

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 3

УСТРОЙСТВА ГЕНЕРАЦИИ И ФРОНТЕНДЫ,
СИСТЕМЫ УПРАВЛЕНИЯ И ИТ-ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ
СТАНЦИЙ ПЕРВОЙ ОЧЕРЕДИ; ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЕ ПРОЕКТЫ
ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ СТАНЦИЙ ВТОРОЙ ОЧЕРЕДИ

Составитель Я. В. Зубавичус

Новосибирск

2022

- 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. 3 : Устройства генерации и фронтенды, системы управления и ИТ-обеспечения экспериментальных станций первой очереди; предварительные проекты экспериментальных станций второй очереди / сост. Я. В. Зубавичус. – 328 с.

ISBN 978-5-906376-43-5.

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 третьем томе приведено описание вставных устройств и дизайна фронтендов для экспериментальных станций первой очереди ЦКП «СКИФ», ондулятора для станции «Электронная структура», ИТ-обеспечения и системы автоматизированного управления оборудованием экспериментальных станций. Том III также включает представление ряда экспериментальных станций второй очереди ЦКП «СКИФ»: вирусологической станции «Вектор», учебной станции Новосибирского государственного университета, экспериментальной станции «Материя» Новосибирского государственного технического университета, станции «Наноскоп» для биологических исследований в «окне прозрачности воды», станции «Люминесцентная спектроскопия с временным разрешением», станции «ИК-диагностика», станции «Гамма-2», реализующей методы мессбауэровской спектроскопии, станции «Поверхность», необходимой для создания функциональных покрытий на поверхности материалов, станции рентгеновской литографии X-Techno, станции «Метрология и рефлектометрия», станции «Пламя-2» для исследования химии и кинетики процессов горения, многофункциональной станции operando-диагностики катализаторов и функциональных материалов, станции диагностики функциональных материалов с использованием поляризованного рентгеновского излучения, а также предложения по организации измерений радиоактивных образцов.

УДК 621.384.63:539.122(082)

ББК 22.38я4

ISBN 978-5-906376-43-5 (т. 3)

ISBN 978-5-906376-40-4

© Институт катализа СО РАН, 2022

СОДЕРЖАНИЕ

Статья 3-1 , А.А. Волков, А.В. Брагин, А.И. Ерохин, А.В. Зорин, Ф.П. Казанцев, П.В. Каноник, Н.А. Мезенцев, А.Н. Сафронов, А.А. Седов, С.В. Хрущев, В.М. Цуканов, В.А. Шкаруба, Сверхпроводящие вставные устройства для экспериментальных станций первой очереди ЦКП «СКИФ».....	5
Статья 3-2 , Д.С. Гуров, К.В. Золотарев, В.В. Зуев, А.В. Уткин, В.Г. Ческидов, Эллиптический электромагнитный ондулятор UE212M для станции 1-6 «Электронная структура» источника синхротронного излучения ЦКП «СКИФ».....	40
Статья 3-3 , С.В. Волков, А.Г. Елесин, К.В. Золотарев, А.А. Краснов, К.С. Ломакин, С.В. Майоров, С.Н. Макаров, А.Д. Николенко, В.Н. Сероштан, Д.В. Скоков, А.В. Шевляков, Дизайн фронтендов станций первой очереди для ЦКП «СКИФ».....	51
Статья 3-4 , С.А. Белоконь, К.Ю. Котов, А.В. Курочкин, Система автоматизированного управления оборудованием экспериментальной станции.....	70
Статья 3-5 , А.В. Матвеев, А.Г. Окунев, И.В. Маринин, М.А. Марченко, Д.В. Подгайный, В.В. Кореньков, В.С. Потеряев, Я.В. Зубавичус, ИТ-обеспечение экспериментальных станций ЦКП «СКИФ».....	74
Статья 3-6 , А.В. Гладышева, А.Ю. Бакулина, Г.С. Онхонова, С.Г. Архипов, А.А. Гладышева, А.П. Агафонов, Р.А. Максютков, Я.В. Зубавичус, Е.Б. Левичев, В.И. Бухтияров, Вирусологическая станция «Вектор» на Сибирском кольцевом источнике фотонов.....	88
Статья 3-7 , С.В. Цыбуля, О.А. Булавченко, З.С. Винокуров, А.Н. Шмаков, Д.А. Яценко, В.П. Пахарукова, К.И.Шефер, Ю.В.Ларичев, Я.В.Зубавичус, Концепция учебной станции Новосибирского государственного университета.....	97
Статья 3-8 , И.А. Батаев, М.В. Горбачев, И.П. Долбня, А.М. Корсунский, Д.А. Красноруцкий, И.В. Малышев, Н.А. Мезенцев, А.В. Мурзина, В.С. Наумкин, Я.В. Ракшун, А.Н. Складаров, А.Е. Требушинин, Ю.В. Хомяков, В.А. Чернов, Н.И. Чхало, Концептуальный проект экспериментальной станции «Материя».....	107
Статья 3-9 , И.В. Малышев, А.Е. Пестов, В.Н. Полковников, Д.Г. Реунов, Н.Н. Салащенко, М.Н. Торопов, Н.И. Чхало, Я.В. Ракшун, В.А. Чернов, И.А. Щелоков, Проекционная схема станции «Наноскоп» для биологических исследований в «окне прозрачности воды».....	177
Статья 3-10 , В.А. Пустоваров, В.Ю. Иванов, Проект станции «Люминесцентная спектроскопия с временным разрешением» на канале синхротронного излучения ЦКП «СКИФ».....	194
Статья 3-11 , С.Л. Вебер, А.Р. Мельников, А.А. Самсоненко, И.А. Милёхин, Н.В. Суровцев, Е.Г. Багрянская, В.П. Федин, К.А. Брылев, М.В. Федин, А.Г. Милёхин, А.В. Латышев, В.Л. Кузнецов, К.В. Золотарев, Я.В. Зубавичус, Станция «ИК-диагностика» синхротронного источника «СКИФ»: концептуальный дизайн и ключевые экспериментальные методики.....	208
Статья 3-12 , А.П. Чернышев, Н.Ф. Уваров, С.А. Петров, П.Ю. Тяпкин, Современные методы мёссбауэровской спектроскопии с использованием СИ.....	230
Статья 3-13 , В.В. Денисов, Н.Н. Коваль, О.В. Крысина, Н.А. Ратахин, А.Д. Тересов, А.Н. Шмаков, Концепция станции второй очереди «Поверхность» ЦКП «СКИФ» для определения механизмов синтеза функциональных покрытий и структур с уникальными параметрами и свойствами, созданных методами пучково-плазменной инженерии.....	241

Статья 3-14 , В.П. Назьмов, Б.Г. Гольденберг, Станция рентгено-лучевых технологий (X-Techno).....	252
Статья 3-15 , А.Д. Николенко, А.Д. Федоренко, Н.И. Чхало, Концепция экспериментальной станции «Метрология и рефлектометрия» в рамках второй очереди ЦКП «СКИФ»...	261
Статья 3-16 , О.П. Коробейничев, А.Д. Николенко, А.Н. Шатохин, А.Г. Шмаков, Проект оптической схемы экспериментальной станции второй очереди ЦКП «СКИФ» для исследования химии и кинетики процессов горения.....	279
Статья 3-17 , А.Ю. Романчук, К.О. Квашнина, С.Н. Калмыков, Перспективы использования синхротронных методов для исследований в области радиохимии и радиоэкологии в России.....	289
Статья 3-18 , В.П. Дмитриев, А.В. Солдатов, А.А. Гуда, Управляемая искусственным интеллектом лаборатория для исследования каталитических процессов в реальных технологических условиях на источнике синхротронного излучения ЦКП «СКИФ».	297
Статья 3-19 , М.С. Платунов, Я.В. Зубавичус, С.Г. Овчинников, К.В. Золотарёв, Концепция универсальной исследовательской станции диагностики функциональных материалов с использованием поляризованного рентгеновского излучения.....	307

Сверхпроводящие вставные устройства для экспериментальных станций первой очереди ЦКП «СКИФ»

А.А. Волков¹, А.В. Брагин¹, А.И. Ерохин¹, А.В. Зорин¹, Ф.П. Казанцев¹, П.В. Каноник¹,
Н.А. Мезенцев^{1,2}, А.Н. Сафронов¹, А.А. Седов¹, С.В. Хрущев¹, В.М. Цуканов¹,
В.А. Шкаруба^{1,2}

¹Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, пр. Лаврентьева, 11, 630090,
Новосибирск

²ЦКП «СКИФ», Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Никольский пр., 1, Кольцово,
630559

Автор для переписки: shkaruba@mail.ru

Аннотация. Представлены основные параметры, характеристики и особенности конструкции сверхпроводящих вставных устройств – вигглеров и ондуляторов – основных источников генерации синхротронного излучения для экспериментальных станций первой очереди на строящемся источнике синхротронного излучения ЦКП «СКИФ». Описан текущий статус и результаты испытаний магнитной и криогенной системы сверхпроводящих вставных устройств.

Ключевые слова: Сверхпроводящие магниты, синхротронное излучение, вигглер, ондулятор, криостат

Оглавление

Введение.....	6
1 Сверхпроводящие вигглеры.....	6
1.1 Сверхпроводящий вигглер для станции 1-5	6
1.2 Сверхпроводящий вигглер для станции 1-3	15
2 Сверхпроводящие ондуляторы	18
2.1 Сверхпроводящий ондулятор для станций 1-1 и 1-2	20
2.2 Сверхпроводящий ондулятор для станции 1- 4.	25
3 Криогенная система сверхпроводящих вставных устройств	28
Заключение	38
Список цитируемой литературы.....	39

Введение

Основными устройствами генерации фотонов на источнике синхротронного излучения (СИ) ЦКП «СКИФ» будут сверхпроводящие многополюсные вставные устройства со знакопеременным магнитным полем – вигглеры и ондуляторы, которые, благодаря использованию сверхпроводящих технологий позволяют получать высокие уровни магнитных полей, недоступные для обычных тёплых магнитов. В первой очереди строительства источника СКИФ предполагается ввести в эксплуатацию 5 сверхпроводящих многополюсных вставных устройств – 2 вигглера и 3 ондулятора. Параметры каждого из этих устройств оптимизировались под конкретную пользовательскую задачу.

1 Сверхпроводящие вигглеры

1.1 Сверхпроводящий вигглер для станции 1-5

В Таблица 1 представлены основные параметры сверхпроводящего вигглера для станции 1-5.

Таблица 1. Основные параметры сверхпроводящего вигглера с периодом 48 мм и полем 4.5 Тл для станций 1-5.

Параметры	Вигглер 1-5
Номинальное магнитное поле, Тл	4.5
Период вигглера, мм	48
Межполюсный зазор, мм	7
Вертикальная апертура для пучка, мм	5
Горизонтальная апертура для пучка, мм	40
Число периодов	18
Число основных полюсов	36
Число полюсов $\frac{3}{4}$	2
Число полюсов $\frac{1}{4}$	2
Магнитная длина, мм	~950
Длина между фланцами	~2700
Ток в обмотке, А	350
Мощность излучения ($B=4$ Тл, $I=0.4$ А, $E=3$ ГэВ), кВт	39
Горизонтальный угол излучения, мрад	± 3.5

Основная цель создания любого многополюсного вигглера - получение максимального потока фотонов в требуемом диапазоне энергий. Поэтому такие параметры вигглера, как магнитный зазор, уровень поля и период, были оптимизированы для заданной энергии пучка 3 ГэВ, требуемой энергии фотонов и доступного пространства прямолинейного промежутка. Использование сверхпроводимости даёт возможность достичь максимального магнитного поля на одном полюсе с минимальным периодом и поместить максимальное количество полюсов внутри доступного пространства прямолинейного промежутка накопителя для достижения максимального потока фотонов.

Основные параметры вигглера для станции 1-5 после оптимизации были определены как магнитное поле 4.5 Тл, период 48 мм при величине магнитного зазора 7 мм и количестве основных полюсов 36. Конфигурация магнитной системы вигглера – горизонтальный рейстрек. Магнит состоит из двух половинок с катушками, расположенными выше и ниже оси вигглера напротив друг друга. Используется Nb-Ti сверхпроводящий провод диаметром 0.92 мм с критическим током 520 А в поле 7 Тл при температуре 4.2 К. Для повышения уровня поля на ~ 15% катушка разделена на две секции. Это даёт возможность добавить ток во внешнюю секцию (где поле ниже) и увеличить общее количество ампер - витков всей катушки. Максимальное поле на одном полюсе ограничено максимальным током используемого сверхпроводящего провода, который находится в критической области катушки с максимальным уровнем магнитного поля. Результат оптимизации геометрии катушки и соотношения ток-поле для получения максимального поля представлен на **Рисунок 1**. Использование двух отдельных источников питания даёт возможность перераспределения токов между внешней и внутренней секциями, а также между катушками коррекции для зануления интегралов поля вигглера.

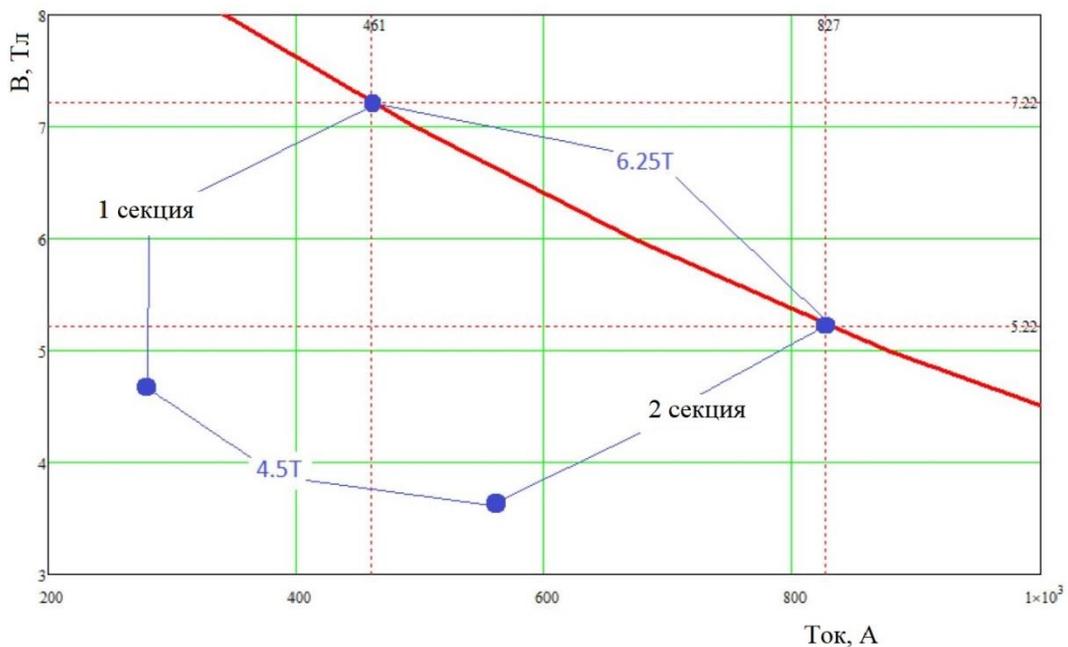


Рисунок 1. Расположение рабочих точек двухсекционной обмотки 4.5 Тл вигглера относительно критической кривой сверхпроводящего провода.

Ключевым элементом магнита является основной полюс, состоящий из железного сердечника и сверхпроводящей обмотки, выполненной в виде горизонтального рейстрека. На **Рисунок 2** и **Рисунок 3** представлены внешний вид изготовленного основного полюса и его поперечный разрез, сделанный для выборочной проверки качества обмотки. На **Рисунок 4**

представлен внешний вид основных катушек и боковых полюсов, предназначенных для замыкания орбиты электронного пучка на участке с вигглером.



Рисунок 2. Внешний вид основного полюса.

