры для микро РФА-СИ активно ведется во многих синхротронных центрах и рентгенооптических лабораториях. Практический размер рентгеновского пучка для доступного в настоящее время микроанализа РФА-СИ составляет от нескольких микрометров до менее чем 100 нм. Минимальные пределы обнаружения для относительных количеств обычно меньше ppm (близки к 100 ppb), а для абсолютных количеств порядка аттограмм (10-18 грамма). Заметной тенденцией является совместное использование микроанализа РФА-СИ с другими методами микроскопии на синхротронном излучении, рентгеновская абсорбционная спектрометрия и рентгеновская дифракция, а также

с другими методами визуализации, такими как абсорбционная и фазоконтрастная компьютерная томография.

Основными научными применениями РФА-СИ является картирование (визуализация) следовых элементов в образцах для наук о жизни (биологические и медицинские ткани или клетки), наук об окружающей среде (загрязнение почвы и растений, твердые частицы, связанные с загрязнением воздуха). Также РФА-СИ широко применяется в геологии и геохимии, в археологии и для изучения историко-культурных материалов (древняя керамика, старые и новые картины), в материаловедении и т.д.

В настоящее время СИ является незаменимым источником излучения во многих экспериментах с рентгеновской флуоресценцией, позволяя неразрушающим методом получать сверхчувствительные, панорамные, количественные и экспрессные данные о элементном составе объектов.

### ***Задача 6.1. Высокоэнергетический РФА-СИ для анализа редкоземельных элементов (РЗЭ) в геологических образцах***

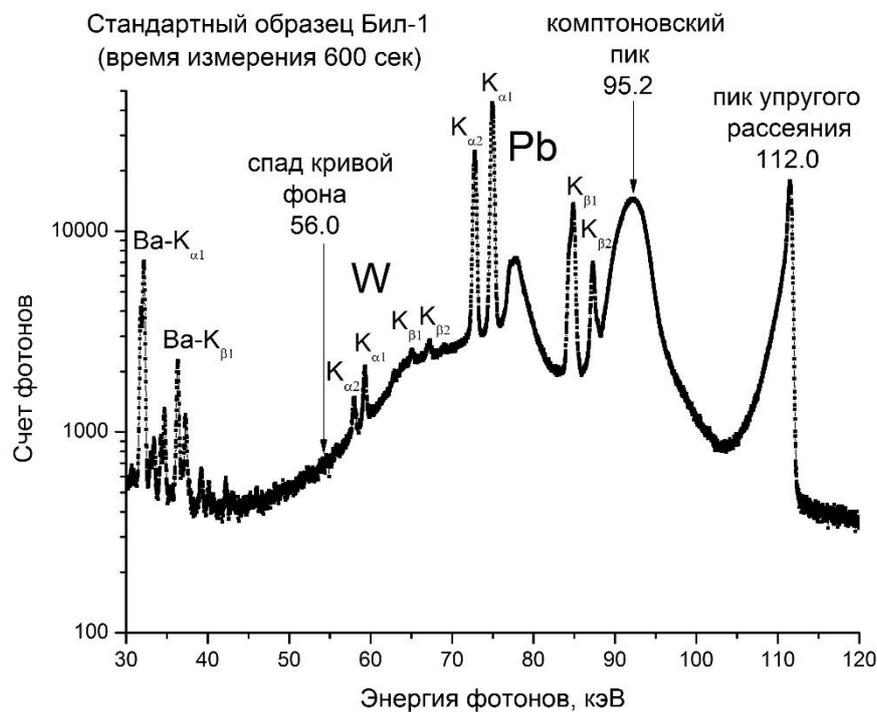
Определение редкоземельных элементов (РЗЭ) в геологических пробах имеет большое значение. Это связано с ростом потребности в РЗЭ в современной индустрии. РЗЭ – это важный компонент при производстве лазеров, катализаторов, магнитов, флуоресцентных и сверхпроводящих материалов. Кроме того, РЗЭ содержат ценную информацию о породообразующих геологических процессах, которую используют в геохимических исследованиях, поэтому важно уметь определять их концентрации как в производстве высокотехнологичных материалов, так и в природных образцах при геологоразведке месторождений РЗЭ. Одним из традиционных методов определения элементного состава в геологических пробах является рентгенофлуоресцентный анализ на синхротронном излучении (РФА-СИ).

Первые эксперименты по анализу тяжелых элементов по К-линиям спектров с использованием синхротронного излучения проводились на источниках первого поколения на ВЭПП-4 в Новосибирске, СССР [37,38], и HASYLAB в Гамбурге, Германия [39], и на источниках второго поколения NSLS в Брукхевене, США [40]. В этих работах показано, что монохроматическое возбуждение значительно уменьшает фоновый сигнал по сравнению с возбуждением «белым» пучком и идеально подходит для анализа тяжелых элементов в следовых количествах. На источниках синхротронного излучения третьего поколения ESRF (Франция), Spring-8 (Япония) и APS (США) проводятся научные эксперименты по анализу различных образцов на содержание редкоземельных и тяжелых элементов по К-линиям [41, 42] с использованием высокоэнергетических монохроматических квантов (более 100 кэВ). В этих работах показано, что минимальные пределы обнаружения для панорамного анализа всех РЗЭ (лантаноидов) могут быть определены с чувствительностью порядка 10<sup>-6</sup> г/г.

В диапазоне энергий фотонов от 10 и вплоть до 40 кэВ РФА тяжелых и редкоземельных элементов возможен только по линиям L серии (от 4.6 до 10.1 кэВ). Сложность определения редкоземельных элементов (лантаноидов) La-Lu по L-серии связана с взаимным наложением от K-серии таких элементов как Ti, Fe, Co, Ni, Cu, Zn. Это является

причиной низкой чувствительности, а порой и невозможности определения РЗЭ в исследуемых образцах методом РФА. Линии К – серии редкоземельных элементов (лантаноидов), лежат в жестком рентгеновском диапазоне энергий фотонов от 33 до 63 кэВ.

Использование фотонов с высокой энергией, более 100 кэВ, возбуждающих линии К-серии РЗЭ, позволяет решить эту проблему. Кроме того, уменьшается поглощение рентгеновского излучения в матрице образца, что сильно упрощает расчет при проведении количественного элементного анализа. Также, использование фотонов с высокой энергией, позволяет развивать новые методики РФА-СИ с использованием фокусировки жесткого монохроматического рентгеновского пучка на образце с помощью преломляющих составных рентгеновских линз [43].



**Рисунок 8.** РФА-спектр от стандартного образца БИЛ-1 (байкальский ил), энергия возбуждения 112 кэВ, время измерения 600 с.

На **Рисунке 8** представлен спектр рентгенофлуоресценции, полученный при облучении стандартного образца монохроматическим пучком с энергией возбуждения 112 кэВ. Время накопления спектра составляло 600 с. Синхротронное излучение генерировалось девятиполюсным вигглером, установленным в прямолинейном промежутке накопителя ВЭПП-4М. Рабочая энергия электронного сгустка в накопителе составляла 4.5 ГэВ при среднем токе электронов около 20 мА. Магнитное поле в вигглере составляло 1.9 Тл. Эти параметры позволили обеспечить высокий поток рентгеновских монохроматических фотонов с энергией более 100 кэВ [44].

### ***Задача 6.2. Высокоэнергетический РФА-СИ для биологических применений***

Изучение распределения элементов в тканях и клетках животных и растений позволяет выяснить функцию металлов и ионов в этих биологических системах. Спектрометрия РФА-СИ обладает высокой чувствительностью к большинству биологически важных элементов и не разрушает образец, хотя иногда требуются специальные методы подготовки образцов для получения высокого разрешения и точной визуализации [45].

Метод микро-РФА-СИ с высоким разрешением также позволяет использовать новую технику для обнаружения биологических маркеров, содержащих наночастицы, которые намеренно вводятся в ткани и отдельные клетки. Например, ультрамелкие частицы золота использовали для анализа митохондрий с помощью спектрометрии микро РФА-СИ и оптической иммунофлуоресцентной микроскопии в APS [46]. Изображение митохондрий вместе с различными элементами было также получено путем мечения аденозинтрифосфата коллоидными частицами золота в SPring-8 [47]. Эта же группа авторов попыталась использовать замороженные гидратированные клетки для подтверждения артефактов при подготовке образцов [48]. Химическое наноизображение человеческих клеток также было выполнено с использованием функционализированных квантовых точек CdSe/ZnS в ESRF [49], которые использовались для маркировки маркера рака. Они обнаружили, что квантовые точки подходят для анализа методом нано РФА-СИ из-за уникальных эмиссионных линий селена (Se). Все эти исследования показывают, что микроскопия РФА-СИ с высоким пространственным разрешением имеет большой практический потенциал в области изучения биологических клеток. Непрерывное развитие рентгеновской оптики и систем регистрации, способствует тому, что в ближайшем будущем, трехмерное элементное изображение отдельной клетки с высоким пространственным разрешением может стать частью рутинного РФА анализа на СИ.

### ***Задача 6.3. Высокоэнергетический РФА-СИ в применении к наукам об окружающей среде***

Анализ распределения элементов в почвах, породах, водах, твердых частицах и биоматериалах особенно ценен для науки об окружающей среде для чтобы выяснить механизмы накопления или исключения важных химических элементов для окружающей среды [50]. Высокая чувствительность и пространственное разрешение, а также неразрушающие свойства микро-РФА-СИ спектрометрии чрезвычайно важны для биологических, геологических и промышленных образцов, поскольку они имеют непосредственное отношение к науке об окружающей среде.

Анализ растений, которые преимущественно накапливает токсичные элементы из загрязненной почвы, имеет большое значение для процесса фиторемедиации (комплекс методов очистки сточных вод, грунтов и атмосферного воздуха с использованием зеленых растений). Анализ распределения концентраций основных и токсичных элементов важен для понимания механизма поглощения, транспорта и хранения этих элементов растениями.

Модельное растение, *Arabidopsis thaliana*, подвергалось неблагоприятному воздействию кадмием (Cd) при – контролируемых условиях. Распределение и видообразование Cd с помощью микро РФА-СИ по L-линиям Cd четко показало, что Cd был локализован в трихомах (покровных тканях, служащих для защиты растений от неблагоприятного воздействия внешней среды) [51].

Микро РФА-СИ с использованием высокоэнергетической K-линии Cd также выявил накопление Cd в трихомах листьев *Arabidopsis halleri* ssp. *gimmifera*, которые гипераккумулируют Cd и Zn [52].

Загрязнение риса мышьяком оказывает серьезное влияние на здоровье человека. Совместное использование микро РФА-СИ и рентгеновской абсорбционной спектроскопии (XANES) в дополнение к масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS) с лазерной абляцией показало, что распределение As и химическое состояние варьировалось между белым и коричневым рисом и что As локализовался в слое алейрона [53]. Было исследовано накопление мышьяка в мозге крыс через питьевую воду, и был обнаружен ограниченный перенос As в мозг [54].

Мышьяк легко растворяется и, следовательно, широко распространяется в окружающей среде. Напротив, накопление As в месторождениях биоминерализованного Fe было обнаружено и изучено с помощью множественных синхротронных рентгеновских аналитических методов. По-видимому, микроорганизмы играли важную роль в минерализации накопившегося стренгита [55]. Загрязнение почвы различными токсичными элементами в результате захоронения ядерных отходов [56] и отходы горнодобывающих предприятий [57] были проанализированы с помощью спектроскопии РФА-СИ в сочетании с рентгеновской абсорбционной спектроскопией (XANES) и рентгеновской дифракцией (XRD).

#### ***Задача 6.4. Высокоэнергетический РФА-СИ для археологии и историко-культурных материалов***

Изучение физических и химических свойств, морфологии, и структуры фундаментально важно для исследования материалов в области археологии и культурного наследия. Среди различных научных и технологических подходов в этой области, синхротроны предлагают уникальный и широкий спектр методов, включая рентгеновскую спектроскопию и визуализацию. Высокая чувствительность и высокое пространственное разрешение неразрушающего микро РФА-СИ дает преимущество для точного определения химического состава ценных образцов. Спектроскопия микро РФА-СИ обычно используется в сочетании с другими методами микроскопии на синхротронном излучении [58]. Ввод в эксплуатацию источников СИ третьего и четвертого поколения ускорил изучение исторических материалов и археологических образцов на основе методов с СИ. Общеизвестно значение аналитической химии для сохранения произведений искусства, поскольку она дает информацию об исходных материалах, включая различные пигменты. Процесс разложения хромата свинца в картинах Ван Гога изучался с помощью микро РФА-СИ и рентгеновской абсорбционной спектроскопией (XANES) вместе с микро-рентгеновской

дифракцией (micro-XRD), микро-Рамановской спектроскопией и ИК-Фурье-спектроскопией [59]. Причина потемнения хромото-желтого цвета была установлена как уменьшение содержания  $PbCrO_4$  к  $Cr_2O_3 \cdot 2H_2O$ . Разложение желтого пигмента от кадмия (Cd) также было исследовано той же группой авторов [60]. Почернение картин из помпейской киновари ( $HgS$ ) также было проанализировано с помощью микро-РФА спектрометрии [61]. Старые серебряные монеты (шестнадцатого и семнадцатого веков) были проанализированы различными рентгеновскими методами для определения содержания серебра, а также второстепенных и следовых элементов [62].

### **Задача 6.5. Высокоэнергетический РФА-СИ для геохимии**

В геохимии стандарт хондрита ( классификация метеоритов ) содержит следовые количества редкоземельных элементов (РЗЭ) которые являются важным показателем происхождения образца. Высокоэнергетический РФА-СИ позволяет панорамно измерять всю группу РЗЭ по линиям К-серии. Также, можно получить двухмерную картину распределения элементов из небольшой области образца, используя микро РФА-СИ с фокусировкой жесткого монохроматического рентгеновского пучка на образце с помощью, например, преломляющих составных рентгеновских линз.

Тела космического происхождения (метеориты) имеют чрезвычайно низкое содержание тяжелых элементов ( $Z > 30$ ). Тяжелые и редкоземельные элементы проявляли уникальное геохимическое поведение во время формирования Земли из-за их большого ионного радиуса и относительно высокой валентности. Поэтому анализ тяжелых и редкоземельных элементов является важным предметом для наук о Земле и планетах, в том числе геохимии. Здесь элементы платиновой группы (Pt) играют особенно важную роль в эволюции Земли. На синхротроне SPring-8, была исследована потенциальная возможность метода высокоэнергетической РФА-СИ для анализа элементов платиновой группы. Примечательно то, что четко были обнаружены следовые количества Re, Os и Ir в железном метеорите.

Также, этой группой авторов, на синхротроне SPring-8, было проанализировано распределение редкоземельных и других тяжелых элементов в минерале граната [63]. Образец показал зональность следовых РЗЭ, которые образовались в процессе роста кристалла. Эти результаты показывают, что зональное положение каждого элемента смещается за пределы кристалла граната с увеличением атомного номера. Полагая, что редкоземельные элементы существуют в трехвалентных ионах и скоординированы в кристаллах граната, предполагают, что более крупные ионы (в данном случае ион Ce) были положительно включены в кристалл граната на ранней стадии роста, в то время как более мелкие ионы (в данном случае ион Yb) не включаются в кристалл до поздней стадии роста.

Преимущества высокоэнергетического РФА-СИ по сравнению с традиционными аналитическими методами, используемыми в геологии и геохимии, можно резюмировать следующим образом. Идентификация рентгеновских флуоресцентных пиков более проста, а измерение проще по сравнению с масс-спектроскопией вторичных ионов (SIMS), что позволяет анализировать следовые количества тяжелых элементов с двухмерным разрешением. Можно анализировать достаточно объемные и тяжелые геологические

образцы. Если использовать фокусирующую оптику, на жесткий рентгеновский диапазон, то пространственное разрешение может быть достигнуто 1 мкм или меньше.

## **2. Методы решения научных задач**

Разрабатываемый проект станции СИ «Диагностика в высокоэнергетическом рентгеновском диапазоне» станет базой для передовых научных экспериментов в областях материаловедения, геофизики, археологии, палеонтологии, биологии и медицины. На станции будет реализовано ряд исследовательских методик с использованием высокоразрешающей интроскопии, дифракции и рассеяния рентгеновских лучей. В качестве источника высокоэнергетического излучения планируется использовать сверхпроводящий вигглер, который обеспечит высокий поток излучения на уровне  $10^{11}$ - $10^{13}$  фотон/сек./мм<sup>2</sup> в диапазоне энергий рентгеновских квантов от 30 до 150 кэВ. На канале планируется разместить три секции, которые будут функционировать в последовательном режиме. На всех секциях будет предусмотрена возможность работы как с полихроматическим излучением, с использованием рентгеновских фильтров, так и использование монохроматического излучения с полосой пускания на уровне  $\Delta E/E=10^{-3}$ .

### **2.1 Секция 1-5-3 «Рентгенофлуоресцентного и рентгеноструктурного анализа в высокоэнергетическом диапазоне»**

Это ближайшая секция находится на расстоянии 51 м от точки синхротронного излучения. Минимальное расстояние до сверхпроводящего вигглера обеспечивает максимально возможную плотность потока полихроматического и монохроматического излучения падающего на образец исследования. В секции будут реализованы следующие методы исследования:

- Дифрактометрия с временным разрешением с использованием двухкоординатного рентгеновского детектора для исследования поликристаллических образцов и аморфных образцов методом функции радиального распределения, в монохроматическом излучении с энергетическим диапазоном от 30 до 100 кэВ.
- Метод энергодисперсионной дифрактометрии для локализованного исследования сильнопоглощающих образцов с использованием мультипиксельного энергодисперсионного детектора в полихроматическом диапазоне от 50-150 кэВ.
- Метод рентгенофлуоресцентного анализа образцов с возможностью поточечного сканирования с пространственным разрешением от 10 до 100 мкм, с использованием монохроматического излучения с энергетическим диапазоном от 30 до 100 кэВ.
- Метод рентгеновской микроскопии и томографии для исследования трехмерной структуры образцов с пространственным разрешением от 0.64 до 8 мкм в монохроматическом излучении с энергетическим диапазоном от 30 до 150 кэВ.
- Метод рентгеновской микроскопии для исследования структуры образцов с временным разрешением 1 мсек. и пространственным разрешением от 3 до 22 мкм в полихроматическом излучении с энергетическим диапазоном от 50 до 150 кэВ.

В оборудование секции включены волоконный лазер мощностью 6 кВт и сварочный автомат на базе электронные пушки мощностью 8 кВт для локального создания экстремально высоких температур в образцах исследования. Также оборудование секции будет включать в себя систему охлаждения образца до 100°K и газовую систему для создания инертной атмосферы.

## **2.2 Секция 1-5-2 «Исследование материалов при высоких давлениях и температуре»**

Секция находится на расстоянии 61 м от точки синхротронного излучения и предназначена для исследования *in situ* больших (до 1 см<sup>3</sup>) объёмов вещества в экстремальных условиях методами энергодисперсионной дифракции и радиографии. В секции будут реализованы следующие методы исследования:

- Метод энергодисперсионной дифрактометрии для локализованного исследования образцов находящихся под стационарным воздействием высокого давления и температуры, в полихроматическом диапазоне от 50-150 кэВ.
- Метод рентгеновской микроскопии для исследования для измерения вязкости расплавов методом падающей сферы с временным разрешением 1 мсек. и пространственным разрешением 10 мкм в полихроматическом излучении с энергетическим диапазоном от 50 до 150 кэВ, с полем зрения 1x1 см<sup>2</sup>.

В оборудование секции включен 6-ти пуансонный 3-х осевой пресс с максимальной нагрузкой на ось 5 МН оборудованный экспериментальной ячейкой для нагревания образца до 2000°K.

## **2.3 Секция 1-5-1 «Рентгеновской микроскопии и томографии»**

Секция находится на расстоянии 115 м от точки синхротронного излучения и предназначена для получения фазово-контрастных изображений биологических, медицинских, археологических, палеонтологических и материаловедческих образцов. Также на секции будут проводиться исследования, посвящённые развитию радиационной терапии онкологических заболеваний. В секции будут реализован следующий метод исследования:

- Метод рентгеновской микроскопии и томографии для исследования трехмерной структуры образцов с пространственным разрешением от 1 до 100 мкм в монохроматическом излучении с энергетическим диапазоном от 30 до 150 кэВ и в полихроматическом излучении с энергетическим диапазоном от 50 до 150 кэВ, с полем зрения от 2x2 см<sup>2</sup> до 2x300 см<sup>2</sup> в зависимости от пространственного разрешения.

В оборудование секции включены: наркозный аппарат для лабораторных животных, специализированный фиксатор для проведения стереотаксии лабораторных животных, аппарат для создания механических напряжений на сжатие и растяжение с усилием 20 кН. Также оборудование секции будет включать в себя систему охлаждения и нагрева образца от 100° до 800°K до и газовую систему для создания инертной атмосферы.

При подготовке и проведении экспериментов в распоряжении пользователей, кроме непосредственно оборудования на станции «Диагностика в высокоэнергетическом рентгеновском диапазоне» для проведения экспериментов на СИ, будут доступны лабораторные комнаты, оснащённые оборудованием для пробаподготовки, виварий для содержания лабораторных животных и специализированное оборудование в Лабораторном корпусе ЦКП «СКИФ».

### 3. Схема станции

#### 3.1 Общая схема станции

За основу станции были взяты схемы станций работающих на источниках СИ 3-го поколения с энергией электронов 3 ГэВ, использующие в качестве генерирующего устройства сверхпроводящий вигглер. Так для решения задач, связанных материаловедением и науками о земле, были взяты решения, положенные в основу станций High Energy Engineering X-ray Scattering [64], расположенной на источнике National Synchrotron Light Source, и Joint Engineering, Environmental, and Processing, расположенной на источнике Diamond Light Source [65]. А для решений задач, связанных с биологией и медициной, были выбраны решения, реализованные на станциях Biomedical Imaging and Therapy Facility, расположенной на источнике Canadian Light Source и Imaging [66] and Medical Beamline, расположенной на источнике Australian Synchrotron [67].

В состав Станции 1-5 «Диагностика в высокоэнергетическом рентгеновском диапазоне» входят следующие помещения: оптический хатч, экспериментальный хатч секции 1-5-1, контрольная комната секции 1-5-1, экспериментальный хатч секции 1-5-2, контрольная комната секции 1-5-2, экспериментальный хатч секции 1-5-3, контрольная комната секции 1-5-3, лабораторные комнаты, офисные помещения, помещения для обследования, содержания и обслуживания лабораторных животных. Общая компоновка станции представлена на чертежах (**Рисунок 9 и 10**). Хатч секции 1-5-1 вынесен в отдельное здание, расположенное за пределами основного помещения источника «СКИФ».

Доступ в оптический хатч необходим только для физического размещения оборудования (т.е. при пусконаладочных работах) и проверки оборудования, которая должна проводиться не реже одного раза в неделю. Юстировка оптических элементов проводится дистанционно при отклонении параметров пучка от требуемых.

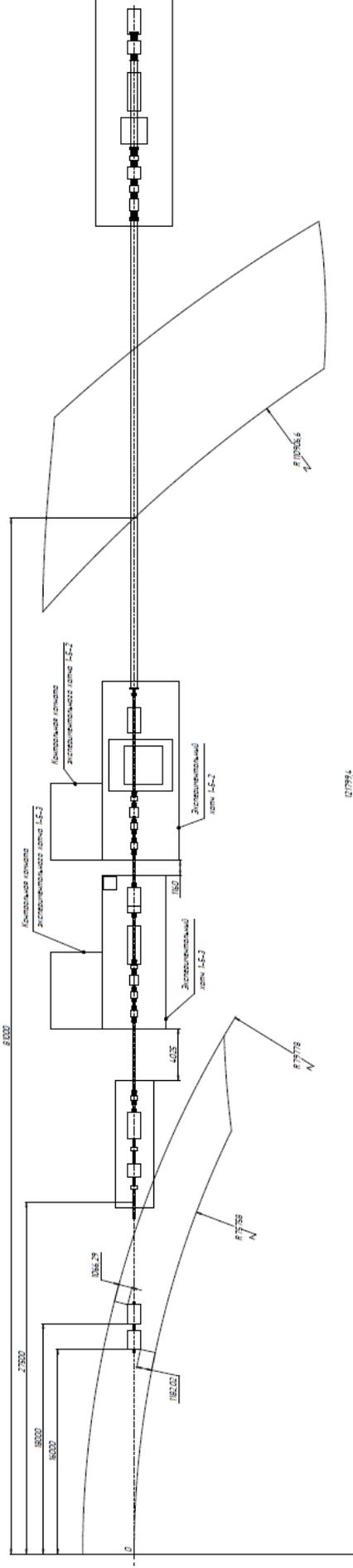
Управление общими оптическими элементами во фронтэнде, на прямом пучке, монохроматром и радиационным затвором будет осуществляться дистанционно из контрольной комнаты секции на которой проводится работа с пучком. При этом управление в других контрольных комнатах будет заблокировано. Во всех контрольных комнатах предусматривается мониторинг положения и интенсивности пучка в канале вывода СИ.

В экспериментальных хатчах размещается оборудование для проведения экспериментов, а также система окружения образца и другое необходимое оборудование. Юстировка пучка на секциях будет осуществляться дистанционно из контрольной комнаты секции, аналогично юстировке оптических элементов в оптическом хатче. Доступ в экспериментальный хатч будет возможен только при перекрытом пучке СИ. В

контрольных кабинах будет размещается оборудование для управления станцией, а также рабочие места для персонала и пользователей, которые выполняют эксперимент. В ходе эксперимента полученные данные будут записываться в локальное хранилище, которое будет синхронизовано с ЦОД. В контрольных комнатах будет организован доступ к экспериментальным данным хранящимся в ЦОД для их предварительной обработки.

В лабораторных комнатах, будут, размещаться рабочие столы и оборудование, необходимое для подготовки образцов к исследованиям, проводимым на станции.

Экспериментальный хатч секции 1-5-1 «Рентгеновской микроскопии и томографии» и помещения для обследования, содержания и обслуживания лабораторных животных располагаются в отдельно стоящем здании (**Рисунок 11**). Помещения для обследования, содержания и обслуживания лабораторных животных отмечены зеленым цветом, а хатч секции 1-5-1 красным.



**Рисунок 9.** Чертеж основных элементов станции «Диагностика в высокоэнергетическом рентгеновском диапазоне», вид сверху.





### 3.2 Оптический хатч и оптическая схема станции

На станции предполагается использовать три режима работы:

1. Использование полихроматического излучения с применением рентгеновских фильтров.

1. Использование широкого монохроматического пучка для нужд рентгеновской микроскопии и томографии.

2. Использование сфокусированного монохроматического пучка для нужд рентгеноструктурного и рентгенофлуоресцентного анализа.

Используемые режимы на секциях станции приведены в **Таблице 1**.

**Таблица 1.** Используемые режимы на секциях станции.

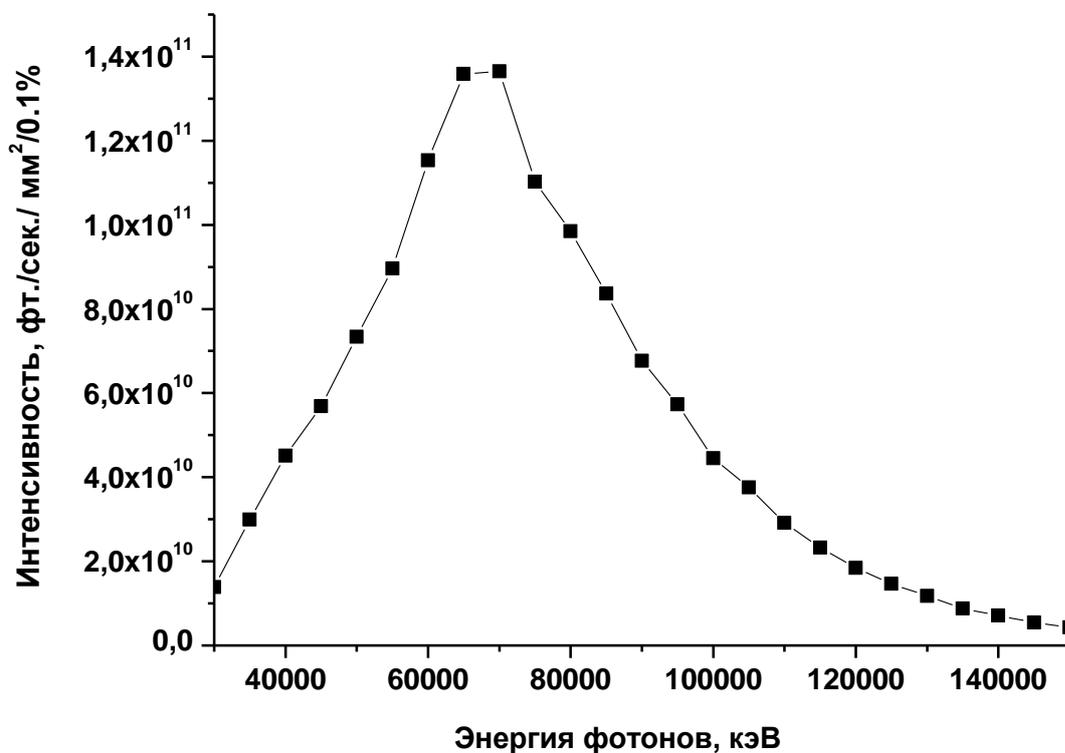
Название и номер секции	Номер режима работы станции
Секция 1-5-1 «Рентгеновской микроскопии и томографии»	1,2,3
Секция 1-5-2 «Исследование материалов при высоких давлениях и температуре»	1
Секция 1-5-3 «Рентгенофлуоресцентного и рентгеноструктурного анализа в высокоэнергетическом диапазоне»	1,2,3

В оптическом хатче расположенном в 30 м от точки излучения размещается следующее оборудование:

- Мониторы пучка для контроля положения и мощности проходящего и выходящего из хатча излучения;
- Система входных и выходных коллиматоров для финального формирования размеров излучения на кристаллах монохроматора и согласования с экспериментальными установками расположенных в секциях станции;
- Двухкристальный Лауэ монохроматор.

Монохроматор Лауэ типа (на пропускание) будет работать в антидисперсионной схеме ( $n^+, n^-$ ) на расстоянии 31 м от точки излучения. Монохроматор имеет две схемы работы. Первая схема использует пару меридионально изогнутых кристаллов для создания широкого монохроматического пучка. Вторая схема использует пару сагиттально изогнутых кристаллов для создания сфокусированного монохроматического пучка. В обеих схемах монохроматический пучок смещается на 25 мм вверх относительно пучка СИ из вигглера и не меняет направление распространения.

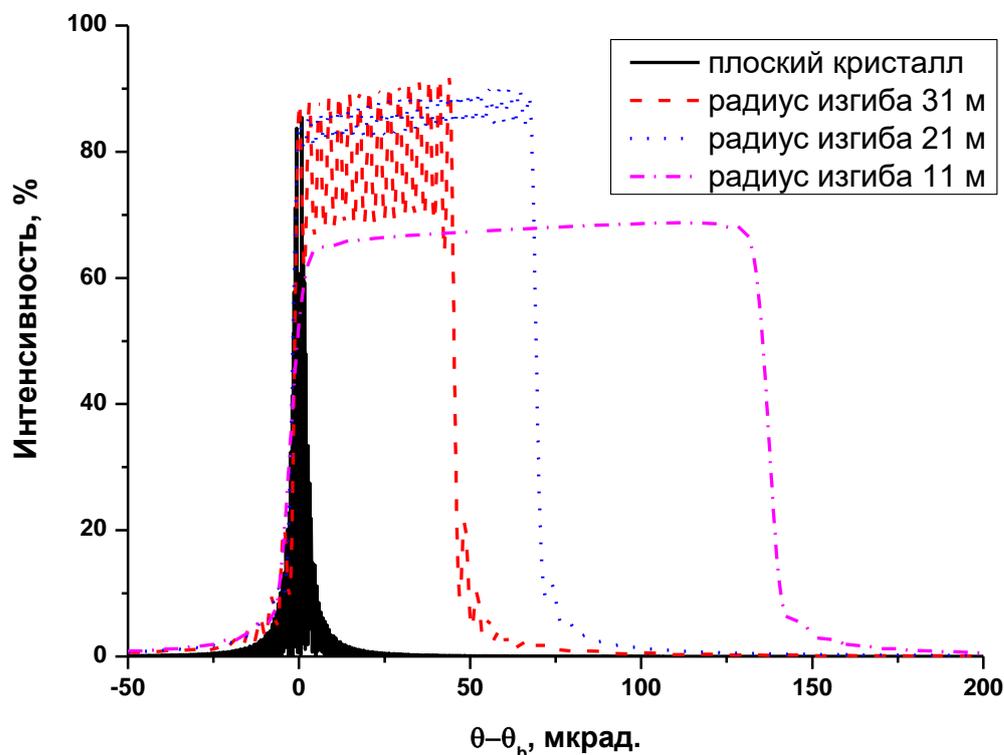
Схема устройства монохроматора с использованием меридионально изогнутых кристаллов многократно отработана в мировых научных центрах по использованию СИ. Поэтому в качестве основы мы взяли дизайн монохроматора, установленного на канале Biomedical Imaging and Therapy Facility, CLS [68].



**Рисунок 12.** Зависимость интенсивности от энергии монохроматического излучения.

Монохроматор с использованием меридионально изогнутых кристаллов позволит нам создать широкий монохроматический пучок на расстоянии 115 м от точки излучения, что идеально подходит для получения фазово-контрастных изображений для палеонтологических, медицинских и биологических исследований. Энергетический диапазон, в котором будет работать монохроматор в этой схеме простирается от 30 до 150 кэВ. Небольшое вертикальное смещение монохроматического излучения (25 мм) обеспечивает более компактный дизайн и повышает устойчивость монохроматора к вибрациям. Для обеспечения фиксированного положения монохроматического пучка при перестройке энергии планируется перемещать 2-ой кристалл относительно 1-го. Для точной настройки механизма работы монохроматора оба кристалла будут иметь независимые угловые подстройки по 3 осям. При работе монохроматора в фокусирующей схеме или при работе с полихроматическим излучением меридионально изогнутые кристаллы будут смещаться в бок относительно пучка, заменяясь кристаллами с сагиттальной фокусировкой или пустым пространством.

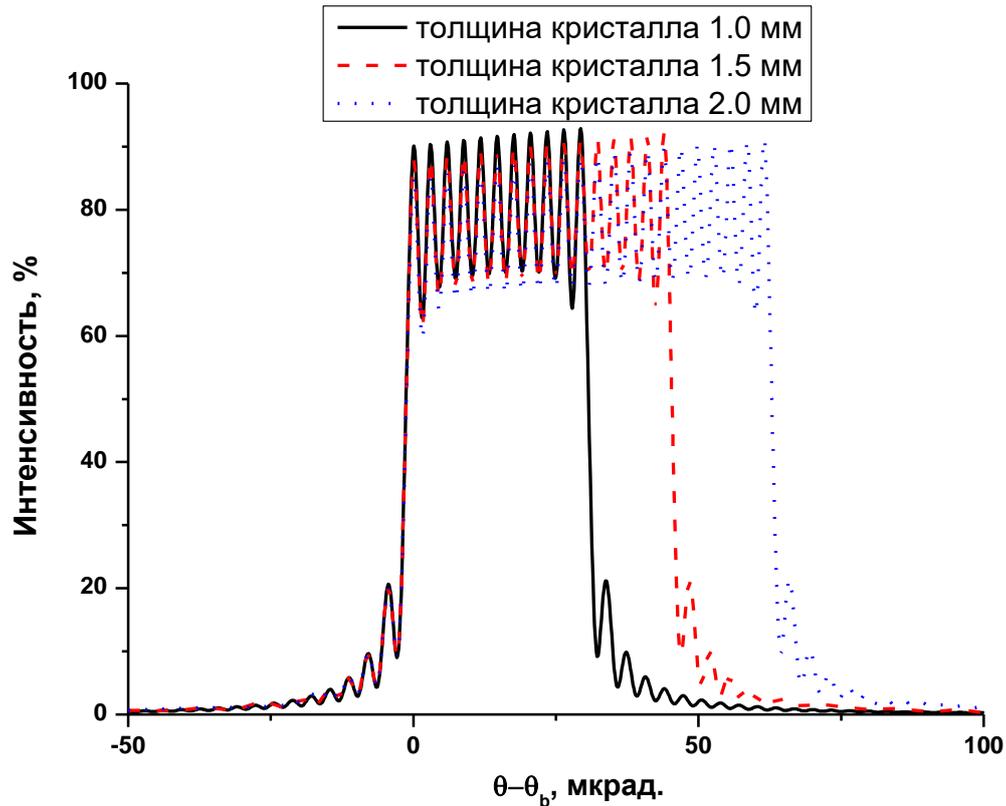
Для получения максимально возможного потока монохроматического излучения мы будем использовать кремний с кристаллической ориентацией (111) обладающей большим межплоскостным расстоянием. Мы оптимизировали толщину, радиус изгиба и угол асимметричного среза ( $\chi$ ) для 1-ого и 2-ого кристалла чтобы обеспечить максимальный поток монохроматического излучения с энергией 70 кэВ (**Рисунок 12**).



**Рисунок 13.** зависимость ширины полосы пропускания кристалла кремния (111) с ассиметричным срезом  $21.9^\circ$  от радиуса изгиба кристалла.

Более толстые кристаллы обеспечивают большой поток при высокой энергии рентгеновского излучения, но уменьшают производительность при низкой энергии рентгеновского излучения из-за самопоглощения кристалла. Радиус изгиба и толщина кристаллов влияет на полосу пропускания ( $\Delta E/E$ ) из-за искажения, вызванного деформацией межплоскостных расстояний. При этом чем меньше радиус и больше толщина кристалла, тем шире полоса пропускания и выше поток монохроматического излучения. Изменение угла ассиметричного среза приводит к вариации эффективной толщины кристалла и площади освещения кристалла.

Для расчета дифракционной кривой (полосы пропускания) изогнутых кристаллов мы использовали Xcystal 1.3 из программного пакета XOP 2.4. При расчете дифракционной кривой мы использовали мультислойную модель, как наиболее достоверную для таких расчетов. На **Рисунке 13** приведена зависимость ширины полосы пропускания кристалла кремния (111) с ассиметричным срезом  $21.9^\circ$  от радиуса изгиба кристалла. На **Рисунке 14** приведена зависимость ширины полосы пропускания кристалла кремния (111) с ассиметричным срезом  $21.9^\circ$  от толщины кристалла, изогнутого с радиусом 31 м.



**Рисунок 14.** зависимость ширины полосы пропускания кристалла кремния (111) с ассиметричным срезом  $21.9^\circ$  от толщины кристалла, изогнутого с радиусом 31 м.

Для установления оптимальных толщин кристаллов, радиуса изгиба и угла ассиметричного среза мы использовали программный пакет ShadowOui написанный на языке Python. В результате проведенных расчетов мы определили, что оптимальными являются следующие параметры: толщина 1-ого кристалла 1.5 мм, толщина 2-ого кристалла 1.8 мм, радиус изгиба 1-ого кристалла 18.5 м, радиус изгиба 2-ого кристалла 19.26 м, угол ассиметричного среза  $21.9^\circ$ . Поглощаемая мощность в 1-ом кристалле составляет около 3.84 кВт, для его температурной стабилизации, планируется водяное охлаждение. Для улучшения теплового контакта кристалла с водоохлаждаемым держателем планируется использовать индий-галлиевую эвтектику.

Зависимость между радиусами 1-ого и 2-ого кристалла можно вывести из следующих соображений. При этом нужно отметить, что безопасный радиус изгиба должен в 1000 раз превышать толщину кристалла. Зная, что виртуальный фокус 1-ого кристалла  $F_1$  связан расстоянием до источника  $S_1$  следующим соотношением:

$$F_1 = p_{01} / (2 - q_{01}/S_1), \quad (1)$$

где

$$q_{01} = R_1 \cos(\chi - \theta_{br}), \quad (2)$$

$$p_{01} = R_1 \cos(\chi + \theta_{br}), \quad (3)$$

$R_1$  – радиус изгиба 1-ого кристалла,  $\chi$  – угол ассиметричного среза,  $\theta_{br}$  – угол Брэгга.

При этом мы знаем, что  $S_2$  связано с  $F_1$  как:

$$S_2 = F_1 + h / \sin(2\theta_{br}) \quad (4)$$

где,  $h$  – вертикальное смещение пучка в монохроматоре.

Тогда полагая что  $F_2 = S_1 + h / \tan(2\theta_{br})$ , т.е. монохроматический пучок после отражения от двух кристаллов не изменяет угловую расходимость, находим значение радиуса изгиба 2-ого кристалла:

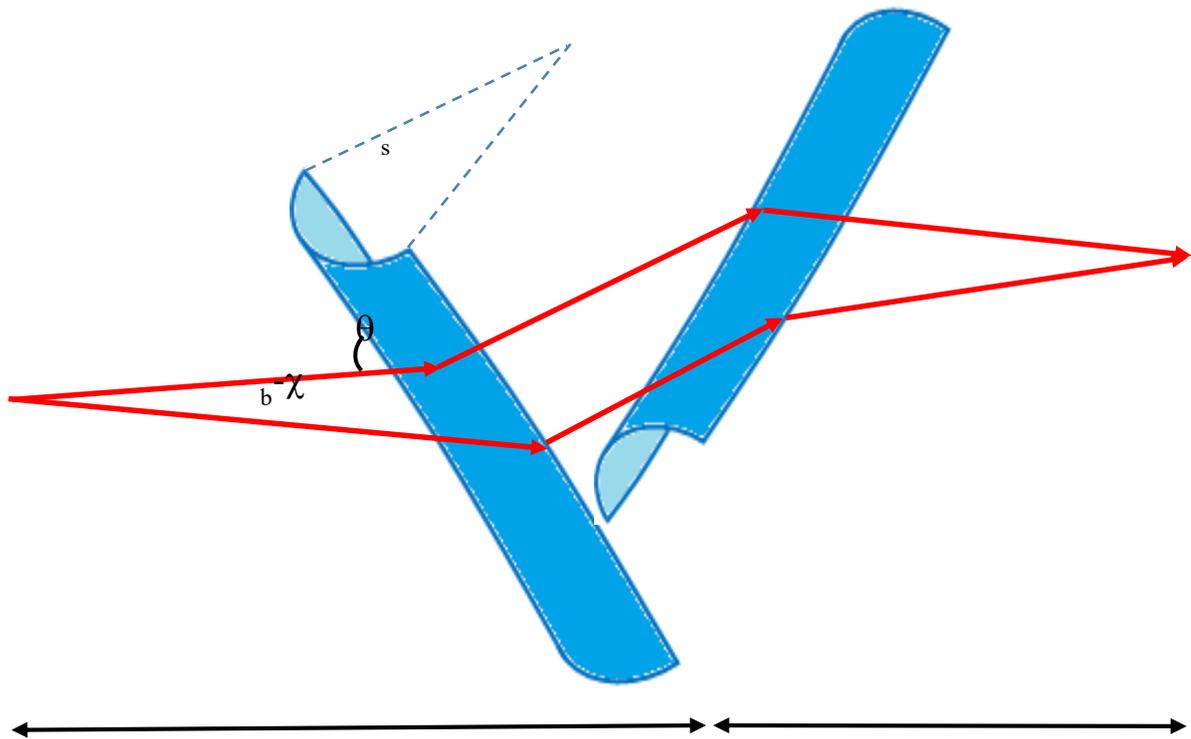
$$R_2 = 2 F_2 / (F_2/S_2 \cos(\chi - \theta_{br}) + \cos(\chi + \theta_{br})) \quad (5)$$

В **Таблице 2** приведена интенсивность, размер пучка и полоса пропускания для различных секций и энергий монохроматического излучения при работе станции в режиме №2, без фокусировки.

**Таблица 2.** Параметры монохроматического излучения на секции 1-5-1 и 1-5-3 при работе станции в режиме №2, без фокусировки.

Энергия, кэВ	Интенсивность, фотон/сек./мм <sup>2</sup> /0.1 %	Полоса пропускания, эВ
<b>Секция 1-5-1 115 м до источника СИ, размер пучка 215x20 мм<sup>2</sup></b>		
30	3.95 10 <sup>9</sup>	56
50	1.82 10 <sup>9</sup>	148
70	3.06 10 <sup>10</sup>	229
90	1.58 10 <sup>10</sup>	327
110	7.29 10 <sup>9</sup>	604
130	2.87 10 <sup>9</sup>	715
150	1.05 10 <sup>9</sup>	1101
<b>Секция 1-5-3 51 м до источника СИ, размер пучка 75x10 мм<sup>2</sup></b>		
30	1.39 10 <sup>10</sup>	54
50	7.34 10 <sup>10</sup>	149
70	1.36 10 <sup>11</sup>	227
90	6.76 10 <sup>10</sup>	324
110	2.91 10 <sup>10</sup>	607
130	1.18 10 <sup>10</sup>	717
150	4.32 10 <sup>9</sup>	1105

Основа устройства монохроматора с использованием сагиттально изогнутых кристаллов была взята из схемы монохроматора, установленного на канале X17B1 на источнике СИ National Synchrotron Light Source [69].



**Рисунок 15.** Схема с сагиттальной фокусировкой с использованием двух кристаллов.

В схеме с сагиттальной фокусировкой (**Рисунок 15**), впервые предложенной Z. Zhong [70], используются 2 кристалла которые позволяют не изменять направление отражённого монохроматического излучения, что крайне удобно при проведении экспериментов с СИ. Для получения максимально возможного потока монохроматического излучения мы, как и в схеме с меридионально изогнутыми кристаллами будем использовать кремний с кристаллической ориентацией (111). Энергетический диапазон, в котором сможет работать фокусирующий монохроматор предполагается от 30 до 100 кэВ.

Сагиттальный радиус изгиба  $R_s$  который нужен для фокусировки пучка на расстоянии  $F$  от монохроматора можно получить из следующей зависимости:

$$f_s = 1/S + 1/F \quad (6)$$

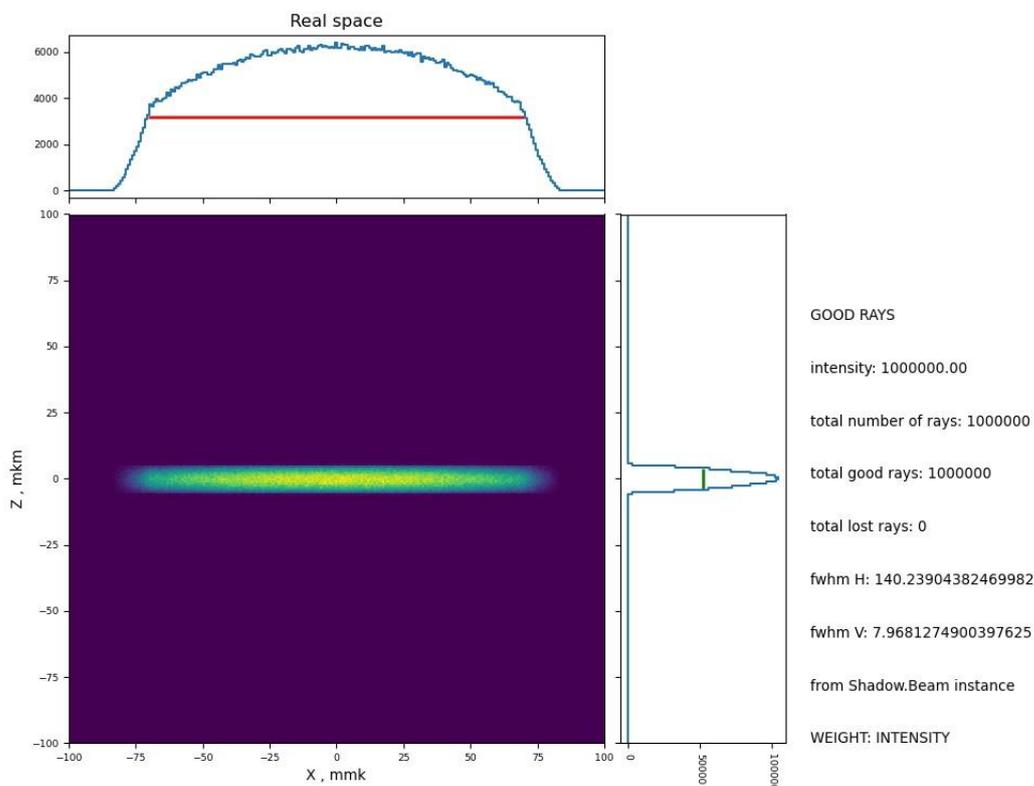
$$R_s = 4 f_s \sin(\theta_{br}) \sin(\chi) \quad (7)$$

где,  $S$  – расстояние от кристаллов до источника,  $f_s$  – фокусное расстояние монохроматора,  $\chi$  – угол асимметричного среза,  $\theta_{br}$  – угол Брэгга.

Сагиттальный радиус изгиба  $R_s$  находится в почти прямой зависимости от угла Брэгга, который составляет для высоких энергий рентгеновских фотонов достаточно маленькую величину, и прямо пропорционален синусу угла асимметричного среза. Поэтому для получения приемлемого радиуса изгиба угол асимметричного среза нужно выбирать с как можно большей величиной. Из практических соображений мы выбрали угол асимметричного среза равный  $35.2^\circ$ , этот угол соответствует кремниевым пластинам выпускающихся для нужд микроэлектроники с кристаллической ориентацией (100). Исходя из верхнего предела

энергетического диапазона (100 кэВ) и расстоянию 20 м на котором нужно сфокусировать монохроматическое излучение для секции 1-5-3 мы рассчитали, что радиус изгиба должен составлять 554 мм. Как писалось выше толщина кристалла не может превышать величину равную  $R_s/1000$ , поэтому мы выбрали толщину кристалла равной 500 мкм. Эта толщина кристалла является стандартной для кремниевых пластин, что сильно упрощает его изготовление. При этом мощность, которая будет поглощаться в 1-ом кристалле будет составлять 1.784 кВт поэтому, как и в случае с меридионально изогнутым кристаллом будет также предусмотрено водяное охлаждение.

Для расчета интенсивности сфокусированного на секциях монохроматического излучения мы также использовали программный пакет XOP 2.4 и ShadowOUI. На **Рисунке 16** приведен пример распределения интенсивности в случае отсутствия фокусировки и в случае фокусировки (**Рисунок 17**) на расстоянии соответствующей секции 1-5-3 для энергии рентгеновских фотонов 50 кэВ.



**Рисунок 16.** Распределение интенсивности монохроматического излучения с энергией 50 кэВ на секции 1-5-3 при отсутствии фокусировки.

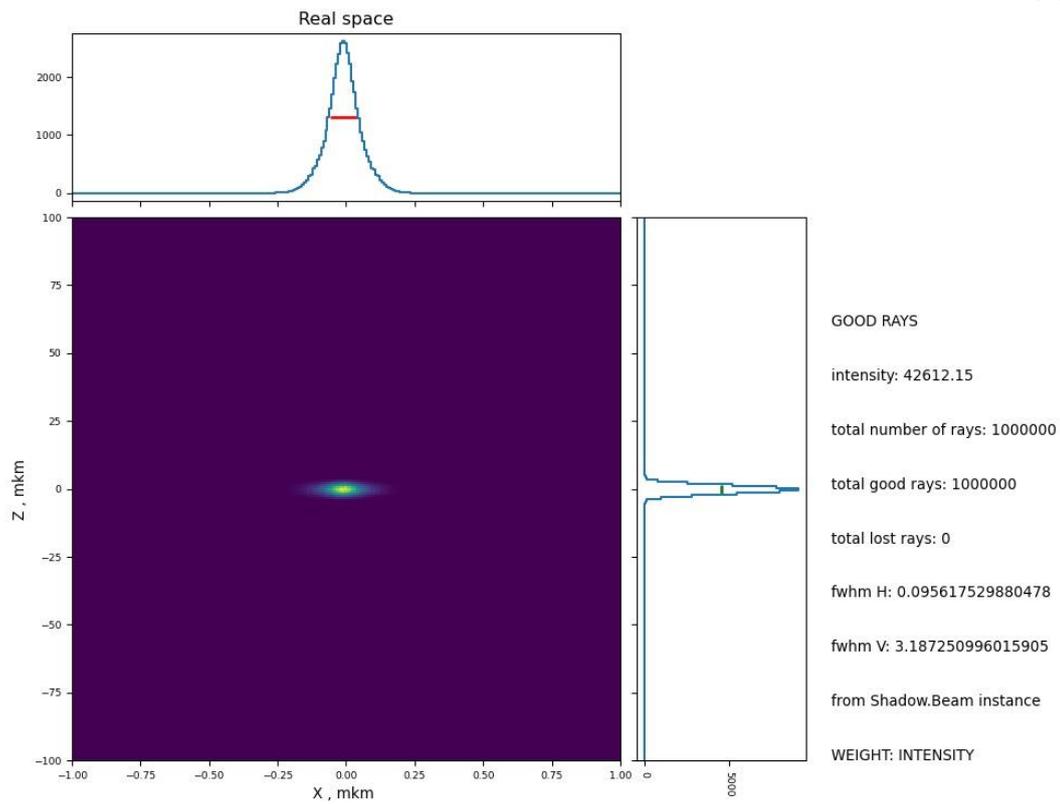


Рисунок 17. Распределение интенсивности монохроматического излучения с энергией 50 кэВ на секции 1-5-3 при использовании сагиттальной фокусировки.

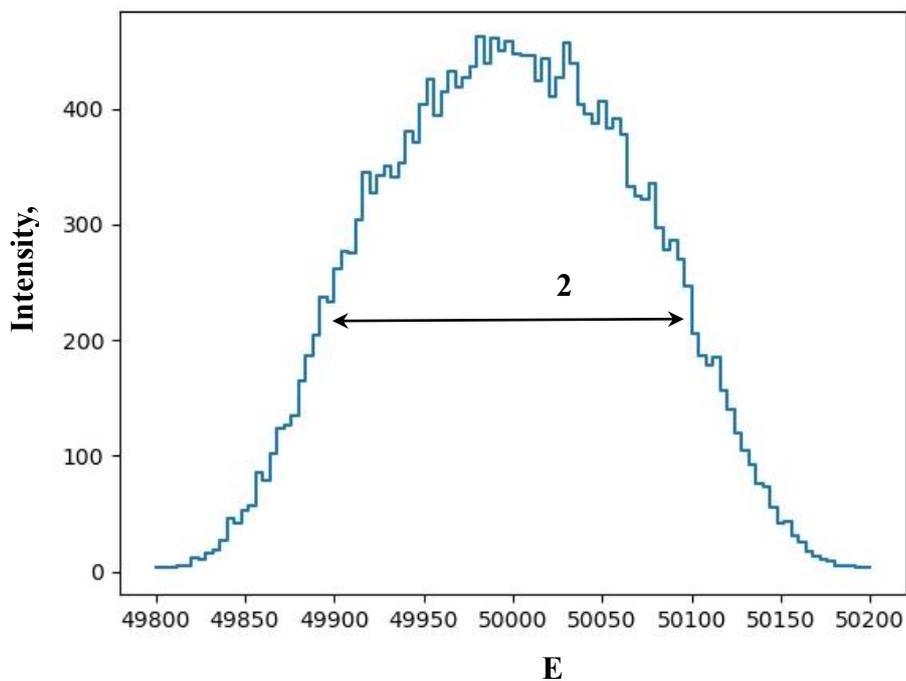
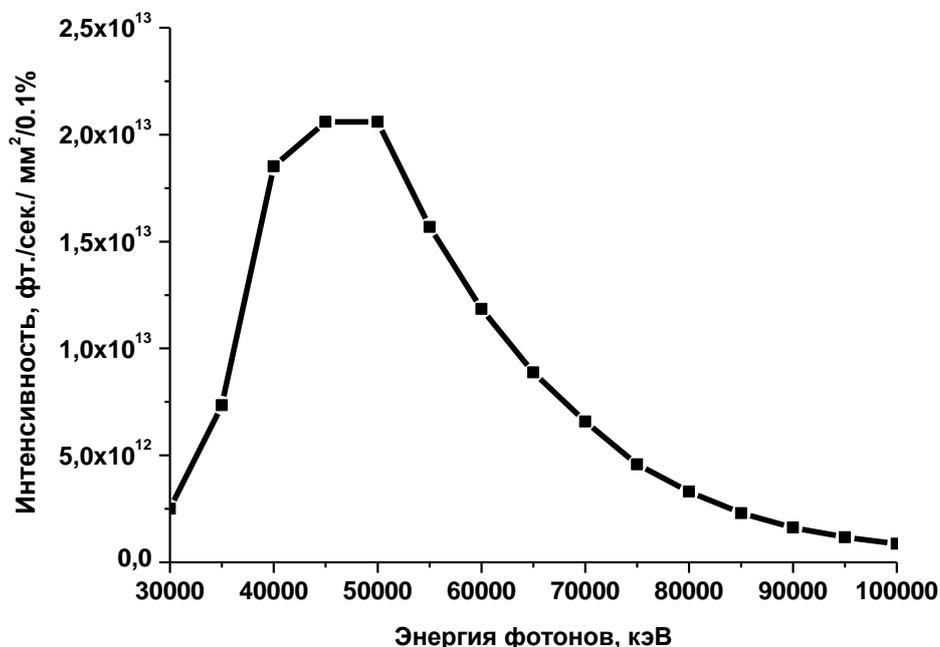


Рисунок 18. Энергетическое распределение в области фокусировки монохроматического излучения с энергией 50 кэВ.

Из приведенного примера видно, что горизонтальный расчетный размер пятна в фокусе составляет менее 100 мкм, что обеспечивает интенсивность потока монохроматического излучения на уровне  $10^{13}$  фотон/сек./мм<sup>2</sup>. Гистограмма показывающая энергетическое распределение в области фокусировки приведена на **Рисунке 18**.



**Рисунок 19.** Распределение интенсивности в зависимости от энергии рентгеновских фотонов сфокусированного монохроматического излучения на секции 1-5-3.

Распределение интенсивности в зависимости от энергии рентгеновских фотонов сфокусированного монохроматического излучения на секции 1-5-3 «Рентгенофлуоресцентного и рентгеноструктурного анализа в высокоэнергетическом диапазоне» приведено на **Рисунке 19**.

В **Таблице 3** приведена интенсивность, размер пучка, полоса пропускания и радиус изгиба сагиттально изогнутых кристаллов для различных секций и энергий монохроматического излучения при работе станции в режиме №3, с фокусировкой.

### 3.3 Экспериментальный хатч секции 1-5-3

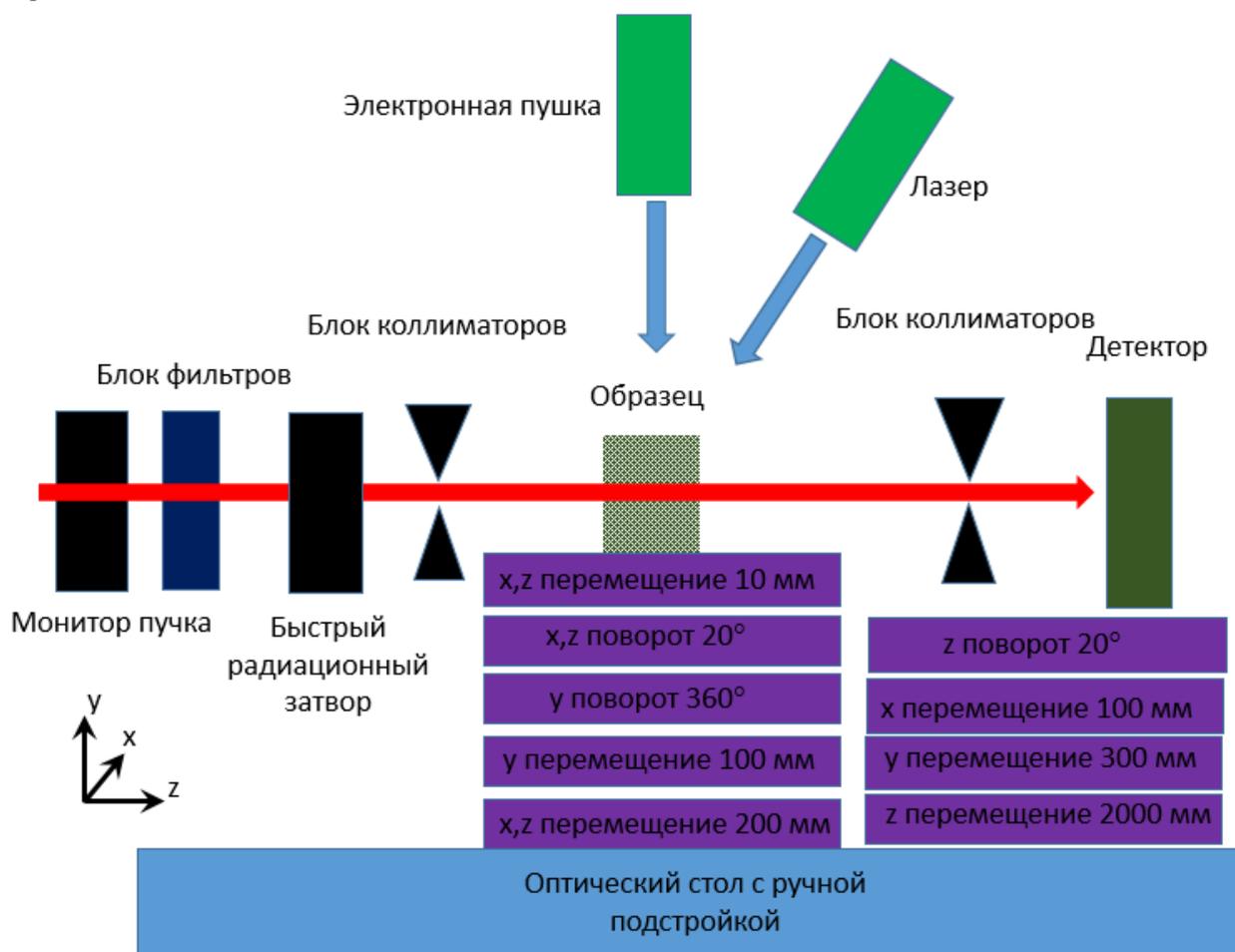
Экспериментальный хатч секции «Рентгенофлуоресцентного и рентгеноструктурного анализа в высокоэнергетическом диапазоне» располагается на расстоянии 51 м от точки излучения СИ и имеет размер 5x12 м<sup>2</sup>. Интенсивность полихроматического излучения в районе расположения образца  $7.13 \cdot 10^{14}$  фотон/сек./мм<sup>2</sup>. Интенсивность монохроматического излучения в районе образца в режиме отсутствия фокусировки приведена в **Таблице 2**, а в режиме с фокусировкой в **Таблице 3**. На **Рисунке 20** представлена схематичное расположение основных узлов станции «Рентгеновской микроскопии и томографии».

**Таблица 3.** Параметры монохроматического излучения на секции 1-5-1 и 1-5-3 при работе станции в режиме №2, без фокусировки.

Энергия, кэВ	Интенсивность, фотон/сек./мм <sup>2</sup> /0.1 %	Полоса пропускания, эВ	Вертикальный размер, мм	Горизонтальный размер, мм
<b>Секция 1-5-1 115 м до источника СИ</b>				
30	0.62 10 <sup>12</sup>	68	20.1	0.51
40	0.78 10 <sup>12</sup>	128	20.0	0.51
50	5.21 10 <sup>12</sup>	187	20.1	0.51
60	4.27 10 <sup>12</sup>	268	19.9	0.51
70	2.82 10 <sup>12</sup>	367	20.0	0.51
80	1.50 10 <sup>12</sup>	450	20.0	0.51
90	0.86 10 <sup>12</sup>	609	20.1	0.51
100	0.45 10 <sup>12</sup>	785	20.0	0.51
<b>Секция 1-5-3 51 м до источника СИ</b>				
30	0.35 10 <sup>13</sup>	79	3.9	0.09
40	2.02 10 <sup>13</sup>	128	3.8	0.09
50	2.18 10 <sup>13</sup>	175	3.9	0.09
60	1.46 10 <sup>13</sup>	269	3.8	0.09
70	0.73 10 <sup>13</sup>	364	4.0	0.09
80	0.35 10 <sup>13</sup>	461	3.9	0.09
90	0.15 10 <sup>13</sup>	605	3.8	0.09
100	0.07 10 <sup>13</sup>	760	3.8	0.09

Блок фильтров и блок рентгеновских коллиматоров формирует спектральные и геометрические параметры падающего и рассеянного на образце излучения. Образец имеет возможность юстировки относительно пучка по всем направлениям, с точностью перемещения 0.1 мкм и с угловой точностью на уровне 0.001°. Детектор будет иметь возможность позиционироваться по всем линейным направлениям с точностью 10 мкм. Для реализации метода голо-томографии и проведения дифракционных исследований детектор будет иметь возможность смещать на расстояние до 2 м от образца. Также детектор имеет угловую подстройку в направлении пучка в диапазоне 20° с точностью 0.01° для реализации метода энергодисперсионной дифрактометрии.

Для высокоскоростной съемки (2277 кадров/сек) в полихроматическом излучении в качестве детектора рентгеновского излучения будет использоваться CMOS-камера PCO.DIMAX.HS4 или аналогичная ей. Предполагается возможность варьировать пространственное разрешение от 3 до 22 мкм в зависимости от используемой оптики и сцинтилляторов. При этом соответственно, поле зрения камеры будет изменяться от 6x6 мм<sup>2</sup> до 44x44 мм<sup>2</sup>.



**Рисунок 20.** Схема секции 1-5-3 «Рентгенофлуоресцентного и рентгеноструктурного анализа в высокоэнергетическом диапазоне».

Для прецизионной съёмки в монохроматическом излучении в качестве детектора рентгеновского излучения будет использоваться CMOS-камера PCO.EDGE.5.5 или аналогичная ей. Предполагается возможность варьировать пространственное разрешение от 0.68 до 8 мкм в зависимости от используемой оптики и сцинтилляторов. При этом соответственно, поле зрения камеры будет изменяться от 1.66x1.4 мм<sup>2</sup> до 20.48x17.28 мм<sup>2</sup>.

**Таблица 4.** Основные характеристики плоско-панельного детектора.

Размер матрицы	2048x2048
Размер пикселя	200 мкм
Точность оцифровки	16 бит
Время экспозиции	66.5 мсек. ..5 сек.
Скорость съёмки [2048x2048]	15 кадров/сек.
Скорость съёмки [1024x1024]	30 кадров/сек.
Энергетический диапазон	20 кэВ – 15 МэВ

**Таблица 5.** Основные характеристики 36 пиксельного германиевого энергодисперсионного детектора.

Размер матрицы	6x6
Размер пикселя	5 мм
Толщина германия	10 мм
Энергетическое разрешение	130-250 эВ
Энергетический диапазон	5 – 200 кэВ

Для проведения рентгеноструктурного анализа в качестве детекторов рентгеновского излучения будет использоваться XRD 1621 xN ES Flat Panel и 36 пиксельный германиевый энергодисперсионный детектор фирмы Mirion Technology или аналогичные им. Основные характеристики детекторов приведены в **Таблицах 4 и 5**.

Также секция 1-5-3 будет оснащена следующим оборудованием для создания специальных температурных условий на образце исследования:

- Волоконный иттербиевый лазер (YLS-CL IPG photonics) мощностью 6 кВт, работающий на длине волны 1070 нм;
- Сварочный автомат на базе электронные пушки мощностью 8 кВт разработки ИЯФ СО РАН;
- Криокулер Cryostream 800 OxfordCryosystems для исследований образцов при низких температурах вплоть до 80°K.

### 3.4 Экспериментальный хатч секции 1-5-2

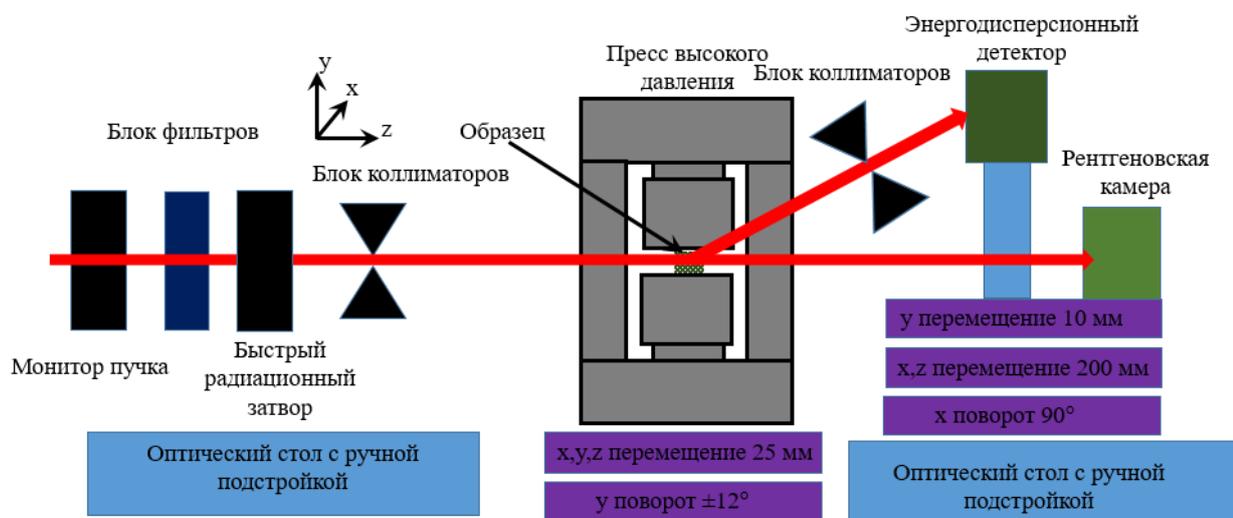
Экспериментальный хатч секции «Исследования материалов при высоких давлениях и температуре» располагается на расстоянии 61 м от точки излучения СИ и имеет размер 6x14 м<sup>2</sup>. Интенсивность полихроматического излучения в районе расположения образца 4.98 10<sup>14</sup> фотон/сек./мм<sup>2</sup>.

На **Рисунке 21** показана схема основных элементов секции «Исследования материалов при высоких давлениях и температуре». Блок коллиматоров и фильтров формирует пучок падающего и рассеянного излучения.

Основу оборудования секции составляет 6-ти пуансонный пресс высокого давления, который будет изготовлен под заказ компанией Max Voggenzeiter GmbH, на базе стандартного пресса mavo press LPQ6-2400-100.

Пресс будет обеспечивать давление до 15 МН при этом синхронизация перемещения каждого из 6-ти пуансонов будет выполняться с точностью 1 мкм. Экспериментальная ячейка, расположенная в прессе будет иметь объем 1 см<sup>3</sup> и обладать системой омического нагрева до температуры 2000°С.

Юстированная платформа пресса позволит перемещать его по всем линейным направлениям в пределах 25 мм, с точностью 10 мкм. Также пресс будет иметь возможность углового перемещения в диапазоне ± 3° с точностью не хуже 0.01°. Также будет предусмотрена возможность смещения пресса с линии пучка в боковом направлении на расстояние 2 м для обеспечения возможности подачи пучка СИ на секцию 1-5-1.



**Рисунок 21.** Схема сечения «Исследования материалов при высоких давлениях и температуре».

Для проведения энергодисперсионной дифрактометрии сечение будет оснащено аналогичным с сечением 1-5-3 36 пиксельным германиевым детектором.

Для контроля за состоянием образца и исследований методом падающей сферы вязкости жидкостей, находящихся под воздействием высокого давления и температуры, будет использоваться CMOS камера аналогичная используемой на сечении 1-5-3.

### 3.5 Экспериментальный хатч сечения 1-5-1

Экспериментальный хатч сечения «Рентгеновской микроскопии и томографии» располагается на расстоянии 115 м от точки излучения СИ, в отдельно стоящем здании (Рисунок 11). Хатч имеет размер  $6 \times 18 \text{ м}^2$ . Интенсивность полихроматического излучения в районе расположения образца  $1.39 \cdot 10^{14}$  фотон/сек./мм<sup>2</sup>. Интенсивность монохроматического излучения в районе образца в режиме отсутствия фокусировки приведена в Таблице 2, а в режиме с фокусировкой в Таблице 3.

На Рисунке 22 показана схема основных элементов сечения 1-5-1 «Рентгеновской микроскопии и томографии». Основная задача сечения получение фазово-контрастных изображений в высокоэнергетическом диапазоне от 30 до 150 кэВ. На сечении будет возможность получить монохроматический пучок с размерами  $300 \times 20 \text{ мм}^2$ , что идеально подходит для широкоформатных изображений для исследований, проводимых в области медицины и биологии.

Секция будет оснащена всем необходимым оборудованием для формирования заданных параметров монохроматического и полихроматического излучения, использующегося в экспериментах.

Стол для образца будет обладать возможностью перемещения по линейным и угловым направлениям для проведения исследований с использованием метода рентгеновской томографии.



**Рисунок 22.** Схема секции «Рентгеновской микроскопии и томографии».

Также на секции будет предусмотрена возможность расположение аппарата для создания механических напряжений на сжатие и растяжение с усилием 20 кН. Характеристики аппарата для создания механических напряжений приведены в **Таблице 6**. Аппарат будет обладать собственными юстированными механизмами и возможностью поворота образца в нагруженном состоянии необходимого для проведения томографической съемки. Также в состав установки войдет экспериментальная ячейка, позволяющая нагревать образец до температуры 400°C.

Для охлаждения образца будет использоваться криокулер аналогичный используемому в секции 1-5-3.

Для исследований, проводимых с кернами горных пород будет разработана специализированная ячейка с гидравлическим нагружением создаваемым насосом, характеристики которого приведены в **Таблице 7**.

Для получения фазово-контрастных изображений будет использована техника diffraction enhanced imaging (DEI) работающая на базе кремниевого кристалл-анализатора с ориентацией (111). Кристалл-анализатор будет оснащен всеми необходимыми юстировочными механизмами, необходимого для визуализации рефракционного контраста.

Также на секции планируется использовать технику голо-томографии, для реализации которой детектор будет иметь возможность перемещаться от образца на расстояние до 3м. Для получения широкоформатного изображения с полем зрения 100x100 мм<sup>2</sup> планируется использовать сборку из двух CMOS камер, работающих синхронно.

**Таблица 6.** Характеристики аппарата для создания механических напряжений

Параметры	Величина	Ед. изм.
<b>Нагружение образцов</b>		
Максимальное усилие на растяжение/сжатие $F_{\max}$	<20	кН
Максимальное усилие на кручение $M_{\max}$	<500	Н·м
Минимальная скорость перемещения балки	>0,0005	Мм/мин
Максимальная скорость перемещения балки	<1000	Мм/мин
Разрешение по шаговому двигателю	<3	мкм
Разрешение по датчику силы на осевое нагружение	<0,1	% от $F_{\max}$
Разрешение по датчику силы на кручение	<0,1	% от $F_{\max}$
Ячейка высокого давления, $P_{\max}$	>30	бар
<b>Габариты установки</b>		
Ширина области испытаний образцов	<50-100	мм
Высота верхней части испытательной области для установки захватов и образца	<1700	мм
Ширина испытательной установки	<1100	мм
Глубина испытательной установки	<700	мм
<b>Рабочие параметры</b>		
Разрешение по угловой скорости	<0,005	Град
Максимальная скорость вращения	360	Град/с
Рабочая скорость вращения	10	Град/с
Максимальная температура нагрева $t_{\max}$	>400	°С
Скорость нагрева/охлаждения	>60	°С/мин
Точность контроля температуры	<5	°С
<b>Весовые характеристики</b>		
Вес всего аппарата	<350	Кг
Устанавливаемая на раму испытательной установки оснастка	<20	Кг
Блок управления	<200	Кг

**Таблица 7.** Характеристики насоса для создания гидравлического давления в экспериментальной ячейке.

Параметры	Величина
Макс. давление, МПа	52
Мин. расход, мл/мин	0,0001
Макс. расход, мл/мин	50
Разрешение подачи объема, нл	8,2
Объем цилиндра, мл	260
Точность поддержания расхода, % от текущего значения	0,5
Точность поддержания давления, % от ВПИ	0,15

## **Заключение**

В представленной работе описаны ключевые технические параметры и основные направления исследовательской программы экспериментальной станции 1-5 «Диагностика в высокоэнергетическом рентгеновском диапазоне» источника синхротронного излучения поколения 4+ ЦКП «СКИФ». Планируется что станция будет введена в эксплуатацию в конце 2024 года. На станции будет реализовано большинство современных методов исследования использующих «жесткий» рентгеновский диапазон. В качестве генератора излучения станция будет использовать сверхпроводящий вигглер с периодом 48 мм и полем 4.5 Тл разработанный и созданный в ИЯФ СО РАН. Вигглер оптимизирован на получение высокой интенсивности в диапазоне энергий рентгеновских фотонов от 25 до 150 кэВ.