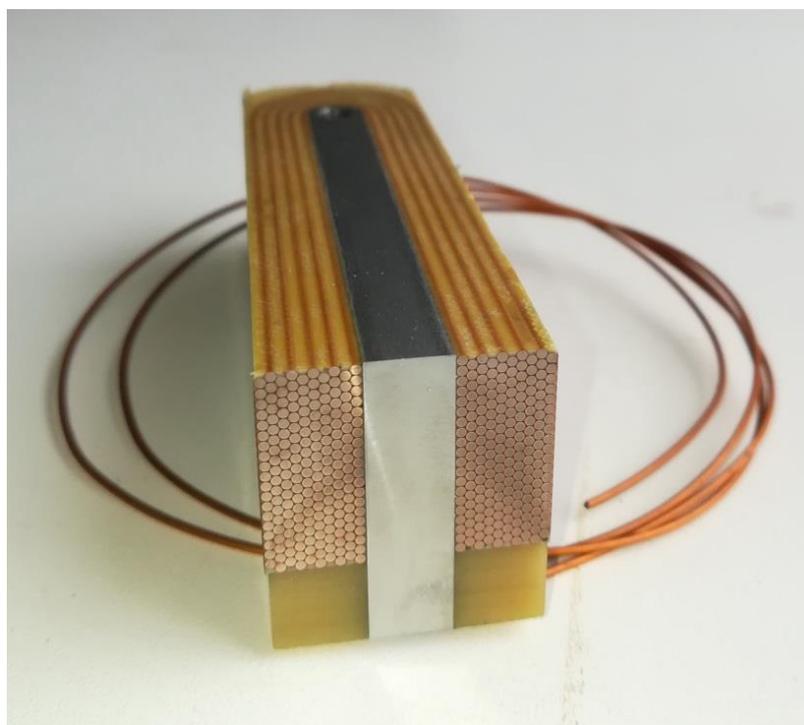


Рисунок 3. Поперечный разрез основного полюса для выборочной проверки качества обмотки.



Рисунок 4. Внешний вид основного полюса и боковых полюсов с полем $\frac{1}{4}$ и $\frac{3}{4}$.

Полюса устанавливаются на специальную раму из алюминиевого сплава 6063 с высокой теплопроводностью при низких температурах. Зазор между двумя половинками магнита обеспечивается специальными прокладками. Дальняя от средней плоскости часть сердечника прижимается к алюминиевому каркасу, который, во-первых, является механической опорой, поддерживающей все катушки магнита, а во-вторых, обеспечивает отвод тепла для охлаждения катушек. Катушки на каждой половине магнита сжаты вместе вдоль продольной координаты шпильками из бериллиевой бронзы, чтобы предотвратить движение витков обмотки под действием пондеромоторных сил магнитного поля и избежать преждевременного срыва сверхпроводимости. Все катушки магнита соединены последовательно с использованием технологии холодной сварки, как показано на **Рисунок 5**

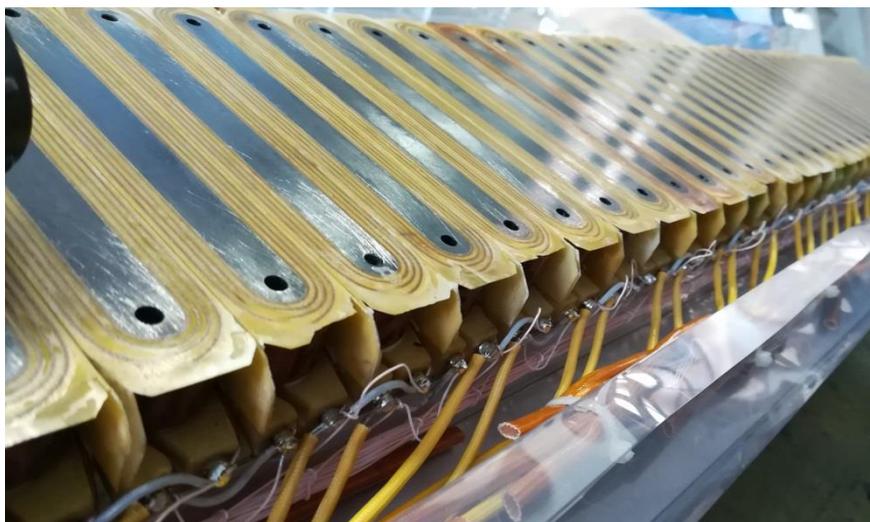


Рисунок 5. Магнитная структура из последовательно соединённых катушек.

Трёхмерная модель полноразмерной магнитной системы и нижней ее части с катушками представлены на **Рисунок 6** и **Рисунок 7**, соответственно. На **Рисунок 8** показано поперечное сечение магнита в сборе.

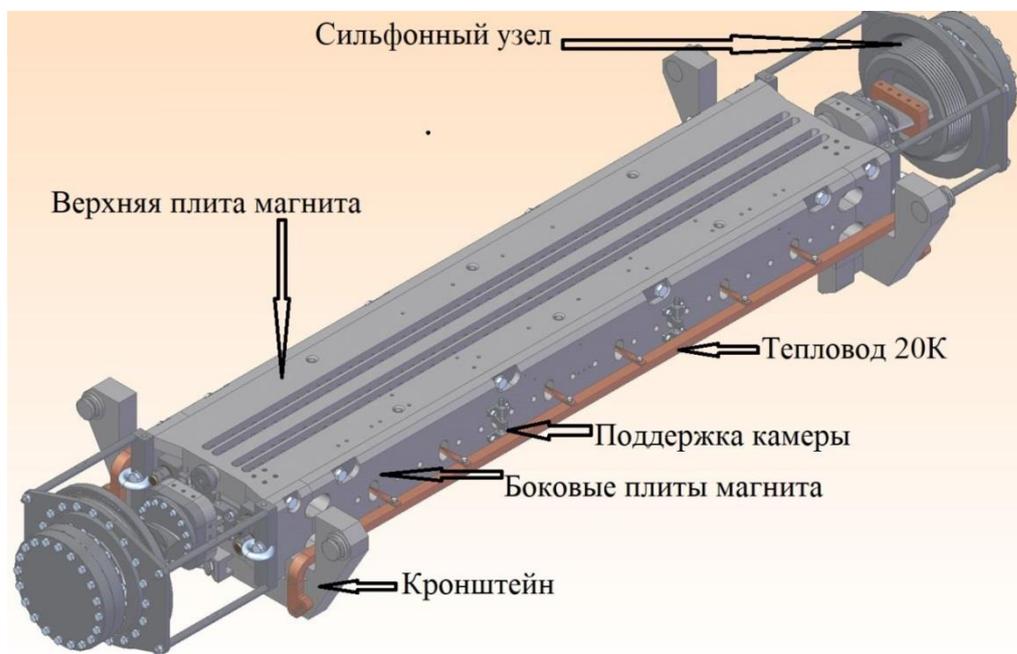


Рисунок 6. Модель полной магнитной системы сверхпроводящего вигглера.

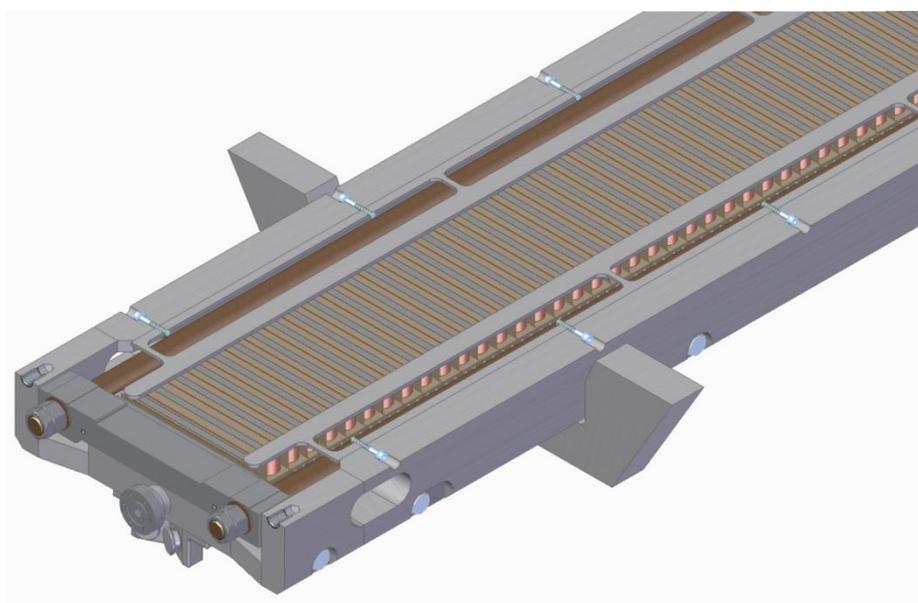


Рисунок 7. Конструкция нижней половины магнита с установленными сверхпроводящими катушками.

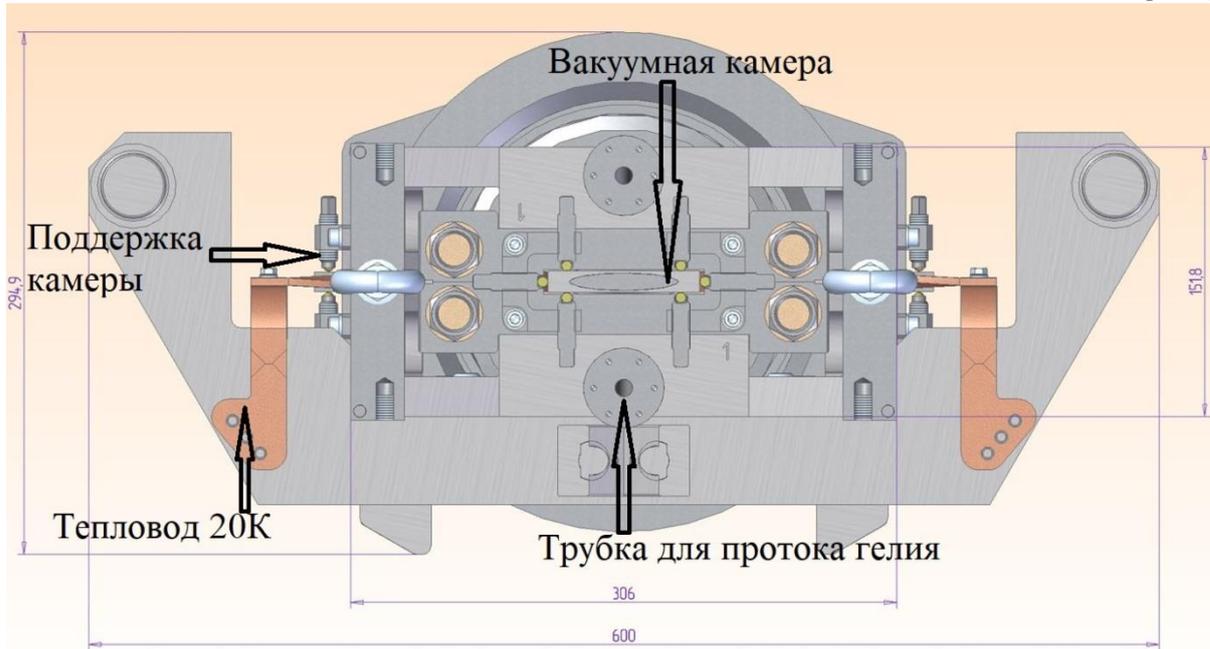


Рисунок 8. Поперечное сечение сверхпроводящей магнитной системы.

Система защиты сверхпроводящих обмоток состоит из пассивной и активной части. Пассивная часть системы защиты состоит из цепочек диодов и резисторов, установленных на верхней части магнита (**Рисунок 9**). Вся последовательность обмоток разбита на 4 части, каждая из которых шунтирована сборкой из последовательно соединённых резистора (~0.2 Ом) и двух параллельно соединённых встречно направленных диодов. При таком соединении один из защитных диодов открывается напряжением, возникающим из-за появления нормально проводящей зоны в сверхпроводящей обмотке. Таким образом, ток будет течь через резистор только в случае реального срыва и не будет при рабочем подъёме или опускании поля. Напряжение с резисторов пассивной части системы защиты используется для работы детектора срыва, который включает в работу активную часть системы защиты. Такая схема подключения исключает ложные срабатывания системы защиты от срыва.

Активная часть системы защиты выключает источники питания вигглера в случае срыва сверхпроводимости (по сигналу детектора срыва). Детектор срыва представляет собой отдельный электронный блок, размещённый непосредственно на корпусе криостата для минимизации влияния электрических наводок и снижения вероятности ложного срабатывания. Детектор срыва состоит из двух независимых детекторных блоков (**Рисунок 10**). Первый детекторный блок реагирует на разницу напряжений между обмотками верхней и нижней половин вигглера с порогом напряжения около 5 В. Второй детекторный блок реагирует на появление напряжения (>5В) на одном из резисторов пассивной части системы защиты.



Рисунок 9. Внешний вид диодов и резисторов пассивной системы защиты обмоток.

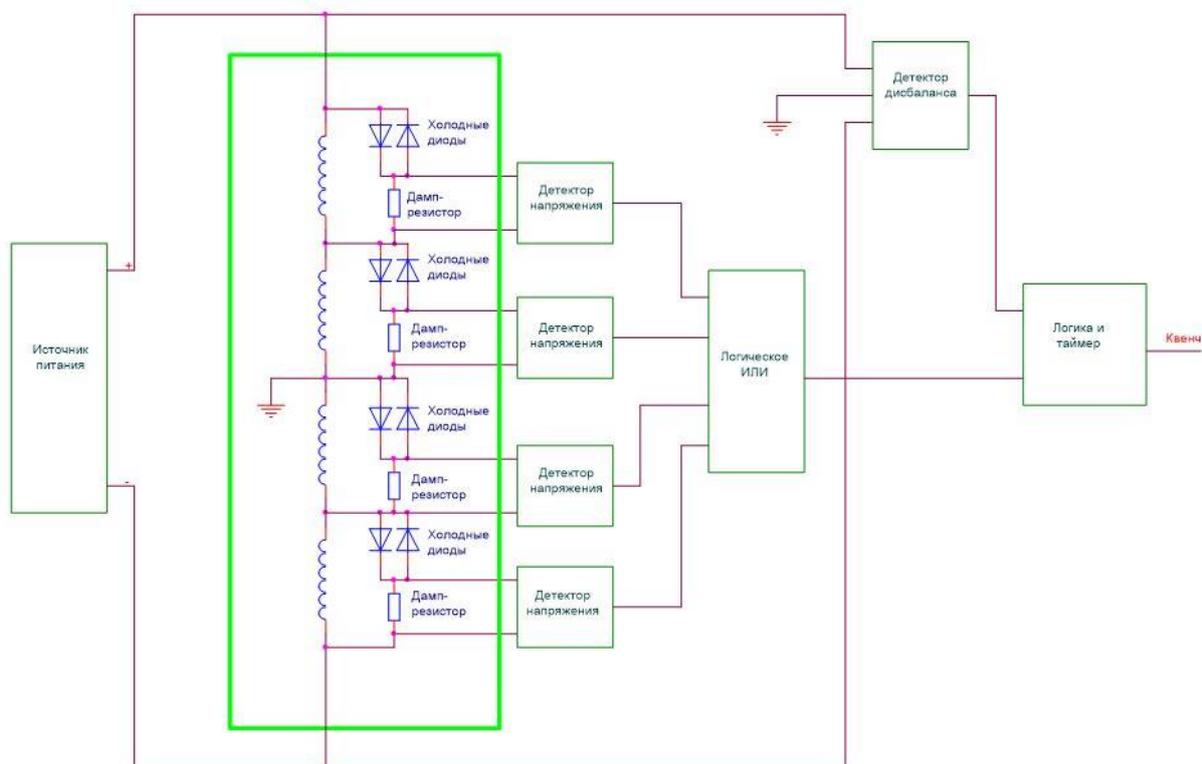


Рисунок 10. Структурная схема подключения детектора срыва.

На Рисунок 11, Рисунок 12 и Рисунок 13 представлены расчётное распределение магнитного поля, углового отклонения и смещения орбиты в сверхпроводящем вигглере для станции 1-5.

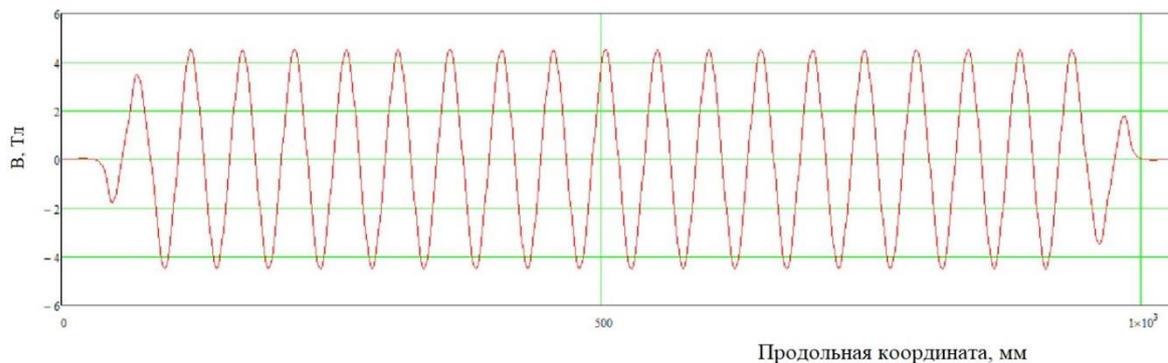


Рисунок 11. Распределение магнитного поля сверхпроводящего 4.5 Тл вигглера.

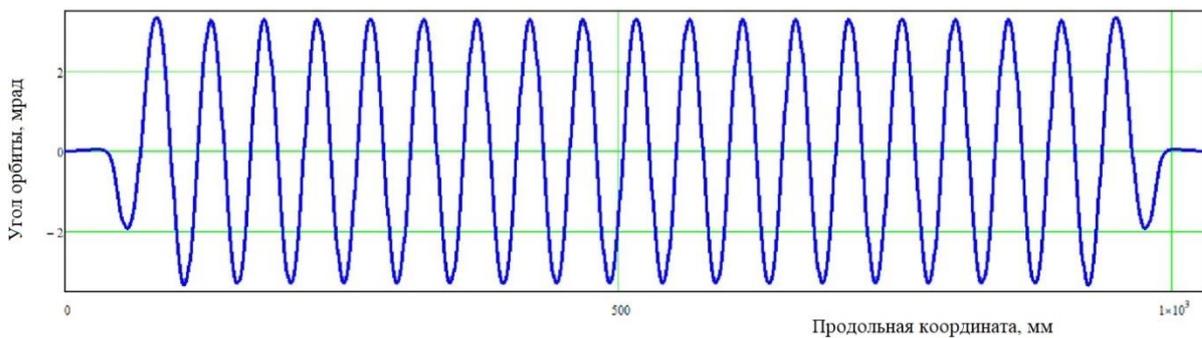


Рисунок 12. Угловое отклонение орбиты пучка в сверхпроводящем 4.5 Тл вигглере.

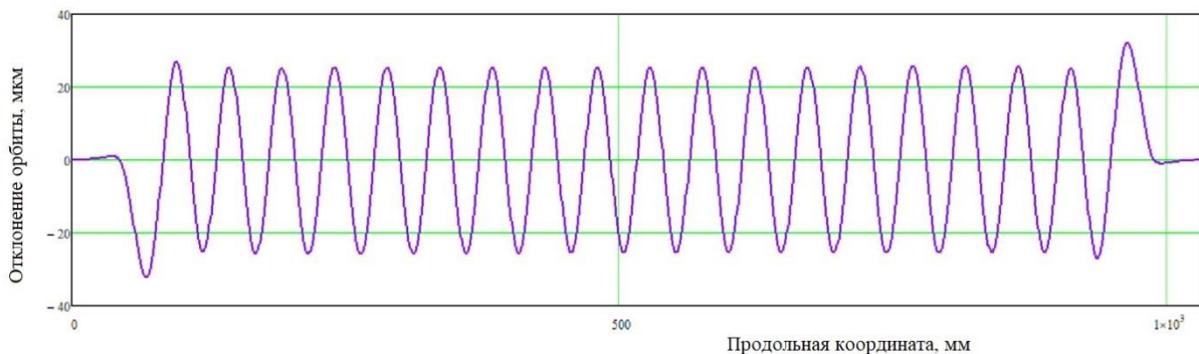


Рисунок 13. Траектория пучка в сверхпроводящем 4.5 Тл вигглере.

Спектрально – угловое распределение потока фотонов из вигглера с магнитным полем 4.5 Т, период 48 мм и длина магнита ~ 1 м представлено на **Рисунок 14**. На **Рисунок 15** показано угловое распределение мощности излучения для такого вигглера при энергии пучка 3 ГэВ, токе 400 мА.

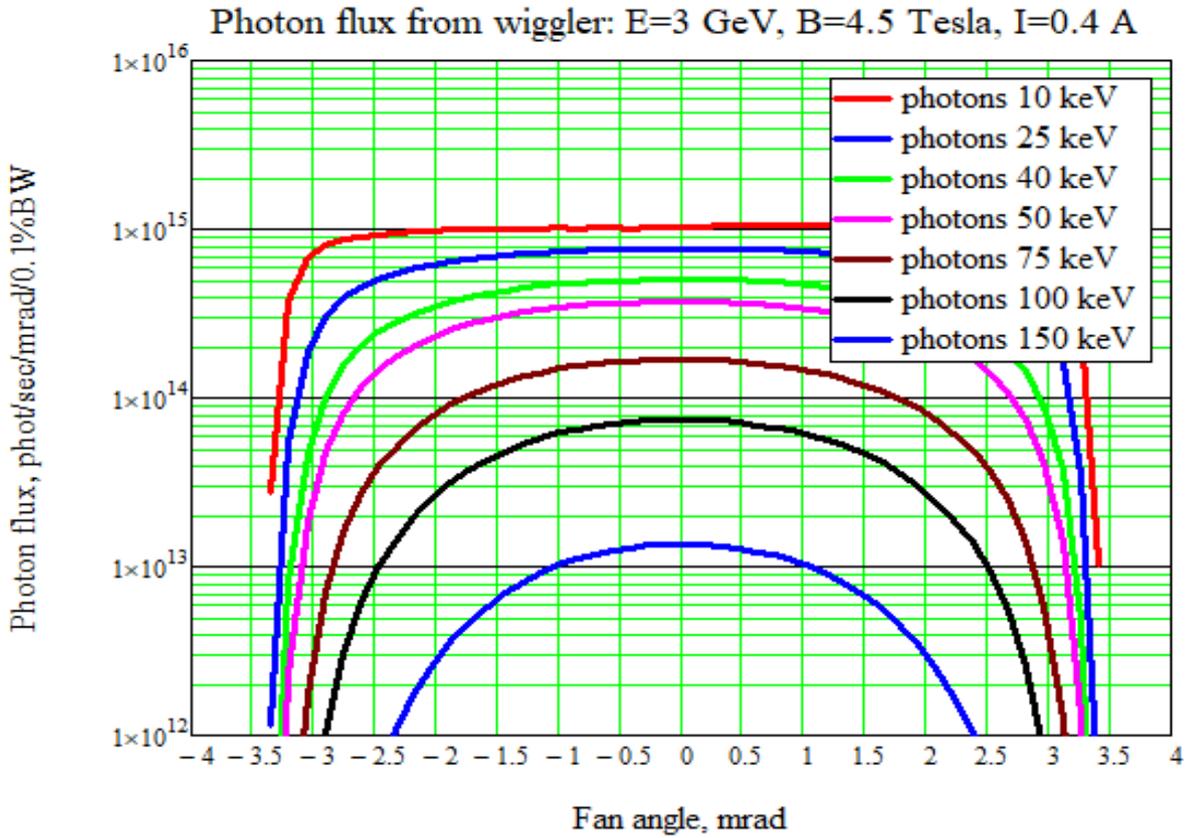


Рисунок 14. Спектрально-угловое распределение потока фотонов из вигглера (B=4.5 Т, период 48 мм, длина магнита ~1 м).

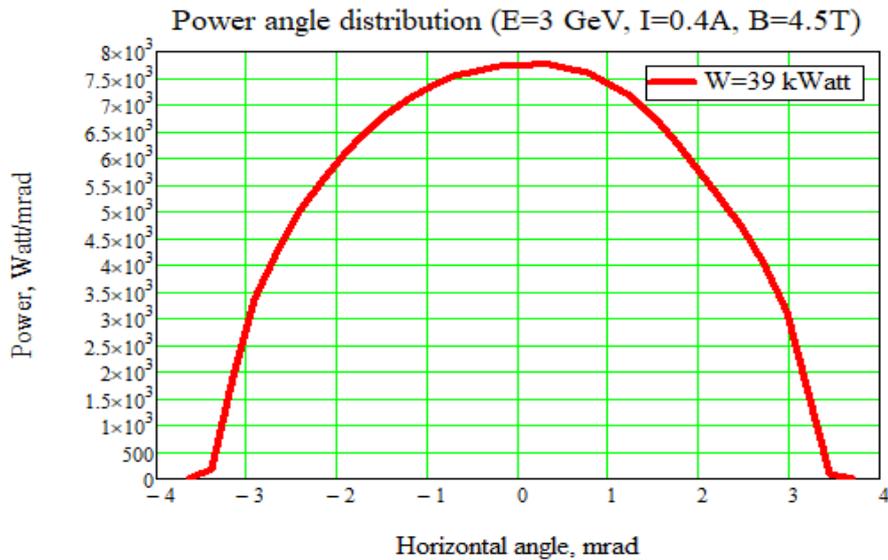


Рисунок 15. Угловое распределение мощности излучения. (E=3 ГэВ, I=400 мА, B=4.5 Т, период 48 мм, длина магнита ~1м).

1.2 Сверхпроводящий вигглер для станции 1-3

Сверхпроводящий вигглер для станции 1-3 имеет конструкцию, аналогичную вигглеру для станции 1-5, однако его магнитная структура была оптимизирована на требуемый диапазон 35 кэВ. В результате оптимизации была выбрана величина магнитного поля 2.7 Тл и период 27 мм. В основном полюсе вигглера была использована односекционная обмотка. На **Рисунок 16** представлено расположение рабочей точки односекционной обмотки 2.7 Тл вигглера относительно критической кривой сверхпроводящего провода. Основные параметры этого вигглера представлены в **Таблица 2**.

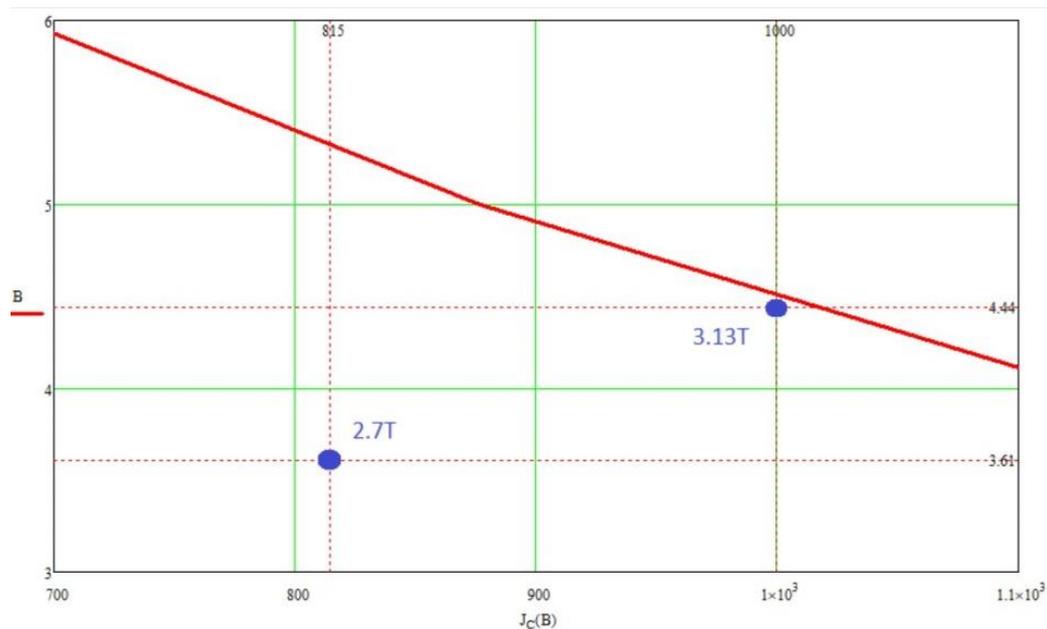


Рисунок 16. Расположение рабочей точки односекционной обмотки 2.7 Тл вигглера относительно критической кривой сверхпроводящего провода.

На **Рисунок 17**, **Рисунок 18** и **Рисунок 19** представлены расчётное распределение магнитного поля, углового отклонения и смещения орбиты в сверхпроводящем вигглеру для станции 1-5.

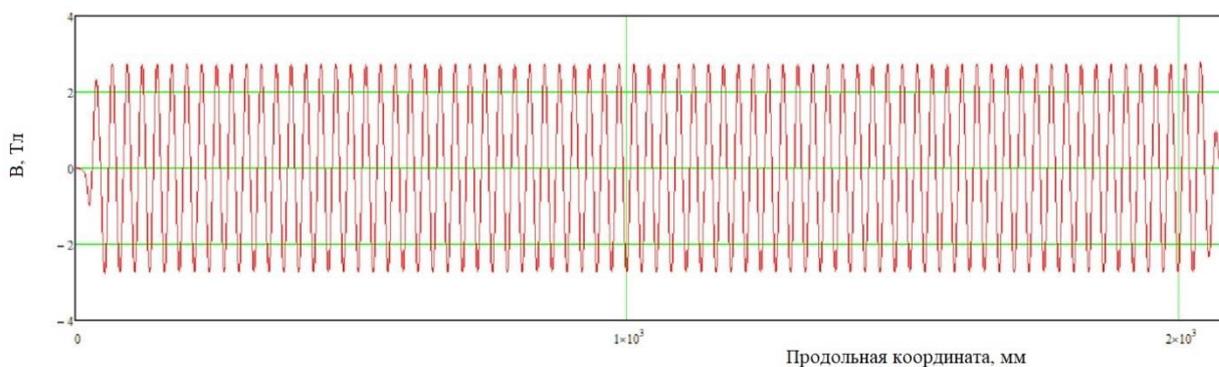


Рисунок 17. Распределение магнитного поля сверхпроводящего 2.7 Тл вигглера.

Таблица 2. Основные параметры сверхпроводящего вигглера с периодом 27 мм и полем 2.7 Тл для станций 1-5.

Параметры	Вигглер 1-3
Номинальное магнитное поле, Тл	2.7
Период вигглера, мм	27
Межполюсный зазор, мм	7
Вертикальная апертура для пучка, мм	5
Горизонтальная апертура для пучка, мм	40
Число периодов	74
Число основных полюсов	148
Число полюсов $\frac{3}{4}$	2
Число полюсов $\frac{1}{4}$	2
Магнитная длина, мм	~2000
Длина между фланцами	~2700
Ток в обмотке, А	820
Мощность излучения (B=4 Т, I=0.4 А, E=3 GeV), кВт	33.1
Горизонтальный угол излучения, мрад	± 1.2

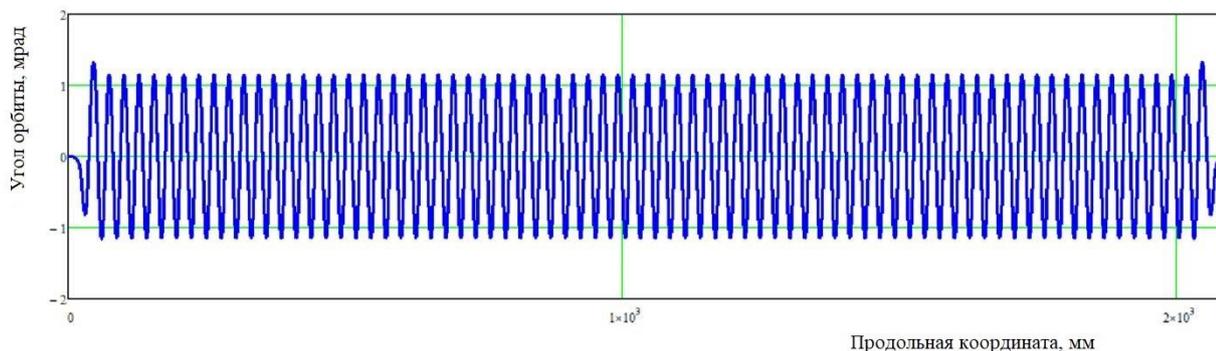


Рисунок 18. Угловое отклонение орбиты пучка в сверхпроводящем 2.7 Тл вигглере.

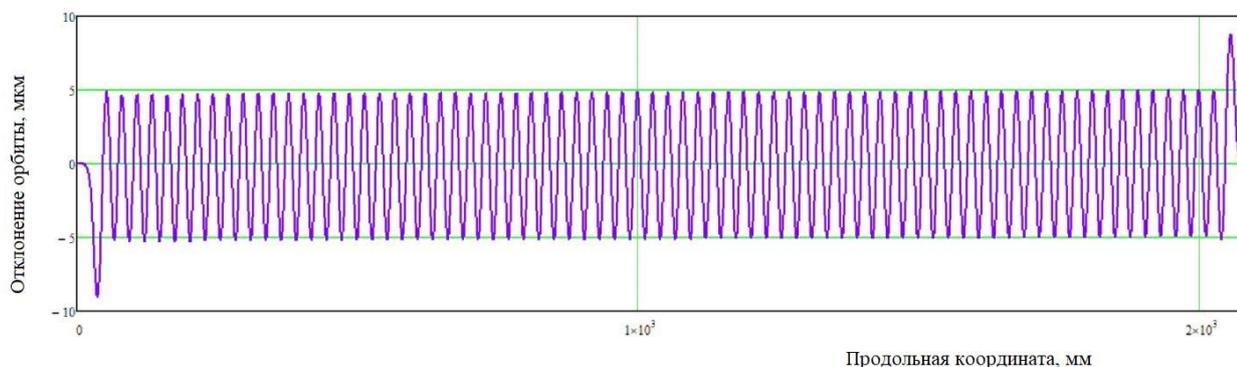


Рисунок 19. Траектория пучка в сверхпроводящем 2.7 Тл вигглере.