Разработанная оптическая схема станции позволяет максимально реализовать методы рентгеноструктурного и рентгенофлуоресцентного анализа в сочетании с регистрацией контрастных высокоразрешающих изображений. Такая комбинация позволяет более комплексно исследовать образцы в области материаловедения, геологии, палеонтологии, биологии и медицины. На станции будут функционировать три независимые секции, позволяющие создавать различные внешние условия такие как окружающая атмосфера, давление и температура. Особенно нужно отметить возможности секции 1-5-1, предоставляющей полномасштабные возможности для экспериментов с биологическими объектами и лабораторными животными и позволяющей проводить высокоскоростную рентгеновскую съемку с шириной кадра до 200 мм.

Все создаваемые секции будут отвечать современным требованиям и будут в равной мере востребованы российским пользовательским сообществом.

## **Список литературы**

- [1] Böhm, J., Wanner, A., Kampmann, R., Franz, H., Liss, K.-D., Schreyer, A., Clemens, H. Internal stress measurements by high-energy synchrotron X-ray diffraction at increased specimen-detector distance (2003) Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 200, pp. 315-322. DOI: 10.1016/S0168-583X(02)01694-4.
- [2] Wagner, J.N., Hofmann, M., Wimpory, R., Kremaszky, C., Stockinger, M. Microstructure and temperature dependence of intergranular strains on diffractometric macroscopic residual stress analysis (2014) Materials Science and Engineering A, 618, pp. 271-279. DOI: 10.1016/j.msea.2014.09.033.
- [3] Ancharov, A.I. The Use of Hard Synchrotron Radiation for Diffraction Studies of Composite and Functional Materials (2017) Russian Physics Journal, 60 (3), pp. 543-549. DOI: 10.1007/s11182-017-1106-7.
- [4] Grigor'eva, T.F., Ancharov, A.I., Barinova, A.P., Tsybulya, S.V., Lyakhov, N.Z. Structural transformations in mechanochemical synthesis of solid solutions in the Cu-Ga system (2009) Russian Journal of Applied Chemistry, 82 (5), pp. 779-782. DOI: 10.1134/S107042720905005X.

- [5] Shevchenko, V.G., Eselevich, D.A., Popov, N.A., Krasil'nikov, V.N., Vinokurov, Z.S., Ancharov, A.I., Tolochko, B.P. Oxidation of ASD-4 Powder Modified by V2O5 (2018) *Combustion, Explosion and Shock Waves*, 54 (1), pp. 58-63. DOI: 10.1134/S0010508218010094.
- [6] Kovaliova, S., Šepelák, V., Grigoreva, T., Zhornik, V., Kiseleva, T., Khomich, M., Devyatkina, E., Vosmerikov, S., Vityaz, P., Lyakhov, N. Mechanosynthesis of composites in chemically non-reacting and exothermically reacting systems for magnetic abrasive media (2018) *Journal of Materials Science*, 53 (19), pp. 13560-13572. DOI: 10.1007/s10853-018-2463-5.
- [7] Buchbinder, D., Meiners, W., Pirch, N., Wissenbach, K., Schrage, J. Investigation on reducing distortion by preheating during manufacture of aluminum components using selective laser melting (2014) *Journal of Laser Applications*, 26 (1), № 012004, DOI: 10.2351/1.4828755.
- [8] Scipioni Bertoli, U., Guss, G., Wu, S., Matthews, M.J., Schoenung, J.M. In-situ characterization of laser-powder interaction and cooling rates through high-speed imaging of powder bed fusion additive manufacturing (2017) *Materials and Design*, 135, pp. 385-396. DOI: 10.1016/j.matdes.2017.09.044.
- [9] Nikitin, V.V., Fokin, M.I., Dugarov, G.A., Drobchik, A.N., Andrade, V.D., Shevchenko, P.D., Manakov, A.Y., Duchkov, A.A. Dynamic in situ imaging of methane hydrate formation in coal media (2021) *Fuel*, 298, № 120699, DOI: 10.1016/j.fuel.2021.120699.
- [10] Dugarov, G.A., Duchkov, A.A., Manakov, A.Y. Acoustic properties of hydrate-bearing coal samples depending on temperature and water saturation type (2021) *Geophysics*, 86 (3), pp. U31-U37. DOI: 10.1190/geo2020-0117.1.
- [11] Xie, C.-G. Applications of tomography in oil-gas industry - Part 1 (2015) *Industrial Tomography: Systems and Applications*, pp. 591-632. DOI: 10.1016/B978-1-78242-118-4.00022-8.
- [12] Kuper, K.E., Zedgenizov, D.A., Ragozin, A.L., Shatsky, V.S., Porosev, V.V., Zolotarev, K.V., Babichev, E.A., Ivanov, S.A. Three-dimensional distribution of minerals in diamondiferous eclogites, obtained by the method of high-resolution X-ray computed tomography (2007) *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 575 (1-2), pp. 255-258. DOI: 10.1016/j.nima.2007.01.053.
- [13] Kuper, K.E., Zedgenizov, D.A., Ragozin, A.L., Shatsky, V.S. X-ray topography of natural diamonds on the VEPP-3 SR beam (2009) *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 603 (1-2), pp. 170-173. DOI: 10.1016/j.nima.2008.12.145.
- [14] Pavlushin, A., Zedgenizov, D., Vasil'ev, E., Kuper, K. Morphology and genesis of ballas and ballas-like diamonds (2021) *Crystals*, 11 (1), статья № 17, pp. 1-23. DOI: 10.3390/cryst11010017.
- [15] Lobanov, S.S., Chen, P.-N., Chen, X.-J., Zha, C.-S., Litasov, K.D., Mao, H.-K., Goncharov, A.F. Carbon precipitation from heavy hydrocarbon fluid in deep planetary interiors (2013) *Nature Communications*, 4, № 2446 DOI: 10.1038/ncomms3446.

- [16] Shatskiy, A., Arefiev, A.V., Podborodnikov, I.V., Litasov, K.D. Effect of water on carbonate-silicate liquid immiscibility in the system  $\text{KAlSi}_3\text{O}_8\text{CaMgSi}_2\text{O}_6\text{-NaAlSi}_2\text{O}_6\text{-CaMg}(\text{CO}_3)_2$  at 6 GPa: Implications for diamond-forming melts (2021) *American Mineralogist*, 106 (2), pp. 165-173. DOI: 10.2138/am-2020-7551.
- [17] Shatskiy, A., Arefiev, A.V., Podborodnikov, I.V., Litasov, K.D. Liquid immiscibility and phase relations in the system  $\text{KAlSi}_3\text{O}_8\text{-CaMg}(\text{CO}_3)_2 \pm \text{NaAlSi}_2\text{O}_6 \pm \text{Na}_2\text{CO}_3$  at 6 GPa: Implications for diamond-forming melts (2020) *Chemical Geology*, 550, № 119701, DOI: 10.1016/j.chemgeo.2020.119701.
- [18] Marusin, V.V., Kuper, K.E. Complex tunnel systems of early Fortunian macroscopic endobenthos in the Ediacaran-Cambrian transitional strata of the Olenek Uplift (NE Siberian Platform) (2020) *Precambrian Research*, 340, статья № 105627, DOI: 10.1016/j.precamres.2020.105627.
- [19] Cloetens, P., Ludwig, W., Baruchel, J., Van Dyck, D., Van Landuyt, J., Guigay, J.P., Schlenker, M. Holotomography: Quantitative phase tomography with micrometer resolution using hard synchrotron radiation x rays (1999) *Applied Physics Letters*, 75 (19), pp. 2912-2914. DOI: 10.1063/1.125225.
- [20] Cloetens, P., Ludwig, W., Baruchel, J., Guigay, J.-P., Pernot-Rejmánková, P., Salomé-Pateyron, M., Schlenker, M., Buffière, J.-Y., Maire, E., Peix, G. Hard X-ray phase imaging using simple propagation of a coherent synchrotron radiation beam (1999) *Journal of Physics D: Applied Physics*, 32 (10 A), pp. A145-A151. DOI: 10.1088/0022-3727/32/10A/330.
- [21] Trunova, V.A., Zvereva, V.V., Polosmak, N.V., Kochubey, D.I., Kriventsov, V.V., Kuper, K.E., Rakshun, Y.V., Sorokoletov, D.S. Investigating archaeological material from burials of the aristocracy of the Xiongnu people (Noin-Ula, Mongolia) by means of SRXRF, XAFS, and micro-SRXRF (2015) *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, 79 (1), pp. 109-117. DOI: 10.3103/S1062873815010323.
- [22] Smirnov, E.B., Muzyrya, A.K., Kostitsyn, O.V., Badretdinova, L.C., Ten, K.A., Pruel, E.R., Tolochko, B.P., Sharafutdinov, M.R., Shmakov, A.N., Kuper, K.E. Investigation of micro-, meso-, and macrostructure of the condensed heterogeneous explosives using synchrotron radiation (2015) *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, 79 (1), pp. 20-25. DOI: 10.3103/S1062873815010293.
- [23] Kuper, K.E., Zarko, V.E., Kvasov, A.A., Ten, K.A., Pruel, E.R. High-resolution X-ray computed tomography of low-contrast samples with the use of synchrotron radiation (2010) 6th World Congress in Industrial Process Tomography, pp. 451-456.
- [24] Liss, K.-D., Funakoshi, K.-I., Dippenaar, R.J., Higo, Y., Shiro, A., Reid, M., Suzuki, H., Shobu, T., Akita, K. Hydrostatic compression behavior and high-pressure stabilized  $\beta$ -phase in  $\gamma$ -based titanium aluminide intermetallics (2016) *Metals*, 6 (7), статья № 165, DOI: 10.3390/met6070165.
- [25] Leary, A.M., Lucas, M.S., Ohodnicki, P.R., Kernion, S.J., Mauger, L., Park, C., Kenney-Benson, C., McHenry, M.E. The influence of pressure on the phase stability of nanocomposite Fe

89Zr7B4 during heating from energy dispersive x-ray diffraction (2013) Journal of Applied Physics, 113 (17), статья № 17A317, DOI: 10.1063/1.4795326.

[26] Kawamoto, T., Fujita, K., Yamada, I., Matoba, T., Kim, S.J., Gao, P., Pan, X., Findlay, S.D., Tassel, C., Kageyama, H., Studer, A.J., Hester, J., Irifune, T., Akamatsu, H., Tanaka, K. Room-temperature polar ferromagnet ScFeO<sub>3</sub> transformed from a high-pressure orthorhombic perovskite phase (2014) Journal of the American Chemical Society, 136 (43), pp. 15291-15299. DOI: 10.1021/ja507958z.

[27] Filippov, A.A., Fomin, V.M., Veretennikova, I.A., Smirmov, S.V. Investigation of elastic modulus of heterogeneous materials based on epoxy resin filled with silicon dioxide nanoparticles by nanoindentation (2020) AIP Conference Proceedings, 2310, статья № 020094, DOI: 10.1063/5.0034462.

[28] Fomin, V.M., Filippov, A.A. A Review of Methods for Studying the Elastic Characteristics of Nanoobjects (2021) Physical Mesomechanics, 24 (2), pp. 117-130. DOI: 10.1134/S1029959921020016.

[29] Filippov, A.A., Fomin, V.M., Golyshev, A.A., Orishich, A.M., Kosarev, V.F., Shikalov, V.S. Evolution of the microstructure and mechanical properties of coatings of a steel-tungsten-carbide mixture obtained by sequential application of cold spray and selective laser melting (2020) AIP Conference Proceedings, 2315, статья № 030007, DOI: 10.1063/5.0037008.

[30] Xue, H., Luo, Z., Brown, T., Beier, S. Design of Self-Expanding Auxetic Stents Using Topology Optimization (2020) Frontiers in Bioengineering and Biotechnology, 8, статья № 736, DOI: 10.3389/fbioe.2020.00736.

[31] Panin, V.E., Pinchuk, V.G., Korotkevich, S.V., Panin, S.V. Multiscaling of lattice curvature on friction surfaces of metallic materials as a basis of their wear mechanism (2017) Physical Mesomechanics, 20 (1), pp. 69-77. DOI: 10.1134/S1029959917010064.

[32] Bultreys, T., De Boever, W., Cnudde, V. Imaging and image-based fluid transport modeling at the pore scale in geological materials: A practical introduction to the current state-of-the-art (2016) Earth-Science Reviews, 155, pp. 93-128. DOI: 10.1016/j.earscirev.2016.02.001.

[33] Noda, S., El-Jawahri, A., Patel, D., Lautenschlaeger, T., Siedow, M., Chakravarti, A. Molecular Advances of Brain Tumors in Radiation Oncology (2009) Seminars in Radiation Oncology, 19 (3), pp. 171-178. DOI: 10.1016/j.semradonc.2009.02.005.

[34] Khan, L., Soliman, H., Sahgal, A., Perry, J., Xu, W., Tsao, M.N. External beam radiation dose escalation for high grade glioma (2020) Cochrane Database of Systematic Reviews, 2020 (5), статья № CD011475, DOI: 10.1002/14651858.CD011475.pub3.

[35] Yamada, M., Foote, M., Prow, T.W. Therapeutic gold, silver, and platinum nanoparticles (2015) Wiley Interdisciplinary Reviews: Nanomedicine and Nanobiotechnology, 7 (3), pp. 428-445. DOI: 10.1002/wnan.1322.

[36] Liu, P., Jin, H., Guo, Z., Ma, J., Zhao, J., Li, D., Wu, H., Gu, N. Silver nanoparticles outperform gold nanoparticles in radiosensitizing U251 cells in vitro and in an intracranial mouse

model of glioma (2016) International Journal of Nanomedicine, 11, pp. 5003-5014. DOI: 10.2147/IJN.S115473.

[37] Baryshev, V.B., Gilbert, A.E., Kozmenko, O.A., Kulipanov, G.N., Zolotarev, K.V. Determination of the concentrations and distributions of rare-earth elements in mineral and rock specimens using the VEPP-4 synchrotron radiation (1987) Nuclear Inst. and Methods in Physics Research, A, 261 (1-2), pp. 272-278. DOI: 10.1016/0168-9002(87)90615-2.

[38] Daryin, A.V., Bobrov, V.A. Measurement of rare-earth element content in rock standards by XFA method with use of synchrotron radiation from the storage ring VEPP-4 (1987) Nuclear Inst. and Methods in Physics Research, A, 261 (1-2), pp. 292-294. DOI: 10.1016/0168-9002(87)90620-6.

[39] Khvostova, V.P., Trunova, V.A. Samples for X-ray fluorescence analysis using synchrotron radiation (1987) Nuclear Inst. and Methods in Physics Research, A, 261 (1-2), pp. 295-300. DOI: 10.1016/0168-9002(87)90621-8.

[40] Janssens, K., Vincze, L., Vekemans, B., Adams, F., Haller, M., Knöchel, A. Use of lead-glass capillaries for micro-focusing of highly-energetic (0-60 keV) synchrotron radiation (1998) Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 13 (5), pp. 339-350. DOI: 10.1039/A707700I.

[41] Chen, J.R., Chao, E.C.T., Back, J.M., Minkin, J.A., Rivers, M.L., Sutton, S.R., Cygan, G.L., Grossman, J.N., Reed, M.J. Rare earth element concentrations in geological and synthetic samples using synchrotron X-ray fluorescence analysis (1993) Nuclear Inst. and Methods in Physics Research, B, 75 (1-4), pp. 576-581. DOI: 10.1016/0168-583X(93)95718-K.

[42] Snigirev, A., Snigireva, I., Engström, P., Lequien, S., Suvorov, A., Hartman, Ya., Chevallier, P., Idir, M., Legrand, F., Soullie, G., Engrand, S. Testing of submicrometer fluorescence microprobe based on Bragg-Fresnel crystal optics at the ESRF (1995) Review of Scientific Instruments, 66 (2), pp. 1461-1463. DOI: 10.1063/1.1145941.

[43] Nakai, I., Terada, Y., Itou, M., Sakurai, Y. Use of highly energetic (116 keV) synchrotron radiation for X-ray fluorescence analysis of trace rare-earth and heavy elements (2001) Journal of Synchrotron Radiation, 8 (4), pp. 1078-1081. DOI: 10.1107/S0909049501006410.

[44] Nazmov, V.P., Legkodymov, A.A., Zhmodik, S.M., Kulipanov, G.N., Pokhilenko, N.P. XRF microanalysis of thick objects (2020) AIP Conference Proceedings, 2299, статья № 060017, DOI: 10.1063/5.0030498.

[45] Legkodymov, A.A., Kuper, K.E., Kolmogorov, Y.P., Baranov, G.N. The SRXFA Station on the VEPP-4M Storage Ring (2019) Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics, 83 (2), pp. 112-115. DOI: 10.3103/S1062873819020199.

[46] Fahrni, C.J. Biological applications of X-ray fluorescence microscopy: exploring the subcellular topography and speciation of transition metals (2007) Current Opinion in Chemical Biology, 11 (2), pp. 121-127. DOI: 10.1016/j.cbpa.2007.02.039.

[47] McRae, R., Lai, B., Vogt, S., Fahrni, C.J. Correlative microXRF and optical immunofluorescence microscopy of adherent cells labeled with ultrasmall gold particles (2006) Journal of Structural Biology, 155 (1), pp. 22-29. DOI: 10.1016/j.jsb.2005.09.013.

- [48] Matsuyama, S., Shimura, M., Mimura, H., Fujii, M., Yumoto, H., Sano, Y., Yabashi, M., Nishino, Y., Tamasaku, K., Ishikawa, T., Yamauchi, K. Trace element mapping of a single cell using a hard x-ray nanobeam focused by a Kirkpatrick-Baez mirror system (2009) X-Ray Spectrometry, 38 (2), pp. 89-94. DOI: 10.1002/xrs.1123.
- [49] Matsuyama, S., Shimura, M., Fujii, M., Maeshima, K., Yumoto, H., Mimura, H., Sano, Y., Yabashi, M., Nishino, Y., Tamasaku, K., Ishizaka, Y., Ishikawa, T., Yamauchi, K. Elementalmapping of frozen-hydrated cells with cryo-scanning X-ray fluorescence microscopy (2010) X-Ray Spectrometry, 39 (4), pp. 260-266. DOI: 10.1002/xrs.1256.
- [50] Corezzi, S., Urbanelli, L., Cloetens, P., Emiliani, C., Helfen, L., Bohic, S., Elisei, F., Fioretto, D. Synchrotron-based X-ray fluorescence imaging of human cells labeled with CdSe quantum dots (2009) Analytical Biochemistry, 388 (1), pp. 33-39. DOI: 10.1016/j.ab.2009.01.044.
- [51] Fittschen, U.E.A., Falkenberg, G. Trends in environmental science using microscopic X-ray fluorescence (2011) Spectrochimica Acta - Part B Atomic Spectroscopy, 66 (8), pp. 567-580 DOI: 10.1016/j.sab.2011.06.006.
- [52] Isaure, M.-P., Fayard, B., Sarret, G., Pairis, S., Bourguignon, J. Localization and chemical forms of cadmium in plant samples by combining analytical electron microscopy and X-ray spectromicroscopy (2006) Spectrochimica Acta - Part B Atomic Spectroscopy, 61 (12), pp. 1242-1252. DOI: 10.1016/j.sab.2006.10.009.
- [53] Fukuda, N., Hokura, A., Kitajima, N., Terada, Y., Saito, H., Abe, T., Nakai, I. Micro X-ray fluorescence imaging and micro X-ray absorption spectroscopy of cadmium hyper-accumulating plant, Arabidopsis halleri ssp. gemmifera, using high-energy synchrotron radiation (2008) Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 23 (8), pp. 1068-1075. DOI: 10.1039/b803602k.
- [54] Meharg, A.A., Lombi, E., Williams, P.N., Scheckel, K.G., Feldmann, J., Raab, A., Zhu, Y., Islam, R. Speciation and localization of arsenic in white and brown rice grains (2008) Environmental Science and Technology, 42 (4), pp. 1051-1057. DOI: 10.1021/es702212p.
- [55] Rubio, M., Perez, R.D., Perez, C.A., Eynard, A.H., Bongiovanni, G.A. Synchrotron microscopic X-ray fluorescence analysis of the effects of chronic arsenic exposure in rat brain (2008) Radiation Physics and Chemistry, 77 (1), pp. 1-8. DOI: 10.1016/j.radphyschem.2007.06.010.
- [56] Endo, S., Terada, Y., Kato, Y., Nakai, I. Chemical speciation of arsenic-accumulating mineral in a sedimentary iron deposit by synchrotron radiation multiple X-ray analytical techniques (2008) Environmental Science and Technology, 42 (19), pp. 7152-7158. DOI: 10.1021/es8006518.
- [57] Um, W., Wang, Z., Serne, R.J., Williams, B.D., Brown, C.F., Dodge, C.J., Francis, A.J. Uranium phases in contaminated sediments below Hanford's U tank farm (2009) Environmental Science and Technology, 43 (12), pp. 4280-4286. DOI: 10.1021/es900203r.
- [58] Schroth, A.W., Bostick, B.C., Kaste, J.M., Friedland, A.J. Lead sequestration and species redistribution during soil organic matter decomposition (2008) Environmental Science and Technology, 42 (10), pp. 3627-3633. DOI: 10.1021/es703002b.
- [59] Monico, L., Van Der Snickt, G., Janssens, K., De Nolf, W., Miliani, C., Dik, J., Radepon, M., Hendriks, E., Geldof, M., Cotte, M. Degradation process of lead chromate in paintings by

Vincent van Gogh studied by means of synchrotron x-ray spectromicroscopy and related methods. 2. Original paint layer samples (2011) *Analytical Chemistry*, 83 (4), pp. 1224-1231. DOI: 10.1021/ac1025122.

[60] Van Der Snickt, G., Janssens, K., Dik, J., De Nolf, W., Vanmeert, F., Jaroszewicz, J., Cotte, M., Falkenberg, G., Van Der Loeff, L. Combined use of Synchrotron Radiation Based Micro-X-ray Fluorescence, Micro-X-ray Diffraction, Micro-X-ray Absorption Near-Edge, and Micro-Fourier Transform Infrared Spectroscopies for Revealing an Alternative Degradation Pathway of the Pigment Cadmium Yellow in a Painting by Van Gogh (2012) *Analytical Chemistry*, 84 (23), pp. 10221-10228. DOI: 10.1021/ac3015627.

[61] Cotte, M., Susini, J., Metrich, N., Moscato, A., Gratziu, C., Bertagnini, A., Pagano, M. Blackening of Pompeian cinnabar paintings: X-ray microspectroscopy analysis (2006) *Analytical Chemistry*, 78 (21), pp. 7484-7492. DOI: 10.1021/ac0612224.

[62] Rodrigues, M., Schreiner, M., Melcher, M., Guerra, M., Salomon, J., Radtke, M., Alam, M., Schindel, N. Characterization of the silver coins of the Hoard of Beçin by X-ray based methods (2011) *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 269 (24), pp. 3041-3045. DOI: 10.1016/j.nimb.2011.04.068.

[63] Terada, Y., Nakai, I. High energy X-ray fluorescence analysis (2001) *Japanese Magazine of Mineralogical and Petrological Sciences*, 30 (2), pp. 88-89. DOI: 10.2465/gkk.30.88.

[64] Marschilok, A.C., Bruck, A.M., Abraham, A., Stackhouse, C.A., Takeuchi, K.J., Takeuchi, E.S., Croft, M., Gallaway, J.W. Energy dispersive X-ray diffraction (EDXRD) for operando materials characterization within batteries (2020) *Physical Chemistry Chemical Physics*, 22 (37), pp. 20972-20989. DOI: 10.1039/d0cp00778a.

[65] Drakopoulos, M., Connolley, T., Reinhard, C., Atwood, R., Magdysyuk, O., Vo, N., Hart, M., Connor, L., Humphreys, B., Howell, G., Davies, S., Hill, T., Wilkin, G., Pedersen, U., Foster, A., De Maio, N., Basham, M., Yuan, F., Wanelik, K. I12: The Joint Engineering, Environment and Processing (JEEP) beamline at Diamond Light Source (2015) *Journal of Synchrotron Radiation*, 22, pp. 828-838. DOI: 10.1107/S1600577515003513.

[66] Wysokinski, T.W., Chapman, D., Adams, G., Renier, M., Suortti, P., Thomlinson, W. Beamlines of the biomedical imaging and therapy facility at the Canadian light source-Part 1 (2007) *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 582 (1), pp. 73-76. DOI: 10.1016/j.nima.2007.08.087.

[67] Stevenson, A.W., Mayo, S.C., Häusermann, D., Maksimenko, A., Garrett, R.F., Hall, C.J., Wilkins, S.W., Lewis, R.A., Myers, D.E. First experiments on the Australian Synchrotron Imaging and Medical beamline, including investigations of the effective source size in respect of X-ray imaging (2010) *Journal of Synchrotron Radiation*, 17 (1), pp. 75-80. DOI: 10.1107/S0909049509041788.

[68] Wysokinski, T.W., Renier, M., Suortti, P., Belev, G., Rousset, L., Adam, M., Miller, D., Huber, N., Chapman, L.D. High-power-load DCLM monochromator for a computed tomography program at BMIT at energies of 25–150 keV (2018) *Journal of Synchrotron Radiation*, 25 (5), pp. 1548-1555. DOI: 10.1107/S1600577518008639.

[69] Chen, J., Parise, J.B., Li, R., Weidner, D.J., Vaughan, M. The imaging plate system interfaced to the large-volume press at beamline X17B1 of the national synchrotron light source (1997) Geophysical Monograph Series, 101, pp. 139-144. DOI: 10.1029/GM101p0139.

[70] Zhong, Z., Kao, C.C., Siddons, D.P., Zhong, H., Hastings, J.B. A lamellar model for the x-ray rocking curves of sagittally bent Laue crystals (2003) Acta Crystallographica Section A: Foundations of Crystallography, 59 (1), pp. 1-6. DOI: 10.1107/S0108767302016835.

## Концептуальный дизайн станции 1-6 «Электронная структура»

А.В. Бухтияров<sup>1</sup>, А.Д. Николенко<sup>1</sup>, О.Е. Терещенко<sup>1</sup>, А.А. Шаворский<sup>2</sup>, И.П. Просвирин<sup>3</sup>,  
Р.И. Квон<sup>3</sup>, В.А. Голяшов<sup>1</sup>, М.А. Панафидин<sup>1</sup>, И.А. Четырин<sup>1</sup>, А.Г. Ощепков<sup>3</sup>,  
К.В. Золотарев<sup>1</sup>, А.М. Шикин<sup>4</sup>, А.Г. Рыбкин<sup>4</sup>, В.Н. Петров<sup>5</sup>, А.А. Саранин<sup>6</sup>, Т.В. Кузнецова<sup>7</sup>,  
М.В. Кузнецов<sup>8</sup>, А.В. Окотруб<sup>9</sup>, И.П. Асанов<sup>9</sup>, Т.И. Асанова<sup>9</sup>, Ю.Л. Михлин<sup>10</sup>,  
Я.В. Зубавичус<sup>1</sup>, В.И. Бухтияров<sup>3</sup>

<sup>1</sup>ЦКП «СКИФ», Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Никольский пр., 1,  
Кольцово, 630559

<sup>2</sup>MAX IV, Fotongatan 2, 224 84 Lund, Sweden

<sup>3</sup>Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, просп. Акад. Лаврентьева, 5, Новосибирск,  
630090

<sup>4</sup>Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, 198504

<sup>5</sup>Санкт-Петербургский государственный технический университет, Санкт-Петербург, 195251

<sup>6</sup>Институт автоматизации и процессов управления ДВО РАН, улица Радио, 5, Владивосток,  
690041

<sup>7</sup>Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18,  
Екатеринбург, 620108

<sup>8</sup>Институт химии твердого тела УрО РАН, ул. Первомайская, 91, г. Екатеринбург, 620108

<sup>9</sup>Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, просп. Акад. Лаврентьева, 3,  
Новосибирск, 630090

<sup>10</sup>Сибирский федеральный университет, пр. Свободный, 79, г. Красноярск, 660041

Автор для переписки: [avb@catalysis.ru](mailto:avb@catalysis.ru)

Аннотация. В статье представлен концептуальный дизайн экспериментальной станции 1-6 «Электронная структура», входящей в число станций первой очереди источника синхротронного излучения ЦКП «СКИФ». На станции предполагается реализация методов фотоэлектронной спектроскопии. Одним из таких методов является фотоэлектронная спектроскопия высокого давления, которая позволяет проводить: *in situ* и *operando* исследования состава и электронной структуры активного компонента для широкого класса функционирующих каталитических систем при повышенном давлении; *in situ* исследования закономерностей процессов, приводящих к их дезактивации/отравлению в зависимости от условий протекания реакции (состава реакционной среды, температуры, наличия отравляющих агентов и т.д.); а также *in situ* исследования инновационных функциональных материалов. Другим важным методом, который также предполагается реализовать, является метод фотоэлектронной спектроскопии с угловым и спиновым разрешением, позволяющий исследовать электронную и спиновую структуру твердых тел для приложений нанoeлектроники и спинтроники.

Ключевые слова: синхротронное излучение, мягкий рентгеновский диапазон, науки о поверхности, фотоэлектронная спектроскопия, катализаторы, *in situ*, ФЭС высокого давления, угловое разрешение, спиновое разрешение, нанoeлектроника, спинтроника

## Оглавление

Введение .....	230
1 Портфель научных задач .....	231
1.1 Блок задач 1. Секция 1-6-1 «Фотоэлектронная спектроскопия высокого давления» (ФЭС ВД):.....	231
Задача 1.1. <i>In situ</i> и <i>operando</i> исследования каталитических систем при повышенном давлении.....	231
Задача 1.2. <i>In situ</i> исследования инновационных функциональных материалов. 233	
Задача 1.3. Исследование широкого класса каталитических систем, функциональных материалов, нанокompозитов и других материалов в условиях сверхвысокого вакуума.....	237
Задача 1.4. Исследование минерального сырья и других геологических материалов .....	237
1.2 Блок задач 2. Секция 1-6-2 «Фотоэлектронная спектроскопия с угловым и спиновым разрешением» (ФЭС УР): .....	238
Задача 2.1. Исследование и синтез новых передовых материалов .....	239
Задача 2.2. Исследование и создание многослойных структур .....	240
Задача 2.3. Технологии новых и возобновляемых источников энергии, включая водородную энергетику.....	241
Задача 2.4. Исследование биологически активных веществ, в том числе белков, в пористых сорбционных матрицах.....	242
Задача 2.5. 3D-визуализация атомной структуры поверхности наноразмерных и гибридных материалов с разрешением химических состояний элементов методом фотоэлектронной дифракции (ФЭД) и голографии (ФЭГ).....	243
2 Методы решения.....	244
2.1 Секция 1-6-1 «Фотоэлектронная спектроскопия высокого давления» (ФЭС ВД): 244	
2.2 Секция 1-6-2 «Фотоэлектронная спектроскопия с угловым и спиновым разрешением» (ФЭС УР): .....	248
3 Устройство генерации излучения. Электромагнитный ондулятор UE212M .....	253
4 Фронтенд .....	256
5 Описание станции 1-6 .....	258
5.1 Схема станции.....	258
5.2 Описание оптических элементов .....	261

5.3	Оценка тепловых нагрузок на M1, M2 и G .....	270
5.4	Оценка разрешения монохроматора .....	272
5.5	Комплектация оборудования секций Станции 1-6 «Электронная структура»	274
5.5.1	Комплектация оборудования секции 1-6-1 «Фотоэлектронная спектроскопия высокого давления» (ФЭСВД) .....	274
5.5.2	Комплектация оборудования секции 1-6-2 «Фотоэлектронная спектроскопия с угловым и спиновым разрешением» (ФЭСУР).....	276
Заключение .....		279
Список литературы .....		280

## Введение

Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (РФЭС), также именуемая фотоэмиссионной спектроскопией (ФЭС) или электронной спектроскопией для химического анализа (ЭСХА) относится к одним из наиболее востребованных экспериментальных методов физико-химического анализа, особенно когда речь заходит о комплексе наук о поверхности (surface science). Химический состав, атомное строение и состояние поверхности материалов определяют их реакционную способность в явлениях адсорбции и катализа, а также электрофизические свойства тонкопленочных и низкоразмерных материалов (графен и его аналоги, топологические изоляторы и т.п.), которые в последнее время приобретают особую значимость для дизайна устройств микро- и нанoeлектроники.

Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия, активно развивающаяся в мире с конца 1970-х годов (ключевым событием в становлении этого метода можно считать присуждение Нобелевской премии по физике в 1981 году крупному шведскому ученому Каю Зигбану), в последние годы получила новый импульс к развитию благодаря технологическому скачку в области создания и использования источников синхротронного излучения. Из приблизительно 50 работающих сегодня международных синхротронных центров можно выделить целый ряд, в которых метод рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии является базовым и реализован чуть ли не на каждой экспериментальной станции. К числу таких синхротронных центров можно отнести BESSY II (Берлин, Германия), Advanced Light Source (Беркли, США), Elettra (Триест, Италия), Taiwan Light Source (Хсиньчу, Тайвань), а также первый в мире, введенный в эксплуатацию источник синхротронного излучения четвертого поколения MAX IV (Лунд, Швеция).

В России исторически сложились достаточно богатые традиции использования различных методических разновидностей фотоэлектронной спектроскопии для решения задач химии, физики, материаловедения [1]. Крупные школы существуют и развиваются в Москве, Санкт-Петербурге, Новосибирске, Екатеринбурге, Воронеже, Владивостоке и др. При этом российские исследовательские группы широко используют возможности современных центров синхротронного излучения. В качестве яркого примера достаточно будет упомянуть успешную работу Российско-Германской лаборатории синхротронного центра BESSY II, отмечающей в этом году свое 20-летие.

С 2016 года на Курчатовском источнике синхротронного излучения в НИЦ «Курчатовский институт» функционирует специализированная станция «НаноФЭС».

Проект создания современной многофункциональной экспериментальной станции, базирующейся на методе рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии, возник практически одновременно с официальным оформлением проекта создания нового источника синхротронного излучения ЦКП «СКИФ». Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН (ИК СО РАН), выступающий в проекте создания источника синхротронного излучения поколения 4+ в р.п. Кольцово под Новосибирском ЦКП «СКИФ» в роли заказчика-застройщика, несколько десятилетий эксплуатирует парк лабораторных фотоэлектронных спектрометров. ИК СО РАН стал одним из пионеров внедрения в практику мировых

исследований в области катализа и катализаторов метода фотоэлектронной спектроскопии в режиме *in situ* в условиях повышенного давления реакционного газа [2].

Предложенная изначально в 2018 году концепция станции 1-6 «Электронная структура» прорабатывалась и оптимизировалась по итогам обсуждений на различных семинарах, научных конференциях. В частности, проект станции был подробно представлен в виде устного доклада на конференции Synchrotron and Free electron laser Radiation: generation and application (SFR-2020) [3, 4]. К этому обсуждению привлекались также международные эксперты, работающие в ведущих научных группах и синхротронных центрах мира. Во второй половине 2020 года было проведено три заседания экспертных советов BAG (beamline advisory group) по станции 1-6 «Электронная структура» (29 сентября, 21 октября и 9 декабря). К моменту публикации текущего сборника по станции 1-6 «Электронная структура» подготовлен комплект технических заданий на технологическое оборудование, вошедший в проектно-сметную документацию АО «ЦПТИ».

## 1 Портфель научных задач

На станции 1-6 «Электронная структура» ЦКП «СКИФ» ИК СО РАН предлагается размещение двух секций - «Фотоэлектронная спектроскопия высокого давления» (ФЭС ВД) и «Фотоэлектронная спектроскопия с угловым и спиновым разрешением» (ФЭС УР). Можно выделить следующие основные научные задачи, которые могут быть решены на станции:

### 1.1 Блок задач 1. Секция 1-6-1 «Фотоэлектронная спектроскопия высокого давления» (ФЭС ВД):

#### ***Задача 1.1. In situ и operando исследования каталитических систем при повышенном давлении.***

Одной из фундаментальных задач науки о поверхности в катализе является исследование функционирующего катализатора. Для этого необходимо получить спектральную информацию о составе адсорбционного слоя на поверхности катализатора, структурную информацию об изменении морфологии наночастиц с одновременным тестированием каталитических свойств изучаемого образца, осуществить управление параметрами протекания реакции (температура, парциальное давление реагентов, их соотношение в реакционной смеси).