На **Рисунок 20** и **Рисунок 21** показано спектрально-угловое распределение потока фотонов и угловое распределение мощности излучения из этого вигглера.

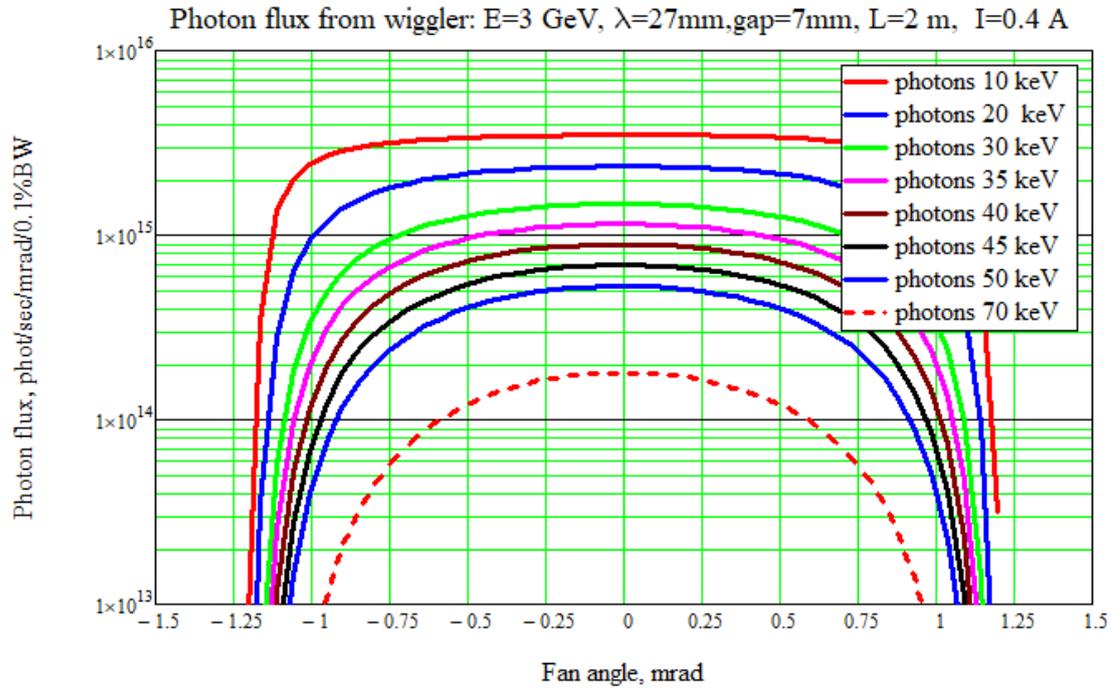


Рисунок 20. Спектрально-угловое распределение потока фотонов из вигглера (период 27 мм, $B=2.7\text{T}$).

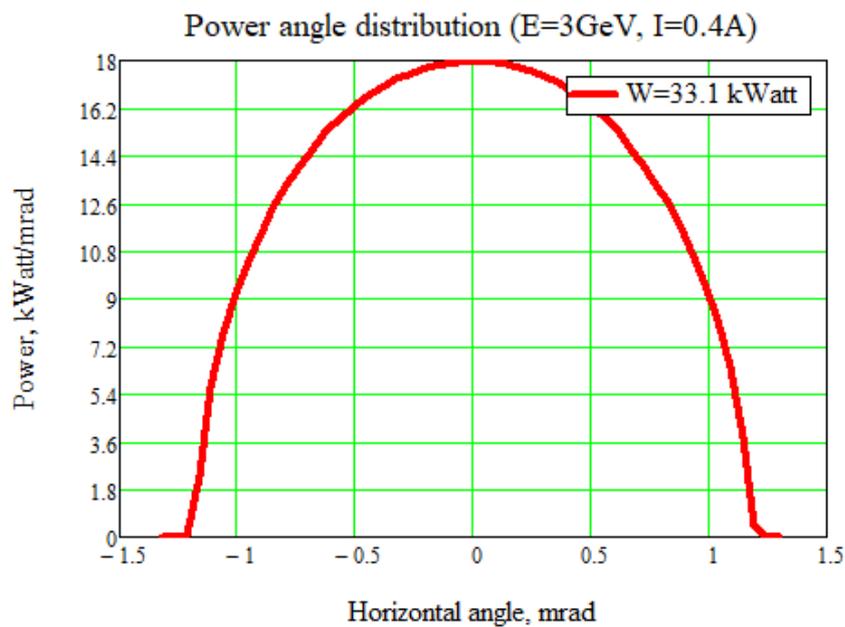


Рисунок 21. Угловое распределение мощности излучения. ($E=3\text{ ГэВ}$, $I=400\text{ мА}$, $B=2.7\text{ Т}$, период 27 мм, длина магнита $\sim 2\text{м}$).

2 Сверхпроводящие ондуляторы

Строительство новых кольцевых источников СИ четвёртого поколения, а также модернизация оптических структур уже существующих источников, направленные на получение минимально возможного эмиттанса, создают предпосылки для создания пространственно - когерентных пучков высокой яркости с энергией фотонов в десятки КэВ при энергии электронов ~ 3 ГэВ. Такие пучки фотонов генерируются с помощью многополюсных ондуляторов с коротким периодом ~ 15 -18 мм, магнитным полем на орбите ~ 1 -1,6 Тл и среднеквадратичной фазовой ошибкой менее 3 градусов. Магнитная система ондулятора по своей структуре похожа на магнитную систему многополюсного вигглера. Отличие состоит в параметре K (параметр ондуляторности или параметр отклонения):

$$K \approx 0.943 \cdot B(T) \cdot \lambda_U$$

где B - амплитуда магнитного поля, λ_U – период ондулятора.

Если параметр $K \gg 1$, то такое устройство работает в режиме вигглера. При значениях $K \sim 1$ устройство работает в режиме ондулятора. Спектральные свойства ондуляторного излучения и синхротронного излучения отличаются тем, что излучение из ондуляторов является дискретным так, что фотоны излучаются на гармониках n основной фундаментальной энергии:

$$E_n [keV] = \frac{9.5nE^2 [GeV]}{\lambda_0 [mm] \left(1 + \frac{K^2}{2}\right)}$$

В настоящее время ондуляторы в основном изготавливаются на постоянных магнитах с использованием редкоземельных материалов SmCo, NdFeB и PrFeB. Несмотря на высокие значения поля, создаваемого с использованием новых материалов, магниты на основе сверхпроводящих материалов NbTi и Nb3Sn имеют преимущества по величине магнитного поля при тех же параметрах (период и межполюсный зазор). Магнитное поле сверхпроводящих ондуляторов создаётся поперечными токами в обмотках. Вопрос о том, как замыкаются токи в обмотках, вторичен и зависит от технологии изготовления полюсов и требований к качеству поля и апертуры электронного пучка. Существующие и разрабатываемые в мире сверхпроводящие ондуляторы основаны на технологии обмоток «вертикальный рэйстрек» ([1], [2]) когда ток цепи в обмотке замыкается в вертикальной плоскости. В технологии, разработанной в ИЯФ СО РАН токи в обмотках замыкаются в горизонтальной плоскости («горизонтальный рейстрек») [3]. Такие обмотки используются в сверхпроводящих вигглерах. На основе этого метода был предложена [4], создана и испытана магнитная система сверхпроводящего ондулятора с небольшой фазовой ошибкой ($<3^\circ$). В штатном режиме работы ондулятор будет размещён в собственном горизонтальном криостате с косвенной системой охлаждения с использованием криокулеров.

Преимущество изготовления полюсов магнита по технологии «горизонтальный рейстрек» состоит простоте конструкции и в том, что каждый полюс изготавливается

индивидуально. Это позволяет в процессе изготовления электромагнитных полюсов, контролировать их идентичность и делать отбор. Кроме того, горизонтальная намотка приводит к более высокой точности положения витков проводов, близких к орбите пучка, и тем самым к снижению возможных фазовых ошибок. Недостатком технологии горизонтального рейстрека является большое количество электрических соединений между отдельными полюсами, но при соединениях, выполненных по технологии «холодной сварки», которая обеспечивает сопротивление менее 10^{-10} Ом, даже ~ 1000 соединений не создают проблем с нагревом при рабочем токе ~ 1 кА. При периодическом магнитном поле ондулятора, выполненного по технологии «горизонтальный рейстрек», возможны два варианта включения тока (**Рисунок 22**): (1) на каждом железном сердечнике намотана своя обмотка (активные полюса) (левая часть рисунка) и (2) чередующиеся железные сердечники с катушками и без них (нейтральные полюса) (правая часть рисунка). Преимущество предлагаемой конструкции с нейтральными полюсами заключается в том, что количество полюсов и соединение проводов снижается в два раза. Магнит состоит из двух одинаковых верхней и нижней половин (**Рисунок 23**), на которых чередуются полюса с обмотками и нейтральные полюса. Комбинация одной обмотки и нейтрального полюса составляет один период ондулятора [5].

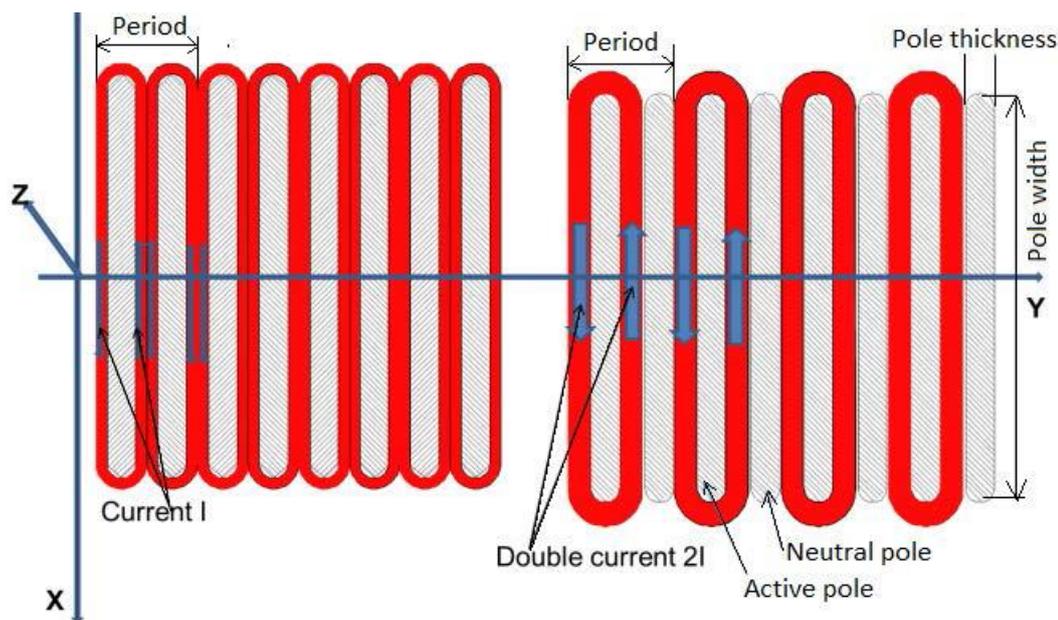


Рисунок 22. Схематическое расположение полюсов и токов в них для ондулятора с горизонтальными катушками типа рейстрек. Слева: стандартная структура катушек с обычным замыканием тока (катушки витглерного типа); справа: набор катушек с нейтральными полюсами.

Для вставных устройств, таких как ондулятор, есть требования минимизации первого и второго интегралов магнитного поля вдоль орбиты электронного пучка. Для удовлетворения этим требованиям на краях ондулятора размещены боковые полюса, которые используются для компенсации интегралов поля, запитывая их от разных источников питания.

Половинки ондулятора расположены так, что магнитные поля направлены навстречу друг другу. Для создания поперечного магнитного поля в средней плоскости одна половина смещается относительно другой на полпериода, как показано на расчётной модели на **Рисунок 23**.

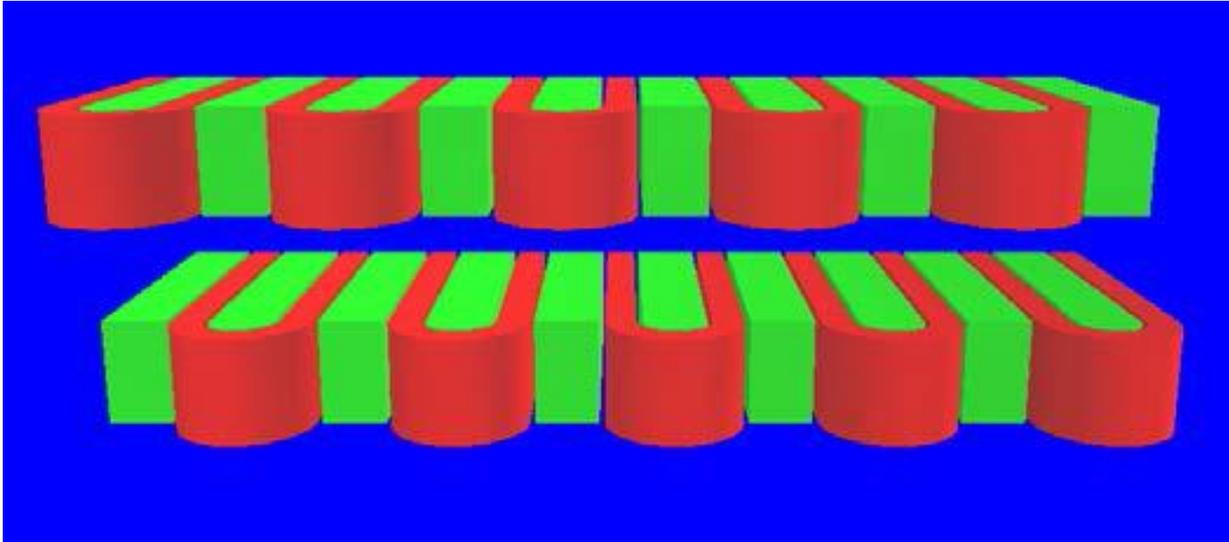


Рисунок 23. Модель для магнитных расчётов сверхпроводящего ондулятора с нейтральными полюсами

По сравнению с широко распространёнными конструкциями, предложенная конструкция имеет в несколько раз меньшую накопленную энергию и в несколько раз меньший расход сверхпроводящего провода. Такая конфигурация магнитной системы даёт преимущество в точности изготовления обмоток и имеет распределение сил на обмотках, обеспечивающее лучшую механическую устойчивость по сравнению с традиционными структурами. Правильное соотношение длин железных сердечников активного и нейтрального полюсов сводит к минимуму перекося квадруполь и октуполь, возникающий из-за петлевых токов обмоток ондулятора.

2.1 Сверхпроводящий ондулятор для станций 1-1 и 1-2

В **Таблица 3** представлены основные параметры сверхпроводящего ондулятора с периодом 15.6 мм и полем 1.25 Тл для станций 1-1 и 1-2.

Таблица 3. Основные параметры сверхпроводящего ондулятора с периодом 15.6 мм и полем 1.25 Тл для станций 1-1 и 1-2.

Параметры	Ондуляторы 1- 1 и 1-2
Номинальное магнитное поле, Тл	1.25
Период вигглера, мм	15.6
Межполюсный зазор, мм	7
Вертикальная апертура для пучка, мм	5
Горизонтальная апертура для пучка, мм	40
Число периодов	128
Магнитная длина, мм	~2000
Длина между фланцами	~2700
Ток в обмотке, А	~440
Мощность излучения (B=1.25 Т, I=0.4 А, E=3 GeV), кВт	7.66
Горизонтальный угол излучения, мрад	± 0.32
Среднеквадратичная фазовая ошибка, град	<3
Максимальное значение параметра отклонения	К ~1.89

На **Рисунок 24** представлен спектральный поток фотонов из ондулятора с периодом 15.6 мм и полем 1.25 Тл (E=3ГэВ, I=400 мА) при изменении поля в ондуляторе от нуля до максимального рабочего поля.