Несмотря на эффективность такого подхода, его практическая реализация имеет ряд серьезных методических трудностей, одна из которых заключается в проблеме “разрыва давлений” или “pressure gap” как она называется в международной литературе. Действительно, большинство физических методов исследования поверхности эффективно работают только в условиях высокого вакуума, когда скорость протекания многих каталитических реакций мала. Однако, хорошо известно, что воздействие реакционной среды может приводить к значительному изменению, как морфологии, так и зарядового состояния активного компонента, а при высоких давлениях возможно появление новых легкосвязных состояний, формирующихся только в условиях реакции, что напрямую отражается на каталитических свойствах изучаемых образцов. В последнее время в области «науки о

поверхности» (Surface Science) были разработаны новые подходы и методики, позволяющие решать вышеупомянутые методические проблемы применения физико-химических методов исследования поверхности при изучении гетерогенных каталитических систем. Так, решением проблемы «pressure gap» является измерение спектров РФЭС в режиме *in situ*, при давлениях реакционной среды на несколько порядков более высоких, чем в стандартных экспериментах Surface Science в комбинации с масс-спектрометрией и/или газовой хроматографией для контроля состава газовой фазы в ходе протекания реакции (*operando*). Использование такого подхода позволит установить корреляцию между каталитическими свойствами, химическим состоянием/структурой и электронными свойствами активного компонента функционирующего катализатора, а также изучить ключевые интермедиаты (адсорбаты), образующиеся на поверхности катализаторов непосредственно в ходе протекания реакции [5–8]. Для решения поставленных задач необходимо использовать такое важное преимущество синхротронного излучения (СИ) как варьирование энергии возбуждающего излучения, что позволяет менять кинетическую энергию эмитированных фотоэлектронов, а, следовательно, и глубину анализа поверхности. В этом случае появляется возможность проведения неразрушающего анализа по глубине активного компонента, изучаемой каталитической системы. Анализ совокупности получаемых с использованием такого подхода данных открывает широкие возможности, как в построении детальных механизмов гетерогенных реакций, так и выявления природы активных центров для каждой конкретной системы «катализатор + реакция». Соответственно, в результате таких исследований будет получена важная информация, необходимая как для улучшения существующих, так и для разработки новых катализаторов с оптимальными характеристиками (состав, морфология частиц, соотношение металлов/элементов - для биметаллических или многокомпонентных систем), что позволит достигать максимальной активности/стабильности/селективности в различных промышленно важных каталитических процессах.

Таким образом, в рамках данного подхода можно сформулировать более конкретные научные задачи:

- *In situ* исследование состава и электронной структуры активного компонента в функционирующих каталитических системах различного типа – моно- и биметаллические нанесённые катализаторы, системы на основе смешанных оксидов, композитные и другие многокомпонентные катализаторы. Хорошо известно, что во многих случаях формирование активных центров катализатора может происходить непосредственно под воздействием реакционной среды, например изменение химического состояния элементов на поверхности, перераспределение металлов/элементов в частице/активном компоненте в биметаллических/многокомпонентных системах, изменение электронных свойств и т.д. Понимание природы (структуры, состава и электронных свойств) активных центров для различных каталитических систем важно не только с фундаментальной (способствует развитию теории катализа в целом), но и с практической точки зрения, такое знание позволит осуществлять целенаправленный синтез катализаторов с заданными характеристиками, позволяющими улучшить их каталитические свойства;

- идентификация интермедиатов, в том числе адсорбционных состояний реагентов и продуктов промышленно важных каталитических реакций, с целью уточнения их детального механизма.
- *In situ* исследование закономерностей процессов, приводящих к дезактивации/отравлению каталитических систем различного типа в зависимости от условий протекания реакции (состава реакционной среды, температуры, наличия отравляющих агентов и т.д.). Детальное понимание механизмов дезактивации/отравления катализаторов позволит уже на стадии синтеза провести их модифицирование и существенно повысить их стабильность в каталитическом процессе.
- *In situ* и *operando* исследование модельных массивных и планарных систем с целью получения дополнительных фундаментальных знаний о механизмах каталитических реакций и природе активных центров катализаторов на атомно-молекулярном уровне. В случае реальных катализаторов (порошки, гранулы и т.д.) их исследование физико-химическими методами в значительной степени затруднено из-за низкого содержания активного компонента, его сложной структуры и неоднородности поверхности. С другой стороны при использовании массивных образцов необходимо учитывать два фактора: отсутствие носителя, который может участвовать в реакции и/или взаимодействовать с активным компонентом, а также изменение свойств металла при уменьшении размера частицы до нескольких нанометров. Так, ещё одной проблемой, которая возникает в ходе изучения причин каталитической активности металлов на нанесенных катализаторах, является проблема “несоответствия материала” или “material gap”, которая заключается в существенных различиях в природе модельных систем (массивные металлы – монокристаллы и фольги), часто исследуемых физико-химическими методами, и реальных катализаторов, являющихся объектами моделирования. Одним из путей решения данной проблемы является использование модельных катализаторов на планарных носителях с контролируемым размером частиц активного компонента, что позволит изучать изменение их электронных, адсорбционных и каталитических свойств в зависимости от таких параметров, как размер частиц металла, природа носителя, способ приготовления и условия тестирования образца. Проведение сравнительного исследования трёх классов систем: массивных, планарных нанесенных катализаторов, а также «реальных» катализаторов в различных реакциях, используя методы и подходы рассмотренные выше, позволит установить корреляцию между каталитическими свойствами и химическим состоянием/структурой активного компонента на поверхности функционирующего катализатора, а также изучить ключевые интермедиаты, образующиеся на поверхности катализаторов в ходе протекания реакции.

### ***Задача 1.2. In situ исследования инновационных функциональных материалов.***

Одной из важнейших фундаментальных задач материаловедения на сегодняшний день является поиск способов синтеза различных функциональных материалов с заданными характеристиками, применяемых в различных областях науки и технологии. Реализация такого рода синтеза невозможна без детального понимания процессов, происходящих на каждой стадии приготовления. Для этого необходимо изучать изменения химического

состава, зарядового и химического состояния элементов, а также электронных свойств в ходе протекания этих процессов. Для решения поставленных задач использование фотоэлектронной спектроскопии высокого давления в режиме *in situ* открывает широкие возможности для изучения закономерностей процессов коррозии, термического разложения/разрушения, окисления, восстановления и т.д. различных важных инновационных/функциональных материалов в зависимости как от условий приготовления, так и их эксплуатации.

Исходя из вышесказанного, в качестве примера можно выделить несколько направлений исследования инновационных функциональных материалов в рамках предлагаемого подхода.

#### ***Многослойные полупроводниковые структуры [9, 10].***

Многослойные композиции из разнородных материалов, в особенности, системы металл-диэлектрик-полупроводник (МДП), приобрели исключительную актуальность в связи с чрезвычайно широким применением этих систем в полупроводниковых приборах и физических исследованиях. Именно такие системы являются основной технологической композицией для элементной базы интегральных схем и составляют основу современного полупроводникового приборостроения, в том числе микроэлектроники.

***Исследование состава поверхности и электронных свойств многоуровневых мемристоров на основе  $SiO_x$  и  $SiN_x$  для нейроморфных устройств и флэши памяти терабитного масштаба [11, 12].***

В настоящее время одной из наиболее актуальных проблем в микроэлектронике является разработка универсальной памяти. Универсальная память сочетает в себе высокое быстродействие и большое число циклов перепрограммирования оперативной памяти, энергонезависимость и высокую информационную ёмкость флэш-памяти и низкую стоимость жёсткого диска. Исследования элементов резистивной памяти на основе нанометровых плёнок нестехиометрического оксида  $SiO_x$  и нитрида  $SiN_x$  кремния, совместимых с кремниевой технологией методом ФЭС в зависимости от химического состава позволят выработать рекомендации по оптимизации режимов синтеза  $SiO_x$  и  $SiN_x$ , с точки зрения улучшения характеристик запоминающих свойств RRAM.

***Исследование закономерностей формирования совершенных гетерограниц полупроводники  $A_3B_5$ -диэлектрик для создания оптоэлектронных приборов [13, 14].***

Электрофизические параметры многих полупроводниковых приборов определяются свойствами границ раздела полупроводник - диэлектрик. В отличие от практически идеальной границы раздела Si-SiO<sub>2</sub>, созданной усилиями технологов всего мира в течение последних тридцати лет, граница раздела полупроводников  $A_3B_5$  - диэлектрик до настоящего времени далека от совершенства. Поскольку развитие приборов идет по пути уменьшения их размеров и создания полупроводниковых элементов с использованием нанотехнологий, роль границы раздела становится определяющей из-за возрастания во много раз отношения длины периметра к площади элемента и проблема формирования совершенной границы раздела для создания приборов на основе бинарных полупроводников остается актуальной и важной

задачей. Успех ее решения требует выяснения природы электронных процессов, протекающих на поверхности полупроводников и на границе раздела с полупроводник - диэлектрик. Важная роль в этих исследованиях принадлежит фотоэлектронной спектроскопии высокого разрешения, которая позволит провести анализ тонкой электронной структуры валентной зоны поверхности проводников и полупроводников.

#### **Углеродные композиционные материалы [15, 16].**

Композитные углеродные материалы на основе углеродной матрицы и углеродных волокон. В качестве матрицы используют пироуглерод, коксовые остатки терморезистивных смол, каменноугольного или нефтяного пека, в качестве волокон-наполнителей - высокопрочные углеродные волокна - нити (непрерывные и рубленые), жгуты, ткани. Конструкции из волокна углерод-углеродных материалов по сравнению с графитом характеризуются низкой плотностью (вследствие пористости материала), высокими удельной прочностью и жесткостью, сохраняющимися неограниченно долго в инертных и восстановительных средах при экстремально высоких температурах (до 3000°C).

#### **Наноструктурированные углеродные материалы [17–19].**

Ввиду наличия уникальных механических, электрофизических и тепловых свойств углеродные нанотрубки (УНТ) и многослойные углеродные нанотрубки (МУНТ) являются перспективным классом материалов для использования в таких областях науки и техники как наноэлектроника, энергетика, машиностроение, катализ, аэрокосмическая, медицинская и строительная промышленность. При этом стоит отметить, что круг перспективных приложений, в которых используются УНТ, постоянно расширяется. Основные характеристики нанотрубок "закладываются" в процессе их синтеза, при этом основные свойства (распределение нанотрубок по диаметру, дефектность графеноподобных стенок и их количество, вторичная структура и морфология) определяется природой катализатора, используемого при их синтезе, и способом его активации. В силу этого актуальной научной задачей является детальное изучение процессов, происходящих во время каталитического синтеза нанотрубок, которое может обеспечить получение УНТ и МУНТ с контролируемыми характеристиками. *In situ* и *operando* физико-химические методы являются наиболее перспективными для этих целей. Другой перспективной областью использования наноструктурированных углеродных материалов является хранение химической и электрической энергии (химические источники тока, суперконденсаторы, топливные элементы, контейнеры водорода и метана). Имеющиеся литературные данные свидетельствуют о том, что существенное улучшение эксплуатационных характеристик таких материалов может быть достигнуто при модификации (допировании) углеродной основы гетероатомами азота и переходных металлов.

#### **Модифицированные углеродные материалы [20, 21].**

Разнообразные функциональные модификации углеродных наноматериалов открывают большие перспективы для их применения в различных научно-технологических областях. Возможность управления характеристиками электронной подсистемы и высокая плотность носителей заряда позволяют получать гибкие прозрачные электроды и

селективные по переносу заряда материалы в оптоэлектронике и спинтронике. Функционализация позволяет также управлять химической активностью УНТ и графена, которые в исходном виде являются достаточно инертными структурами. Повышенная химическая активность потенциально полезна для хранения/преобразования энергии и многих других приложений.

***In situ и operando исследование электрохимических интерфейсов в условиях функционирования устройств накопления и преобразования энергии (суперконденсаторов, литий-ионных аккумуляторов, топливных элементов и т.д.) [22, 23].***

Стремительное развитие электрохимических устройств запасаения и преобразования энергии стимулирует разработку новых материалов для электродов топливных элементов, электролизеров, аккумуляторов, суперконденсаторов и т.д. Последнее требует более глубокого понимания процессов, протекающих в электрохимических системах на границе раздела между электродом и электролитом. При этом структура и состав поверхности электрода могут существенным образом отличаться от его объемных характеристик. Таким образом, физико-химический анализ поверхности материалов является ключевым в области электрохимической науки и технологии. Однако данные исследования в большинстве случаев проводятся в режиме *ex situ* и, несмотря на возможность извлечь, несомненно, важную информацию о некоторых свойствах системы, всегда присутствуют сомнения относительно того, насколько полученная информация соответствует *реальным* характеристикам поверхности электрода в ходе протекания электрохимических превращений. Это связано с вероятной неконтролируемой трансформацией поверхности электрода после его извлечения из реакционной среды, ввиду отсутствия прикладываемого электрического поля, а также контакта с воздухом, содержащим не только кислород, но и иные реакционные соединения (например, CO<sub>2</sub>). Исходя из этого, неудивительно, что современные электрохимические исследования в обязательном порядке включают в себя проведение *in situ* анализа поверхности электродов в условиях их функционирования. Получение информации о структуре электрода и состоянии его поверхности в режиме реального времени позволяет тщательным образом анализировать кинетику сложных электрохимических реакций и определять природу активных центров и механизмы реакций. Будучи поверхностно-чувствительным методом исследования фотоэлектронная спектроскопия особенно ценна при анализе электрохимических систем. Однако сильное взаимодействие электронов с веществом требует использования сверхвысокого вакуума для их детектирования, существенно осложняя возможность проведения *in situ* измерений в процессе электрохимических тестов. Использование же СИ позволяет проводить измерения при давлении паров воды в камере спектрометра до 20 мбар (до 40 мбар при определенных условиях). Кроме того, высокая яркость источника позволяет существенным образом сократить время съемки, тогда как возможность настройки энергии фотонов позволяет измерять спектры с различной глубиной анализа, не разрушая при этом поверхность электрода. Еще одним преимуществом РФЭС ВД на станциях СИ является возможность проведения, в большинстве случаев, XAS измерений (мягкое рентгеновское излучение) в режиме photon-in-electron-out на той же станции, позволяя получить информацию о незаполненных состояниях выше уровня Ферми.

### **Задача 1.3. Исследование широкого класса каталитических систем, функциональных материалов, нанокomпозитов и других материалов в условиях сверхвысокого вакуума.**

На экспериментальной станции будет предусмотрена возможность проведения более «классических» измерений образцов в условиях сверхвысокого вакуума. При этом появляется дополнительная возможность исследования околопороговой тонкой структуры рентгеновских спектров поглощения (X-Ray Absorption Near-Edge Structure, XANES) [24, 25]. Метод XANES позволяет получать информацию об электронной структуре, плотности вакантных состояний, а также геометрии связей поглощающего атома. При проведении измерений в условиях сверхвысокого вакуума может быть использован более общий подход к изучению каталитических систем и других материалов в режиме *ex situ*, заключающийся в их исследовании на различных стадиях приготовления или после обработок в газовых средах. Например, в случае катализаторов, можно проводить измерения свежеприготовленных образцов, после их тестирования в лабораторных или промышленных каталитических установках/реакторах, после дезактивации/отравления, а также регенерации. Такой подход позволяет получать информацию об изменениях состава/структуры поверхности происходящих на той или иной стадии технологического процесса. Дополнительные возможности для проведения экспериментов по профилированию химического состава образцов для исследования интерфейсных слоев, в том числе, многослойных пленок (трехмерное картирование), высвобождения биологически активных веществ из толщи биоразлагаемых матриц (депо) и коррозионных процессов (например, дефектоскопия сварных швов), даёт использование ионного травления поверхности образцов (например, ионами инертных газов) в отдельной вакуумной камере [26–28]. Таким образом, станция может быть использована в качестве мощного аналитического инструмента для изучения широкого класса различных химических соединений.

### **Задача 1.4. Исследование минерального сырья и других геологических материалов**

В современной геологии одним из наиболее динамично развивающихся направлений является изучение природных наночастиц – их морфологии, структуры, условий возникновения и существования, роли в переносе и концентрировании токсичных, радиоактивных, тяжелых и благородных элементов.

Образование наночастиц благородных металлов связано с различными геологическими процессами зоны гипергенеза. Появление дисперсных минеральных фаз происходит в процессе выветривания горных пород при активной роли микроорганизмов, при почвообразовании, в водной среде и в атмосфере. Проблема “невидимого” золота и других благородных металлов в разных по составу породах обусловлена вхождением их в оксидные, гидроксидные и сульфидные минералы, а также в рассеянное углеродистое вещество органической и неорганической природы. Сульфидные минералы, распространенные в коренных, неизмененных экзогенными процессами породах и рудах, а также в зоне цементации, являются одними из основных концентраторов наночастиц благородных металлов, в первую очередь золота и серебра. Использование для исследования подобного

класса систем метода ФЭС СИ позволит установить как поверхностный состав изучаемых образцов, так и химическое состояние элементов в составе гидроксидных и сульфидных минералов [29–33]. Полученные данные позволят более детально выяснить механизмы отложения золота и серебра на сульфидах, как в процессе высокотемпературного синтеза, так и при низкотемпературном осаждении.

## **1.2 Блок задач 2. Секция 1-6-2 «Фотоэлектронная спектроскопия с угловым и спиновым разрешением» (ФЭС УР):**

Экспериментальные спектроскопические методы исследования электронной и атомной структуры, основанные на применении рентгеновского излучения, являются одними из наиболее широко востребованных в химии, физики, геологии, био- и нанотехнологиях, материаловедении и др. Более 20 Нобелевских премий по физике и химии получены за работы по изучению электронной структуры и разработки экспериментальных рентгеновских методов по ее исследованию. Синхротронное излучение значительно расширило горизонты научного познания. Благодаря его уникальным свойствам – широкий энергетический диапазон, позволяющий исследовать практически любой химический элемент, и выбирать наиболее оптимальную область для проведения измерений; поляризация излучения, позволяющая изучать орбитальную структуру атомов; высокая интенсивность, что позволяет значительно сокращать время измерений и изучать кинетику процессов с недоступным ранее временным разрешением; временная структура синхротронного излучения позволяет изучать химические процессы и динамику электронов возбужденных систем с фемтосекундным разрешением.

На данный момент ФЭС УР успешно применяется для изучения электронной структуры таких систем, как купратные и железосодержащие высокотемпературные сверхпроводники [34, 35], графен и графеноподобные материалы [36], дихалькогениды переходных металлов и топологические квантовые материалы [37] и т.д. При этом можно отметить, что исторически развитие метода ФЭСУР шло согласно решаемым с его помощью задачам. В частности, высокоразрешающие электронные спектрометры были созданы в ответ на потребность изучения субмилливольтных энергетических псевдощелей в сверхпроводниках. С открытием топологических изоляторов и возникновением интереса к дихалькогенидам переходных металлов стали активно развиваться методы детектирования спина электронов в ФЭСУР. Дальнейшее развитие метода ФЭСУР можно непосредственно связать с развитием синхротронных источников излучения для получения ранее недоступного пространственного и временного разрешения, позволяющих изучать системы, которые раньше считались неподходящими для этого метода из-за неоднородностей, либо невозможности получения упорядоченной поверхности достаточной для изучения площади. При этом применение времяразрешенных методик вместе с мощными источниками излучения, позволит изучать не только заполненные электронами состояния валентных зон, но и дисперсию пустых зон проводимости. Появление надежных высокоэффективных многоканальных детекторов спина электронов может значительно расширить возможности поиска новых квантовых явлений в существующих и новых системах.

## **Задача 2.1. Исследование и синтез новых передовых материалов**

Фундаментальными насущными задачами современной науки и материаловедения являются проектирование материалов с наперед заданными свойствами, а также целенаправленный поиск методов синтеза. Подход, на который опирается современная наука, основан, с одной стороны на связи строения материалов с их электронной структурой, а с другой стороны, на связи химических, физических свойств с электронным строением. Знание электронной структуры – одно из необходимых условий для планомерных научных исследований новых материалов и технологий, обеспечивающих выполнение плана развития фундаментальных исследований в Российской Федерации, повышения уровня благосостояния населения страны и обеспечивающей ее безопасность.

В качестве примера можно привести исследования, проводимые в ИНХ СО РАН по установлению взаимосвязи структуры и электрофизических параметров для новых функциональных термоэлектрических материалов на примере твердых растворов сульфидов лантаноидов, исследование электронной и локальной структуры органометаллических соединений, интеркалированных в фторграфитную матрицу, исследование локальной структуры аморфных полихалькогенидов переходных металлов, их литиевых и натриевых интеркалятов, кластеров гостей новых гибридных интеркаляционных соединений на основе металлоорганических мезопористых полимеров.

Особый интерес представляет использование наноматериалов, когда при переходе от массивного твердого тела к размерам 10 нм и менее малые частицы проявляют новые или существенно модифицированные свойства: изменяются параметры кристаллической решетки, электронная структура, магнитные, оптические и каталитические свойства, морфология поверхности [38]. Результаты изучения изменения химических свойств материалов при переходе в наноразмерную область, а также их корреляций с соответствующими физическими параметрами могут быть эффективно использованы на практике при создании новых функциональных материалов [38].

Основными задачами исследования являются изучение структуры материалов, характера взаимодействия между молекулами или атомами металлов с углеродной матрицей в зависимости от ее состава. В качестве примера можно привести синтез и исследование свойств и строения систем, содержащих кластеры металлов, наночастицы, исследование атомного упорядочения в наносплавах, процессы формирования наночастиц в процессе термического разложения координационных соединений, каталитические реакции на новых нанокompозитных материалах, в том числе и исследование локальной структуры наночастиц и исследование взаимодействия между атомами наночастиц и материалов подложки, например, исследование локальной структуры монослоев дисульфида молибдена, кадмия, нанесенных на углеродные наноматериалы.

Особое внимание исследователей привлекают возможность получения новых материалов на основе углеродных наноматериалов таких как, фуллерены, нанотрубки и графен [39–41]. В настоящее время разрабатываются материалы для применения в энергетике, электронике, катализе, фотонике, сенсорике, экологии, медицине и биологии и др. Одним из наиболее перспективных методов улучшения характеристик углеродных

наноматериалов является химическая модификация графена и использование композитных материалов на его основе.

ФЭС является одним из широко используемых методов исследования электронной структуры поверхности широкого класса соединений от металлов, полупроводников, изоляторов и сверхпроводников до композитных материалов на основе углерода, таких как органические полупроводники [42]. Определяемыми характеристиками поверхностного слоя толщиной 10-25 Å являются состав, химическое состояние атомов всех элементов, входящих в состав образца, валентная зона, распределение элементов по поверхности (2D-картирование) с пространственным разрешением порядка 10 мкм и глубине (3D-картирование неразрушающим и разрушающими методами).

ФЭС с угловым разрешением (УР-РФЭС) исследует зонную структуру кристаллов, т.е. зависимость энергетического распределения валентных электронов от импульса в кристалле, вследствие сохранения тангенциальной составляющей момента электрона. В ФЭС-УР эксперименте регистрируют энергетическое распределение валентных фотоэлектронов в зависимости от направления вылета фотоэлектронов в диапазоне углов 60° с угловым разрешением 0.1° и энергетическим разрешением несколько мэВ.

## ***Задача 2.2. Исследование и создание многослойных структур***

Полупроводниковые многослойные структуры имеют различные перспективные применения при разработке и микроминиатюризации устройств, содержащих нанofункциональные элементы. В последние два десятилетия полупроводниковые гетероструктуры с «квантовыми точками» и «квантовыми ямами» вызывают повышенный интерес во всем мире в связи с их уникальными физическими свойствами и возможностью создания на их основе наноразмерных светоизлучательных приборов, фотоприемников и электрооптических переключателей [43]. Группы туннельно-связанных КТ, упорядоченных в пространстве, считаются наиболее перспективными объектами для создания на их основе приборов нового поколения, работа которых будет основана на законах и принципах квантовой механики [44]. Большое значение для микроэлектроники имеет исследование границ раздела тонких пленок многослойных систем на основе оксидов, карбидов и нитридов кремния и высоко-диэлектрических многокомпонентных пленок в зависимости от условий роста. Исследование поверхностных структур на основе соединений графена и низкоразмерных соединений переходных металлов представляет значительный интерес в связи с применением материалов для элементов фотоэлектроники, полевых транзисторов, газовых сенсоров [45]. На основе таких низкоразмерных материалов могут быть спроектированы объемные конструкции, которые представляют большой интерес для создания новых оптических материалов [46]. Биметаллические наночастицы, в том числе и в составе композитных материалов, обладают широким спектром свойств, которые уже нашли свое широкое применение в катализе, оптоэлектронике, медицине и других областях. Исследование распределения элементов внутри наночастиц занимает одно из центральных мест при изучении их состава и строения, поскольку именно атомное упорядочение в таких системах ответственно за необычные свойства, которыми каждый из объемных металлов в отдельности не обладает.

Применение спектроскопических методов (ФЭС, УР-ФЭС, СР ФЭС, ФЭД) на основе синхротронного излучения имеет важное значение для фундаментальной науки при исследовании строения и электронной структуры наноматериалов. Спектроскопические методы исследования являются уникальными и практически безальтернативными при исследовании особенностей локальной пространственной структуры наносистем, которые, как правило, не имеют, или имеют ограниченный дальний порядок упорядочения. Важной задачей физики твердого тела является изучение электронной и спиновой структуры кристаллических веществ. Знание зонной структуры твердого тела позволяет предсказывать и находить перспективные материалы для нано- и спинтроники. Методом, который позволяет изучить зонную структуру кристаллических материалов является фотоэмиссия с угловым и спиновым разрешением (УР-ФЭС, СР ФЭС, Spin- ARPES: Spin and Angular Resolved Photoemission Spectroscopy) [47]. Методы УР-ФЭС, СР ФЭС, широко используются на большинстве существующих синхротронов.

Для исследования многослойных гетероструктур и границ разделов слоев необходимо получать информацию с более глубоких слоев. Исследование распределения элементов по глубине будет производиться неразрушающим методом анализа ФЭС с угловым разрешением (ФЭС УР) и варьированием энергии возбуждающего излучения. Разрешение по глубине достигается за счет изменения глубины анализа от угла выхода фотоэлектронов внутренних уровней при вращении образца, а также за счет зависимости длины пробега электронов от энергии падающего излучения. Дополнительно к профилю распределения элементов и химического состояния атомов по глубине неразрушающим методом, появляется возможность определять толщину тонких пленок, упорядочение слоев в ультратонких пленках.

Из-за низких сечений фотоионизации при высоких энергиях возбуждения, особые требования предъявляются к детектирующей системе электронов, чтобы получить высокое разрешение (низкий темновой ток, линейный отклик и широкий динамический диапазон, высокое рабочее напряжение). Высокое энергетическое разрешение является одним из основных приоритетов станции. Предполагается, что энергетическое разрешение, будет не хуже 1 мэВ для ФЭС.

### ***Задача 2.3. Технологии новых и возобновляемых источников энергии, включая водородную энергетику***

Поиск альтернативных источников энергии является актуальной глобальной проблемой в условиях истощения природных запасов нефти и газа, загрязнения окружающей среды, глобального изменения климата. Одним из основных антропогенных факторов, влияющих на изменение климата, является выброс в атмосферу промышленными предприятиями. Поиск систем эффективного, экологичного и безопасного накопления химической энергии является ключевым фактором развития альтернативной энергетики на возобновляемой ресурсной базе. Электричество, генерируемое при сжигании новых видов экологического топлива, так же требует новых высокоэффективных систем хранения, таких как аккумуляторы и суперконденсаторы, для сглаживания суточных колебаний потребления.

Литий-ионные аккумуляторы (ЛИА) являются представителями возобновляемых и контролируемых источников производства и хранения энергии. Рост глобального рынка ЛИА связан с производством устройств портативной электроники, стационарных источников энергии, а также электромобилей. Вопросы устойчивой и безопасной работы приобретают большое актуальное значение. Исследование механизмов деградации в ЛИА с конкретной конструкцией и составом материалов имеет решающее значение для снижения рисков негативного воздействия деградации в ЛИА [48]. Одним из важных путей увеличения сроков жизни ЛИА является поиск новых материалов, в особенности наноматериалов [49]. На современном уровне научного и технического развития исследование процессов деградации в ЛИА на основе наноматериалов, создание новых материалов для возобновляемых источников энергии, а также поиск, принципиально новых источников энергии являются вызовом, требующим привлечения различных современных физико-химических методов анализа атомной структуры, электронного строения, морфологии материалов с привлечением современных источников синхротронного излучения.

Огромный потенциал для развития инновационных технологий хранения энергии заключен в наноструктурированных пористых материалах с высокой внутренней удельной поверхностью [50]. По этой причине нанокompозитные материалы являются основным классом материалов, активно исследуемых в данный момент для применения в качестве электродов в солнечных элементах, аккумуляторных батареях, суперконденсаторах. Это связано с тем, что однокомпонентные материалы не могут обеспечить достаточные характеристики, такие как удельная ёмкость, потеря ёмкости при заряде-разряде, а также уменьшение ёмкости при повышении тока заряда-разряда. Большой интерес в настоящее время вызывает структура интерфейсных слоев в суперконденсаторах и ионных электрохимических элементах и исследование процессов, происходящих в батареях и суперконденсаторах, на поверхности и границе между компонентами электродного материала или электрода и электролита. Дальнейший прогресс в области рационального дизайна материалов для хранения энергии нового поколения ограничен недостающими знаниями атомистических механизмов и факторов, влияющих на формирование таких взаимодействий.

Рентгеновские методы анализа, такие как рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия активно используются для исследования в этой области, поскольку позволяют характеризовать химические состояния атомов вещества, в том числе и на поверхности, при этом возможности синхротронных источников излучения существенно превосходят возможности лабораторных приборов в части разрешения и скорости проведения экспериментов.

#### ***Задача 2.4. Исследование биологически активных веществ, в том числе белков, в пористых сорбционных матрицах***

Количественный элементный анализ методом РФЭС позволяет, исходя из стехиометрии, идентифицировать как отдельно выделенные аминокислоты, так и белки известного состава [51]. Это позволяет применять метод для изучения процессов выделения биологически важных веществ белковой и небелковой природы на поверхности пористых

матриц, выступающих в роли сорбционных депо для обеспечения пролонгированного воздействия [52]. С использованием мягкого ионно-кластерного травления возможно определение профиля концентрации целевого вещества в глубине матрицы.

### ***Задача 2.5. 3D-визуализация атомной структуры поверхности наноразмерных и гибридных материалов с разрешением химических состояний элементов методом фотоэлектронной дифракции (ФЭД) и голографии (ФЭГ).***

Поверхность занимает важное место в современной науке и технике. Ее роль многократно возрастает в случае низкоразмерных систем и наноматериалов, таких как эпитаксиальные пленки, слои графена, слоистые соединения с уникальными свойствами, например, топологические изоляторы, дихалькогениды переходных металлов, включая адсорбционные и эпитаксиальные слои на поверхности, наноструктурированные материалы и композиты на основе интеркалатных соединений халькогенидов переходных металлов [53–59]. Сведения о поверхности принципиально важны в гетерогенном катализе, где необходимо иметь представление о дизайне работающей поверхности, позициях центров адсорбции, геометрии сорбированных молекул и т.д. Кроме того, требуются сведения о химическом составе, атомной структуре, природе химических связей, электронном строении, функциональных свойствах. Одной из проблем, с которой сегодня сталкиваются исследователи при изучении структуры поверхности, является определение позиций атомов не на самой поверхности, а в слоях, непосредственно примыкающих к ней. Если в первом случае исчерпывающую информацию дает метод сканирующей туннельной микроскопии (СТМ), то для анализа второго, третьего и т.д. слоев под поверхностью требуются специализированные подходы, использующие эффекты рассеяния и дифракции, например, электронов. До недавних пор лидером здесь выступал метод дифракции медленных электронов (ДМЭ). Однако глубина анализа ДМЭ ограничивается двумя-тремя слоями и, что важно, – ДМЭ не “чувствителен” к химической природе элементов в поверхностных слоях. Прогресс в таких исследованиях может быть связан с совместной реализацией методов фотоэлектронной дифракции, голографии с разрешением химических состояний элементов и фотоэмиссионной спектроскопии с угловым разрешением. В этом случае в качестве носителей информации выступают электроны от внутренних источников – атомов-эмиттеров, расположенных как на поверхности, так и на глубине до 3–7 нм. Выделяя с помощью электронного анализатора фотоэлектроны атомов конкретного сорта, можно помимо химической информации получать данные об их локальном структурном окружении, а также различать окружение атомов одного сорта, находящихся в разных химических состояниях, восстанавливать и визуализировать атомную структуру поверхностных и приповерхностных слоев в виде 3D-изображений.

Фотоэлектронная голография – это достаточно новое направление в ФЭД и сегодня оно находится в стадии развития. Дифракционную РФД-картину можно рассматривать как голограмму, где в качестве источника когерентного излучения выступает внутренний источник – атом-эмиттер электронной волны. Длина волны электрона мала в сравнении с линейными размерами атомных структур, поэтому электронная голограмма может

обеспечить детальную информацию об атомном окружении эмиттера. На сегодняшний день существует множество вариантов атомной голографии. При этом практически все ориентированы на получение только структурной информации. Даже при самой детальной визуализации оказывается затруднительным различить сорт атома. Фотоэлектронная голография, где, как уже отмечалось, роль источника опорной и предметной волн фотоэлектрона играет выделенный атом, позволяет проводить реконструкцию окружения атомов определенного сорта, а также различить окружение атомов одного сорта, находящихся в разных химических состояниях. Этот факт определяет фотоэлектронную голографию как единственный голографический метод, содержащий химически значимую информацию.

Реализация данных методов в рамках одной станции позволяет совместно решать междисциплинарные задачи как в области химического синтеза, так и в области физики поверхности. На стыке данных дисциплин может быть получено новое знание о формировании и функционировании 2D-наноразмерных структур, что позволит отработать технологические приемы целенаправленного управления свойствами и строением материалов.

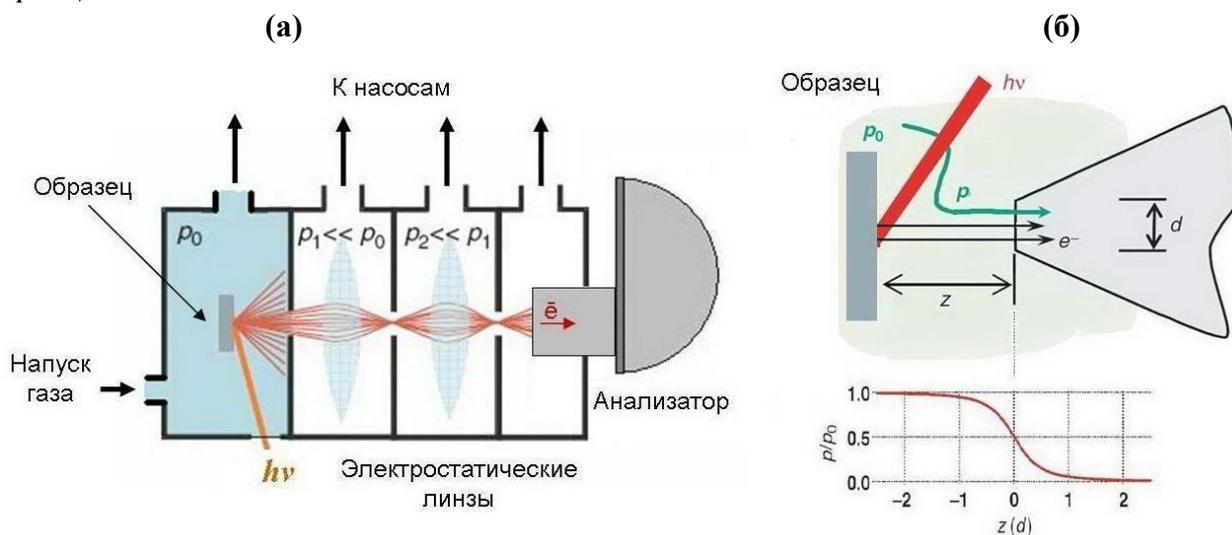
## 2 Методы решения

### 2.1 Секция 1-6-1 «Фотоэлектронная спектроскопия высокого давления» (ФЭСВД):

Основным методом, который будет реализован на экспериментальной установке секции «Фотоэлектронная спектроскопия высокого давления», является фотоэлектронная спектроскопия (ФЭС), физические принципы которой основаны на явлении внешнего фотоэффекта, которое описывается следующим уравнением:  $E_{kin} = \hbar\nu - E_{св} - \phi$ , где  $E_{св}$  – энергия связи электрона на энергетическом уровне, с которого произошла эмиссия, относительно уровня Ферми,  $\phi$  – работа выхода,  $E_{kin}$  – кинетическая энергия эмитированного фотоэлектрона. Поглощение рентгеновского излучения атомами можно рассматривать как процесс неупругого рассеяния, при котором атом поглощает фотон и эмитирует электрон. Регистрация и анализ энергетических спектров фотоэлектронов, испускаемых материалом образца под воздействием мягкого рентгеновского излучения, позволяет определить количественный элементный состав поверхности объектов исследования, химический состав (степени окисления обнаруженных элементов, идентификация функциональных групп в химических соединениях) и электронные свойства (определение уровня Ферми для проводящих и полупроводниковых материалов и тонкой структуры валентной зоны). Важно отметить, что с помощью метода ФЭС можно исследовать и определять в химическом соединении все элементы (кроме водорода и гелия), в любом агрегатном состоянии. При этом основные требования к образцу, исследуемого вещества, сводятся всего лишь к двум – вещество не должно разлагаться в вакууме и под воздействием излучения, этому удовлетворяет большинство химических соединений. Также следует отметить, что использование СИ, в виду высокой интенсивности излучения, накладывает определённые ограничения на измерение непроводящих образцов, например, систем, где наночастицы металлов нанесены на оксидные носители, представляющие собой диэлектрики или

полупроводники ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$  и другие), вследствие возникновения эффектов дифференциальной подзарядки поверхности. Это приводит к изменению положения линий непосредственно в ходе измерения, что в значительной степени затрудняет идентификацию зарядового/химического состояния элементов. С другой стороны известно, что наличие газовой среды над образцом, а также его нагрев позволяет минимизировать эффекты подзарядки для целого ряда систем, таких например как частицы металла нанесённые на  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{CeO}_2$  и другие.