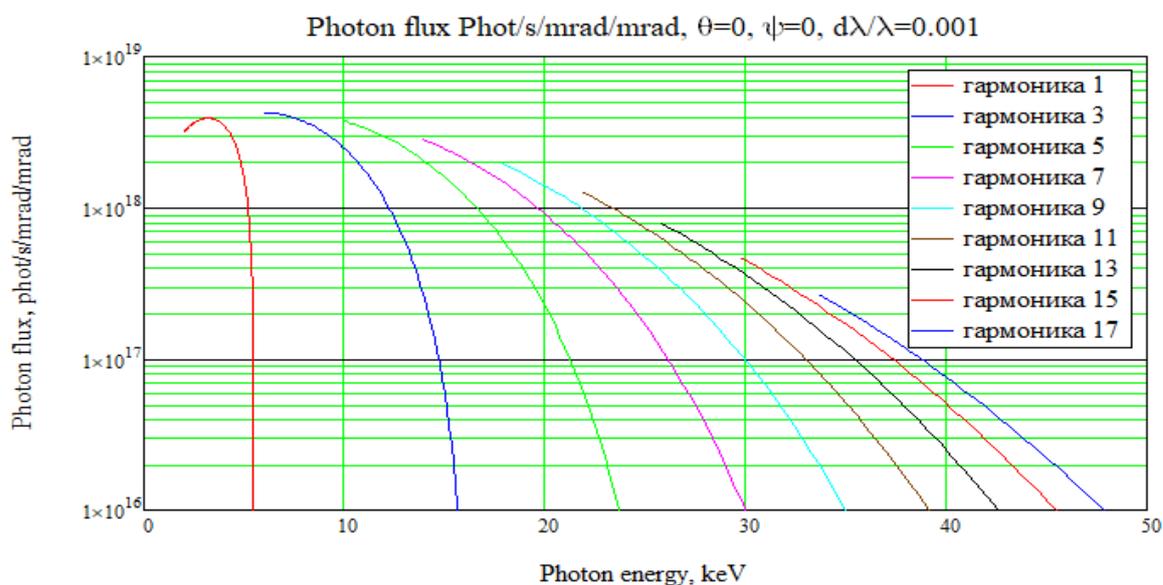


Рисунок 24. Спектральный поток фотонов из ондулятора с периодом 15.6 мм и полем 1.25 Тл (E=3ГэВ, I=400 мА) при изменении поля в ондуляторе от нуля до максимального рабочего поля.

На **Рисунок 25** представлен поток фотонов для ондулятора из ондулятора с периодом 15.6 мм и полем 1.25 Тл ($E=3\text{ГэВ}$, $I=400\text{ мА}$) для разных гармоник излучения в зависимости от параметра отклонения K ($E=3\text{ГэВ}$, $I=400\text{ мА}$).

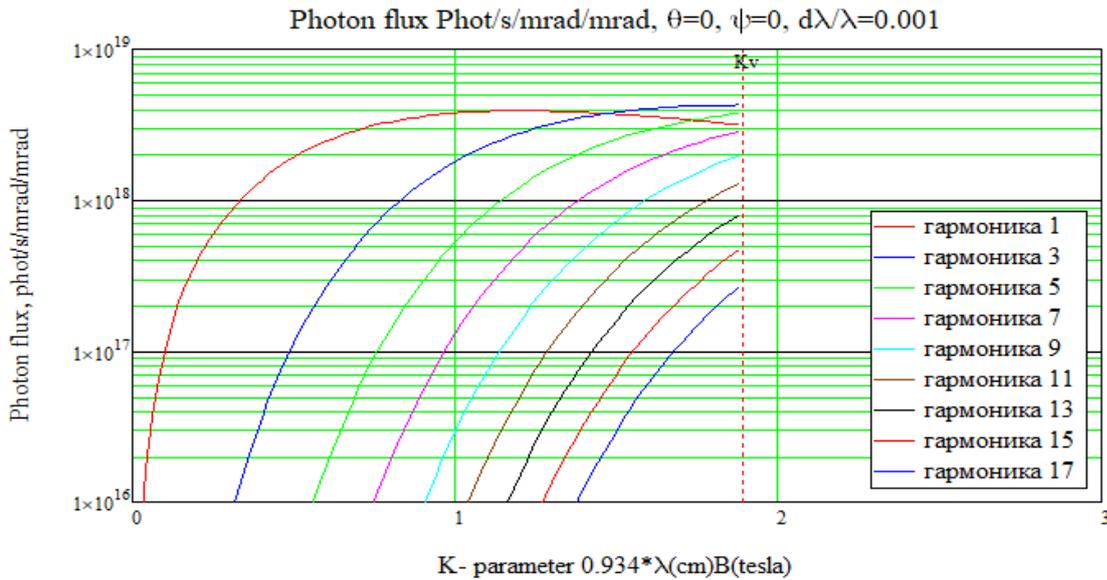


Рисунок 25. Поток фотонов для ондулятора из ондулятора с периодом 15.6 мм и полем 1.25 Тл ($E=3\text{ГэВ}$, $I=400\text{ мА}$) для разных гармоник излучения в зависимости от параметра отклонения K ($E=3\text{ГэВ}$, $I=400\text{ мА}$).

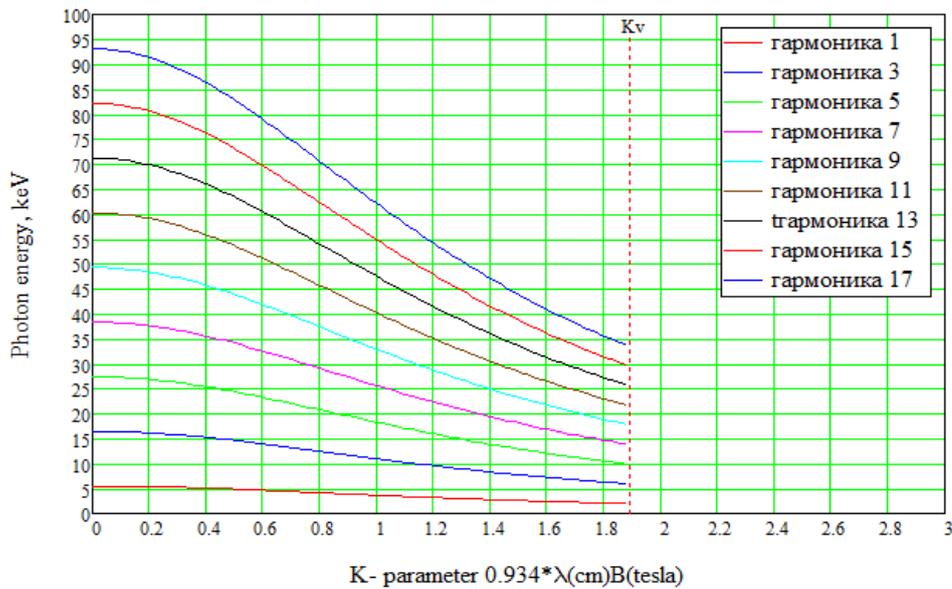


Рисунок 26. Зависимость энергий фотонов для разных гармоник излучения от параметра отклонения K ($E=3\text{ ГэВ}$) для ондулятора из ондулятора с периодом 15.6 мм и полем 1.25 Тл.

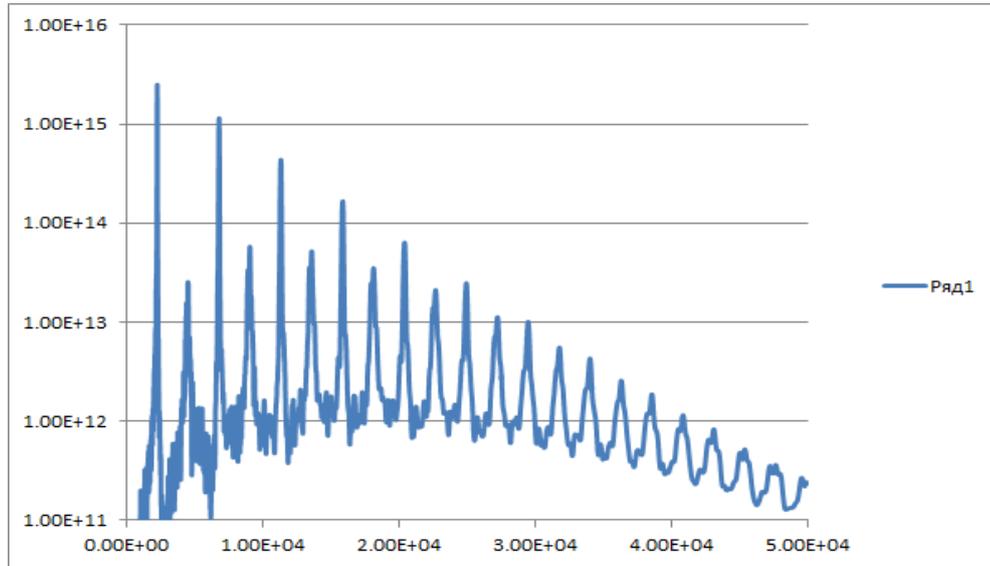


Рисунок 27. Спектральная плотность потока фотонов из ондулятора с идеальной структурой ($E=3$ ГэВ, $I=400$ мА, $e\chi = 75$ пкм) для ондулятора с периодом 15.6 мм и полем 1.25 Тл.

На **Рисунок 26** представлена зависимость энергий фотонов для разных гармоник излучения от параметра отклонения K ($E=3$ ГэВ) для ондулятора с периодом 15.6 мм и полем 1.25 Тл.

На **Рисунок 27** представлена спектральная плотность потока фотонов из ондулятора с идеальной структурой ($E=3$ ГэВ, $I=400$ мА, $e\chi = 75$ пкм) для ондулятора с периодом 15.6 мм и полем 1.25 Тл.

Для выполнения требований постоянства первого и второго интегралов горизонтального поля при смещении в горизонтальном направлении в пределах ± 2 см длина железного сердечника активного полюса была сделана 150 мм. Длина нейтрального полюса составляла 85 мм. Активный и нейтральный полюса вставляются в пазы каркаса из алюминиевого сплава 6063, имеющего высокую теплопроводность при низких температурах, поскольку магнит будет работать в изолирующем вакууме криостата с косвенным охлаждением при температуре 3,2-4,5 К. Полноразмерный прототип 120 – периодного ондулятора на основе Nb-Ti сверхпроводника с полем ~ 1.2 Тл, с периодом 15.6 мм и межполюсным зазором 8 мм, был испытан в криостате с косвенным охлаждением в различных режимах работы. Собранный магнитная структура, представляющая собой сверхпроводящий ондулятор в виде горизонтального рейстрекка с чередованием активных и нейтральных полюсов показана на **Рисунок 28**. На **Рисунок 29** представлен вид сверхпроводящего магнита, установленного в криостате с косвенным охлаждением.



Рисунок 28. Магнитная структура полноразмерного сверхпроводящего ондулятора с периодом 15.6 мм в процессе сборки.

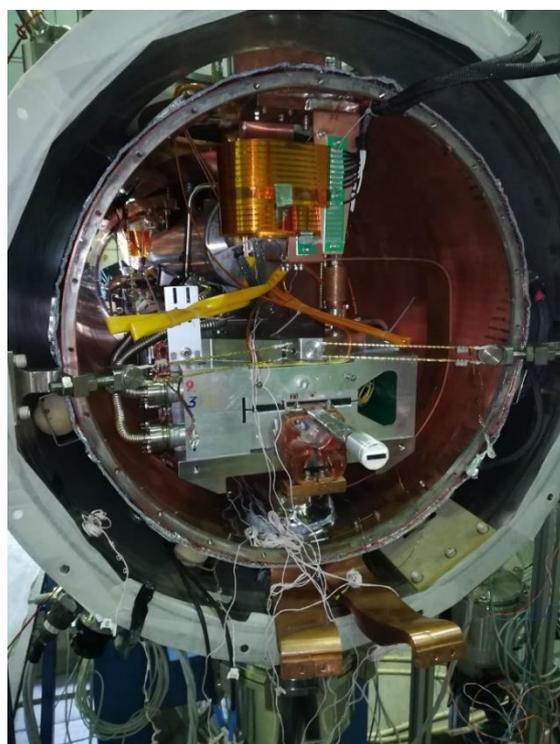


Рисунок 29. Вид сверхпроводящего ондулятора, установленного в криостат с косвенным охлаждением.

Были проведён полный цикл испытаний, включающий первичное охлаждение азотными тепловыми трубками, поддержание рабочей температуры циркуляцией гелия, цикл тренировки на получение максимального магнитного поля, во время которого было промерено поле распределения температур по телу сверхпроводящего магнита как во время захлаживания, так и при стационарной работе. Полученные данные помогли скорректировать конструкцию магнита на предмет увеличения теплопроводности и повышения эффективности охлаждения. Также была продемонстрирована возможность получения фазовой ошибки величиной менее 3 градусов, что является принципиальным условием для генерации ондуляторного излучения.

2.2 Сверхпроводящий ондулятор для станции 1- 4.

В Таблица 4 представлены основные параметры сверхпроводящего ондулятора с периодом 18 мм и полем 1.6 Тл для станций 1-4.

Таблица 4. Основные параметры сверхпроводящего ондулятора с периодом 18 мм и полем 1.6 Тл для станций 1-4.

Параметры	Ондулятор 1- 4
Номинальное магнитное поле, Тл	1.6
Период вигглера, мм	18
Межполюсный зазор, мм	7
Вертикальная апертура для пучка, мм	5
Горизонтальная апертура для пучка, мм	40
Число периодов	111
Магнитная длина, мм	~2000
Длина между фланцами	~2700
Ток в обмотке, А	~440
Мощность излучения ($B=1.25$ Т, $I=0.4$ А, $E=3$ GeV), кВт	11.75
Горизонтальный угол излучения, мрад	± 0.46
Среднеквадратичная фазовая ошибка, град	<3
Максимальное значение параметра отклонения	К ~2.7

Были проведены основные расчёты магнитной структуры ондулятора с периодом 18 мм и полем 1.6 Тл для станции 1- 4. На Рисунок 30, Рисунок 31 и Рисунок 32 представлены распределение магнитного поля, угла отклонения орбиты и смещение траектории пучка в ондуляторе, соответственно.

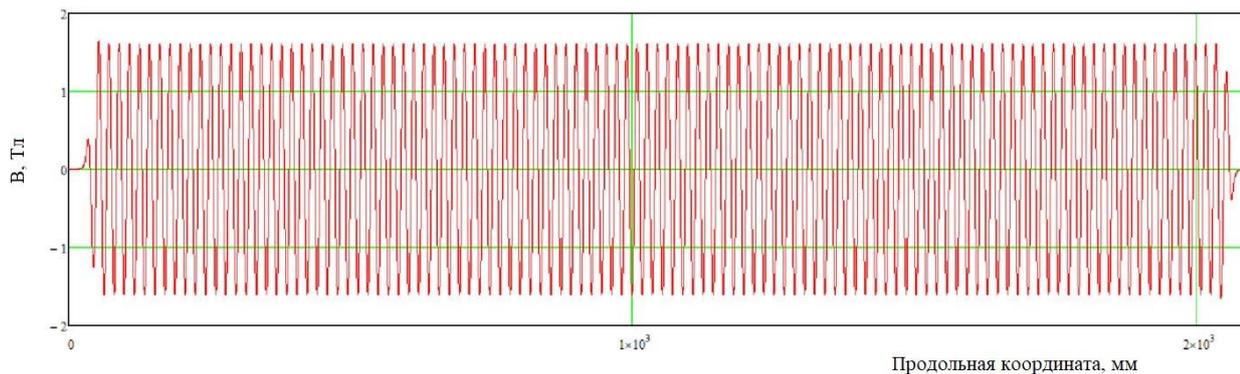


Рисунок 30. Распределение магнитного поля сверхпроводящего ондулятора с периодом 18 мм.

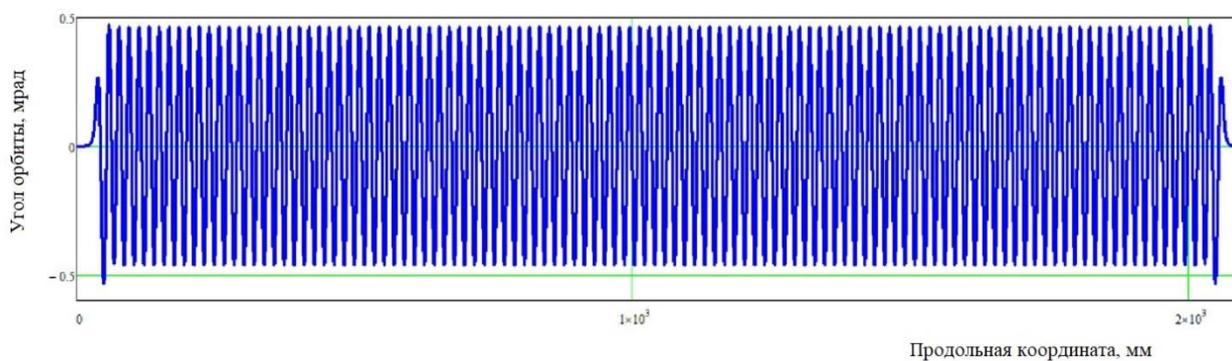


Рисунок 31. Угловое отклонение орбиты пучка в сверхпроводящем ондуляторе с периодом 18 мм.