Метод фотоэлектронной спектроскопии планируется реализовать в двух режимах, как при повышенном давлении газовой среды, так и в условиях сверхвысокого вакуума. Таким образом, ключевой особенностью данной экспериментальной установки является принципиальная возможность измерения фотоэлектронных спектров при давлениях газа или реакционной смеси над поверхностью образца до 30-50 мбар. Основное условие для реализации таких экспериментов – это прохождение достаточного количества фотоэлектронов от образца к анализатору. Другими словами, необходимо минимизировать рассеяние фотоэлектронов при столкновении с молекулами газовой среды на пути образец – анализатор. Это достигается несколькими способами [60, 61]. Во-первых, использование синхротронного излучения высокой светимости позволяет возбуждать на несколько порядков большее количество фотоэлектронов, по сравнению со стандартными лабораторными источниками рентгеновского излучения ( $\text{AlK}\alpha$  и  $\text{MgK}\alpha$ ). Во-вторых, особенности конструкции спектрометра со ступенями дифференциальной откачки позволяют поддерживать перепад давления между областью над образцом и анализатором в  $10^8$  раз и минимизировать путь пролета фотоэлектронов через область высокого давления (**Рисунок 1**). В-третьих, использование электростатических линз позволяет фокусировать пучок фотоэлектронов внутри ступеней дифференциальной откачки, и предотвращать их дополнительное рассеивание. Изменение давления в зависимости от расстояния  $z$  до входного отверстия диаметра  $d$  представлено в нижней части **Рисунка 1б**. Видно, что оптимальное расстояние между образцом и входным отверстием составляет от  $2d$  до  $3d$ , при этом давление над поверхностью образца  $p$  равно давлению во всей камере  $p_0$  (регулируется оператором).



**Рисунок 1.** Схема системы дифференциальной откачки энергоанализатора с электростатическими линзами, (а); схематическое изображение области между образцом и входным отверстием первой ступени дифференциальной откачки, внизу представлено изменение давления по оси сбора фотоэлектронов в зависимости от расстояния до входного отверстия (б).

Среди других важных преимуществ использования СИ необходимо отметить малую собственную ширину излучения при использовании монохроматоров высокого разрешения, а также возможность выбора энергии первичного возбуждения (оптимизация сечения фотоионизации, разделение перекрывающихся фотоэлектронных линий, варьирование глубины выхода электронов). Кроме того, возможность варьирования энергии СИ в широких пределах (10 – 2000 эВ при использовании решеточного монохроматора) позволяет изменять кинетическую энергию выбиваемых электронов, меняя глубину их выхода из твердого тела, т.е. появляется возможность анализа изменения химического состава образца по глубине без разрушения поверхности. Следует отметить, что такая универсальность и высокая поверхностная чувствительность метода ФЭС делает его не только мощным самостоятельным инструментом физико-химических исследований, позволяющим решать широкий спектр фундаментальных и прикладных задач, но и существенным дополнением, к другим методам, используемым на станциях СКИФ.

### **Краткое описание экспериментов:**

Очевидно, что в данном разделе логично привести также и описание стандартного эксперимента РФЭС с использованием синхротронного излучения (РФЭС СИ). Необходимо отметить, что в стандартном варианте рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии при использовании лабораторных источников рентгеновского излучения, таких например как  $AlK\alpha$  или  $MgK\alpha$ , измерение фотоэлектронных спектров с различными значениями энергии связи (а это значит, что регистрируются электроны с различными кинетическим энергиями ( $E_{кин}$ ), а, следовательно и с различной глубины, так как длина свободного пробега электронов ( $\lambda$ ) пропорциональна квадратному корню из кинетической энергии) производится только при фиксированной энергии возбуждения ( $AlK\alpha$  – 1486.6 эВ или  $MgK\alpha$  – 1253.6 эВ). При использовании СИ появляется возможность варьировать энергию первичного излучения для

записи различных фотоэлектронных линий (отличающихся значением энергии связи) таким образом, чтобы регистрировать фотоэлектроны с одинаковой кинетической энергией, или с одной глубины анализа. Таким образом, при измерении фотоэлектронных спектров с использованием СИ, для получения количественной информации, в том числе и о распределении элементов по глубине, спектральные регионы обычно измеряются для фотоэлектронов с одинаковыми кинетическими энергиями. Из этого становится, очевидно, что для измерения каждого следующего спектрального региона необходимо изменять энергию возбуждения, или энергию фотонов, что в свою очередь требует перенастройки монохроматора на другой диапазон измерения. В этом случае кинетическая энергия фотоэлектронов для различных спектральных регионов будет одинакова, что, как уже говорилось выше, важно при изучении биметаллических, многокомпонентных систем, многослойных пленок и т.д.

В качестве примера можно привести методику проведения исследований нанесенных модельных катализаторов Ag/ВОПГ в реакции эпоксицирования этилена методом РФЭС СИ. При этом стоит принять во внимание на следующие особенности измерения фотоэлектронных спектров с использованием синхротронного излучения.

1. Измерение фотоэлектронного спектра Ag3d ( $E_{св} = 370$  эВ, требуемая  $E_{кин} = 200$  эВ), следовательно, энергия фотона  $h\nu = 570$  эВ;
  - а) монохроматор выставляется в положение, вырезающее из спектра излучения фотоны с энергией 570 эВ;
  - б) в этом случае вставное устройство (ондулятор) с использованием обратной связи должен подстраивать спектр излучения (сдвигать гармонику посредством изменения магнитного поля) таким образом, чтобы максимум соответствующей гармоники (ближайшей к этой энергии) сдвинулся к необходимому значению энергии – 570 эВ;
  - в) измеряется мощность излучения (Au сетка и т.п.) для контроля и нормировки;
  - г) записывается фотоэлектронный спектр в диапазоне  $E_{кин} 200 - 190$  эВ;
  - д) для нормировки положения спектра Ag3d записывается реперный спектр, например, C1s или уровень Ферми, при том же значении энергии излучения.
2. Измерение фотоэлектронного спектра O1s ( $E_{св} = 530$  эВ, требуемая  $E_{кин} = 200$  эВ), следовательно, энергия фотона  $h\nu = 730$  эВ,  
Повторение процедуры а) – д) и т.д.

Важно отметить, что измерение спектров будет производиться в режимах *in situ* и *operando*, то есть при наличии газовой смеси (реакционной среды) над образцом (0.25 – 25 мбар), в условиях протекания различных каталитических реакций с одновременным нагревом образца в диапазоне температур от комнатной до 800 °С. При этом в камере анализатора (высокого давления) будут использоваться одновременно не более трёх газов с общим потоком не более 200 мл/мин. При проведении такого типа экспериментов необходимо производить контроль давления в камере, а также температуры на образце. Обычно измерение спектров для одной экспериментальной точки занимает от 10 до 90 минут, при этом для одного образца производится измерение спектров при различных экспериментальных условиях (изменяется соотношение газов в реакционной смеси и/или

температура на образце), таким образом, исследование одного образца может занимать от 1 до 20 часов.

## 2.2 Секция 1-6-2 «Фотоэлектронная спектроскопия с угловым и спиновым разрешением» (ФЭС УР):

Основной методикой секции является фотоэлектронная спектроскопия с угловым и спиновым разрешением (ФЭС УР). Методика основана на явлении внешнего фотоэлектрического эффекта. При поглощении ультрафиолетовых (УФ) фотонов с энергией  $\hbar\omega$  электронами атомов, составляющих твердое тело, в вакуум эмитируются электроны с максимальной кинетической энергией  $E_{kin} = \hbar\omega - E_b - \phi$ , где  $E_b$  – энергия связи электрона на энергетическом уровне, с которого произошла эмиссия, относительно уровня Ферми,  $\phi$  – работа выхода. При этом известно, что при упругой эмиссии электрона в вакуум с атомно упорядоченных поверхностей кристаллов сохраняется параллельная поверхности компонента квазиимпульса электрона  $k_{||}$ , и она связана с импульсом фотоэлектрона в направлении, параллельном поверхности твердого тела, а соответственно и с углом эмиссии  $\theta$  фотоэлектрона соотношением  $\hbar k_{||} = (2m_0 E_{kin})^{1/2} \sin\theta$ . Таким образом, измерение распределения фотоэлектронов по энергии и углам эмиссии позволяет определить электронную энергетическую структуру (дисперсию заполненных энергетических зон) поверхности исследуемого твердого тела. Использование для регистрации спектров фотоэлектронов спин-чувствительных детекторов позволяет получить информацию и о поляризации по спину исследуемых энергетических состояний. Глубина поглощения фотонов с энергиями  $\sim 10$ - $100$  эВ составляет  $\sim 0.1$ - $1$  мкм, однако длина свободного пробега электронов таких энергий, а соответственно и глубина выхода фотоэлектронов составляет  $\sim 5$ - $10$  Å. Поэтому метод является сугубо поверхностно чувствительным, и может быть использован в том числе для исследования двумерных и нано- материалов.

Использование для возбуждения фотоэмиссии монохроматизированного синхротронного излучения в широком диапазоне энергий ( $\sim 10$ - $100$  эВ) необходимо для определения дисперсии электронных состояний по нормальной к поверхности компоненте квазиимпульса  $k_z$ , возможности изменения ширины регистрируемого диапазона по  $k_{||}$ , а также подбора наиболее оптимальных для изучения конкретных соединений экспериментальных условий. Расчетный минимальный размер пятна синхротронного излучения в плоскости образца составляет  $10 \times 10$  мкм. Для работы во время отсутствия синхротронного излучения и проведения предварительных измерений, не требующих высокого энергетического и углового разрешения, предполагается использование лабораторного источника УФ излучения на основе газоразрядной гелиевой лампы с энергией фотона 21.2 эВ.

Для регистрации фотоэлектронных спектров планируется использовать спектрометр на основе полусферического анализатора энергий электронов, с двумерным MCP-CMOS детектором электронов, системой электростатических линз с дефлектором и отдельным 3D спин-детектором. Схематичное изображение анализатора показано на **Рисунке 2а**. Возбужденные синхротронным излучением фотоэлектроны проецируются системой электростатических линз на входную щель анализатора энергий таким образом, что координате вдоль щели можно единственным образом сопоставить угол в плоскости,

проходящей через щель и точку эмиссии, под которым электрон был эмитирован. Затем прошедшие через щель электроны проходят через полусферический анализатор энергий и попадают на детектор, состоящий из электронного умножителя – двух последовательно соединенных микроканальных пластин, люминесцентного экрана и считывающей с него изображение цифровой CMOS-видеокамеры. Каждой точке регистрируемой двумерной картины соответствуют определенные кинетическая энергия и угол эмиссии фотоэлектронов. Таким образом, такая система позволяет в одном измерении получать информацию о дисперсии электронных состояний  $E(k_{||})$  в направлении, параллельном входной щели спектрометра. В современных спектрометрах диапазон углов сбора фотоэлектронов обычно составляет до  $-30^{\circ} \div 30^{\circ}$  относительно оси входной апертуры в диапазоне энергий до 200 эВ. Для получения полной информации о дисперсии энергетических состояний в направлении, перпендикулярном входной щели спектрометра в наиболее современных системах в систему электронных линз встраивается электростатический дефлектор, в более старых системах обычно необходимо вращать образец относительно оси, проходящей через точку эмиссии и параллельной входной щели.

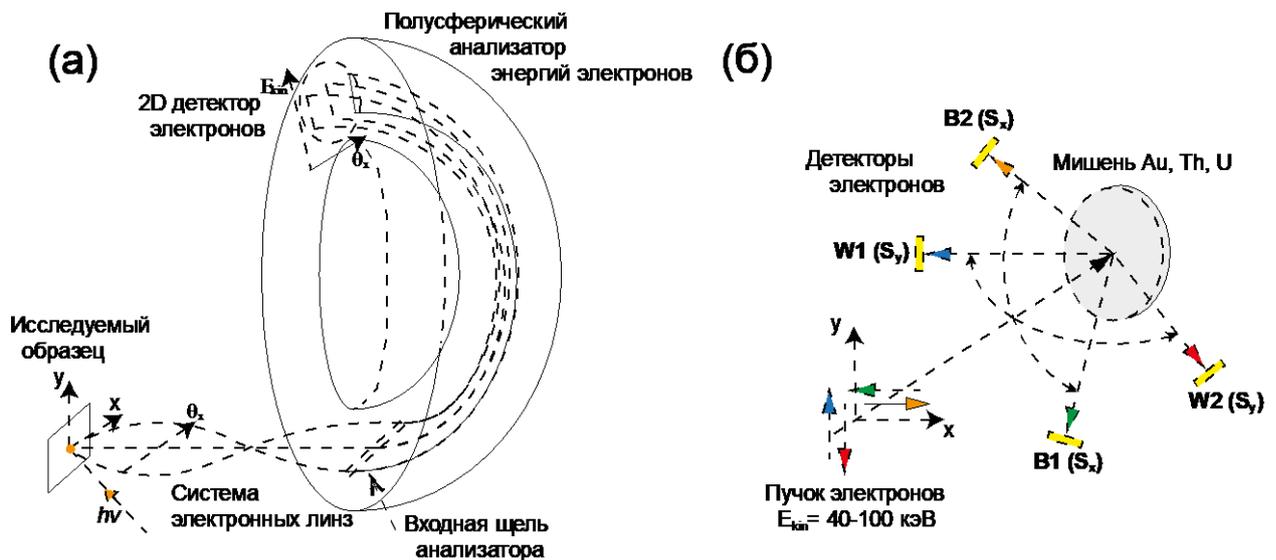


Рисунок 2. Основные части системы регистрации спектров ФЭС УР (а); схематичное изображение спин-детектора Мотта (б).

Для получения информации о поляризации фотоэлектронов по спину и, соответственно, о спиновой структуре электронных состояний, с которых они эмитированы, используются спин-детекторы. На данный момент времени наибольшее распространение получили два типа спин-детекторов: детекторы Мотта и VLEED детекторы [62]. Принцип действия детекторов Мотта (Рисунок 2б) основан на асимметрии рассеяния «направо» и «налево» для электронов с противоположными спинами в нормальном направлении плоскости рассеяния, вследствие возникающего при рассеянии электронов высокой (40-100 кэВ) энергии на ядрах тяжелых элементов спин-орбитального взаимодействия.

Эффективные Мотт детекторы изготавливаются в России ООО «Русмтт». В середине 90-х годов стало понятно, что для детального исследования поверхностного магнетизма и других спиновых эффектов необходимо создание эффективного и удобного классического спинового детектора Мотта [63, 64]. Всего на сегодняшний день компанией изготовлено 14 детекторов Мотта, и это число постоянно увеличивается. Детекторами Мотта ООО «Русмтт» оснащены синхротроны в Италии (ELETTRA) и Швейцарии (SLS), а также лаборатории EТН (Швейцария) и Регенсбургского университета (Германия), Университета Осаки (Япония), Университета Перта (Австралия) и т.д. Хотелось бы особо отметить результаты работы станции COPHEE на SLS. Конечная станция Complete PНotoEmission Experiment (COPHEE) для измерений SARPES находится в эксплуатации швейцарского синхротрона SLS в течение около 18 лет, за это время было получено много новаторских, высокоэффективных результатов (Статистика публикаций с 2004 г. - 75 статей, 31 в журналах с импакт-фактором > 7, всего 5755 цитирований, индекс Хирша 30). Станция COPHEE была спроектирована совместными усилиями ученых университета Цюриха и политехнического университета Петербурга. Станция оснащена спиновыми детекторами, созданными в политехническом университете на кафедре физики в группе Петрова В.Н.

Будучи когда-то мировым лидером в области SARPES, положение COPHEE недавно было поставлено под сомнение из-за сильной конкуренции со стороны новых типов спиновых детекторов, которые имеют относительно высокие функции Шермана (асимметрия спинового рассеяния по отношению к входящей спиновой поляризации) и обычно сочетаются с современными анализаторами, имеющими высокую разрешающую способность при определении энергии и импульса. Для более качественного проведения исследований мирового уровня в таких передовых областях, как топология, спинтроника и квантовые вычисления, была предложена новая версия спин детектора, созданного на основе модернизированного классического детектора Мотта.

Выбор модернизированного детектора Мотта нацелен на увеличении скорости сбора данных, сопоставимую с новыми детекторами VLEED. При этом предполагается более высокая производительность с точки зрения получения надежности количественных результатов, а также более высокая стабильность работы и значительно большее время безотказной работы. Отметим также ожидаемую простоту эксплуатации и обслуживания. Поляриметр будет запускаться включением тумблера “Сеть”. Никаких манипуляций со спин чувствительным образцом перед работой никогда производить не потребуется. Поляриметр будет устанавливаться на выходе современного полусферического анализатора, позволяющего одновременно получать двумерные спин-интегрированные данные ARPES  $E(k)$  и спиновые данные по поляризации из заданной  $(E, k)$  точки. С новой системой, предложенной здесь, мы сможем поставить новую станцию на передний план в фотоэмиссионной спектроскопии с разрешением по спину и углу на следующее десятилетие. Это позволит российскому научному сообществу зафиксировать свои позиции лидера в области топологических материалов и исследований спинтроники, а также откроет новые области исследований, такие как поиск скрытых параметров порядка в коррелированных системах и понимание фундаментальных временных интервалов фотоэмиссионного процесса. Кроме того, предлагаемый здесь инструмент особенно хорошо подходит для

разработки SARPES с временным разрешением, которая может открыть новые горизонты исследований во многих лабораториях и институтах по всему миру.

Предлагаемый спиновый поляриметр работает по принципу моттовского рассеяния, в котором электроны, ускоренные до высоких энергий, рассеиваются на тяжелых ядрах в соответствии с их спинами (**Рисунок 2б**). Дизайн нового инструмента аналогичен текущей системе SOPHEE, тем не менее будут модернизированы детекторные системы, электроника и электронная оптика.

Ключевые улучшения производительности в новом поляриметре по сравнению с поляриметром SOPHEE:

- Новые энергочувствительные детекторы электронов на основе комбинации сцинтилляторов с современными малошумящими фотоумножителями и предусилителями, обеспечивающие:

- почти 100% обнаружение падающих электронов,
- > 3-кратное улучшение отношения сигнал / шум в каждом из каналов,
- увеличение максимальной скорости счета до  $2 \times 10^6$  отсчетов в секунду,
- в несколько раз увеличена временная стабильность,
- синхронизация электронных импульсов с точностью до 1 нс и меньше, позволяющая проводить эксперименты на совпадение.

- Улучшенная электронно-оптическая система с более высокой стабильностью положения электронного луча относительно электрических шумов и интенсивности луча, что позволит проводить измерения сверхнизких поляризации до 0,1–0,05%.

Главным конкурентом спиновых детекторов Мотта являются VLEED детекторы, принцип действия которых основан на спин-обменном взаимодействии падающих электронов и ферромагнитной (Fe) мишени. Эти детекторы недавно были коммерциализированы (Focus GmbH), и они быстро завоевывают популярность в сообществе SARPES. Одним из показателей, часто используемых для сравнения спиновых поляриметров, является эффективность (FoM), связанная с функцией Шермана S и долей рассеянных электронов в детекторы  $N / N_0$ .

$FoM = (N / N_0) S^2$ . Определение этой метрики выбрано потому, что в отсутствие шума интенсивности источника, абсолютная погрешность измерения поляризации будет  $\Delta P = 1 / \sqrt{(FoM) \cdot N_0}$ , где  $N_0$  - полное количество поступающих электронов. Глядя только на добротность, можно увидеть привлекательность VLEED: цитируемый FoM для VLEED составляет  $\approx 1 \times 10^{-2}$  по сравнению с  $\approx 6 \times 10^{-4}$  для детектора Мотта. Однако величина FoM говорит только об эффективности, основанной на процессе рассеяния; он не принимает во внимание важные и фундаментальные различия в том, как VLEED и Mott детекторы работают.

Из-за очень низкой кинетической энергии электронов системы VLEED очень чувствительны к небольшим отклонениям относительно юстировки источника, передающей

оптики, спин-чувствительной мишени и детектора электронов. Проблема стабильности поверхности мишени частично решается за счет использования пассивированных / предварительно окисленных пленок Fe (001) - p (1 × 1) – O, однако даже такая поверхность требует периодической очистки (через несколько недель) и регенерации (через несколько месяцев) [65]. После регенерации пленке требуется около недели достаточной стабилизации для выполнения измерений.

Классические детекторы Мотта, очень стабильны во всех вышеперечисленных случаях благодаря высокой кинетической энергии электронов. Они требуют технологического обслуживания раз в несколько лет. Наиболее критично то, что электроны, рассеянные от мишени VLEED, собираются только одним электронным детектором, что означает, что система считывает только один спиновый ток (например IL) за один раз. После измерения IL необходимо намагнитить мишень в обратном направлении, чтобы получить IR и вычислить спиновую асимметрию  $A = (IL - IR) / (IL + IR)$ . Затем, чтобы получить асимметрию в ортогональном направлении мишень должна быть повернута на 90 °, и необходимо провести еще два измерения при противоположных намагниченностях в новой ориентации. В случае детектора Мотта эти четыре измерения происходят одновременно. Эта потеря эффективности в системах VLEED не отражена должным образом в заявленных FoM. Очевидно, что при сравнении с Мотт детектором эффективность VLEED детектора должна быть понижена в 4 раза.

Решающий фактор: шумовые характеристики в экспериментах с высоким разрешением.

Разница в FoM также сокращается при учете влияния флуктуаций интенсивности падающих электронов. Установлено, что на детекторы Мотта не влияют флуктуации источника из-за одновременного измерения в 4 детекторах. Однако неодновременные измерения в системах VLEED приводят к появлению дополнительного члена от шума источника, возникающего в уравнение для абсолютной погрешности поляризации  $\Delta P$ . В свете этого технология Мотта становится все более привлекательной в наших научных измерениях, где стабильность системы Мотт относительно VLEED дает измеряемые данные более достоверными и количественными. Более того, в случаях, когда уровень шума источника превышает пару процентов, детекторы Мотта безоговорочно выигрывают у VLEED, что делает их более надежными для измерений с временным разрешением, которые могут быть разработаны для нового синхротрона.

Для измерения спиновой поляризации фотоэлектронов в трех направлениях требуется использование пары детекторов, развернутых относительно друг друга в пространстве, либо применение дополнительной магнитной линзы – фильтра Вина. К сожалению, на данный момент еще нет коммерчески доступных спин-детекторов изображающего типа, и все типы детекторов являются сугубо одноканальными (по E и k||) Входная апертура спин-детектора располагается в плоскости основного детектора электронов за его пределами. Используя дефлектор, либо вращая образец, в нее можно собирать электроны, эмитированные под определенным углом и измерять спиновую структуру электронных состояний S (E, k||).

Поскольку метод ФЭСУР напрямую применим только к исследованию атомно-чистых и упорядоченной поверхностей, существенным является условие получения таких поверхностей на исследуемых образцах и сохранение их во время измерений. Приготовление атомно-чистых и упорядоченной поверхностей является отдельной задачей, решение которой сильно зависит от конкретной исследуемой системы, но можно выделить такие способы как скол кристаллов непосредственно в сверхвысоковакуумных камерах спектрометра, очистка и реконструкция поверхности при нагреве с предварительной химической обработкой либо ионным травлением, рост исследуемых материалов непосредственно в сверхвысоковакуумных камерах спектрометра. При этом атомная структура получаемых поверхностей наиболее удобно изучать и контролировать методами дифракции медленных и быстрых электронов (LEED, RHEED).

Большинство задач, которые решаются данным методом, требуют высокого энергетического и углового разрешения исследовательской установки. Если исключить из рассмотрения вопросы, связанные с особенностями исследуемых образцов, то энергетическое разрешение системы будет определяться энергетическим разрешением используемого анализатора энергий электронов, степени монохроматичности возбуждающего фотоэмиссию синхротронного излучения и температурного уширения энергетических уровней в исследуемом образце. Планируется, что максимальное энергетическое разрешение реализуемой на станции системы будет лучше 2 мэВ. Такое энергетическое разрешение обеспечивают современные полусферические анализаторы энергий электронов большого радиуса, производимые всего двумя компаниями в мире: Scienta Omicron AB (Швеция, анализатор DA30-L) и SPECS GmbH (Германия, анализатор ASTRAIOS 190)

Высокая интенсивность СИ позволяет использовать монохроматоры высокого разрешения для получения малой собственной ширины излучения. Также, для получения высокого конечного энергетического разрешения, требуется охлаждение образцов до температур  $< 10$  К. Для этого планируется использование специального криостатируемого держателя образцов, охлаждаемого криорефрижератором замкнутого цикла.

### **3 Устройство генерации излучения. Электромагнитный ондулятор UE212M**

Для генерации синхротронного ультрафиолетового и мягкого рентгеновского излучения для станции 1-6 в прямолинейном промежутке предлагается установить электромагнитный эллиптический ондулятор. Период ондулятора  $\lambda = 212$  мм (20 регулярных периодов, общее количество полюсов 46), максимальная величина вертикального магнитного поля  $B_v = 0.49$  Тл, максимальная величина горизонтального магнитного поля  $B_h = 0.1$  Тл, межполюсной зазор  $h = 19$  мм. Ондулятор имеет С-образную конструкцию. Такая конструкция ондулятора существенно облегчает его установку на СИ ускоритель.

Ондулятор UE212M является модификацией изготовленного Институтом ядерной физики для PSI (Швейцария) ондулятора UE212. Изменения внесены с учетом опыта изготовления и эксплуатации ондулятора UE212. Основное отличие модернизированного

ондулятора от его прототипа, является увеличение на 3 горизонтальных и вертикальных полюсов (на один регулярный период стало больше, ондулятор имеет на входе и выходе по 1 горизонтальному и вертикальному полюсу без токовых катушек), длина ондулятора увеличилась на 371 мм и составляет  $L = 4920$  мм. Введение дополнительного регулярного периода существенно облегчает настройку ондулятора при работе в режиме модулированного вертикального магнитного поля (модуляция магнитного поля позволяет подавить ненужные гармоники синхротронного излучения).

Ондулятор UE212M может работать в 3 режимах:

1. Планарный ондулятор. Вертикальное магнитное поле  $|B_V| = 0.49 \pm 0.03$  Тл, период  $\lambda = 212$  мм (20 регулярных периодов).
2. Ондулятор с модуляцией вертикального магнитного поля. Вертикальное магнитное поле  $|B_V| = 0.49 \pm 0.03$  Тл, в каждом 3 полюсе величина магнитного поля уменьшена на 14%.
3. Эллиптический ондулятор. Вертикальное магнитное поле  $|B_V| = 0.49 \pm 0.03$  Тл, горизонтальное магнитное поле  $B_H = \pm 0.1$  Тл, период  $\lambda = 212$  мм (20 регулярных периодов).

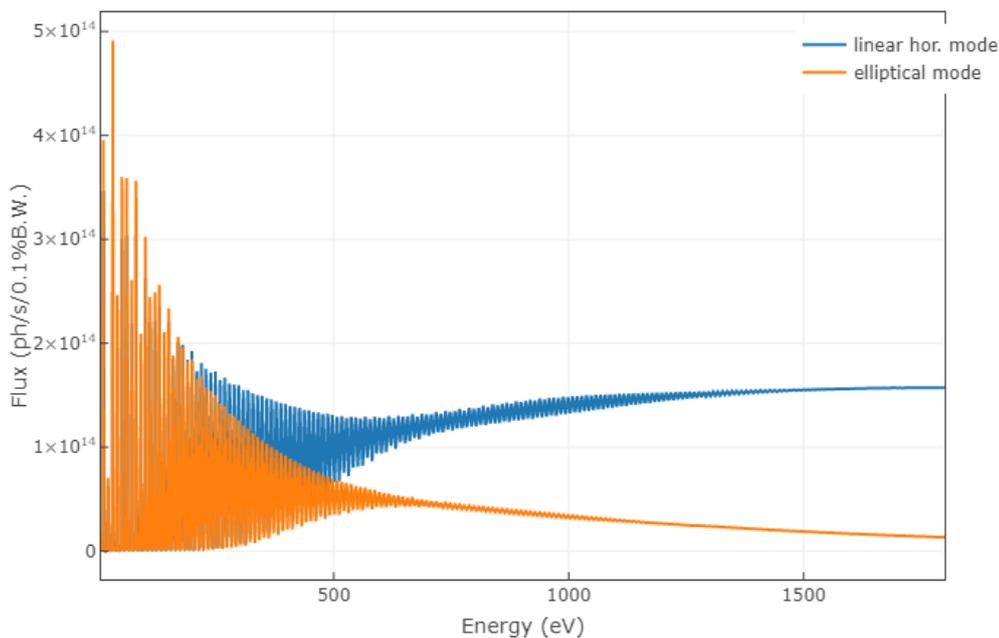
Основные рабочие параметры ондулятора приведены в **Таблице 1**.

Сопроводительные расчёты проведены на основе спектральных и геометрических характеристик источника СИ, рассчитанных с помощью программы SPECTRA [66] (с учётом эмиттанса и энергетического разброса электронного пучка в накопителе, а также фазовой ошибки ондулятора).

На **Рисунках 3 и 4** представлены спектральные характеристики потока фотонов через площадку сечением  $6 \text{ мм}^2$  на расстоянии 25 м от центра ондулятора в линейном и логарифмическом масштабах (соответственно).

**Таблица 1.** Основные параметры ондулятора UE212M.

	<b>Вертикальный</b>	<b>Горизонтальный</b>
Период	212 мм	212 мм
Количество регулярных периодов	20	20
Общее количество полюсов	46	46
Длина ондулятора-вигглера	4920 мм	4920 мм
Межполюсной зазор	19 мм	19 мм
Максимальная величина магнитного поля	0.49 Тл	0.1 Тл
Максимальная величина тока	150 А	130 А
Максимальная потребляемая мощность основного ?	12 кВт	12 кВт
Максимальная величина дополнительного тока	150 А	-
Максимальная мощность дополнительного источника тока	6 кВт	-
9 источников тока корректоров с максимальным током	8 А	8 А
Максимальная мощность корректоров	40 Вт	40 Вт
Высота оси устройства	1.15 – 1.25 м	1.15 – 1.25 м м



**Рисунок 3.** Спектры излучения в обоих режимах работы ондулятора.

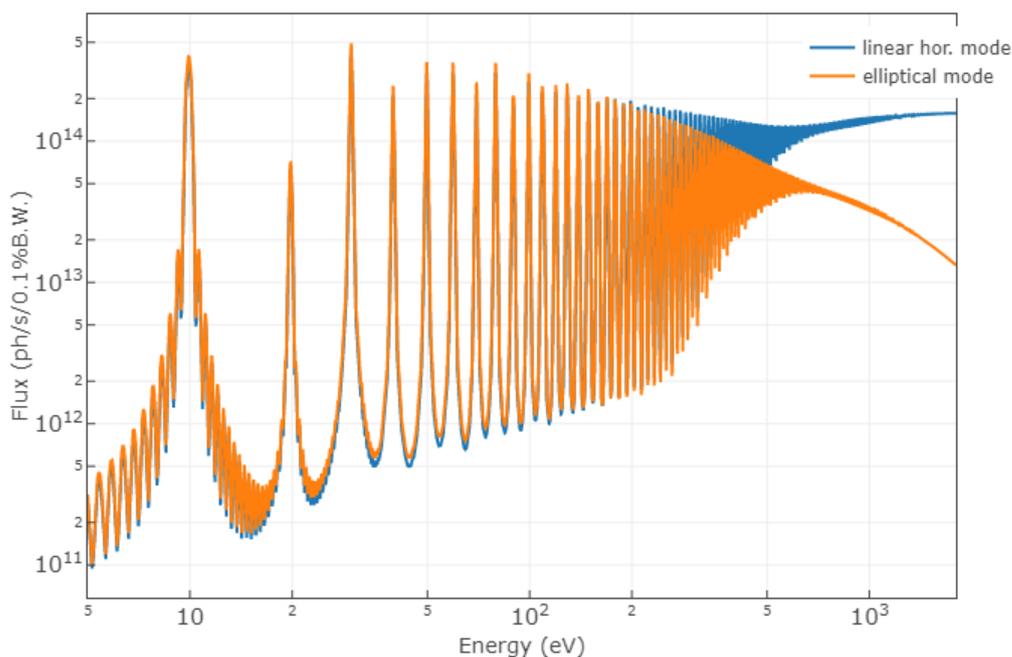


Рисунок 4. Спектры излучения в обоих режимах работы ондулятора (логарифмический масштаб).

## 4 Фронтенд

Безфольговый фронтенд предназначен для транспортировки мягкого рентгеновского и ультрафиолетового излучения из накопителя к экспериментальным станциям на канале 1-6. Безфольговый фронтенд осуществляет сопряжение вакуума накопителя с вакуумом канала и защиту по вакууму в случае аварийного прорыва атмосферы в канал или в накопитель. Система радиационных затворов и радиационных обжимок обеспечивает радиационные условия в экспериментальном помещении на уровне, удовлетворяющем санитарным правилам такого типа помещений.

Апертура фронтенда определялась из геометрического размера ондуляторной гармоники на энергии 10 эВ. Был выбран размер в  $0.22 \times 0.22$  мрад<sup>2</sup> для того, чтобы гарантированно обеспечить прохождение указанной гармоники с угловым размером  $\sigma_x \times \sigma_y = 0.12 \times 0.12$  мрад<sup>2</sup>. Был произведён расчёт потоков вставного устройства через выбранную апертуру для двух режимов работы ондулятора – в режиме линейной горизонтальной и эллиптической поляризации (Рисунки 5 и 6, соответственно).

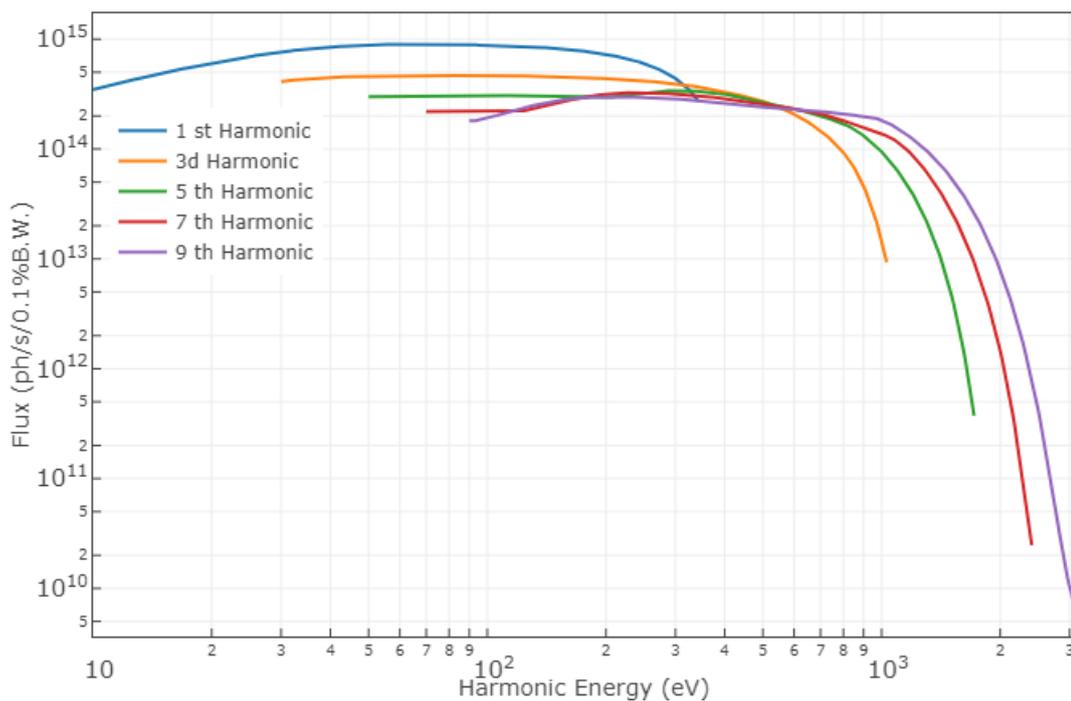


Рисунок 5. Поток фотонов ондулятора в режиме линейной горизонтальной поляризации

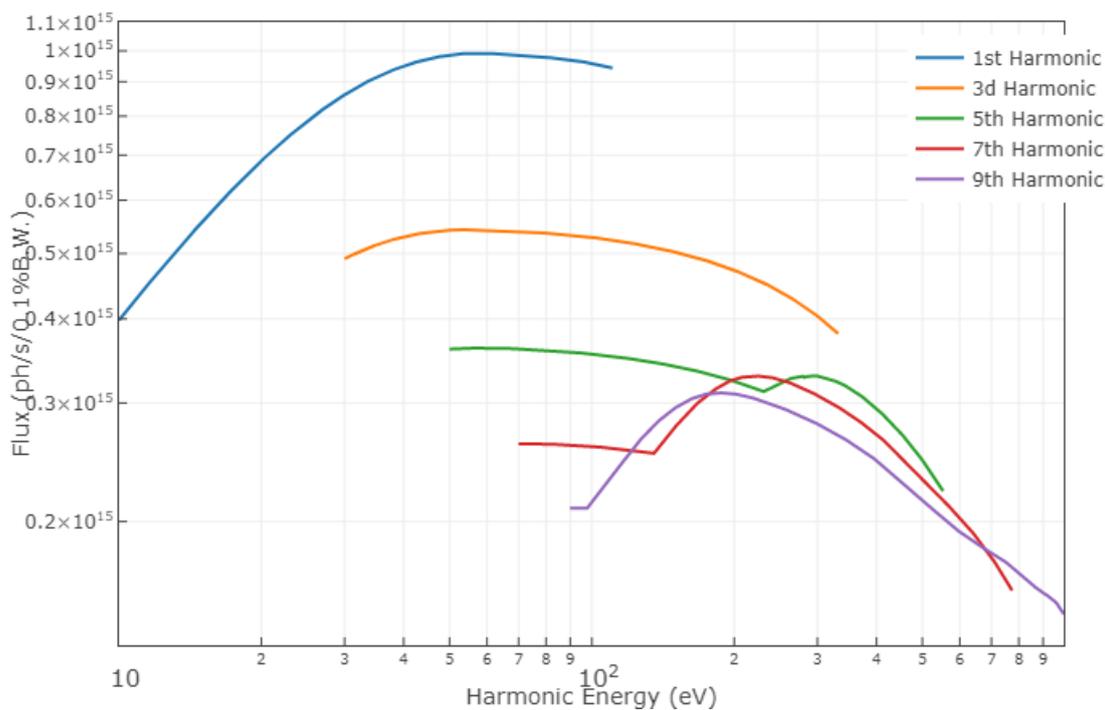


Рисунок 6. Поток фотонов ондулятора в режиме эллиптической поляризации



Всего оптическая схема станции имеет 7 отражающих элементов (некоторые из них – сменные): пять фокусирующих криволинейных зеркал, одно плоское отражающее зеркало, одна плоская отражающая решетка. Все элементы работают в геометрии полного внешнего отражения. Зеркала М3, М4, М5 и М6 установлены под углом  $1.5^\circ$  ( $26.2$  мрад) к направлению распространения пучка СИ, обеспечивая достаточно высокий коэффициент отражения для фотонов с энергией до 1600 эВ. Зеркало М1 испытывает наибольшую тепловую нагрузку от прямого пучка СИ, и установлено под углом  $1^\circ$  ( $17.5$  мрад) для упрощения теплоотвода. Основные элементы управления пучками СИ на станции приведены в **Таблице 2**.