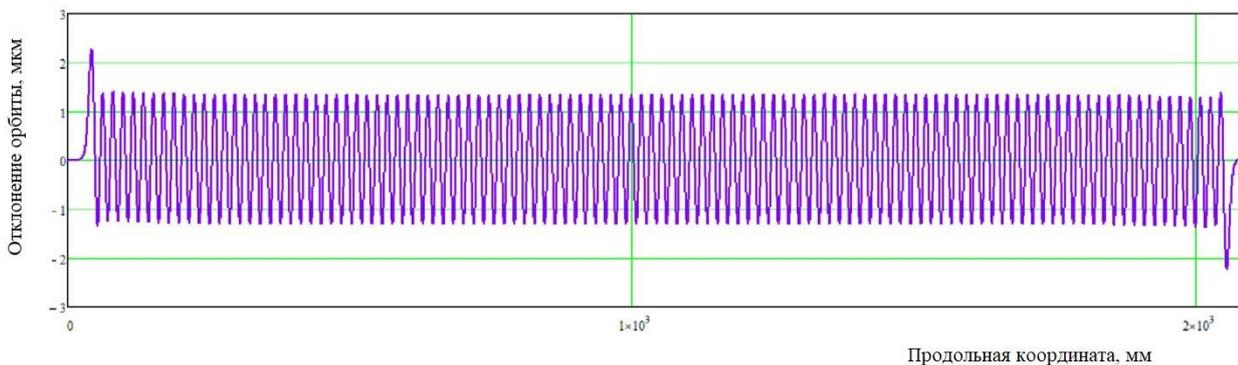


Рисунок 32. Траектория пучка в сверхпроводящем ондуляторе с периодом 18 мм.

На **Рисунок 33** представлен спектральный поток фотонов из ондулятора с периодом 18 мм и полем 1.6 Тл ($E=3$ ГэВ, $I=400$ мА) при изменении поля в ондуляторе от нуля до максимального рабочего поля.

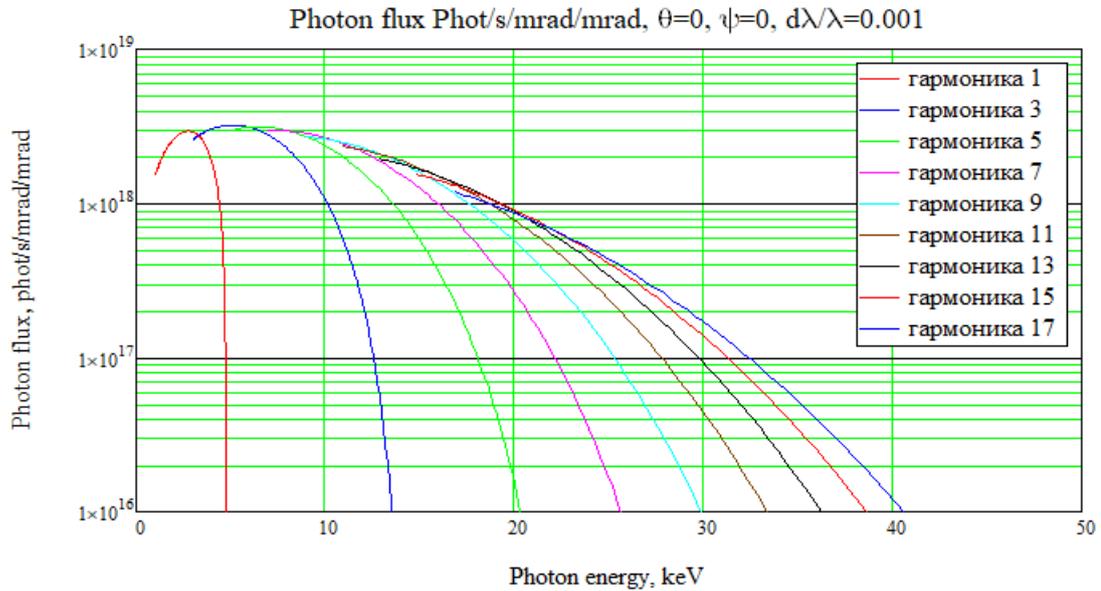


Рисунок 33. Спектральный поток фотонов из ондулятора с периодом 18 мм и полем 1.6 Тл ($E=3\text{ГэВ}$, $I=400\text{ мА}$) при изменении поля в ондуляторе от нуля до максимального рабочего поля.

На **Рисунок 34** представлен поток фотонов для ондулятора из ондулятора с периодом 18 мм и полем 1.6 Тл ($E=3\text{ГэВ}$, $I=400\text{ мА}$) для разных гармоник излучения в зависимости от параметра отклонения K ($E=3\text{ГэВ}$, $I=400\text{ мА}$).

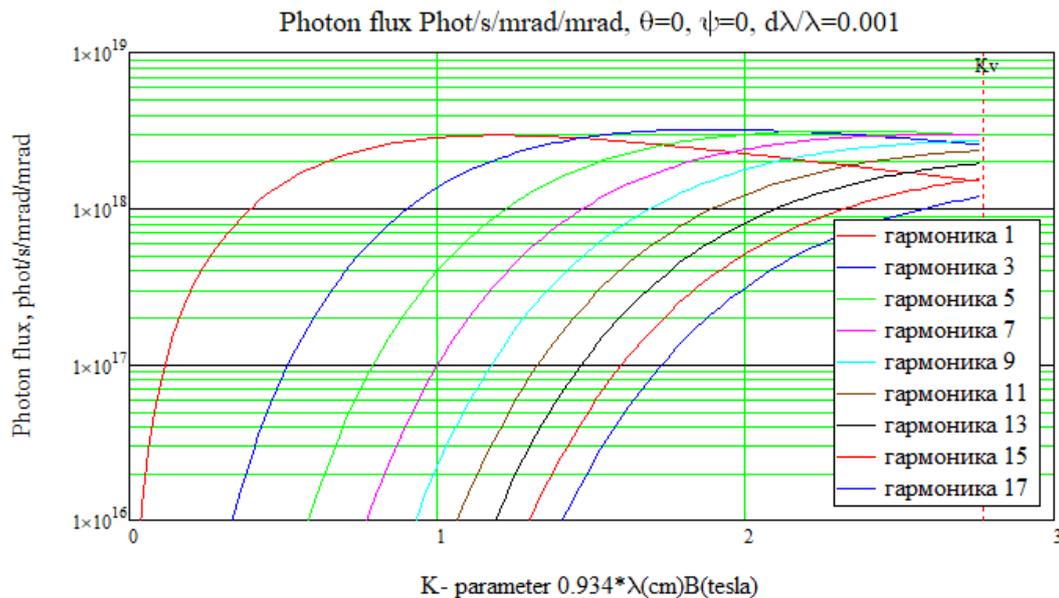


Рисунок 34. Поток фотонов для ондулятора из ондулятора с периодом 18 мм и полем 1.6 Тл ($E=3\text{ГэВ}$, $I=400\text{ мА}$) для разных гармоник излучения в зависимости от параметра отклонения K ($E=3\text{ГэВ}$, $I=400\text{ мА}$).

На **Рисунок 35** представлена зависимость энергий фотонов для разных гармоник излучения от параметра отклонения K ($E=3$ ГэВ) для ондулятора из ондулятора с периодом 18 мм и полем 1.6 Тл

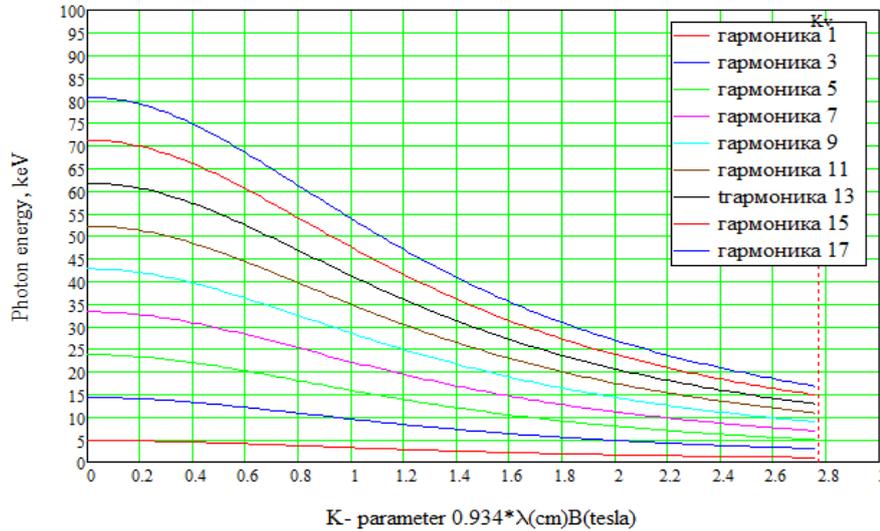


Рисунок 35. Зависимость энергий фотонов для разных гармоник излучения от параметра отклонения K ($E=3$ ГэВ) для ондулятора из ондулятора с периодом 18 мм и полем 1.6 Тл.

3 Криогенная система сверхпроводящих вставных устройств

При разработке криогенных систем сверхпроводящих вставных устройств, работающих на накопителях заряженных частиц, помимо учёта обычных факторов, определяющих расход жидкого гелия, таких как тепловое излучение, теплопроводность по элементам конструкции и молекулам остаточного газа, имеются и специфические требования, связанные с тепловыделениями, связанными с различными механизмами взаимодействия поверхности вакуумной камеры с электронным пучком. Поэтому выбор компоновки и конкретной конструкции межполюсного зазора является компромиссом между уменьшением величины магнитного зазора, требующегося для увеличения уровня магнитного поля, и между увеличением зазора для снижения дополнительной тепловой нагрузки на криогенную систему со стороны электронного пучка. Кроме того, помимо нагрева, взаимодействие пучка с вакуумной камерой вставного устройства может вызывать неустойчивости различных типов, приводящие к потерям энергии пучка, изменениям формы сгустков и сдвигам бетатронных частот, что так же накладывает жёсткие требования к выбору правильной конструкции камеры.

С учётом того, что сверхпроводящие вставные устройства должны автономно работать в течение длительного времени внутри биозащиты накопителя, величина расхода жидкого гелия является критическим параметром, ограничивающим эффективность работы источника СИ. Поэтому была предложена концепция криогенной системы, основанная на предотвращении испарения гелия путём последовательного перехвата всех теплопритоков в криостат на соответствующие ступени криокулеров с температурами 60 К, 20 К и 4 К [6].

Такой подход позволил не только получить нулевой расход жидкого гелия, но и качественно повысить производительность криогенной системы и, переохладив гелий до температуры $\sim 3\text{K}$, достигнуть пониженного относительно атмосферного давления в гелиевом сосуде. На основе этого принципа был создан криостат, способный долговременно (в течение нескольких лет) автономно работать на ускорителе заряженных частиц в условиях ограниченного доступа без потребления жидкого гелия, несмотря на дополнительную тепловую нагрузку, создаваемую электронным пучком и током, вводимым для запитки магнита, величиной около 1000 А.

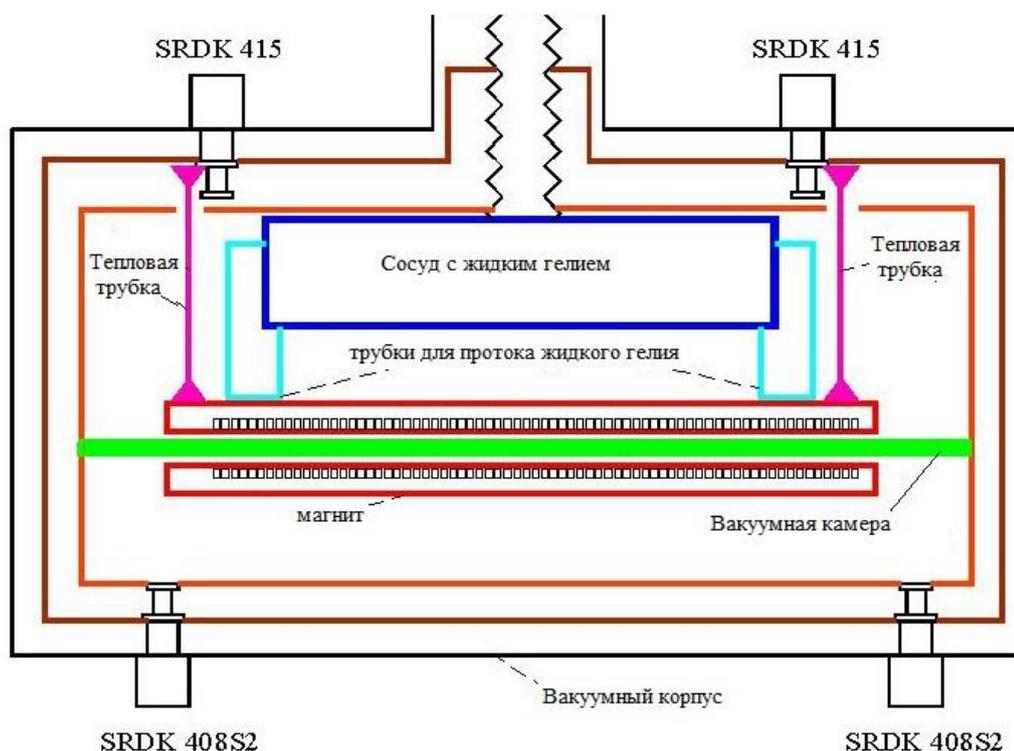


Рисунок 36. Схема криостата с косвенным охлаждением.

Для увеличения уровня магнитного поля было предложено убрать из магнитного зазора такой элемент, как вакуумная камера из нержавеющей стали, которая является частью гелиевого сосуда. Таким образом, отказавшись от погружения магнита в жидкий гелий, можно значительно уменьшить величину магнитного зазора. В этом случае магнит размещается непосредственно в защитном вакууме криостата, а на вакуумную камеру для пролёта электронного пучка добавляется функция защиты сверхпроводящего магнита от нагрева пучком. Предложенная криогенная система основана на принципе косвенного охлаждения, при котором охлаждение сверхпроводящего магнита, помещённого в вакуум, происходит за счёт циркуляции жидкого гелия по каналам, просверленным в верхней и нижней половинках магнита (Рисунок 36) [7]. Жидкий гелий размещается в гелиевом баке небольшого объёма, расположенном над магнитом. Кроме того, для начального охлаждения в конструкции предусмотрены тепловые трубки на основе двухфазного азота, отводящие тепло магнита на

первые ступени верхних криокулеров. На **Рисунок 37** и **Рисунок 38** представлены сечения криостата с магнитом косвенного охлаждения.

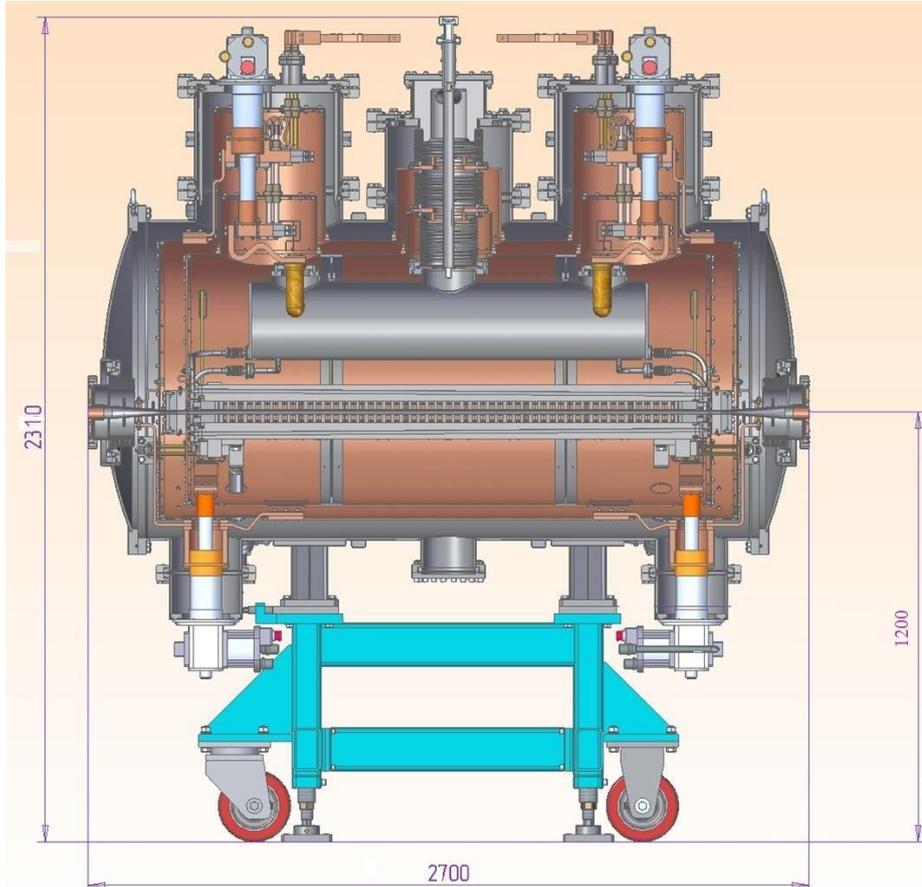


Рисунок 37.Продольное сечение криостата с косвенным охлаждением.