**Таблица 2.** Основные элементы станции 1-6 "Электронная структура"

Элемент	Расстояние (м) и точка отсчёта	Форма (для зеркал)	Направление отражения и угол	Описание
<b>Общие оптические элементы</b>				
М1	27 м (от ондулятора)	Тороидальное	гор., $+2^\circ$	Фокусирует излучение по горизонтальному направлению на щели S1, S2, а по вертикальному направлению делает пучок параллельным. Ориентированно под углом $90^\circ$ относительно плоскости кольца накопителя.
Блок щелей (AU1)	2 м (от М1)	-	-	Четырёхстворчатая щель белого пучка с водяным охлаждением.
Решёточный монохроматор PGM (M2+PG)	3 м (от М1)	Плоское зеркало + Плоская дифракционная решётка	-	Монохроматор состоит из плоского зеркала и плоской дифракционной решётки: - М2 – плоское зеркало. Отражает излучение в плоскости накопителя (вверх), необходима возможность менять угол отражения. - G – набор плоских дифракционных решёток (300, 600, 1200 штрихов/мм), отражает излучение в плоскости накопителя (вниз), разлагает излучение в спектр по вертикальному направлению.
Блок щелей (AU2)	4.2 м (от М1)	-	-	Четырёхстворчатая щель монохроматического пучка

(продолжение на следующей странице)

М3, М4	5.2 м (от М1)	Цилиндрическое	гор., $\pm 3^\circ$	Два идентичных цилиндрических зеркала, ориентированы под углами $+1.5^\circ$ и $-1.5^\circ$ относительно поверхности, расположены перпендикулярно плоскости кольца накопителя, отражают излучение вправо/влево, соответственно. Фокусируют излучение по вертикали – диспергированному направлению, на щели S1, S2.
Торцевая ловушка тормозных фотонов	33 м (от ондулятора)	-	-	Блок тяжёлого металла
<b>Ветка РФЭС ВД</b>				
Затвор монохроматического пучка (MBS1)	2.6 м (от М3)	-	-	Шторка, охлаждаемая водой, из меди с автоматизированным приводом
Монитор пучка (BM1)	3.1 м (от М3)	-	-	Монитор точного положения пучка в онлайн режиме
Блок диагностики пучка (DU1)	3.6 м (от М3)	-	-	Диагностика положения и размера пучка - Люминофор, фотодиод, CCD-камера + Монитор интенсивности пучка (золотая сетка)
Выходная щель монохроматора (S1)	7 м (от М3)	-	-	Четырёхстворчатая щель монохроматического пучка, отсеивает диспергирование излучения до нужного энергетического разрешения и формирует вторичный источник
Блок щелей (AU3)	14.5 м (от М3)	-	-	Четырёхстворчатая щель монохроматического пучка
Ионизационная камера (ICh1)	14 м или близкие (от М3)	-	-	Газонаполненный датчик, предназначенный для измерения интенсивности ионизирующего излучения и калибровки разрешения

(продолжение на следующей странице)

М5	15 м (от М3)	Тороидальное	гор., +3°	Фокусировка пучка в обоих направлениях в экспериментальный объём ФЭС ВД
ФЭС ВД	8 м (от М5)			Фотоэлектронный спектрометр ФЭС ВД
<b>Ветка ФЭС УР</b>				
Затвор монохроматического пучка (MBS2)	3.4 м (от М4)	-	-	Шторка, охлаждаемая водой, из меди с автоматизированным приводом
Монитор пучка (BM2)	3.9 м (от М4)	-	-	Монитор точного положения пучка в онлайн режиме
Блок диагностики пучка (DU2)	4.3 м (от М4)	-	-	Диагностика положения и размера пучка - Люминофор, фотодиод, ССD-камера + Монитор интенсивности пучка (золотая сетка)
Выходная щель монохроматора (S2)	7 м (от М4)	-	-	Четырёхстворчатая щель монохроматического пучка, отсеивает диспергирование излучения до нужного энергетического разрешения и формирует вторичный источник
Блок щелей (AU4)	16.3 м (от М4)	-	-	Четырёхстворчатая щель монохроматического пучка
Ионизационная камера (ICh2)	16 м (от М4)	-	-	Газонаполненный датчик, предназначенный для измерения интенсивности ионизирующего излучения и калибровки разрешения
М6	17 м (от М4)	Эллипсоидальное	гор., -3°	Фокусирует монохроматизированный пучок СИ в аналитической камере станции ФЭС УР
ФЭС УР	1 м (от М6)	-	-	Фотоэлектронный спектрометр ФЭС УР

## 5.2 Описание оптических элементов

Расчёт параметров оптической системы станции проводился с использованием подхода трассировки лучей (далее по тексту ray-tracing) в приближении гауссовского источника излучения. Расчёты проводились в диапазоне энергий 10 – 1400 эВ. Ray-tracing проводился на базе специализированной программы RAY UI, разработанной в центре им.

Гельмгольца, г. Берлин [72, 73]. Программный пакет RAY UI предназначен для моделирования трассировки лучей синхротронного излучения и различных оптических элементов. Как уже упоминалось выше, расчёт источника излучения проводился в приближении точечного гауссовского источника с параметрами, рассчитанными в программном пакете SPECTRA. Расчеты проводились для энергий фотонов 10, 100, 200, 400, 600, 750, 1000, 1200 и 1400 эВ. Чтобы определить набор параметров для каждого оптического элемента, были использованы отпечатки, рассчитанные для излучения с энергией 10 эВ в режиме линейной горизонтальной поляризации, для этой энергии получают наибольшие по площади отпечатки (Таблица 3). Для энергии 10 эВ расходимость пучка ограничена угловым размером зеркала с углом падения  $1^\circ$ ; для других энергий размер зеркала не влияет или слабо влияет на расходимость. Размер отпечатка на зеркале для этой энергии также ограничивается размером зеркала, для остальных энергий размер отпечатка определяется естественной расходимостью излучения (Рисунок 8). Отпечатки излучения на основных оптических элементах, полученные из ray-tracing, для различных энергий излучения приведены в Таблице 3.

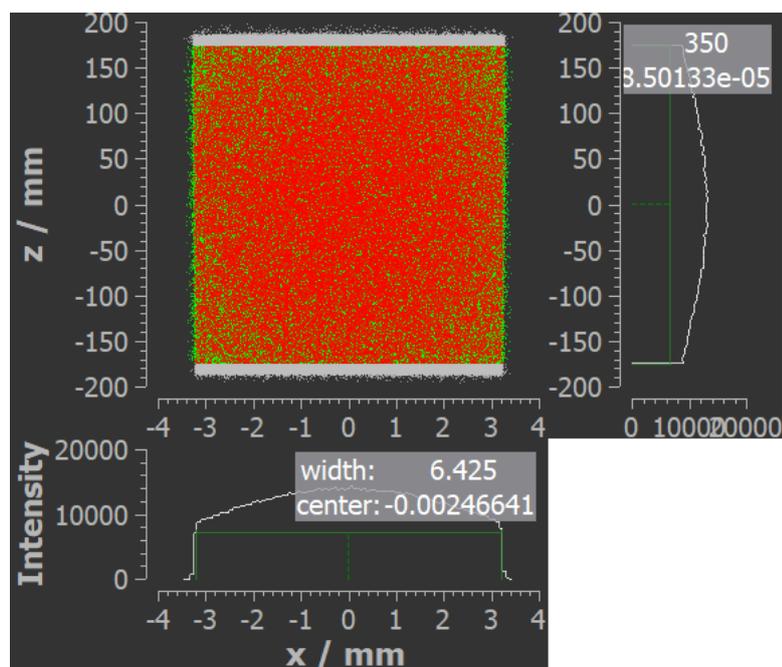


Рисунок 8. Отпечаток излучения (10 эВ) на M1.

Таким образом, на основании моделирования были определены параметры основных оптических элементов Станции 1-6 «Электронная структура», которые представлены в Таблице 4.

**Таблица 3.** Отпечатки излучения на основных оптических элементах, полученные из gauging, для различных энергий излучения.

Оптический элемент	Отпечаток излучения (FWHM <sub>z</sub> × FWHM <sub>x</sub> , мм <sup>2</sup> ) *				
	10 эВ	100 эВ	400 эВ	750 эВ	1000 эВ
M1	350 × 6.5	143.1 × 2.5	74.8 × 1.3	55.3 × 1.0	50.9 × 0.9
M2 (PGM)	29.3 × 4.6	25.4 × 1.9	18.9 × 1.0	18.8 × 0.7	20.0 × 0.7
PG (PGM)	47.9 × 4.5	41.2 × 1.9	29.8 × 1.0	30.4 × 0.7	32.2 × 0.7
M3, M4	132.4 × 14.6	55.2 × 5.6	30.0 × 2.8	21.6 × 2.2	19.1 × 2.0
<b>Ветка ФЭС ВД</b>					
Выходная щель монохроматора (S1)	1 × 0.1*	1 × 0.1	1 × 0.1	1 × 0.1	1 × 0.1
M5	125 × 14.6	62.5 × 6.5	32.7 × 3.3	25.0 × 2.4	22.6 × 2.2
<b>Ветка ФЭС УР</b>					
Выходная щель монохроматора (S2)	1 × 0.1	1 × 0.1	1 × 0.1	1 × 0.1	1 × 0.1
M6	141 × 16.7	81.4 × 8.1	40.7 × 4.2	30.7 × 3	28.4 × 2.6

\* - горизонтальный размер × вертикальный размер.

**Таблица 4.** Параметры основных оптических элементов станции 1-6 "Электронная структура"

**Параметры зеркала M1**

Форма подложки	Тороидальное
Отражающая плоскость	Горизонтальная
Направление отражения	Налево (против часовой стрелки)
Назначение	Фокусирует излучение по горизонтальному направлению на щели S1, S2, а по вертикальному направлению делает пучок параллельным
Материал подложки	Si
Материал покрытия	Au
Шероховатость, RMS	< 3 Å
Толщина покрытия	350±50 Å
Размер оптически активной поверхности	350 (д) x 10 (ш) мм
Размер подложки	370 x 60 x 60 мм (или близкие)
Угол падения пучка	1°
Поперечный радиус	r = 942.4 мм ± 0.5 %
Продольный радиус	R = 952039.0 мм ± 0.5 %
Охлаждение	Водяное

**Параметры зеркала M2 (Плоское зеркало монохроматора)**

Форма подложки	Плоская
Отражающая плоскость	Вертикальная
Направление отражения	Вверх
Назначение	Отражает излучение в плоскости накопителя (вверх), необходима возможность менять угол отражения.
Материал подложки	Si
Материал покрытия	Au
Шероховатость, RMS	< 3 Å
Толщина покрытия	350±50 Å
Размер оптически активной поверхности	370 (д) x 10 (ш) мм
Размер подложки	420 x 60 x 60 мм (или близкие)
Угол падения пучка	0°-12°
Поперечный радиус	r > 10 км
Продольный радиус	R > 50 км
Охлаждение	Водяное

**Параметры плоских дифракционных решёток PG (Монохроматор)**

Набор плоских дифракционные решётки (300, 600, 1200 штрихов/мм).

Форма подложки	Плоская
Отражающая плоскость	Вертикальная
Направление отражения	Вниз
Назначение	Отражает излучение в плоскости накопителя (вниз), разлагать излучение в спектр по вертикальному направлению
Материал подложки	Si
Материал покрытия	Au
Размер оптически-активной поверхность	130 (д) x 10 (ш) мм
Размер подложки	140 x 25 x 45 мм (или близкие)
Угол падения пучка	0 - 12°
Поперечный радиус	r > 10 км
Продольный радиус	R > 50 км
Охлаждение	Водяное

### Параметры зеркал М3, М4

Форма подложки	Цилиндрическая
Отражающая плоскость	Горизонтальная
Направление отражения М3	Налево (против часовой стрелки)
Направление отражения М4	Направо (по часовой стрелке)
Назначение	Два идентичных цилиндрических зеркала, отражают излучение вправо/влево, соответственно. Фокусируют излучение по вертикали – диспергированному направлению, на щели S1, S2.
Материал подложки	Si
Материал покрытия	Au
Шероховатость, RMS	$< 3 \text{ \AA}$
Толщина покрытия	$350 \pm 50 \text{ \AA}$
Размер оптически активной поверхности	120 (д) x 20 (ш) мм
Размер подложки	140 x 40 x 40 мм (или близкие)
Угол падения пучка М3, М4	$\pm 1.5^\circ$ , соответственно
Поперечный радиус	$r = 366 \text{ мм} \pm 0.5 \%$
Продольный радиус	$R > 50 \text{ км}$
Охлаждение	Не требуется

### Параметры зеркала М5

Форма подложки	Тороидальное
Отражающая плоскость	Горизонтальная
Направление отражения	Налево (против часовой стрелки)
Назначение	Фокусирует излучение в экспериментальный объём ФЭС ВД
Материал подложки	Si
Материал покрытия	Au
Шероховатость, RMS	$< 3 \text{ \AA}$
Толщина покрытия	$350 \pm 50 \text{ \AA}$
Размер оптически активной поверхности	130 (д) x 20 (ш) мм
Размер подложки	150 x 40 x 40 мм (или близкие)
Угол падения пучка	$1.5^\circ$
Поперечный радиус	$r = 340.3 \text{ мм} \pm 0.5 \%$
Продольный радиус	$R = 496279.8 \text{ мм} \pm 0.5 \%$
Охлаждение	Не требуется

**Параметры зеркала М6**

Форма подложки	Эллипсоидальное
Отражающая плоскость	Горизонтальная
Направление отражения	Направо (по часовой стрелке)
Назначение	Переносит изображение выходной щели S2 монохроматора СИ в плоскость образца станции ФЭС УР с коэффициентом уменьшения ~ 10.
Материал подложки	Si
Материал покрытия	Au
Шероховатость, RMS	< 3 Å
Толщина покрытия	350±50 Å
Размер оптически-активной поверхности	150 (д) x 20 (ш) мм
Размер подложки	170 x 40 x 40 мм (или близкие)
Угол падения пучка	-1.5°
Расчетное переднее фокусное расстояние	10000 мм
Расчетное заднее фокусное расстояние	1000 мм
Охлаждение	Не требуется

**Монохроматор**

В основу заложен принцип модернизированного монохроматора типа PGM SX-700 [74, 75], который используется на всех перечисленных выше станциях. Модернизация состоит в установке перед монохроматором тороидального зеркала, которое коллимирует пучок в вертикальном направлении и превращает его в параллельный перед падением на решетку. Как известно [17], в случае работы с расходящимся пучком плоская дифракционная решетка является дефокусирующим элементом, причем расстояние до виртуального монохроматического источника  $r'$  подчиняется правилу

$$r' = -r \cdot \frac{\cos^2 \beta}{\cos^2 \alpha}$$

$$c_{ff} = \cos \beta / \cos \alpha$$

где  $r$  – расстояние до реального источника,  $\alpha$  и  $\beta$  – углы падения на решетку и дифракции, соответственно. Соотношение  $c_{ff}$  именуется «fix-focus constant». В случае если при сканировании по спектру величина  $c_{ff}$  остается постоянной, расстояние до виртуального монохроматического источника излучения остается неизменным, и монохроматизированное излучение может быть сфокусировано неподвижным оптическим элементом с неизменными параметрами. Значение  $c_{ff}$  подбирается исходя из соображений компромисса между коэффициентом отражения и интенсивностью кратных порядков. Для монохроматора типа SX-700 выбрано значение  $c_{ff} = 2.25$ .

В предлагаемой оптической схеме расстояние до реального источника, благодаря использованию коллимирующего зеркала, фактически становится бесконечным, и значение

константы  $c_{ff}$  утрачивает свой смысл, как правила постоянной фокусировки. Однако эту константу удобно использовать для управления подавлением кратных порядков: для значения  $c_{ff} = 2.25$  кратные порядки подавляются значительно хуже, чем для  $c_{ff} = 1.4$ . Однако во втором случае значительно падает отражение и, поскольку приходится работать в области, находящейся ближе к нулевому порядку, значительно возрастает фоновая засветка [76]. Таким образом, подбор значения  $c_{ff}$  остается удобным инструментом для выбора режима работы монохроматора.

### Блок щелей AU1

- Тип щелей – вакуумные, водоохлаждаемые, четырёхстворчатые.
- Щели ограничивают размеры рентгеновского пучка в вертикальном и горизонтальном направлениях.
- Движение створок независимое (два ножа/створки двигаются по горизонтали и два по вертикали).
- Створки закрываются с перекрытием (перекрытие 5 мм в обоих направлениях – по горизонтали и вертикали).
- Все четыре ножа/створки должны быть спроектированы таким образом, чтобы каждый из них смог выдержать полную мощность, отражённую от зеркала M1 (до 0.17 кВт).
- Поверхность ножей/створок должна быть покрыта подходящим флуоресцентным материалом (например, тонким слоем YAG) на их входной стороне, а также на этой поверхности должны быть нанесены метки/сетка, которые позволят определять положение пучка. Метки/сетка должны быть видны под пучком. Материал люминофора должен быть достаточно устойчивым к излучению, чтобы выдерживать мощность излучения, приходящую в данную точку.
- Необходимо предусмотреть возможность измерения тока утечки с каждого из четырёх ножей/створок независимо.
- Перемещение створки щели с характеристиками:

Диапазон от 0 мм до 20 мм (горизонтальные створки)

от 0 мм до 20 мм (вертикальные створки)

Отклонение от параллельности противоположных створок не более 20 мкм.

Точность перемещения 3 мкм

Разрешение энкодера 1 мкм

Повторяемость 10 мкм

Наличие ограничительных датчиков перемещений: да

- Управление щелями: шаговые двигатели с управляющим контроллером.

### Блоки щелей AU2, AU3 и AU4

- Тип щелей – вакуумные, неохлаждаемые, четырёхстворчатые.

- Щели ограничивают размеры рентгеновского пучка в вертикальном и горизонтальном направлениях.
- Движение створок независимое (два ножа/створки двигаются по горизонтали и два по вертикали).
- Створки закрываются с перекрытием (перекрытие 5 мм в обоих направлениях – по горизонтали и вертикали).
- Поверхность ножей/створок должна быть покрыта подходящим флуоресцентным материалом (например, тонким слоем YAG) на их входной стороне, а также на этой поверхности должны быть нанесены метки/сетка, которые позволят определять положение пучка. Метки/сетка должны быть видны под пучком. Материал люминофора должен быть достаточно устойчивым к излучению, чтобы выдерживать мощность излучения, приходящую в данную точку.
- Необходимо предусмотреть возможность измерения тока утечки с каждого из четырёх ножей/створок независимо.
- Перемещение створки щели с характеристиками:

Диапазон от 0 мм до 20 мм (горизонтальные створки)

от 0 мм до 20 мм (вертикальные створки)

Отклонение от параллельности противоположных створок не более 20 мкм.

Точность перемещения 3 мкм

Разрешение энкодера 1 мкм

Повторяемость 10 мкм

Наличие ограничительных датчиков перемещений: да

- Управление щелями: шаговые двигатели с управляющим контроллером.

### **Выходные щели S1 и S2**

- Тип щелей – вакуумные, неохлаждаемые, четырёхстворчатые.
- Щели формируют вторичный источник излучения, расположены в точке фокуса.
- Движение створок независимое (два ножа/створки двигаются по горизонтали и два по вертикали).
- Створки закрываются с перекрытием (перекрытие 5 мм в обоих направлениях – по горизонтали и вертикали).
- Поверхность ножей/створок должна быть покрыта подходящим флуоресцентным материалом (например, тонким слоем YAG) на их входной стороне, а также на этой поверхности должны быть нанесены метки/сетка, которые позволят определять положение пучка. Метки/сетка должны быть видны под пучком. Материал люминофора должен быть достаточно устойчивым к излучению, так чтобы выдерживать мощность излучения, приходящую в данную точку.
- Должны быть оснащены двигателями и механизмами для перемещения камер на  $\pm 100$  мм по ходу луча.

- Необходимо предусмотреть возможность независимого измерения тока утечки с каждого из четырёх ножей/створок.
- Перемещение створки щели с характеристиками:

Диапазон от 0 мм до 20 мм (горизонтальные створки)

от 0 мм до 20 мм (вертикальные створки)

Отклонение от параллельности противоположных створок не более 1 мкм (в диапазоне 0-100 мкм).

Отклонение от параллельности противоположных створок не более 10 мкм (в диапазоне 100-1000 мкм).

Точность перемещения 1 мкм

Разрешение энкодера 1 мкм

Повторяемость 1 мкм

Наличие ограничительных датчиков перемещений: да

- Управление щелями: шаговые двигатели с управляющим контроллером.

### **Блоки диагностики пучка DU1 и DU2**

- Диагностический модуль состоит из: флуоресцентного экрана (кристаллы YAG) + монитора интенсивности (монитор интенсивности с золотой сеткой) + монитора интенсивности - фотодиода.

- Флуоресцентные экраны, используемые в диагностических модулях, моторизованы.
- Должен быть оснащён CCD -камерой с цифровым выходом сигнала
- Флуоресцентный экран и сетка должны полностью выводиться с пути пучка (автоматизировано).

### **Мониторы пучка VM1 и VM2**

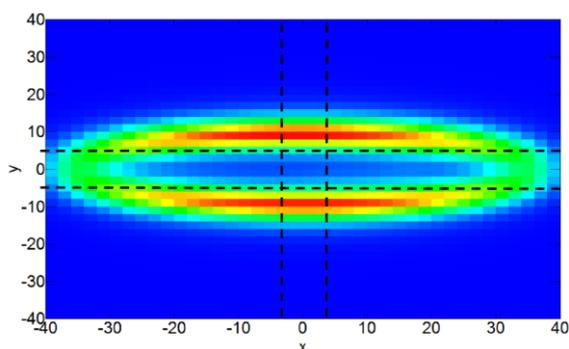
Мониторы пучка представляют собой 6-ходовую крестовину с линейным вводом, который включает в себя четыре металлические створки, частично перехватывающие монохроматический пучок. Для измерения выбранной энергии фотонов и поляризации во время сбора данных используется ток утечки, который также может быть использован для онлайн-диагностики.

### **Ионизационная камера**

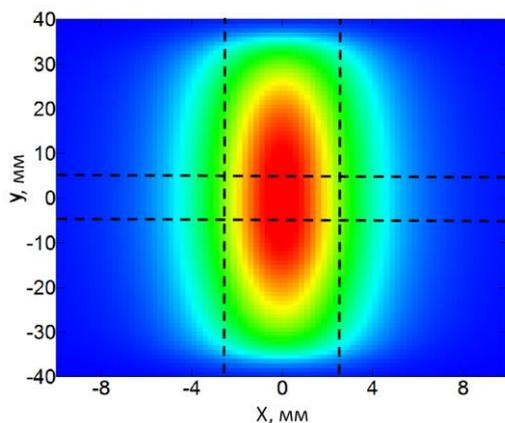
Предназначена для калибровки спектрального разрешения монохроматора, включена в каждую ветвь станции. Каждая газовая ячейка состоит из 6-ходовой крестовины, включающей цилиндрическую камеру ионизации газа с коаксиальными электродами, и вентилем-накателем газа. Порты входа и выхода пучка включают по одной паре диафрагм (с маленьким отверстием для пролёта пучка) и дифференциальной откачкой между ними (для секции ФЭС УР). В качестве альтернативы можно использовать оконные задвижки с тонкой алюминиевой фольгой, вместо диафрагм с дифференциальной откачкой (для секции ФЭС ВД).

### 5.3 Оценка тепловых нагрузок на M1, M2 и G

На **Рисунках 9 и 10** приведены распределения мощности вставного устройства в режимах работы ондулятора с эллиптической поляризацией и линейной горизонтальной поляризацией, соответственно. Пунктирной линией на рисунках обозначены размеры апертуры фронтенда. Максимальный тепловой поток на первый оптический элемент – тороидальное зеркало – будет исходить в режиме работы ондулятора с линейной горизонтальной поляризацией. Для режима с эллиптической поляризацией мощность распределена в виде „кольца“ и ее максимум поглотится на апертуре фронтенда.



**Рисунок 9.** Распределение плотности мощности излучения на отметке 25 м от ондулятора в режиме с эллиптической поляризацией.



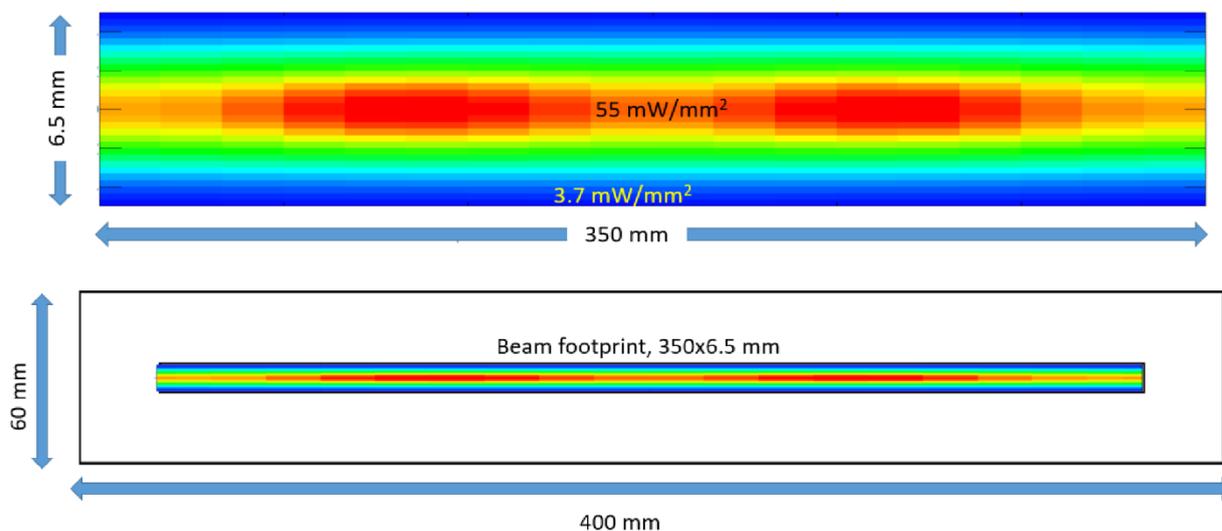
**Рисунок 10.** Распределение плотности мощности излучения на отметке 25 м от ондулятора в режиме с линейной горизонтальной поляризацией.

Тепловые нагрузки на первых элементах оптики пучка в режиме с линейной горизонтальной поляризацией ондулятора представлены в **Таблице 5**. Основная мощность будет поглощаться на M1 и M2. Согласно рассчитанным значениям поглощённой мощности основная тепловая нагрузка будет приходиться на первые два зеркала – M1 и M2.

**Таблица 5.** Тепловые нагрузки на первых элементах оптики пучка в режиме линейной поляризации ондулятора

	Падающая мощность, Вт	Поглощённая мощность, Вт	Отражённая мощность, Вт	Угол падения излучения	Площадь отпечатка
Апертура фронтенда	1 955.6	1 784.2	171.4	90°	6×6
M1	171.4	98.8	72.6	1°	350×6.5
M2	72.6	71.7	0.83	12.6°	29.3×4.6
PG	0.83	0.64	0.18	10°	48x4.5

Пространственное распределение поглощённой мощности на зеркалах M1 и M2 представлено на **Рисунках 11 и 12**. Согласно этим данным, плотность мощности на M1 распределена в диапазоне от 3,7 до 55 мВт/мм<sup>2</sup>, а на M2 от 150 до 550 мВт/мм<sup>2</sup>. Можно предположить, что бокового охлаждения (медные водоохлаждаемые обкладки, расположены с боковых торцов) зеркала M1 будет достаточно для предотвращения его термической деформации, в случае зеркала M2 для того, чтобы сделать выбор между боковым и внутренним охлаждением (с проходом теплоносителя сквозь каналы в теле зеркала), необходимо сделать дополнительное модулирование. В решетке монохроматора, поглощается незначительная мощность 0.64 Вт, и для ее отвода будет достаточно водоохлаждаемых обкладок, расположенных с боковых торцов решетки.



**Рисунок 11.** Распределение плотности мощности на зеркале M1.

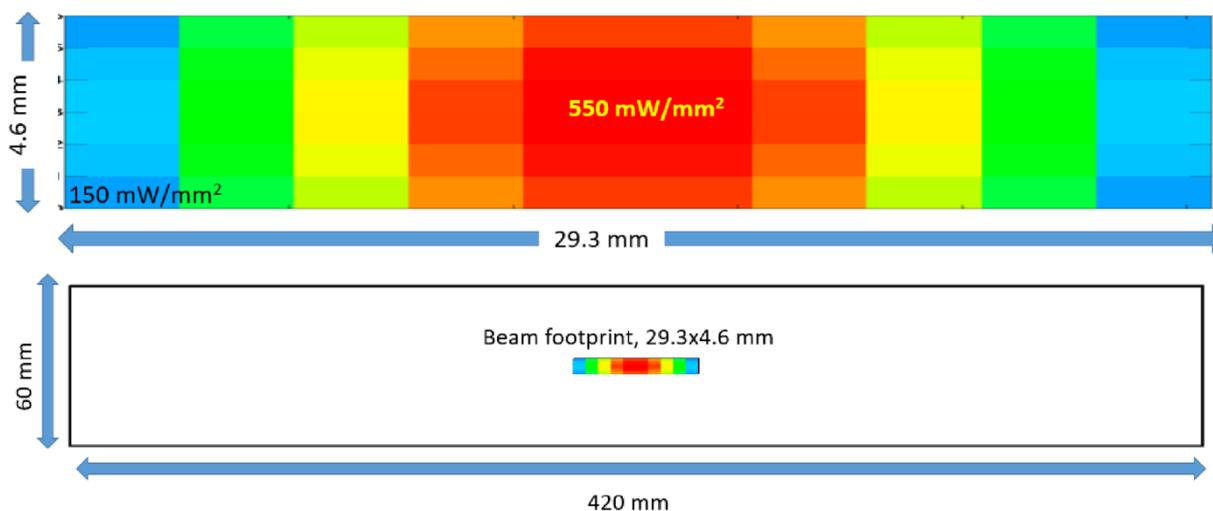


Рисунок 12. Распределение плотности мощности на зеркале M2.

#### 5.4 Оценка разрешения монохроматора

При расчёте оптики отдельной задачей стоит задача определения предельного разрешения монохроматора, которое определяется рядом параметров [77]. Их условно можно разделить на четыре категории: размер источника, шероховатость и погрешность формы зеркал, размер выходной щели, а также дифракционным пределом, который определяется засветкой решётки. Три первых параметра учитываются в программных пакетах, позволяющих проводить ray-tracing, а дифракционный предел добавляется отдельно, предполагая, что квадратичное суммирование является адекватным.

Таким образом, оценка предельного разрешения монохроматора проводилась на основе данных, полученных при проведении ray-tracing расчётов в программном пакете RAY UI. Разрешение монохроматора ( $E/dE$ ) и потока фотонов на образце (photon flux) для различных энергий излучения (решётка 1200 штрихов/мм,  $cff=2.25$ ) в зависимости от размера щели (ветка ФЭС ВД) приведены на **Рисунках 13 и 14**, соответственно. Видно, что для размера щели 10 мкм предельное разрешение монохроматора достигает необходимых значений ( $E/dE=27000$  при 400 эВ и  $E/dE=18\ 000$  при 1000 эВ), при достаточно большом потоке фотонов на образце.

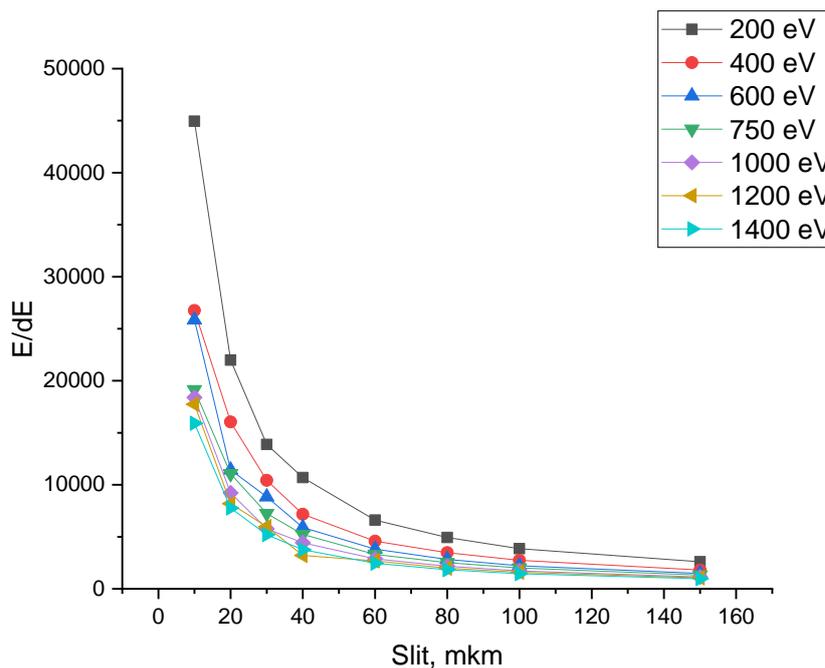


Рисунок 13. Разрешение монохроматора ( $E/dE$ ) для различных энергий излучения в зависимости от размера щели (ветка ФЭС ВД).

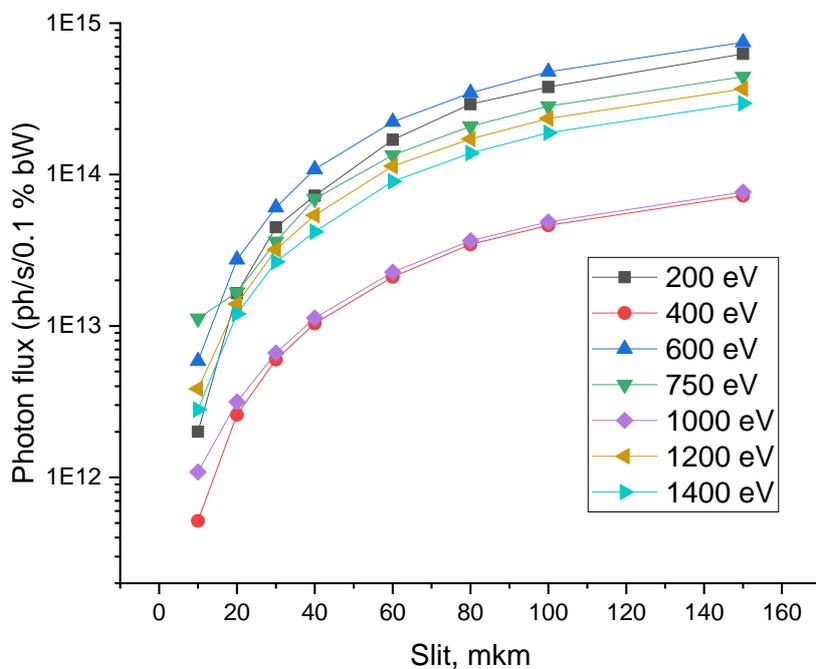


Рисунок 14. Потока фотонов на образце (photon flux) для различных энергий излучения в зависимости от размера щели (ветка ФЭС ВД).

## 5.5 Комплектация оборудования секций Станции 1-6 «Электронная структура»

### 5.5.1 Комплектация оборудования секции 1-6-1 «Фотоэлектронная спектроскопия высокого давления» (ФЭСВД)

Фотоэлектронный спектрометр секции 1-6-1 ФЭСВД предполагает наличие трёх вакуумных камер:

**Камера загрузки образца** - сферическая камера из нержавеющей стали с набором портов для окон, системы откачки, специальной двери быстрого доступа для загрузки образцов.

Камера должна быть оснащена:

- высоковакуумным запорным вентилем;
- Датчиком давления полного диапазона (диапазон давлений  $1 \times 10^{-9}$  – 1000 мбар);
- узлом для хранения образцов (до 6 штук);
- магнитным линейным манипулятором с возможностью поворота образца на  $360^\circ$ ;
- системой высоковакуумной откачки камеры загрузки образца для достижения базового давления не хуже  $5 \times 10^{-9}$  мбар, которая должна состоять из турбомолекулярного насоса, совмещённого со спиральным форвакуумным насосом и автоматизированной системой напуска атмосферы азота.

**Камера подготовки образца** - сферическая камера из нержавеющей стали с набором портов для размещения ионной пушки, источника напыления, оптики дифракции медленных электронов, порта для передачи образца, для размещения системы вакуумной откачки, датчиков давления, окон и дополнительные порты. В этой камере производится подготовка поверхности образца для проведения в дальнейшем ключевых экспериментов в камере анализатора для РФЭС высокого давления (см. ниже). Должна быть предусмотрена возможность обработки образцов в различных газовых средах ( $O_2$ ,  $H_2$  и т.д.) в диапазоне давлений  $10^{-7}$  –  $10^{-4}$  мбар, нагрева образца в диапазоне температур 50-800 °С, а также чистки поверхности образца/травления ионами аргона.