Магнит окружён двумя медными экранами с температурами 20 К и 60К для защиты от теплового излучения. Использование, вместо традиционно используемого азотного теплового экрана, двух экранов, охлаждаемых ступенями криокулеров с температурами 60 К и 20 К, совместно с многослойной суперизоляцией, позволило радикально снизить приток тепла через излучение. Притоки тепла на наружный 60 К экран не превышают 8 Вт, на внутренний 20 К экран 50 мВт и на гелиевый сосуд и магнит ~0.2 мВт. Это позволило, учитывая избыточную мощность криокулеров, исключить из рассмотрения приток тепла через излучение в тепловом балансе криостата.

Практика показывает, что при давлении ниже 10^{-6} мбар теплопроводностью остаточного газа можно пренебречь. В описываемом криостате защитный вакуум откачивается до остаточного давления, не превышающего 10^{-7} – 10^{-8} мбар. К тому же холодные поверхности криостата работают, как вакуумные криогенные насосы, в результате чего, теплоприток в гелий через остаточный газ можно считать пренебрежимо малым. На **Рисунок 39** представлено типичное поведение давления остаточного газа в защитном вакууме криостата в течение длительной работы. Заметим, что локальный рост давления на данном графике связан выходом магнита из сверхпроводящего состояния и небольшим нагревом

холодных поверхностей криостата изнутри гелиевого сосуда испарённым газом. В результате часть молекул остаточного газа, которая вымерзла на криогенных поверхностях, перешла в пространство защитного вакуума. Далее эти молекулы вновь осели на криогенные поверхности либо скачались насосом.

Магнит подвешен к наружному корпусу с помощью с помощью четырёх тонких вертикальных лент и четырёх горизонтальных растяжек из кевлара. Использование кевлара, имеющего очень низкую теплопроводность и высокую механическую прочность, позволило радикально уменьшить сечение подвесок и уменьшить приток тепла в гелий через систему подвесок до 0.01 Вт и также исключить этот приток тепла из теплового баланса криостата. Подвески проходят сквозь тепловые экраны к регулировочным узлам, позволяющим выставлять положение гелиевого сосуда снаружи, не нарушая вакуум криостата.

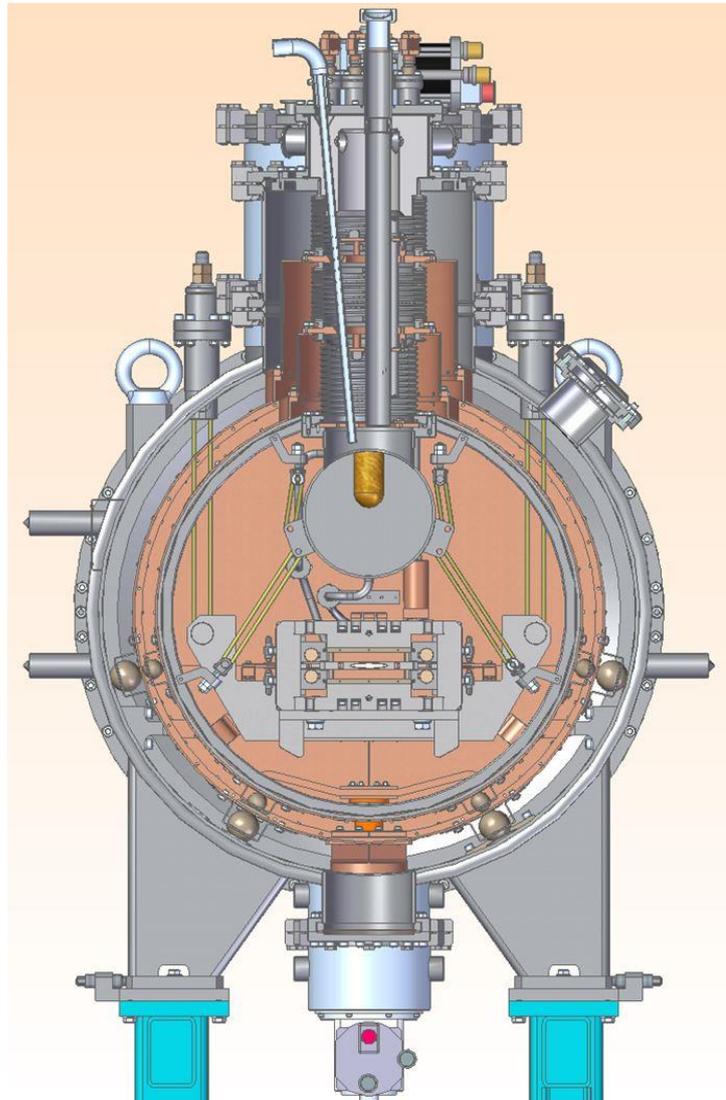


Рисунок 38. Поперечное сечение криостата с косвенным охлаждением.



Рисунок 39. График давления остаточного газа в защитном вакууме криостата. Рост давления связан выходом магнита из сверхпроводящего состояния.

Связь гелиевого сосуда с наружной атмосферой производится через центральную горловину криостата, через которую также осуществляется заливка жидкого и сброс газообразного гелия и вывод диагностических проводов. Для охлаждения элементов криостата используется система медных теплопроводов, которые перехватывают потоки тепла во всех критических точках криостата и отводят его на головки четырёх криокулеров фирмы SUMITOMO: двух SRDK-415D с температурами 4К и 60К и двух SRDK-408S2 с температурами 20К и 60К. При этом все четыре ступени криокулеров с температурой 60К и общей мощностью ~ 180 Вт используются для охлаждения самого нагруженного наружного теплового экрана от внешнего излучения, а также для перехвата тепла со стороны вакуумной камеры накопителя.

В межполюсной зазор сверхпроводящего магнита вставлена медная вакуумная камера для пролёта электронного пучка, изготовленная методом экструзии. Вакуумная камера также защищает сверхпроводящий магнит от нагрева, как пучком синхротронного излучения, так и токами, наведёнными электронным пучком накопителя. Ступени криокулеров SRDK-408S2 с температурой 20К используются для перехвата тепла с камеры. Для обеспечения гарантированного механического зазора между камерой и сверхпроводящим магнитом по всей длине камеры установлены дистанцирующие элементы из материала ULTEM 2100 с чрезвычайно низкой теплопроводностью для уменьшения притока тепла в жидкий гелий. Расчётный теплоприток через механические поддержки медного лайнера не превышает 0.2 Вт. Защитный вакуум криостата отделён от сверхвысоковакуумной камеры для пролёта пучка сильфонными узлами. Плавный переход между медной камерой криостата и камерой накопителя, обеспечивается радиочастотными адаптерами со скользящими пружинными контактами, которые одновременно используются и для компенсации теплового сжатия лайнера при охлаждении.

Так как основной приток тепла в криостат поступает через систему ввода тока, запитывающего сверхпроводящие обмотки, то была предложена концепция блока токовводов, минимизирующая притоки тепла. Для этого токовводы были перенесены из горловины криостата в защитный вакуум для исключения конвективного теплообмена с газообразным гелием. Криокулеры SRDK-415D также являются основой двух узлов ввода тока, состоящих из последовательно соединённых наружных латунных токовводов и внутренних токовводов из высокотемпературного сверхпроводника (ВТСП), которые постоянно соединены с обмотками магнита. Ступени криокулеров с температурой 60 К используются для перехвата тепла, поступающего снаружи по латунным токовводам, и джоулева тепла, выделяющегося в этих токовводах при протекании суммарного тока ~ 300 А в каждом. Ступени криокулеров с температурой 4 К и мощностью по 1.5 Вт каждая перехватывают оставшееся тепло от ВТСП токовводов, а так же охлаждают жидкий гелий в сосуде с помощью специального позолоченного медного теплообменника. Расчётный приток тепла в гелий по всем токовводам не превышает 0.3 Вт без тока, а включение тока добавляет теплоприток не более 0.3 Вт. Температура на верхних концах ВТСП токовводов, которая характеризует запас надёжности этого узла, не превышает безопасных ~ 50 К при стационарной работе с максимальным током и опускаются до ~ 35 К при выключении тока.

При проектировании магнитной структуры сверхпроводящих вигглеров с малым периодом возникает необходимость уменьшать продольные геометрические размеры сверхпроводящих обмоток. Но для того, чтобы скомпенсировать связанное с этим уменьшение числа витков, приходится увеличивать токи в обмотке для достижения такого же высокого уровня поля (очевидно, что для повышения тока необходимо также использовать сверхпроводящие провода с более высоким токнесущими характеристиками). Например, величина необходимого рабочего тока может составить 900А. Поэтому, учитывая то, что джоулево тепло, выделяемое на несверхпроводящих спаях, зависит от тока как $\propto I^2$, было предложено усовершенствовать схему ввода тока в криостат путём удвоения числа токовводов, что позволило вдвое снизить ту долю тепла, которая определяется нагревом на контактах. На **Рисунок 40** и **Рисунок 41** представлены упрощённые схемы запитки обмоток магнита с обычной схемой и вариантом с удвоенным количеством токовводов.

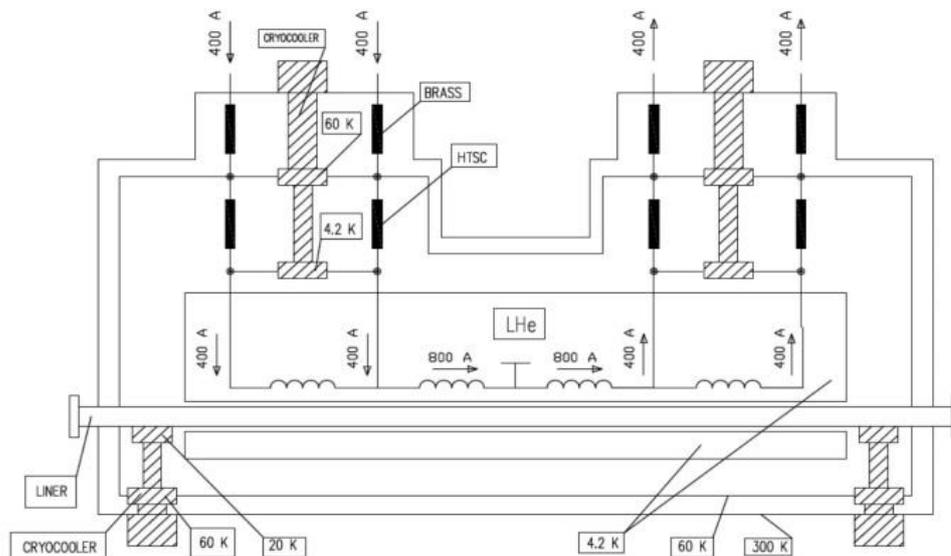


Рисунок 40. Схема запитки обмоток с использованием 4 токовводов.

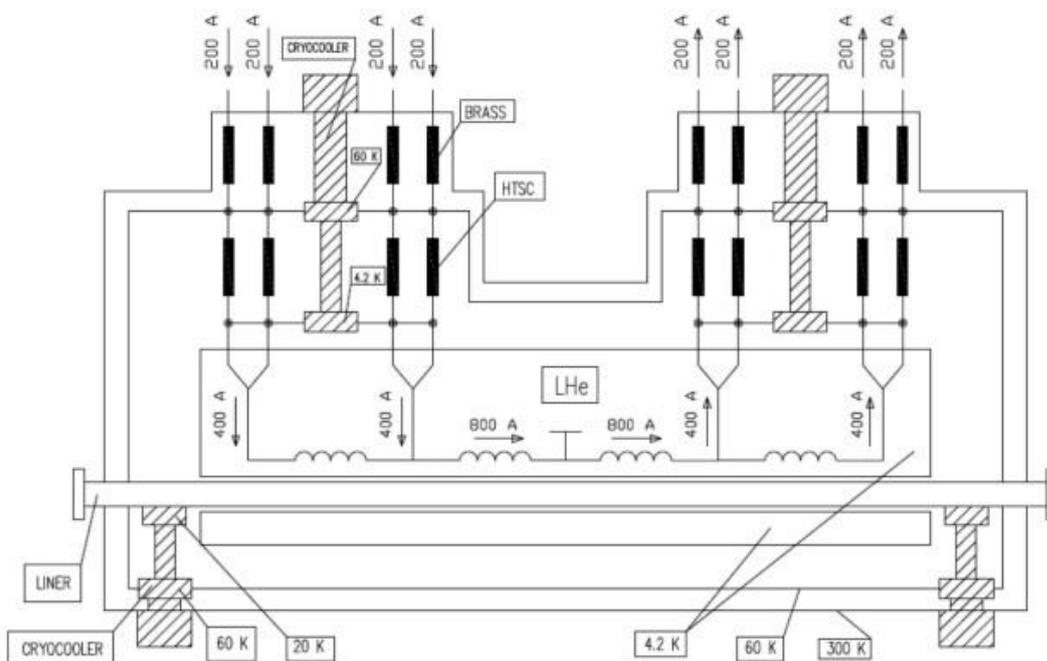


Рисунок 41. Схема запитки обмоток с использованием 8 токовводов.

Можно считать, что тепло, выделяющееся в верхних частях цепи ввода тока на латунных и ВТСП частях, последовательно перехватывается на соответствующие ступени криокулера. Однако между нижним концом ВТСП токоввода (охлаждаемым ступенью с температурой 4К) и магнитом имеется несверхпроводящий спай, часть тепла с которого оттягивается на холодильную головку, но оставшая часть тепла идёт в жидкий гелий. Пусть каждый несверхпроводящий паянный контакт, имеет некоторой сопротивление R . Тогда при

вводе тока величиной I (на **Рисунок 40** этот ток равен 400 А), мощность P_1 , выделяющаяся на каждом из этих контактов можно вычислить, как:

$$P_1 = RI^2$$

Однако, если поделить каждый токоввод с током 400 А, на 2 отдельных токоввода с половинным током, величиной по 200 А в каждом, как показано на **Рисунок 41**, и считать, что сопротивление контактов R , зависящее только от площади контакта и способа пайки подводных проводов, в обоих случаях меняется незначительно, то мощность P_2 , выделяемая на двух токовводах с током 200 А, будет равна:

$$P_2 = 2 \cdot \left[R \left(\frac{I}{2} \right)^2 \right] = \frac{1}{2} \cdot RI^2 = \frac{1}{2} \cdot P_1$$

Таким образом, величина мощности, выделяющейся на второй 4К ступени криокулера от двух токовводов с половинным током, будет вдвое меньше, чем от одного токоввода с полным током. Следовательно, благодаря квадратичной зависимости мощности от тока, появляется возможность вводить в криостат вдвое больший ток, не увеличивая при этом долю мощности от протекающего тока, которая приводит к испарению жидкого гелия.

В данном случае были сделаны следующие допущения:

1. Сопротивление несверхпроводящих контактов в обеих схемах запитки меняется незначительно, так как площадь паяного контакта при одинаковом сечении шинки, подводимой ток в магнит, практически, не меняется;
2. Судя по данным производителя ВТСП токовводов, теплоприток от пары стандартных ВТСП токовводов с номинальным током 250А равен 57 мВт, что составляет примерно половину от притока тепла по токовводам с номинальным током 500А, равного 130 мВт. Следовательно, так как приток тепла по ВТСП токовводам разного номинала практически пропорционален номинальному паспортному току, то при использовании удвоенного числа токовводов дополнительного теплопритока в гелий не появляется.

В качестве чисто экономического недостатка такой схемы можно признать то, что появляется два дополнительных дорогостоящих ВТСП токоввода и два дополнительных источника питания. Однако, можно показать, что стоимость одной дополнительной пары ВТСП токовводов, примерно равна стоимости 150 – 200 литров жидкого гелия и экономический эффект от сокращения расхода гелия при долговременной эксплуатации будет заведомо преобладать над стоимостью токовводов.

На **Рисунок 42** и **Рисунок 43** представлена конструкция и модель блока токовводов.