Камера должна быть оснащена:

- высоковакуумным запорными проходными вентилями;
- датчиком давления (типа Байярда-Альперта – диапазон давлений  $1 \times 10^{-10}$  –  $1 \times 10^{-4}$  мбар);
- подставкой (рамой) для размещения камеры;
- комплектом для проведения отжига камеры;
- манипулятором для перемещения образца – магнитный линейный манипулятор с возможностью поворота образца на  $360^\circ$ ;
- - манипулятором с четырьмя степенями свободы (позиционирование XYZ/φ), с возможностью нагрева образца электронным ударом до 800°С;

- ионной пушкой для очистки образцов (диапазон энергий 200 – 5000 eV) с газовой линией для подачи аргона;
- узлом для проведения измерений методом дифракции медленных электронов;
- система напыления тонких плёнок и металлов электронным ударом с четырьмя ячейками испарителя;
- система детектирования состава газовой среды (квадрупольный масс спектрометр);
- кварцевыми микровесами с механизмом выдвижения в камеру;
- системой высоковакуумной откачки камеры подготовки образца для достижения базового давления не хуже  $5 \times 10^{-9}$  мбар, которая должна состоять из турбомолекулярного насоса, совмещённого со спиральным форвакуумным насосом и автоматизированной системой напуска атмосферы.

**Камера анализатора для РФЭС высокого давления** - сферическая камера из нержавеющей стали (с магнитной экранировкой камеры мю-металлом) с портами для размещения полусферического анализатора кинетических энергий фотоэлектронов, дополнительного (лабораторного) монохроматизированного источника рентгеновского излучения, манипулятора, газовой линии, системы вакуумной откачки, датчиков давления, окон и дополнительными портами. Камера предназначена для проведения экспериментов в режиме *in situ*, при давлениях реакционной среды на несколько порядков более высоких, чем в стандартных экспериментах Surface Science в комбинации с масс-спектрометрией и/или газовой хроматографией для контроля состава газовой фазы в ходе протекания реакции (*operando*).

Камера должна быть оснащена:

- комплектом для проведения отжига камеры;
- системой измерения давления в камере анализатора;
- подставкой (рамой) для размещения камеры (материал – алюминий) с системой точного позиционирования камеры по отношению к пучку СИ (с тремя степенями свободы – XYZ);
- системой высоковакуумной откачки камеры анализатора для достижения базового давления не ниже  $5 \times 10^{-9}$  мбар, которая должна состоять из турбомолекулярного насоса, совмещённого со спиральным форвакуумным насосом;
- манипулятором с четырьмя степенями свободы (позиционирование XYZ/φ) с возможностью нагрева образца электронным ударом/резистивно до 1200°C;
- системой нагрева образца ИК-лазером (для проведения экспериментов в режиме высокого давления), включающей в себя систему лазерной безопасности;
- системой контроля температуры образца;
- системой видеонаблюдения положения образца относительно пучка СИ - камера высокого разрешения для позиционирования образцов (разрешение 25 мкм, при площади наблюдения  $8 \times 10$  мм и рабочей дистанции 200 мм), лазерный целеуказатель для позиционирования образца;

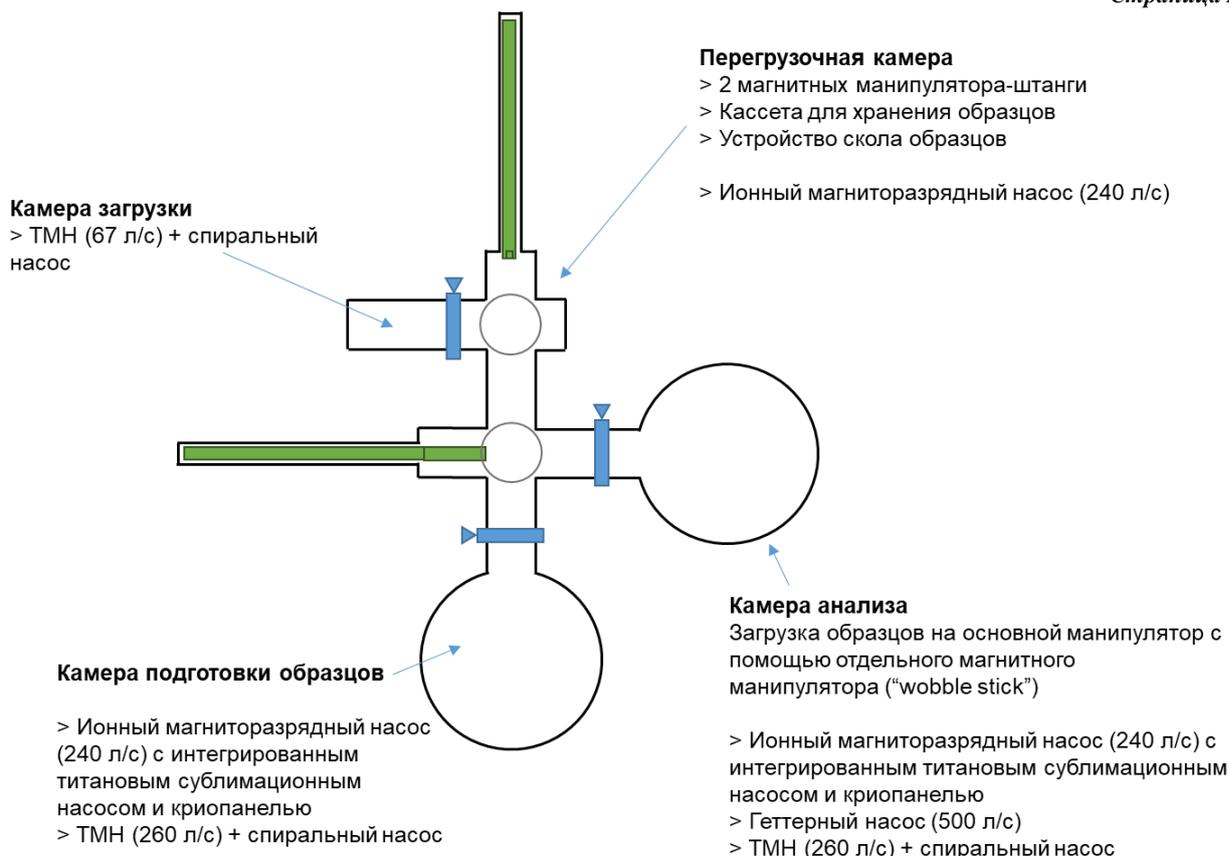
- системой подачи газов. Шесть контроллеров потока газов, шесть газовых линий, система откачки газовых линий, система автоматического контроля давления в диапазоне давлений 0.25 – 25 мбар.
- полусферическим анализатором кинетических энергий фотоэлектронов для проведения экспериментов при высоком давлении. Полусферический анализатор должен быть оснащён системой фокусирующих линз, 1D - детектором и позволять производить измерение фотоэлектронных спектров в диапазоне давлений от сверхвысокого вакуума до 25 мбар;
- системой дифференциальной высоковакуумной откачки полусферического анализатора и системы фокусирующих линз (для достижения достаточного перепада давления между камерой анализатора и анализатором при проведении экспериментов в режиме высокого давления). Должна состоять из четырех турбомолекулярных насосов, подключенных к системе безмасляной форвакуумной откачки (спиральные насосы), кроме того в систему должно входить два комплекта для измерения давления;
- системой анализа состава газовой среды (квадрупольный масс спектрометр и газовый хроматограф);
- лабораторный источник рентгеновского излучения для проведения экспериментов при высоком давлении, включающий рентгеновскую трубку (с двойным Al/Mg анодом), систему дифференциальной вакуумной откачки, замкнутую систему водяного охлаждения (давление > 8 бар, скорость потока > 4л/мин);
- специализированным портом ввода пучка СИ – система дополнительной откачки оптической линии на входе в камеру анализатора, разработанная для ФЭС высокого давления, включающая камеру с четырьмя ступенями дифференциальной высоковакуумной откачки, ручной запорный вентиль с окном из Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> и узлом мониторинга пучка СИ.

### **5.5.2 Комплектация оборудования секции 1-6-2 «Фотоэлектронная спектроскопия с угловым и спиновым разрешением» (ФЭС УР)**

Фотоэлектронный спектрометр секции 1-6-2 ФЭС УР предполагает наличие четырёх вакуумных камер:

**Камера загрузки образцов** - компактная камера из нержавеющей стали с набором портов для окон, системы откачки, специальной двери быстрого доступа для загрузки образцов. Камера загрузки должна быть оснащена:

- высоковакуумным запорным вентилем;
- датчиком давления широкого диапазона (диапазон измеряемых давлений  $1 \times 10^{-9}$  – 1000 мбар);
- узел для хранения образцов (до 6 штук);
- система высоковакуумной откачки камеры загрузки образца для достижения базового давления ниже  $5 \times 10^{-8}$  мбар, которая должна состоять из турбомолекулярного насоса, совмещённого со спиральным форвакуумным насосом и автоматизированной системой напуска атмосферы.



**Рисунок 15.** Схематичное изображение вакуумной установки ФЭС УР.

**Камера подготовки образцов** - сферическая камера из нержавеющей стали с набором портов для установки манипуляторов, ионной пушки, электронно-лучевого распылителя, системы дифракции медленных электронов, порта для передачи образца, для размещения системы вакуумной откачки, датчиков давления, окон и дополнительные порты. Камера подготовки должна быть оснащена:

- высоковакуумным запорным вентилем;
- датчиком давления (типа Байярда-Альперта, диапазон измеряемых давлений  $1 \times 10^{-10} - 1 \times 10^{-4}$  мбар);
- подставкой (рамой) для размещения камеры (материал – алюминий);
- комплектом для проведения отжига камеры;
- магнитным линейным манипулятором с возможностью поворота образца на  $360^\circ$ ;
- моторизованным манипулятором с четырьмя степенями свободы (позиционирование XYZ/P), с возможностью нагрева образца электронным ударом до  $800^\circ\text{C}$ ;
- ионной пушкой с возможностью точной фокусировки и сканирования с газовой линией для подачи аргона и системой дифференциальной откачки, которая должна состоять из турбомолекулярного насоса, совмещённого со спиральным форвакуумным насосом;
- узлом для проведения измерений методом дифракции медленных электронов;

- системой напыления тонких плёнок и металлов электронным ударом с 4мя ячейками испарителя;
- кварцевыми микровесами с механизмом выдвижения в камеру;
- системой высоковакуумной откачки камеры подготовки образца для достижения базового давления менее  $5 \times 10^{-10}$  мбар, которая должна состоять из титанового сублимационного насоса с криопанелью (скорость откачки  $N_2$  480 л/с), турбомолекулярного насоса, совмещённого со спиральным форвакуумным насосом и автоматизированной системой напуска атмосферы.

**Перегрузочная камера** - камера из нержавеющей стали, соединяющая камеру загрузки образца, камеру подготовки образца и камеру анализатора, с набором портов для установки манипуляторов, окон и системы откачки. Камера перегрузки должна быть оснащена:

- двумя магнитными линейными манипуляторами с возможностью поворота образца на  $360^\circ$ , обеспечивающими возможность перемещения образцов между камерами загрузки, подготовки и анализатора без экспонирования их друг на друга;
- устройством скола образцов (типа «wobblestick»);
- узлом для хранения образцов (до 6 штук);
- датчиком давления (типа Байярда-Альперта, диапазон измеряемых давлений  $1 \times 10^{-10} - 1 \times 10^{-4}$  мбар);
- системой высоковакуумной откачки для достижения базового давления ниже  $5 \times 10^{-10}$  мбар, которая должна состоять из ионно-геттерного насоса (скорость откачки  $N_2$  240 л/с) и турбомолекулярного насоса, совмещённого со спиральным форвакуумным насосом.

**Камера анализа для электронной спектроскопии** - сферическая камера из мю-металла с портами для размещения полусферического анализатора кинетических энергий фотоэлектронов, дополнительного (лабораторного) источника монохроматического ультрафиолетового излучения, манипулятора, системы вакуумной откачки, датчика давления, окон и дополнительных портов.

Камера анализатора должна быть оснащена:

- комплектом для проведения отжига камеры;
- высоковакуумным запорным вентилем;
- датчиком давления (типа Байярда-Альперта, диапазон измеряемых давлений  $5 \times 10^{-11} - 1 \times 10^{-4}$  мбар);
- подставкой (рамой) для размещения камеры (материал – алюминий) с системой точного позиционирования камеры по отношению к пучку СИ (с тремя степенями свободы – XYZ);
- системой сверхвысокововакуумной откачки камеры анализатора для достижения базового давления ниже  $9 \times 10^{-11}$  мбар, которая должна состоять из ионно-геттерного насоса (скорость откачки  $N_2$  240 л/с) со встроенным титановым сублимационным насосом и криопанелью (скорость откачки  $N_2$  720 л/с), геттерного насоса (скорость откачки  $N_2$  500 л/с) турбомолекулярного насоса (скорость откачки  $N_2$  240 л/с), совмещённого со спиральным форвакуумным насосом;

- моторизованным манипулятором с пятью степенями свободы (позиционирование XYZ/P/Az) с системой охлаждения на основе гелиевого криостата замкнутого цикла ( $T < 10\text{ K}$ ) с компрессором и гелиевыми линиями;
- магнитным линейным манипулятором с возможностью поворота образца на  $360^\circ$ ;
- устройством перемещения образцов между манипуляторами (типа «wobblestick»);
- системой контроля температуры образца;
- системой видеонаблюдения положения образца относительно пучка СИ - камера высокого разрешения для позиционирования образцов (разрешение 3 мкм, при площади наблюдения  $7 \times 7$  мм и рабочей дистанции 200 мм);
- полусферическим анализатором кинетических энергий фотоэлектронов. Полусферический анализатор должен быть оснащён системой фокусирующих линз с дефлектором, 2D детектором и 3D детектором спина фотоэлектронов.
- системой высоковакуумной откачки системы спин-детектора, состоящей из высоковакуумного запорного вентиля, датчика давления и турбомолекулярного насоса, совмещённого со спиральным форвакуумным насосом;
- лабораторным газоразрядным источником ультрафиолетового излучения (рабочий газ - гелий), включающий систему дифференциальной вакуумной откачки и систему напуска газа;
- портом ввода синхротронного излучения с высоковакуумным запорным вентилем и узлом мониторинга пучка СИ.

## **Заключение**

Таким образом, в представленной статье описаны ключевые технические параметры и основные направления исследовательской программы экспериментальной станции 1-6 «Электронная структура» источника синхротронного излучения поколения 4+ ЦКП «СКИФ», ввод в эксплуатацию которой планируется на конец 2024 года. Станция 1-6 «Электронная структура» станет единственной в составе комплекса станций первой очереди, предназначенной для реализации рентгеноспектроскопических методов (прежде всего, фотоэлектронной спектроскопии и ее методических разновидностей) мягкого диапазона  $< 2$  кэВ. В качестве генератора излучения станция будет использовать длиннопериодный электромагнитный ондулятор оригинальной конструкции (разработка специалистов ИЯФ СО РАН), оптимизированный на рабочий диапазон энергий фотонов с возможностью быстрого переключения между режимами генерации излучения с линейной и эллиптической поляризацией.

Предлагаемая Оптическая схема станции позволит реализовать две независимые секции с взаимодополняющими функциональными возможностями. Секции будут работать поочередно по заранее согласованному рабочему графику. Синхротронный пучок с оптической оси одной секции перенаправляется на оптическую ось второй секции с помощью зеркала.

Секция 1-6-1 «Фотоэлектронная спектроскопия высокого давления» (ФЭС ВД) позволит проводить на мировом уровне исследования каталитических систем и

функциональных материалов в режимах *in situ* и *operando* при повышенных температурах в реакционной среде. На секции 1-6-2 «Фотоэлектронная спектроскопия с угловым и спиновым разрешением» (ФЭС УР) будет реализован комплекс фотоэмиссионных методик, нацеленных на решение актуальных задач физики полупроводников, развития компонентной базы и новых принципов дизайна устройств молекулярной электроники, наноэлектроники и спинтроники.

Обе секции отвечают современным требованиям и будут в равной мере востребованы российским пользовательским сообществом.

## Список литературы

- [1] Домашевская Э.П., Шулаков А.С., Сухоруков В.Л., Амусья М.Я. Научные Школы Рентгеновской и Рентгеноэлектронной Спектроскопии России. Издательство: Издательский Дом ВГУ. Воронеж. 2015. 329 с. ISBN: 978-5-9273-2258-9.
- [2] Boronin A.I., Bukhtiyarov V.I., Vishnevskii A.L., Boreskov G.K., Savchenko V.I. XPS and UPS Studies of Oxygen Adsorption over Clean and Carbon-Modified Silver Surfaces. *Surface Science*. 1988. V. 201. P. 195–210. DOI: 10.1016/0039-6028(88)90606-1.
- [3] Bukhtiyarov A. V., Nikolenko A.D., Prosvirin I.P., Tereshchenko O.E., Kvon R.I. “Electronic Structure” Beamline 1-6 at SKIF Synchrotron Facility. In *Synchrotron and Free electron laser Radiation: generation and application (SFR-2020) July 13 – 16; ИЯФ СО РАН*, ISBN 978-5-9049-6807-6, 2020; P. 12–13.
- [4] Bukhtiyarov A. V., Bukhtiyarov V.I., Nikolenko A.D., Prosvirin I.P., Kvon R.I., Tereshchenko O.E. “Electronic Structure” Beamline 1-6 at SKIF Synchrotron Facility. In *AIP Conference Proceedings*; 2020; Vol. 2299, p 060003. DOI: 10.1063/5.0030740.
- [5] Zhong L., Chen D., Zafeiratos S. A Mini Review of *in Situ* Near-Ambient Pressure XPS Studies on Non-Noble, Late Transition Metal Catalysts. *Catalysis Science & Technology*. 2019. V. 9. P. 3851–3867. DOI: 10.1039/C9CY00632J.
- [6] Lukashuk L., Foettinger K. *In Situ* and *Operando* Spectroscopy: A Powerful Approach Towards Understanding Catalysts. *Johnson Matthey Technology Review*. 2018. V. 62. P. 316–331. DOI: 10.1595/205651318X15234323420569.
- [7] Li M., Luo W., Züttel A. Near Ambient-Pressure X-Ray Photoelectron Spectroscopy Study of CO<sub>2</sub> Activation and Hydrogenation on Indium/Copper Surface. *Journal of Catalysis*. 2021. V. 395. P. 315–324. DOI: 10.1016/j.jcat.2021.01.010.
- [8] Blomberg S., Johansson N., Kokkonen E., Rissler J., Kollberg L., Preger C., Franzén S.M., Messing M.E., Hultberg C. Bimetallic Nanoparticles as a Model System for an Industrial NiMo Catalyst. *Materials*. 2019. V. 12. P. 3727. DOI: 10.3390/ma12223727.
- [9] Junker B., Favaro M., Starr D.E., Hävecker M., Weimar U., Barsan N. NAP-XPS as a New Tool for *in-Situ* Studies of SMOX Gas Sensors. *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2022. V. 55. P. 064002. DOI: 10.1088/1361-6463/ac3283.
- [10] Zanders D., Ciftiyurek E., Subaşı E., Huster N., Bock C., Kostka A., Rogalla D., Schierbaum

K., Devi A. PEALD of HfO<sub>2</sub> Thin Films: Precursor Tuning and a New Near-Ambient-Pressure XPS Approach to in Situ Examination of Thin-Film Surfaces Exposed to Reactive Gases. ACS Applied Materials & Interfaces. 2019. V. 11. P. 28407–28422. DOI: 10.1021/acsami.9b07090.

[11] Kim S., Chang Y.-F., Park B.-G. Understanding Rectifying and Nonlinear Bipolar Resistive Switching Characteristics in Ni/SiN<sub>x</sub>/p-Si Memory Devices. RSC Advances. 2017. V. 7. P. 17882–17888. DOI: 10.1039/C6RA28477A.

[12] Chang Y.-F., Fowler B., Chen Y.-C., Chen Y.-T., Wang Y., Xue F., Zhou F., Lee J.C. Intrinsic SiO<sub>x</sub>-Based Unipolar Resistive Switching Memory. I. Oxide Stoichiometry Effects on Reversible Switching and Program Window Optimization. Journal of Applied Physics. 2014. V. 116. P. 043708. DOI: 10.1063/1.4891242.

[13] Wu L.-F., Zhang Y.-M., Lv H.-L., Zhang Y.-M. Atomic-Layer-Deposited Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and HfO<sub>2</sub> on InAlAs: A Comparative Study of Interfacial and Electrical Characteristics. Chinese Physics B. 2016. V. 25. P. 108101. DOI: 10.1088/1674-1056/25/10/108101.

[14] Aksenov M.S., Kokhanovskii A.Y., Polovodov P.A., Devyatova S.F., Golyashov V.A., Kozhukhov A.S., Prosvirin I.P., Khandarkhaeva S.E., Gutakovskii A.K., Valisheva N.A., Tereshchenko O.E. InAs-Based Metal-Oxide-Semiconductor Structure Formation in Low-Energy Townsend Discharge. Applied Physics Letters. 2015. V. 107. P. 173501. DOI: 10.1063/1.4934745.

[15] Yao S.-S., Jin F.-L., Rhee K.Y., Hui D., Park S.-J. Recent Advances in Carbon-Fiber-Reinforced Thermoplastic Composites: A Review. Composites Part B: Engineering. 2018. V. 142. P. 241–250. DOI: 10.1016/j.compositesb.2017.12.007.

[16] Yim Y.-J., Bae K.-M., Park S.-J. Influence of Oxyfluorination on Geometrical Pull-Out Behavior of Carbon-Fiber-Reinforced Epoxy Matrix Composites. Macromolecular Research. 2018. V. 26. P. 794–799. DOI: 10.1007/s13233-018-6115-z.

[17] Arjmand M., Chizari K., Krause B., Pötschke P., Sundararaj U. Effect of Synthesis Catalyst on Structure of Nitrogen-Doped Carbon Nanotubes and Electrical Conductivity and Electromagnetic Interference Shielding of Their Polymeric Nanocomposites. Carbon. 2016. V. 98. P. 358–372. DOI: 10.1016/j.carbon.2015.11.024.

[18] Georgakilas V., Perman J.A., Tucek J., Zboril R. Broad Family of Carbon Nanoallotropes: Classification, Chemistry, and Applications of Fullerenes, Carbon Dots, Nanotubes, Graphene, Nanodiamonds, and Combined Superstructures. Chemical Reviews. 2015. V. 115. P. 4744–4822. DOI: 10.1021/cr500304f.

[19] Wepasnick K.A., Smith B.A., Schrote K.E., Wilson H.K., Diegelmann S.R., Fairbrother D.H. Surface and Structural Characterization of Multi-Walled Carbon Nanotubes Following Different Oxidative Treatments. Carbon. 2011. V. 49. P. 24–36. DOI: 10.1016/j.carbon.2010.08.034.

[20] Maiti U.N., Lee W.J., Lee J.M., Oh Y., Kim J.Y., Kim J.E., Shim J., Han T.H., Kim S.O. 25th Anniversary Article: Chemically Modified/Doped Carbon Nanotubes & Graphene for Optimized Nanostructures & Nanodevices. Advanced Materials. 2014. V. 26. P. 40–67. DOI: 10.1002/adma.201303265.

[21] Li Y., Chopra N. Chemically Modified and Doped Carbon Nanotube-Based Nanocomposites

with Tunable Thermal Conductivity Gradient. Carbon. 2014. V. 77. P. 675–687. DOI: 10.1016/j.carbon.2014.05.073.

[22] Dietrich P., Gehrlein L., Maibach J., Thissen A. Probing Lithium-Ion Battery Electrolytes with Laboratory Near-Ambient Pressure XPS. Crystals. 2020. V. 10. P. 1056. DOI: 10.3390/cryst10111056.

[23] Itkis D.M., Velasco-Velez J.J., Knop-Gericke A., Vyalikh A., Avdeev M. V., Yashina L. V. Probing Operating Electrochemical Interfaces by Photons and Neutrons. ChemElectroChem. 2015. V. 2. P. 1427–1445. DOI: 10.1002/celec.201500155.

[24] Makhova L., Mikhlin Y., Romanchenko A. A Combined XPS, XANES and STM/STS Study of Gold and Silver Deposition on Metal Sulphides. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. 2007. V. 575. P. 75–77. DOI: 10.1016/j.nima.2007.01.029.

[25] Jalil P.A., Faiz M., Tabet N., Hamdan N.M., Hussain Z. A Study of the Stability of Tungstophosphoric Acid,  $H_3PW_{12}O_{40}$ , Using Synchrotron XPS, XANES, Hexane Cracking, XRD, and IR Spectroscopy. Journal of Catalysis. 2003. V. 217. P. 292–297. DOI: 10.1016/S0021-9517(03)00066-6.

[26] Steinberger R., Walter J., Greunz T., Duchoslav J., Arndt M., Molodtsov S., Meyer D.C., Stifter D. XPS Study of the Effects of Long-Term  $Ar^+$  Ion and Ar Cluster Sputtering on the Chemical Degradation of Hydrozincite and Iron Oxide. Corrosion Science. 2015. V. 99. P. 66–75. DOI: 10.1016/j.corsci.2015.06.019.

[27] Timofeev V., Mashanov V., Nikiforov A., Skvortsov I., Gavrilova T., Gulyaev D., Gutakovskii A., Chetyrin I. Effect of Sn for the Dislocation-Free SiSn Nanostructure Formation on the Vapor-Liquid-Crystal Mechanism. AIP Advances. 2020. V. 10. P. 015309. DOI: 10.1063/1.5139936.

[28] Liu N., Baek J., Kim S.M., Hong S., Hong Y.K., Kim Y.S., Kim H.S., Kim S., Park J. Improving the Stability of High-Performance Multilayer  $MoS_2$  Field-Effect Transistors. ACS Applied Materials and Interfaces. 2017. V. 9. P. 42943–42950. DOI: 10.1021/acsami.7b16670.

[29] Mikhlin Y. X-Ray Photoelectron Spectroscopy in Mineral Processing Studies. Applied Sciences. 2020. V. 10. P. 5138. DOI: 10.3390/app10155138.

[30] Qian G., Li Y., Gerson A.R. Applications of Surface Analytical Techniques in Earth Sciences. Surface Science Reports. 2015. V. 70. P. 86–133. DOI: 10.1016/j.surfrep.2015.02.001.

[31] Acres R.G., Harmer S.L., Shui H.W., Chen C.-H., Beattie D.A. Synchrotron Scanning Photoemission Microscopy of Homogeneous and Heterogeneous Metal Sulfide Minerals. Journal of Synchrotron Radiation. 2011. V. 18. P. 649–657. DOI: 10.1107/S0909049511007175.

[32] Zhao J., Pring A. Mineral Transformations in Gold–(Silver) Tellurides in the Presence of Fluids: Nature and Experiment. Minerals. 2019. V. 9. P. 167. DOI: 10.3390/min9030167.

[33] Mikhlin Y.L., Pal'yanova G.A., Tomashevich Y. V., Vishnyakova E.A., Vorobyev S.A., Kokh K.A. XPS and Ag L3-Edge XANES Characterization of Silver and Silver–Gold

- Sulfoselenides. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 2018. V. 116. P. 292–298. DOI: 10.1016/j.jpics.2018.01.047.
- [34] Gedik N., Vishik I. Photoemission of Quantum Materials. *Nature Physics*. 2017. V. 13. P. 1029–1033. DOI: 10.1038/nphys4273.
- [35] Richard P., Sato T., Nakayama K., Takahashi T., Ding H. Fe-Based Superconductors: An Angle-Resolved Photoemission Spectroscopy Perspective. *Reports on Progress in Physics*. 2011. V. 74. P. 124512. DOI: 10.1088/0034-4885/74/12/124512.
- [36] Lu D., Vishik I.M., Yi M., Chen Y., Moore R.G., Shen Z.-X. Angle-Resolved Photoemission Studies of Quantum Materials. *Annual Review of Condensed Matter Physics*. 2012. V. 3. P. 129–167. DOI: 10.1146/annurev-conmatphys-020911-125027.
- [37] Yang H., Liang A., Chen C., Zhang C., Schroeter N.B.M., Chen Y. Visualizing Electronic Structures of Quantum Materials by Angle-Resolved Photoemission Spectroscopy. *Nature Reviews Materials*. 2018. V. 3. P. 341–353. DOI: 10.1038/s41578-018-0047-2.
- [38] Baig N., Kammakakam I., Falath W. Nanomaterials: A Review of Synthesis Methods, Properties, Recent Progress, and Challenges. *Materials Advances*. 2021. V. 2. P. 1821–1871. DOI: 10.1039/D0MA00807A.
- [39] Zieleniewska A., Lodermeier F., Roth A., Guldi D.M. Fullerenes – How 25 Years of Charge Transfer Chemistry Have Shaped Our Understanding of (Interfacial) Interactions. *Chemical Society Reviews*. 2018. V. 47. P. 702–714. DOI: 10.1039/C7CS00728K.
- [40] Rao R., Pint C.L., Islam A.E., Weatherup R.S., Hofmann S., Meshot E.R., Wu F., Zhou C., Dee N., Amama P.B., Carpena-Nuñez J., Shi W., Plata D.L., Penev E.S., Yakobson B.I., Balbuena P.B., Bichara C., Futaba D.N., Noda S., Shin H., Kim K.S., Simard B., Mirri F., Pasquali M., Fornasiero F., Kauppinen E.I., Arnold M., Cola B.A., Nikolaev P., Arepalli S., Cheng H.-M., Zakharov D.N., Stach E.A., Zhang J., Wei F., Terrones M., Geohegan D.B., Maruyama B., Maruyama S., Li Y., Adams W.W., Hart A.J. Carbon Nanotubes and Related Nanomaterials: Critical Advances and Challenges for Synthesis toward Mainstream Commercial Applications. *ACS Nano*. 2018. V. 12. P. 11756–11784. DOI: 10.1021/acsnano.8b06511.
- [41] Novoselov K.S., Andreeva D. V., Ren W., Shan G. Graphene and Other Two-Dimensional Materials. *Frontiers of Physics*. 2019. V. 14. P. 13301. DOI: 10.1007/s11467-018-0835-6.
- [42] Reinert F., Hüfner S. Photoemission Spectroscopy—from Early Days to Recent Applications. *New Journal of Physics*. 2005. V. 7. P. 97–97. DOI: 10.1088/1367-2630/7/1/097.
- [43] Ning C.-Z., Dou L., Yang P. Bandgap Engineering in Semiconductor Alloy Nanomaterials with Widely Tunable Compositions. *Nature Reviews Materials*. 2017. V. 2. P. 17070. DOI: 10.1038/natrevmats.2017.70.
- [44] García de Arquer F.P., Talapin D. V., Klimov V.I., Arakawa Y., Bayer M., Sargent E.H. Semiconductor Quantum Dots: Technological Progress and Future Challenges. *Science*. 2021. V. 373. DOI: 10.1126/science.aaz8541.
- [45] Lotsch B. V. Vertical 2D Heterostructures. *Annual Review of Materials Research*. 2015. V.

45. P. 85–109. DOI: 10.1146/annurev-matsci-070214-020934.

[46] Liu Y., Weiss N.O., Duan X., Cheng H.-C., Huang Y., Duan X. Van Der Waals Heterostructures and Devices. *Nature Reviews Materials*. 2016. V. 1. P. 16042. DOI: 10.1038/natrevmats.2016.42.

[47] Sobota J.A., He Y., Shen Z.-X. Angle-Resolved Photoemission Studies of Quantum Materials. *Reviews of Modern Physics*. 2021. V. 93. P. 025006. DOI: 10.1103/RevModPhys.93.025006.

[48] Nitta N., Wu F., Lee J.T., Yushin G. Li-Ion Battery Materials: Present and Future. *Materials Today*. 2015. V. 18. P. 252–264. DOI: 10.1016/j.mattod.2014.10.040.

[49] Manthiram A. A Reflection on Lithium-Ion Battery Cathode Chemistry. *Nature Communications*. 2020. V. 11. P. 1550. DOI: 10.1038/s41467-020-15355-0.

[50] Zhang L., Jaroniec M. Strategies for Development of Nanoporous Materials with 2D Building Units. *Chemical Society Reviews*. 2020. V. 49. P. 6039–6055. DOI: 10.1039/D0CS00185F.

[51] Farrokhpour H., Ghandehari M. Photoelectron Spectra of Some Important Biological Molecules: Symmetry-Adapted-Cluster Configuration Interaction Study. *The Journal of Physical Chemistry B*. 2013. V. 117. P. 6027–6041. DOI: 10.1021/jp311213c.

[52] Peles D.N., Simon J.D. Challenges in Applying Photoemission Electron Microscopy to Biological Systems. *Photochemistry and Photobiology*. 2009. V. 85. P. 8–20. DOI: 10.1111/j.1751-1097.2008.00484.x.

[53] Kuznetsov M. V., Yashina L. V., Sánchez-Barriga J., Ogorodnikov I.I., Vorokh A.S., Volykhov A.A., Koch R.J., Neudachina V.S., Tamm M.E., Sirotina A.P., Varykhalov A.Y., Springholz G., Bauer G., Riley J.D., Rader O. Atomic Structure of Bi<sub>2</sub>Se<sub>3</sub> and Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> (111) Surfaces Probed by Photoelectron Diffraction and Holography. *Physical Review B*. 2015. V. 91. P. 085402. DOI: 10.1103/PhysRevB.91.085402.

[54] Kuznetsov M. V., Ogorodnikov I.I., Usachov D.Y., Laubschat C., Vyalikh D. V., Matsui F., Yashina L. V. Photoelectron Diffraction and Holography Studies of 2D Materials and Interfaces. *Journal of the Physical Society of Japan*. 2018. V. 87. P. 061005. DOI: 10.7566/JPSJ.87.061005.

[55] Usachov D.Y., Tarasov A. V., Bokai K.A., Shevelev V.O., Vilkov O.Y., Petukhov A.E., Rybkin A.G., Ogorodnikov I.I., Kuznetsov M. V., Muntwiler M., Matsui F., Yashina L. V., Laubschat C., Vyalikh D. V. Site- and Spin-Dependent Coupling at the Highly Ordered h-BN/Co(0001) Interface. *Physical Review B*. 2018. V. 98. P. 195438. DOI: 10.1103/PhysRevB.98.195438.

[56] Kuznetsov M. V., Ogorodnikov I.I., Vorokh A.S. X-Ray Photoelectron Diffraction and Photoelectron Holography as Methods for Investigating the Local Atomic Structure of the Surface of Solids. *Russian Chemical Reviews*. 2014. V. 83. P. 13–37. DOI: 10.1070/RC2014v083n01ABEH004400.

[57] Usachov D.Y., Fedorov A. V., Vilkov O.Y., Petukhov A.E., Rybkin A.G., Ernst A., Otrokov M.M., Chulkov E. V., Ogorodnikov I.I., Kuznetsov M. V., Yashina L. V., Kataev E.Y., Erofeevskaya

A. V., Voroshnin V.Y., Adamchuk V.K., Laubschat C., Vyalikh D. V. Large-Scale Sublattice Asymmetry in Pure and Boron-Doped Graphene. *Nano Letters*. 2016. V. 16. P. 4535–4543. DOI: 10.1021/acs.nanolett.6b01795.

[58] Ogorodnikov I.I., Kuznetsov M. V., Matsui F., Usachov D.Y., Yashina L. V. Enhanced Surface Sensitivity of X-Ray Photoelectron Holography through the Example of Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>(111) Surface. *Applied Surface Science*. 2020. V. 505. P. 144531. DOI: 10.1016/j.apsusc.2019.144531.

[59] Usachov D.Y., Tarasov A. V., Schulz S., Bokai K.A., Tupitsyn I.I., Poelchen G., Seiro S., Caroca-Canales N., Kliemt K., Mende M., Kummer K., Krellner C., Muntwiler M., Li H., Laubschat C., Geibel C., Chulkov E. V., Fujimori S.I., Vyalikh D. V. Photoelectron Diffraction for Probing Valency and Magnetism of 4 F-Based Materials: A View on Valence-Fluctuating EuIr<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>. *Physical Review B*. 2020. V. 102. P. 205102. DOI: 10.1103/PhysRevB.102.205102.

[60] Knop-Gericke A., Kleimenov E., Hävecker M., Blume R., Teschner D., Zafeirotos S., Schlögl R., Bukhtiyarov V.I., Kaichev V. V., Prosvirin I.P., Nizovskii A.I., Bluhm H., Barinov A., Dudin P., Kiskinova M. Chapter 4 X-Ray Photoelectron Spectroscopy for Investigation of Heterogeneous Catalytic Processes. In *Advances in Catalysis*; Elsevier Inc., 2009; Vol. 52, pp 213–272. DOI: 10.1016/S0360-0564(08)00004-7.

[61] Starr D.E., Liu Z., Hävecker M., Knop-Gericke A., Bluhm H. Investigation of Solid/Vapor Interfaces Using Ambient Pressure X-Ray Photoelectron Spectroscopy. *Chemical Society Reviews*. 2013. V. 42. P. 5833. DOI: 10.1039/c3cs60057b.

[62] Okuda T. Recent Trends in Spin-Resolved Photoelectron Spectroscopy. *Journal of Physics: Condensed Matter*. 2017. V. 29. P. 483001. DOI: 10.1088/1361-648X/aa8f28.

[63] Petrov V.N., Galaktionov M.S., Kamochkin A.S. Comparative Tests of Conventional and Retarding-Potential Mott Polarimeters. *Review of Scientific Instruments*. 2001. V. 72. P. 3728–3730. DOI: 10.1063/1.1396658.

[64] Petrov V.N., Grebenshikov V. V., Grachev B.D., Kamochkin A.S. New Compact Classical 40 KV Mott Polarimeter. *Review of Scientific Instruments*. 2003. V. 74. P. 1278–1281. DOI: 10.1063/1.1535736.

[65] Miyamoto K., Kimura A., Okuda T., Miyahara H., Kuroda K., Namatame H., Taniguchi M., Ereemeev S. V., Menshchikova T. V., Chulkov E. V., Kokh K.A., Tereshchenko O.E. Topological Surface States with Persistent High Spin Polarization across the Dirac Point in Bi<sub>2</sub>Te<sub>2</sub>Se and Bi<sub>2</sub>Se<sub>2</sub>Te. *Physical Review Letters*. 2012. V. 109. P. 166802. DOI: 10.1103/PhysRevLett.109.166802.

[66] <https://spectrax.org/spectra/>.

[67] Eggenstein F., Schäfers F., Erko A., Follath R., Gaupp A., Löchel B., Senf F., Zeschke T. A Reflectometer for At-Wavelength Characterisation of Gratings. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. 2013. V. 710. P. 166–171. DOI: 10.1016/j.nima.2012.10.132.

[68] Schäfers F., Bischoff P., Eggenstein F., Erko A., Gaupp A., Künstner S., Mast M., Schmidt

J.-S., Senf F., Siewert F., Sokolov A., Zeschke T. The At-Wavelength Metrology Facility for UV- and XUV-Reflection and Diffraction Optics at BESSY-II. *Journal of Synchrotron Radiation*. 2016. V. 23. P. 67–77. DOI: 10.1107/S1600577515020615.

[69] <http://kcsni.nrcki.ru/pages/main/12403/12016/12089/index.shtml>.

[70] Strocov V.N., Schmitt T., Flechsig U., Schmidt T., Imhof A., Chen Q., Raabe J., Betemps R., Zimoch D., Krempasky J., Wang X., Griioni M., Piazzalunga A., Patthey L. High-Resolution Soft X-Ray Beamline ADDRESS at the Swiss Light Source for Resonant Inelastic X-Ray Scattering and Angle-Resolved Photoelectron Spectroscopies. *Journal of Synchrotron Radiation*. 2010. V. 17. P. 631–643. DOI: 10.1107/S0909049510019862.

[71] Rami Sankari, HIPPIE Beamline at MAX IV: Detailed Optical Design Report, 2013.

[72] F. Schäfers, “The BESSY Raytrace Program RAY”, in *Modern Developments in X-Ray and Neutron Optics*, Springer Series in Modern Optical Sciences, Edited by A. Erko, M. Idir, Th. Krist, A.G. Michette, (Springer-Verlag, Berlin Heidelberg. 2008. V. 137, P. 9. DOI: 10.1007/978-3-540-74561-7.

[73] Baumgärtel P., Witt M., Baensch J., Fabarius M., Erko A., Schäfers F., Schirmacher H. RAY-UI: A Powerful and Extensible User Interface for RAY. In *AIP Conference Proceedings*; 2016; Vol. 1741, P. 040016. DOI: 10.1063/1.4952888.

[74] Piamonteze C., Flechsig U., Rusponi S., Dreiser J., Heidler J., Schmidt M., Wetter R., Calvi M., Schmidt T., Pruchova H., Krempasky J., Quitmann C., Brune H., Nolting F. X-Treme Beamline at SLS: X-Ray Magnetic Circular and Linear Dichroism at High Field and Low Temperature. *Journal of Synchrotron Radiation*. 2012. V. 19. P. 661–674. DOI: 10.1107/S0909049512027847.

[75] Petersen H. The Plane Grating and Elliptical Mirror: A New Optical Configuration for Monochromators. *Optics Communications*. 1982. V. 40. P. 402–406. DOI: 10.1016/0030-4018(82)90040-2.

[76] Follath R. The Versatility of Collimated Plane Grating Monochromators. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. 2001. V. 467–468. P. 418–425. DOI: 10.1016/S0168-9002(01)00338-2.

[77] Follath R., Senf F. New Plane-Grating Monochromators for Third Generation Synchrotron Radiation Light Sources. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. 1997. V. 390. P. 388–394. DOI: 10.1016/S0168-9002(97)00401-4.

## Лабораторный корпус ЦКП «СКИФ»

Б.Г. Гольденберг<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>ЦКП "СКИФ", Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Никольский пр., 1, 630559, Кольцово

<sup>2</sup>ИЯФ СО РАН им. Г.И. Будкера СО РАН, пр. Лаврентьева, 11, 630090, Новосибирск

Автор для переписки: [b.g.goldenberg@srf-skif.ru](mailto:b.g.goldenberg@srf-skif.ru)

*Аннотация.* В Лабораторном корпусе ЦКП «СКИФ» размещены лаборатории вспомогательной инфраструктуры, обеспечивающие для пользователей ЦКП широкий круг возможностей для проведения предварительных и вспомогательных исследований, инструментальные возможности изготовления или доработки оснастки окружения образцов и базу для обучения новых специалистов.

*Ключевые слова:* пользовательская инфраструктура, лабораторные исследования, пробоподготовка, лаборатория поддержки

### Оглавление

Введение .....	288
1 Назначение, основные задачи Лабораторного комплекса .....	289
2 Состав Лабораторного корпуса .....	290
3 Организация работы Лабораторного корпуса .....	306
Заключение .....	307
Список цитируемой литературы .....	307

## Введение

Эффективность использования источника синхротронного излучения поколения 4+ «СКИФ» определяется не только уникальными высокотехнологичными возможностями источника и экспериментальных станций, но и вспомогательной инфраструктурой доступной пользователям. В ведущих мировых центрах СИ этому уделяется отдельное внимание.

Так например, в Сибирском центре синхротронного и терагерцового излучения (СЦСТИ), уже четыре десятилетия функционирующем на накопителях ВЭПП-3 и ВЭПП-4, для изготовления вспомогательной оснастки и узлов экспериментальных станций используются производственные мощности всего Института ядерной физики СО РАН, для пробоподготовки используются возможности, расположенных в шаговой доступности институтов СО РАН, непосредственно в СЦСТИ пользователям доступны электронный и оптические микроскопы, масс-спектрометр, химическая комната. Имеющихся доступных средств для удовлетворения потребностей пользователей недостаточно, а технические возможности для расширения отсутствуют [1].

В европейском центре СИ ESRF для пользователей доступны специализированные производственные и исследовательские лаборатории [2]. микробиологическая лаборатория, предоставляет базовые биохимические, биологические, биофизические и кристаллические установки, которые доступны для биологических пользователей ESRF. Предусмотрены лаборатории для монтажа кристаллов-образцов. Химические лаборатории оснащены перчаточным боксом с инертной атмосферой, вытяжными шкафами и рабочими местами. Доступно стандартное химическое лабораторное оборудование и посуда, химические вещества и газы. Лаборатория микроизображения обеспечивает наблюдение образцов до и после рентгеновских экспериментов (АСМ, СЭМ, оптическая микроскопия), отображение области интереса образцов (оптический микроскоп с микротвердомером). Так же тестирование рентгеновских оптических элементов: Оптика Брэгга-Френеля, зонные пластины Френеля, Составные преломляющие Линзы, зеркала, многослойные, решетки (АСМ, СЭМ, оптический микроскоп). Имеется оборудование для подготовки образцов (резка, полировка и секционирование) и для поддержки образцов (сетки, рамки и ячейки)

На шведском синхротроне MAX IV для пробоподготовки и вспомогательных исследований пользователям доступны химические лаборатории, оснащенные таким оборудованием, как центрифуги, холодильники, вытяжные шкафы, рН-метры, посуда, установки очистки воды, ультразвуковые ванны, плитки, печи, перчаточный бокс, стереомикроскоп, шлифовальный и полировальный инструмент. Биологическая лаборатория в MAX IV является центром поддержки синхротронных экспериментов в области естественных наук. В лаборатории доступно оборудование для подготовки образцов: вытяжные шкафы, ледогенератор, очистка воды, холодильные установки, автоклав, ультразвуковые ванны, плитки, пипетки, посуда, анаэробная камера, микроскопы, ВЭЖХ с системой фракционирования, гель-электрофорез и документация, УФ-спектрофотометр, настольные центрифуги, установка микрофлюидного потока, термошейкер, мини-инкубатор и т.п. [3] А также оптические, электронный, атомносиловой микроскопы.

ЦКП «СКИФ» предлагает пользователям сочетание сервиса поддержки эксперимента, анализа полученных данных и обучения студентов и новых пользователей. Лаборатории поддержки ЦКП «СКИФ» предоставят пользователям синхротронного оборудования уникальный набор вспомогательных услуг, включая срочное изготовление отдельных деталей и узлов станций и окружения образца; подготовку образцов; предварительные лабораторные эксперименты; и анализ данных. Комплекс лабораторий поддержки являются составной частью ЦКП «СКИФ» и размещаются в отдельно стоящем лабораторном корпусе, соединенным переходами с основным зданием (экспериментальным залом) и Административно-бытовым корпусом. В составе Лабораторного корпуса предусмотрены отдельные блоки для лабораторных исследований, обучения пользователей и обработки результатов экспериментов.

## **1 Назначение, основные задачи Лабораторного комплекса**

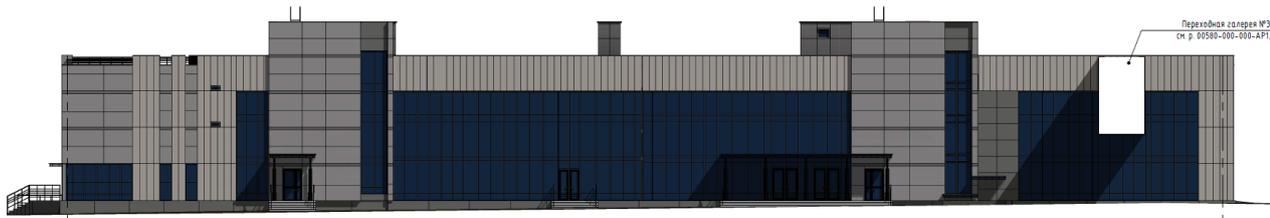
Лабораторные исследовательские приборы и машины подбираются таким образом, чтобы оптимально дополнять возможности экспериментальных станций для поддержки исследовательской работы на синхротронном излучении и обучения для начинающих пользователей, и студентов. Проектные возможности Лабораторного корпуса определяются исходя из потребностей пользователей экспериментальных станций, и нацелены на решение следующего круга задач:

- Физико–химическая пробоподготовка, в том числе специализированная: резка, полировка, обработка поверхности образцов реактивами, термическая и плазменная обработка, манипуляции в газовой атмосфере, проведение химических реакций, выращивание и отбор белковых кристаллов и т.д.
- Проведение предварительных исследований методами дифрактометрии, спектроскопии, микроскопии, томографии и другими на лабораторном оборудовании для организации экспериментов с использованием СИ с целью оптимизации пользовательской нагрузки на станции. Экспресс-исследования с целью отбора проб, локализации области исследования и получения первичной информации об объектах.
- Подготовка научных кадров для работ с использованием СИ. Лабораторные приборы, программное обеспечение и методики, используемые в лабораторном комплексе (на приборах и в терминальных залах) будут соответствовать методикам и аппаратным решениям, используемым на станциях, что расширяет возможности обучения практической экспериментальной работе. Обучение работе с дифрактометрами, спектрометрами и т.п., а также обработка экспериментальных результатов запланированы в терминальных залах посредством эмуляции программного обеспечения и связи с выбранными приборами.
- Сервисная поддержка технологического оборудования в части оперативного изготовления элементов оснастки, отдельных узлов систем окружения образца, доработки деталей, сборки, регулировки и тестирования узлов и агрегатов, ремонт и профилактическое обслуживание.

- Создание комфортных условий для поддержки работы персонала и пользователей в режиме круглосуточной работы.

## 2 Состав Лабораторного корпуса

Лабораторный корпус представляет собой двухэтажное здание размером 86х24 м. Эскиз внешнего вида лабораторного корпуса представлен на **Рисунке 1**. На первом и втором этаже размещаются специализированные лаборатории и офисные помещения, в подвале – инженерные коммуникации.



**Рисунок 1.** Эскиз внешнего вида лабораторного корпуса.

Оборудование сгруппировано в участки по функциональному назначению. Перечень участков представлен в **Таблице 1**. Пользователям будет предоставлена возможность использовать оборудование различных участков в желаемой последовательности, в соответствии с заявками.

В соответствии с направлениями исследований пользователей ЦКП «СКИФ» образцы, для подготовки которых будут использоваться возможности лабораторного комплекса, разделяются на следующие типы, приведенные в **Таблице 2**.

**Таблица 1.** Перечень лабораторных участков и помещений для пользователей.

Наименование участка, спец. требования	Основное назначение	Основное оборудование
Механической обработки и пробоподготовки	Обработка изготовления/доработка деталей и заготовок, осантки для экспериментальных станций СИ и ускорительного комплекса. Подготовка образцов: резка, шлифование, полирование, сверление заготовок	Станочная металлообработка в т.ч. ЧПУ, электроискровая и лазерная резки, ленточная пила, сверление, 3D печать. Слесарные, сварочные работы. Отрезные, шлифовальные, полировальные станки для пробоподготовки к исследованиям на СИ.
Механической обработки (сектор сборки) ISO 8	Сборка в чистых условиях высоковакуумных узлов и компонентов вакуумных систем для экспериментальных станций СИ и ускорительного комплекса. Сборка в чистых условиях рентгеновских детекторов.	Слесарные верстаки и инструменты
Вакуумных испытаний ISO 8	Откачка и отжиг, проверка на вакуумную прочность узлов и агрегатов.	Многофункциональные течеискатели. Высоковакуумный откачной пост. Источники питания и средства для отжига вакуумных объемов

Наименование участка, спец. требования	Основное назначение	Основное оборудование
Макромолекулярной кристаллографии, в т.ч.:		
- Комната для раскапывания препаратов биополимеров ISO 7, 17-23 °С	Комплекс из термостатированных комнат для подготовки кристаллов после транспортировки, кристаллизации белков с возможностью проверки кристаллов.	Центрифуги с охлаждением и без. Набор для проведения белкового электрофореза. Хроматографическая система, в комплекте с коллектором фракций и набором предзабитых колонок.
- Комната выращивания кристаллов ISO 8, 17±1 °С	Замена буферного раствора для транспортировки на раствор для кристаллизации и/или концентрирование белка.	Система для оценки светорассеивания и дзета-потенциала. Робот для приготовления растворов осадителей.
- Комната выращивания кристаллов ISO 8, 4±1 °С	Электрофорез белка (оценка чистоты) Доочистка белка (если необходимо) Измерение концентрации белка.	Кристаллизационный робот для приготовления капель белка и добавления в них раствора осадителя. Робот для подготовки капель белка к кристаллизации.
- Комната извлечения кристаллов белка ISO 7, 17-23 °С	Определение гомогенности белка перед кристаллизацией.	Станция автоматизированного розлива реагентов. Спектрофотометр.
- Предварительный PCA ISO 7, 17-23 °С	Приготовление растворов осадителей.	Морозильники (-30 °С), (от -50 до -86 °С). Ледогенератор.
- Помещение пробоподготовки кристаллографии ISO 7, 17-23 °С	Раскапывание белка и осадителей на специальном оборудовании Кристаллизация белка разными способами.	Система водоочистки. Лабораторные весы. Микроскопы.
- «Темная комната», требуется красное освещение ISO 7, 17±1 °С	Заморозка кристаллов, их хранение и транспортировка на станцию.	Набор для заморозки и транспортировки кристаллов белка. Дифрактометр.

<b>Наименование участка, спец. требования</b>	<b>Основное назначение</b>	<b>Основное оборудование</b>
Микроскопии в том числе:		Настольный сканирующий электронный микроскоп.
Оптическая микроскопия ISO 8	Отбор образцов и исследования на СЭМ, АСМ и др. микроскопах.	Сканирующий электронный микроскоп высокого разрешения. Двухлучевой электронный микроскоп. Раман микроскоп с атомно-силовым микроскопом. Конфокальный микроскоп. Автоматический профилометр. Инспекционный микроскоп. Инвертированный микроскоп. Микроманипулятор. Система ионного травления.
Электронная микроскопия ISO 7		
Прецизионная микроскопия ISO 6		
Вакуумно-технологический ISO 6	Очистка поверхности в плазме, вакуумное напыление покрытий и тонких пленок.	Установка вакуумного напыления. Установка ионно-лучевого напыления. Установка напыления оптических покрытий. Толщиномер эллипсометр.
Спектроскопии ISO 8	Исследование элементного состава и соединений	Химический шкаф. Перчаточный бокс. Газовый хроматограф/масс-спектрометр. Анализатор газов. Система смешения газов и паров жидкости. Рамановский спектрометр с Рамановским микроскопом. Рентгеновский спектрометр. ИК спектрометр с газовыми ячейками. UV-Vis спектрометр с приставками. Времяразрешенный флуоресцентный спектрометр. Пресс лабораторный гидравлический.

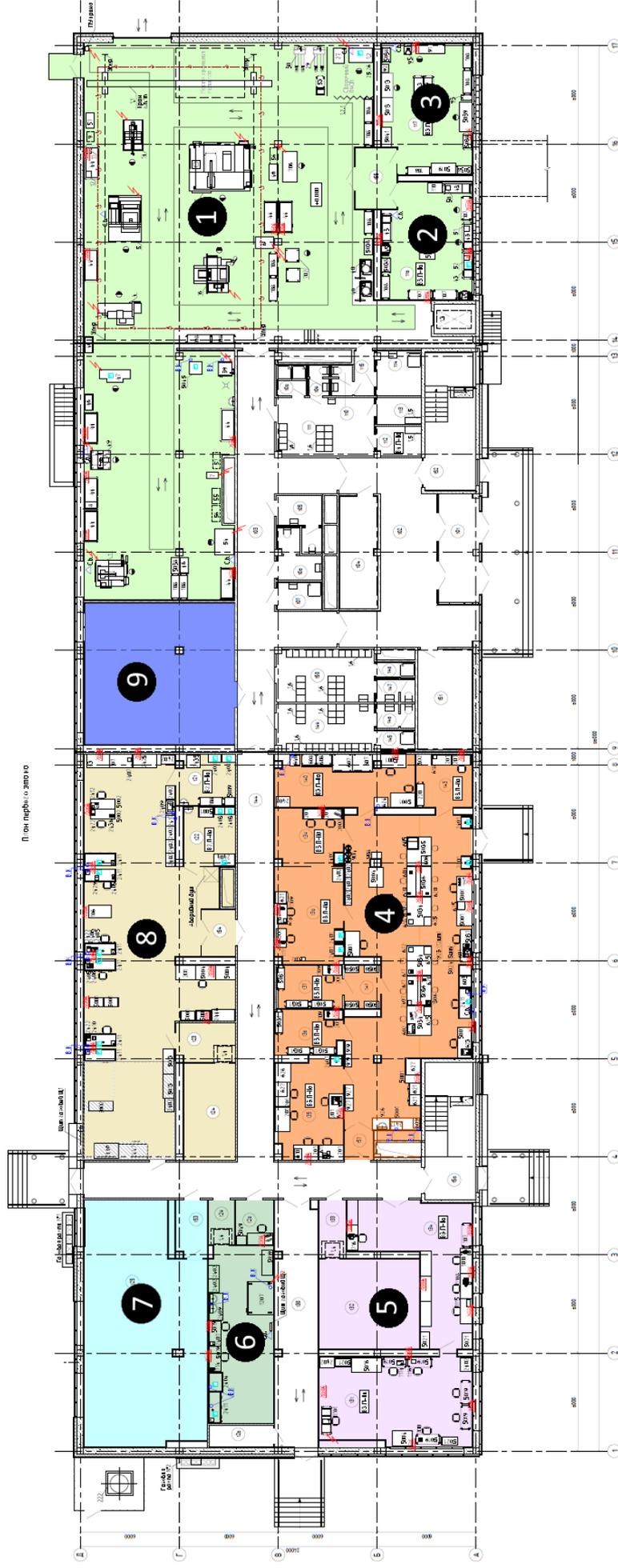
Наименование участка, спец. требования	Основное назначение	Основное оборудование
Химической подготовки ISO 8	<p>Пробоподготовка с использованием кислот, щелочей и др. агрессивных сред - удаление загрязнений, покрытий, химическая активация, пассивация поверхностей, окисление, восстановление, нанесение покрытий, синтез и растворение полимеров. Наполнение газовыми смесями реакционных камер. В т.ч. комната для литографических процессов (без солнечного света, опционально белое или красное освещение, локальные чистые зоны ISO-5)</p>	<p>Установка плазменной очистки.                      Аналитические весы.                      Ультразвуковые ванны.                      Шкафы для хранения реактивов, посуды и инвентаря.                      Плитки лабораторные.                      Лабораторные магнитные мешалки с подогревом и без.                      Спектрофотометр кюветный.                      pH метр                      Система ACQUITY H-CLASS с тандемным квадрупольным масс- спектрометром.                      Дистиллятор электрический.                      Установка для электролитического травления                      Установка ионного травления.                      Сушильный вакуумный шкаф.                      Муфельная печь.                      Центрифуга для нанесения/проявления фоторезиста или сушки.                      Установка гальванопластики.                      Установка электрополирования.                      Планетарная мельница .                      Вакуумная высокотемпературная печь.                      Посудомоечная машина для хим посуды.                      Холодильник для хранения химреактивов.                      Титратор.                      Ротационный испаритель.                      Лабораторная СВЧ печь для подготовки образцов</p>

Наименование участка, след. требования	Основное назначение	Основное оборудование
<p>Дифрактометрии</p>	<p>Отбор образцов и предварительный рентгеновский дифракционный анализ порошковых, монокристаллических образцов.</p>	<p>Многоцелевой комплекс структурного анализа.  Дифрактометр монокристаллический.  Дифрактометр поликристаллический.  In situ ячейки.  Низкотемпературная камера с опцией контролируемой влажности (-180 ... 400 С).  Высокотемпературная камера(до 2300 С).  Среднетемпературная камера (до 1200 С).  Микроскоп стереоскопический.  Поляризационный микроскоп  Порошковый дифрактометр для съемок в температурных и климатических камерах на отражение.  Плотномер.</p>

Наименование участка, спец. требования	Основное назначение	Основное оборудование
Механических испытаний	Комплексное исследование функциональных и механических свойств (ударо- и коррозионное стойкость, термостойкостью, абразивный износ, жаропрочность), проведение механических испытаний образцов и изделий для сопоставления с последующим изучением структурно-фазового состава с помощью синхротронного излучения. Подготовка образцов для исследований посредством высококонцентрированного лазерного воздействия или изготовления с помощью технологии 3D печати.	Иттербиевый волоконный лазер; Пресс горячего и холодного изостатического прессования; Микроскопы исследовательские; Лазерный дифракционный анализатор размера частиц; Универсальная разрывная машина; Универсальная испытательная машина настольного типа Машина для усталостных испытаний на изгиб; Машина трения; Твердомер Виккерса, автоматический; Камера солевого тумана; Измеритель температуропроводности; Камера термодуара 3D принтер (металл) с порошками; Вакуумная печь; Муфельная печь;
Томографии	Проведение предварительных томографических исследований мелких лабораторных животных	Оптический томограф. ЯМР томограф. In Vivo оптический томограф.
Термического анализа	Характеризация элементного состава и соединений образцов перед исследованиями на СИ посредством ТГА и ДСК	Синхронный термический анализатор. ДСК высокого давления для особых реакций. Универсальный высокочувствительный дифференциальный сканирующий калориметр. Термогравиметрический анализатор в комплекте с интегрированным масс-спектрометром.

<b>Наименование участка, спец. требования</b>	<b>Основное назначение</b>	<b>Основное оборудование</b>
Комната отдыха и приема пищи	Обеспечение для персонала лабораторного комплекса и пользователей при работе в сменном режиме условий для приема пищи, отдыха, спортивных разминок.	Кухонная зона: Спортивная зона: Комната отдыха Душевые
Терминальный зал	Проведение учебных занятий со студентами с демонстрацией расчетов и методик работы на экспериментальном оборудовании. Виртуальное обучение работе на станциях СИ, дистанционная работа на приборах, обработка результатов.	Интерактивная доска. Мультимедийный проектор. Рабочие места с компьютерами.
Офисы персонала и пользователей	Размещение персонала лабораторного комплекса и пользователей для выполнения офисных работ, проведение совещаний и семинаров.	Рабочие места с компьютерами.

Поэтажная планировка лабораторного корпуса представлена на Рисунках 2 и 3.



**Рисунок 2.** Эскиз планировки 1-го этажа. 1 – участок механической обработки и пробоподготовки, 2 - сектор сборки, 3 - сектор вакуумных испытаний, 4 – участок макромолекулярной кристаллографии, 5 – участок микроскопии, 6 - вакуумно-технологический участок, 7 - участок спектроскопии, 8 – участок химической подготовки, 9– участок дифрактометрии.



**Рисунок 3.** Эскиз планировки 2-го этажа. 1-21 и 1-22 – участок механической обработки и проболоподготовки, 11 – участок томографии, 12 – участок термического анализа, 13 – комната отдыха, 14 – терминальный класс, 15 – офисы.

**Таблица 2.** Описание потоков образцов и необходимых технологических процессов.

Типы образцов, типичный вес и размеры	Описание образцов	Технологические пробоподготовки	Задействованные технологические участки	Ориентировочное кол-во образцов за смену
	фрагменты рудоносной породы	резка, фрезеровка, шлифование, полирование	- механической обработки и пробоподготовки	10
	порошкообразные фрагменты рудоносной породы	прессование, заливка в компаунд, сушка, прецизионная резка, фрезеровка, шлифование, полирование	- механической обработки и пробоподготовки, - химической подготовки	10
	керна неподготовленные, сырые	сушка, заливка в компаунд, сушка, прецизионная резка, фрезеровка, шлифование, полирование	- механической обработки и пробоподготовки, - химической подготовки	1
Геологические образцы	керна обработанные	прецизионная резка, фрезеровка, шлифование, полирование	- механической обработки и пробоподготовки	50
	дерево	сушка, заливка в компаунд, сушка, прецизионная резка, фрезеровка, шлифование, полирование	- механической обработки и пробоподготовки, - химической подготовки	1
	все типы геологических образцов	контроль и предварительные исследования	- микроскопии, - спектроскопии, - дифрактометрии, - термического анализа	10-50

Типы образцов, типичный вес и размеры	Описание образцов	Технологические пробоподготовки	процессы	Задельствованные технологические участки	Ориентировочное кол-во образцов за смену
Археологические образцы	твердые фрагменты ископаемых образцов и объектов культурного наследия.	фрезеровка, токарная обработка, прецизионная резка, шлифование, полирование чистка, растворение	- механической обработки и пробоподготовки. - химической подготовки.	10	
Биологические образцы	белковые кристаллы. Образцы представляют собой капли раствора в лунках планшета	очистка первичных растворов, рост белковых кристаллов, отбор образцов для исследований на СИ.	- микроскопии, - спектроскопии, - термического анализа	1000-5000 проб	
	образцы биологических тканей в кассетах (оправках)	контроль и предварительные исследования	- макромолекулярной кристаллографии - дифрактометрии	20-40	
	лабораторные животные	контроль и предварительные исследования	- томографии	20-40 особей	

<b>Типы образцов, типичный вес и размеры</b>	<b>Описание образцов</b>	<b>Технологические пробоподготовки</b>	<b>процессы</b>	<b>Задействованные технологические участки</b>	<b>Ориентировочное кол-во образцов за смену</b>
Жидкие реактивы органических и неорганических соединений, полимеры,	Объем проб 1 мл – 1 л	синтез, растворение, очистка		- химической подготовки.	5-10
Материаловедческие образцы	порошкообразные образцы металлов, сплавов, керамик, композитных материалов	прессование, заливка в компаунд, сушка, прецизионная резка, фрезеровка, шлифование, полирование		- механической обработки и пробоподготовки, - химической подготовки	10
	твердые образцы металлов, сплавов, сварных швов, керамик, композитных материалов	прецизионная резка, фрезеровка, шлифование, полирование		- механической обработки и пробоподготовки	10
	полимеры	синтез, растворение полимеров, резка, фрезеровка, шлифование, полирование, запрессовывание, термообработка		- химической подготовки, - механической обработки и пробоподготовки, - спектроскопии, - термического анализа	10
	все типы материаловедческих образцов	контроль и предварительные исследования		- механической обработки и пробоподготовки, - микроскопии, - спектроскопии, - дифрактометрии, - термического анализа, - механических испытаний	10-20

Типы образцов, типичный вес и размеры	Описание образцов	Технологические пробоподготовки	Законченные технологические участки	Ориентировочное кол-во образцов за смену
Пробоподготовка поверхностей, в т.ч. кристаллической	просветляющие, защитные, отражающие, поглощающие, в том числе многослойные тонкие плёнки	резка, шлифование, полирование  чистка образцов  осаждение покрытий, синтез тонких плёнок	- механической обработки и пробоподготовки  - химической подготовки.  - вакуумно-технологический.	1-10
Подготовительные работы				

Типы образцов, типичный вес и размеры	Описание образцов	Технологические пробоподготовки	процессы	Задельцованные технологические участки	Ориентировочное кол-во образцов за смену
Подготовка к эксперименту, элементов оснастки, отдельных узлов систем окружения образца		шлифование, пескоструйка удаление загрязнений, покрытий, химическая активация, пассивация поверхностей, окисление, восстановление, нанесение покрытий, синтез и растворение полимеров.		- механической обработки и пробоподготовки, - химической подготовки.	1-10
Изготовление элементов оснащения окружения образцов на экспериментальных станциях.	рамки, формы, держатели для образцов, специализированные вакуумные ячейки, вакуумные узлы	Токарные, фрезерные, слесарные работы по металлу; токарные, фрезерные работы по пластикам; изготовление элементов сложной формы посредством 3D печати из пластиков и металлов, аргоновая и точечная сварка, пайка Химическая активация, пассивация контроль вакуумной герметичности		- механической обработки и пробоподготовки - химической подготовки - вакуумных испытаний	1-10
Подготовка условий исследований на СИ.	реакционные камеры, ионизационные	Наполнение газовыми смесями реакционных камер.		- спектроскопии	1-10
Рентгеновские детекторы и датчики пучка.	корпуса, чувствительные элементы, электроника	монтаж, слесарные работы, пайка, сборка, ремонт детекторов в чистых условиях		- механической обработки и пробоподготовки (сектор сборки)	4 шт. в месяц

Типы образцов, типичный вес и размеры	Описание образцов	Технологические пробоподготовки	процессы	Задельствованные технологические участки	Ориентировочное кол-во образцов за смену
Элементы систем окружения образца	Вакуумные ячейки, корпуса детекторов, корпуса и оснастка для рентгеновской оптики	монтаж, слесарные работы, сборка, ремонт в чистых условиях	- механической обработки и пробоподготовки (сектор сборки)	4-12 в месяц	
Пользователи ЦКП «СКИФ»	Обучение методикам исследований, эмулирование работы на лабораторном оборудовании, обработка результатов исследований.	На терминалах запланировано развертывание виртуальных машин с программами, связанными с ЦОД и лабораторным оборудованием (дифрактометры, СЭМ, спектрометры и т.п.).	- терминальный зал	24-48 чел.	

Примечание. Максимальный размер обрабатываемых образцов 1 м, максимальный вес 10 кг, типичные размеры от 1х1х1 мм до 30х30х30 см. Порошкообразные образцы представляют собой навески от 1 мг до 10 г, которые могут исследоваться как в виде порошка, так и залитые в компаунд. Обрабатываемые образцы не представляют непосредственной пожарной и взрывной опасности. Все биологические образцы, обрабатываемые в лабораторном комплексе, не представляют биологической, бактериологической, эпидемиологической опасности.

Технологические маршруты (порядок операций) для различных образцов определяются пользователями. В своих заявках пользователи указывают необходимое оборудование и расходные материалы и согласовывают с ответственным персоналом лабораторного корпуса время работы на оборудовании. Возможна работа как с материалами ЦКП «СКИФ», так и со своими расходными материалами.

### **3 Организация работы Лабораторного корпуса**

Работы на оборудовании Лабораторного корпуса осуществляются как по предварительной заявке, так и в оперативном режиме при наличии возможности. Последовательность и длительность работ определяется пользователями по согласованию с персоналом Лабораторного корпуса. Непосредственно на приборах работают сотрудники (персонал) станций, имеющий соответствующие допуски для работы. Пользователи ЦКП «СКИФ» могут быть допущены к самостоятельной работе при наличии необходимых допусков и после прохождения инструктажа на рабочем месте с регистрацией в журнале. Персонал лабораторного комплекса осуществляет поддержку оборудования, помогает и контролирует пользователей в самостоятельной работе на большинстве приборов.

Режим работы Лабораторного комплекса, как научной лаборатории – с 9-00 до 18-00 в будние дни, в остальное время (выходные, праздничные дни и ночное время) комплекс работает в дежурном режиме с обеспечением доступа к необходимому оборудованию ограниченного списка персонала и пользователей, имеющих соответствующие допуски.

Проход в помещения лабораторного комплекса осуществляется по персональным картам (электронным ключам) с регистрацией в СКУД истории входов. Работа на оборудовании фиксируется в эксплуатационных журналах с указанием производителя работ, вида работ, используемых расходных материалов. Это позволит оптимизировать загрузку оборудования и персонала, комплектацию расходных материалов и контроль за нарушениями при эксплуатации оборудования.

Ежедневно между Основным зданием и Лабораторным комплексом будут перемещаться до 100 человек с кратностью до 5 раз в день (персонал и пользователи станций, персонал лабораторного комплекса, студенты-практиканты, экскурсии и т.п.) в обоих направлениях для прохода к рабочим местам, пробоподготовки, заполнения газовых смесей в реакционные камеры, вспомогательных исследований и т.п., а также будут транспортироваться объекты исследований, реагенты, экспериментальная аппаратура. Наличие теплого, крытого перехода между Основным зданием и Лабораторным комплексом дает возможность для персонала и пользователей один раз переодеться в рабочую одежду и обувь и комфортно работать, позволяет избежать необходимости решать вопрос об уличной одежде для каждого перемещения между зданиями, о вносе с улицы грязи на обуви в помещения основного здания и лабораторного комплекса, и дополнительных работ по уборке помещений. Проект перехода и внутренних коридоров обеспечивает возможность перемещения грузов (заготовки, узлы, агрегаты, оборудование) габаритом не более 2000x1000x1000 (мм), массой не более 400 кг посредством вилочного погрузчика или рохли без выхода на открытый воздух с минимизацией вибрации и толчков, а значит минимизацией лестниц, порогов, бордюров. Транспортировка подобной аппаратуры по открытому воздуху при воздействии осадков и перепадов температур окажет отрицательное воздействие на свойства аппаратуры и может стать причиной поломок. Наличие теплого, крытого перехода с гладким полом в комплекте с лифтовыми подъемниками обеспечит быстрое и комфортное перемещение аппаратуры с минимальными затратами времени и средств.

При строительстве Лабораторного корпуса будут использоваться материалы и технологии, минимизирующие образование пыли в помещениях, а для ряда помещений будут использованы специальные решения для создания чистых и особо чистых условий, а также специального климата (см. таблицу 1).

В лабораторном корпусе не предусматривается обращения сильнодействующих отравляющих веществ, веществ с особыми условиями обеспечения радиационной безопасности, патогенных микроорганизмов и вирусов, веществ вызывающих эпидемиологическую угрозу, инициирующих и взрывчатых веществ.

## **Заключение**

Сочетание исследовательских возможностей Станций синхротронного излучения и Лабораторного комплекса образует исследовательский многофункциональный центр полного цикла (сочетание дополняющих методов исследования), охватывая пробоподготовку, вспомогательные исследования и обучение исследователей, и обеспечит качественно новый уровень исследований, разработок и обучающих программ на современной экспериментальной базе с возможностью проведения исследований широким кругом научных и образовательных коллективов.

В рамках реализации федеральной адресной программы (ФАИП) создания ЦКП "СКИФ" в части пользовательской инфраструктуры к декабрю 2024 г. будут введены в эксплуатацию первые шесть экспериментальных станций в минимальной базовой конфигурации и лабораторный комплекс с минимальной стартовой комплектацией участков. Стартовая комплектация лабораторного комплекса, обеспечит основные потребности пользователей в быстром проектировании и изготовлении (доработке) элементов окружения образца на станциях, в проведении механической и химической пробоподготовки, подготовке поверхностей в плазме и вакуумного напыления покрытий, в осуществлении контроля образцов базовыми средствами оптической и электронной микроскопии, а также кристаллизации и контроля качества белковых кристаллов. На этом этапе под участок спектроскопии, помещение для литографии на участке химической обработки, участок дифрактометрии; участок термического анализа, участок томографии только резервируются помещения и точки ввода инженерных коммуникаций (электропитание, охлаждение, вентиляция и пр.). Участок механической обработки и пробоподготовки, вакуумно-технологический участок, участок микроскопии на этом этапе комплектуются частично. Дооснащение лабораторного корпуса оборудованием и запуск в эксплуатацию полного комплекса участков, как и дальнейшее развитие экспериментальных станций синхротронного излучения, будет проводиться после 2024 г.

## **Список цитируемой литературы**

[1] <https://ssrc.bioml.org>.

[2] <https://esrf.fr/home/UsersAndScience/support-and-infrastructure/support-labs.html>.

[3] <https://www.maxiv.lu.se/accelerators-beamlines/support-labs-bio-chem>.

*Научное издание*

ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ ИНФРАСТРУКТУРА  
СИБИРСКОГО КОЛЬЦЕВОГО ИСТОЧНИКА ФОТОНОВ «СКИФ»

Том 1

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ СТАНЦИИ ПЕРВОЙ ОЧЕРЕДИ  
И ЛАБОРАТОРНЫЙ КОМПЛЕКС

Составитель **Зубавичус Ян Витаутасович**

Обложка: А. М. Ершова

Подписано в печать 28.10.2022. Формат 60х90 1/8. Усл. печ. л. 43,06.  
Тираж 30 экз. Заказ № 328.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
«Федеральный исследовательский центр «Институт катализа им. Г. К. Борескова  
Сибирского отделения Российской академии наук»  
630090, Новосибирск, пр-т Академика Лаврентьева, 5, <http://catalysis.ru>

Отпечатано в Сибирском отделении РАН  
630090, г. Новосибирск, Морской просп., 2  
Тел. (383) 330-84-66, e-mail: [e.lyannaya@sb-ras.ru](mailto:e.lyannaya@sb-ras.ru)