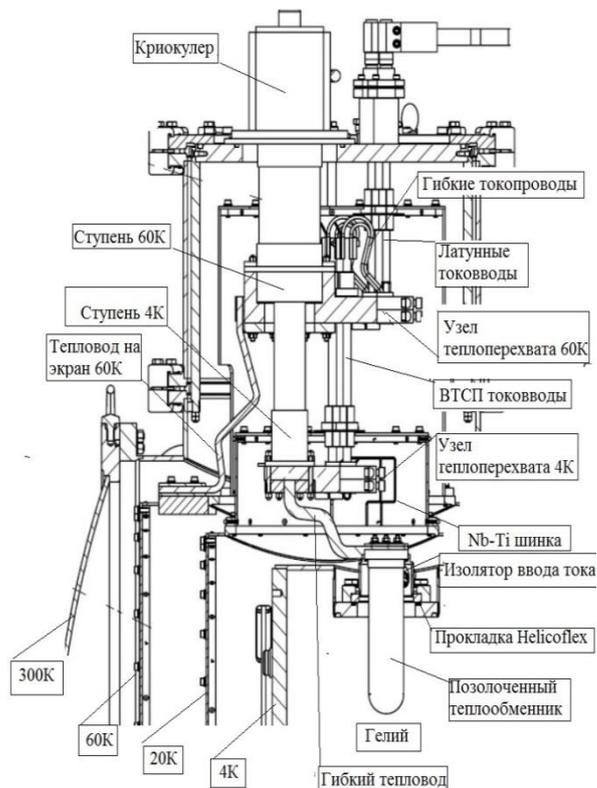


Рисунок 42. Конструкция блока тоководов с позолоченным гелиевым теплообменником.

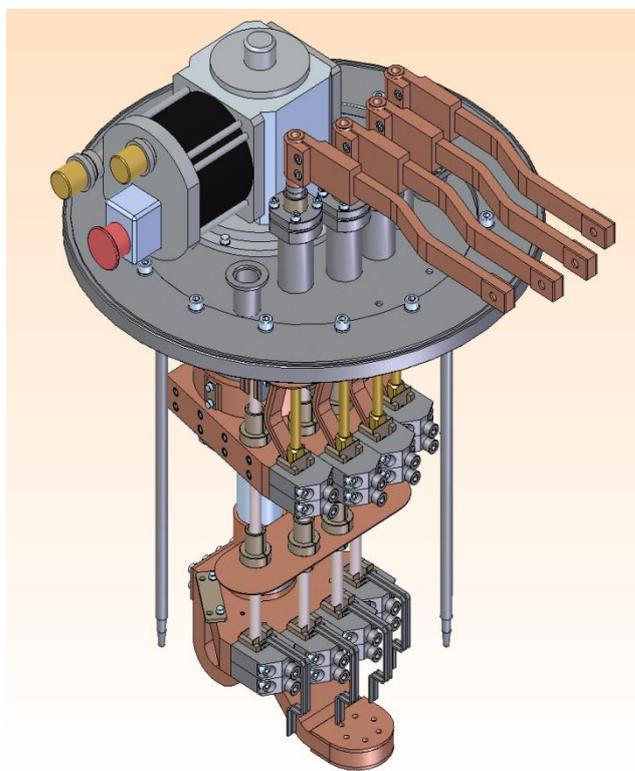


Рисунок 43. Модель блока тоководов.

Общий расчётный баланс теплопритоков в криостат представлен в **Таблица 5**, из которой видно, что холодильная мощность криокулеров на всех ступенях превышает соответствующие притоки тепла, что не только значительно повышает надёжность криогенной системы, особенно при работе в условиях накопителя, но и повышает ресурс работы криокулеров. Можно отметить, что общая холодильная мощность 4 К ступеней превышает тепловыделения в ~ 3 раза и избыточная мощность идёт, соответственно, на понижение давления в гелиевом сосуде до ~ 0.3 бар и соответствующее переохлаждение сверхпроводящего магнита до ~ 3 К. Это даёт возможность не только увеличить надёжность работы магнита, но и повысить уровень магнитного поля за счёт улучшения токовых характеристик сверхпроводника.

Таблица 5. Баланс теплопритоков в криостат с косвенным охлаждением

	Наружный экран (60 К), Вт	Внутренний экран (20 К), Вт	Гелиевый сосуд (4 К), Вт
Тепловое излучение	8	0.05	0.0002
Центральная горловина	2.5	0.3	0.06
Сильфоны вакуумной камеры	5.3	0.25	0.04
Система подвесок	0.5	0.1	0.01
Токовводы (теплопроводность)	50	0	0.3
Нагрев токовводов током	50	0	0.3
Измерительные провода	5	0.1	0.01
Лайнер	10	10	0.2
Общий приток	131.3	10.8	0.92
Охлаждающая мощность криокулеров	180 (при 50 К)	15 (при 20 К)	3 (при 4.2 К)

Одной из проблем криогенных систем с косвенным охлаждением является низкая скорость предварительного захлаживания магнита, находящегося в вакууме. В случае присоединения ступеней 60К непосредственно к телу магнита криокулер стал бы нагревателем для магнита, если температура будет ниже 60К. Поэтому было предложено использовать для предварительного охлаждения тепловые трубки сифонного типа, заполненные газообразным азотом, в качестве тепловода, связывающего магнит с 60 К ступенями криокулеров с общей мощностью ~ 200 Вт [8]. При опускании температуры магнита ниже температуры замерзания азота (~ 64 К) тепловая трубка работает как термовыключатель, который автоматически отключается от магнита и тепловая связь автоматически разрывается. С другой стороны, высокая общая мощность охлаждения ступеней 60К (~ 200 Вт) приводит к преждевременному замерзанию азота и прекращению охлаждения. Для предотвращения преждевременного перемерзания азотных тепловых трубок, было предложено использовать как нагревательные резисторы, так и автоматическое выключение компрессоров криокулеров периодическое выключение криокулеров по обратной связи на основе измерения соответствующих температур и повторное их включение

после прогрева и таяния азотного льда (см. пилообразную кривую на **Рисунок 44**). Это значительно повысило эффективность начального охлаждения. Дальнейшее охлаждение осуществляется уже только 4 К ступенями криокулеров через позолоченные медные теплообменники, вставленные в гелиевый сосуд. При этом газообразный гелий поступает в гелиевый сосуд снаружи, благодаря разряжению, возникающему внутри сосуда при постоянном охлаждении. При понижении температуры до температуры жидкого гелия (~4К) начинается реконденсация гелия в жидкость и накопление уровня жидкого гелия в сосуде. Дальнейшее поддержание температуры магнита на уровне ~3 К осуществляется за счёт непрерывной циркуляции жидкого гелия по отверстиям, просверленным в теле магнита.

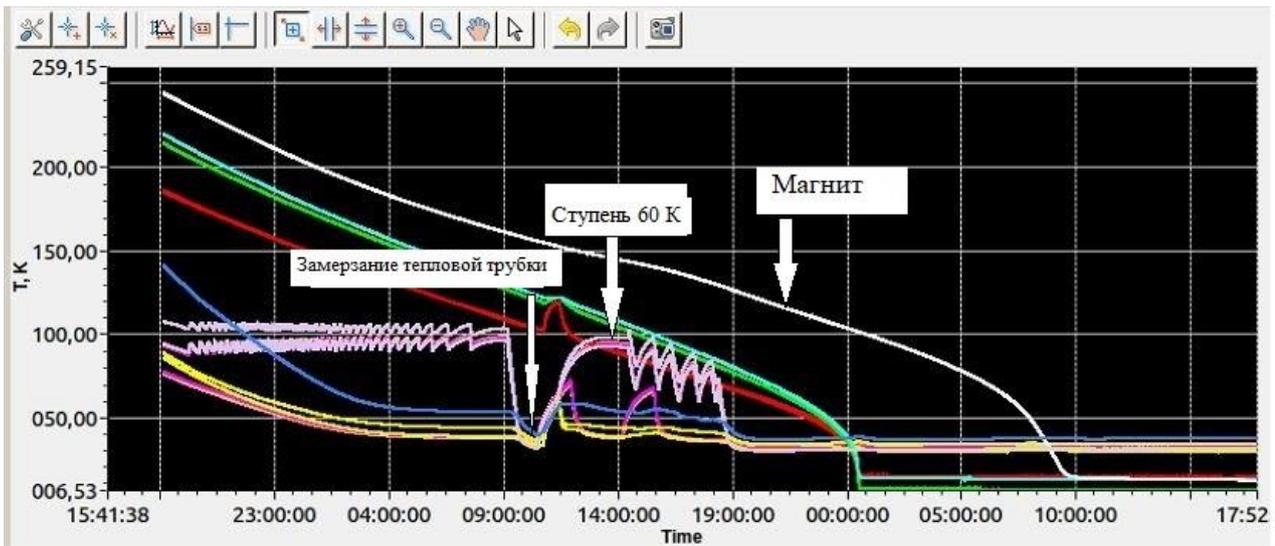


Рисунок 44. Поведение температур в криостате с косвенным охлаждением в процессе захлаживания азотными тепловыми трубками.

Работа криостата с косвенным охлаждением была проверена на всех режимах работы. Так, температура ВТСП тоководов, которые являются критически важными элементами криостата (сгорают при повышении температуры более чем ~80 К), не поднималась выше 36 К (без тока) и 52 К при стабильной работе на максимальных токах. Магнит при срыве сверхпроводимости нагревается до 22 К, и требуется не более ~10 минут, чтобы вернуться к 3 К. Давление внутри гелиевого сосуда после срыва сверхпроводимости увеличивается, но затем падает ниже атмосферного. При стабильной работе расход жидкого гелия равен нулю. Таким образом, была продемонстрирована высокая надёжность и стабильность работы криогенной системы с косвенным охлаждением, позволяющей долговременно (в течение нескольких лет) автономно работать на ускорителе заряженных частиц в условиях ограниченного доступа без потребления жидкого гелия.

Заключение

Все основные системы сверхпроводящих вставных устройств, предназначенных для источника СКИФ, прошли разные этапы проработки. Криогенная система с косвенным охлаждением показала свою работоспособность и надёжность при длительной эксплуатации без расхода жидкого гелия. Магнитная система 4.5 Тл вигглера с периодом 48 мм готовится к

тестовым испытаниям прототипа. Магнитная система 2.7 вигглера с периодом 27 мм полностью проработана и готовится к изготовлению прототипа. Полноразмерный прототип 1.2 Тл ондулятора с периодом 15.6 мм продемонстрировал рабочие параметры проходит цикл измерений. Конструкция 1.6 Тл ондулятора находится на стадии проработки. К концу 2023 года на всех сверхпроводящих вставных устройствах планируется продемонстрировать рабочие параметры.

Список цитируемой литературы

- [1] Y. Ivanyushenkov et al, Development of a superconducting undulator for the APS, 11th International Conference on Synchrotron Radiation Instrumentation (SRI 2012).
- [2] Katherine C. Harkay et al, APS superconducting undulator beam commissioning results, Proceedings of PAC2013, Pasadena, CA USA.
- [3] S. Khrushchev, N. Mezentsev, V. Lev, V. Shkaruba, V. Syrovatin, V. Tsukanov, Superconducting multipole wigglers: state of art. Proceedings of IPAC2014, Dresden, Germany, 4103-4106.
- [4] N.A. Mezentsev, S.V. Khrushchev, V.A. Shkaruba, V.M. Syrovatin, and V.M. Tsukanov, “Planar Superconducting Undulator With Neutral Poles”, in Proc. 25th Russian Particle Accelerator Conf. (RuPAC'16), St. Petersburg, Russia, Nov. 2016, paper TUCAMH01, pp. 21-23, ISBN: 978-3-95450-181-6, doi:10.18429/JACoW-RuPAC2016-TUCAMH01, 2017.
- [5] Alexey Bragin, Sergey Khrushchev, Vladimir Lev, Nikolay Mezentsev, Vitaliy Shkaruba, Vasily Syrovatin, Olga Tarasenko, Valeriy Tsukanov, AskoldVolkov, and Artem Zorin, Short-Period Superconducting Undulator Coils With Neutral Poles: Test Results, //IEEE TRANSACTIONS ON APPLIED SUPERCONDUCTIVITY, VOL. 28, Issue: 4, 4101904. doi:10.1109/TASC.2018.2805162.
- [6] A.Bernhard, J.Gethmann, S.Casalbuoni, S.Gerstl, A.W.Grau, E.Huttel, A.-S.Mueller, D.Saez de Jauregui, N.J.Smale, A.V.Bragin, S.V. Khrushchev, N.A.Mezentsev, V.A.Shkaruba, V.M.Tsukanov, K.V.Zolotarev, P.Ferracin, L.Garcia Fajardo, Y.Papaphilippou, H.Schmickler, D.Schoerling, A CLIC damping wiggler prototype at ANKA: commissioning and preparation for a beam dynamics experimental program. Proceedings of IPAC2016, Busan, Korea. p.2412-2415. (DOI:10.18429/JACoW-IPAC2016-WEPMW002).
- [7] V. Bragin, S.V. Khrushchev, N.A. Mezentsev, V. Lev, V. A. Shkaruba, V. M. Tsukanov, V. M. Syrovatin, O. A. Tarasenko, A. A. Volkov, K. V. Zolotarev, Cryogenic system and temperature control of superconducting wigglers with indirect cooling, Proceedings of 14th CRYOGENICS IIR International Conference, CRYOGENICS - 2017, Dresden, 400-405, 10.18462/iir.cryo.2017.0004.
- [8] V.M. Tsukanov, S.V. Khrushchev, N.A. Mezentsev, A.N. Safronov, V.A. Shkaruba. Development of indirect cooling cryogenic system with nitrogen and helium heat pipes for superconducting insertion devices at BINP. AIP Conference Proceedings 2299, 020018 (2020). doi.org/10.1063/5.0030402.

Эллиптический электромагнитный ондулятор UE212M для станции 1-6 «Электронная структура» источника синхротронного излучения ЦКП «СКИФ»

Д.С. Гуров¹, К.В. Золотарев¹, В.В. Зуев², А.В. Уткин¹, В.Г. Ческидов²

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

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

Автор для переписки: Zolotarev@inp.nsk.su

Аннотация. Эллиптический электромагнитный ондулятор UE212M предназначен для генерации синхротронного излучения для станций 1-6 установки «СКИФ». В статье описывается магнитная и механическая структура ондулятора, его режимы работы и параметры генерируемого им излучения.

Ключевые слова: ондулятор, эллиптический ондулятор, электромагнитный ондулятор, вставное устройство генерации синхротронного излучения.

Оглавление

Введение	41
1 Описание ондулятора UE212M.....	41
2 Режимы работы ондулятора UE212M	43
2.1 Планарный режим ондулятора	43
2.2 Режим подавления высших гармоник.....	45
2.3 Эллиптический режим ондулятора	46
3 Основные параметры ондулятора UE212M.....	50
Список цитируемой литературы	50

Введение

Для генерации синхротронного излучения для экспериментальной станции 1-6 «Электронная структура» ЦКП «СКИФ» [1] в соответствующем прямолинейном промежутке магнитной структуры накопительного кольца предлагается установить электромагнитный эллиптический ондулятор UE212M.

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 в накопительное кольцо.

Длина ондулятора $L=4864$ мм оптимизирована с учетом возможности и удобства его установки в прямолинейном промежутке накопителя «СКИФ».

Моделирование ондулятора проводилось при помощи программы для магнитно-статических расчетов “Mermaid”, расчеты синхротронного излучения из ондулятора производились с помощью компьютерной программы “Spectra”.

1 Описание ондулятора UE212M

Эллиптический электромагнитный ондулятор UE212M является модификацией ондулятора UE212, изготовленного Институтом ядерной физики в начале 2000-х годов для швейцарского национального синхротронного центра SLS (Paul Scherrer Institute, Виллиген, Швейцария) [2]. Общий вид ондулятора представлен на Рис. 1.



Рисунок 1. Эллиптический электромагнитный ондулятор UE212.

В конструкцию ондулятора UE212 были внесены усовершенствования с учетом опыта его изготовления и эксплуатации. Основное отличие модернизированного ондулятора от его прототипа состоит в добавлении в структуру трех 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 315 мм и составляет $L=4864$ мм. Введение дополнительного регулярного периода существенно облегчает настройку ондулятора при работе в режиме модулированного вертикального магнитного поля.

Магнитное поле в ондуляторе UE212M получается с помощью токовых катушек. На первом и последнем полюсах токовые катушки не устанавливаются, это существенно уменьшает рассеянные магнитные поля из ондулятора. На остальных полюсах устанавливаются вод охлаждаемые токовые катушки с медной шиной 5×6 мм² и отверстием $\varnothing 3$ мм.

Для создания вертикального магнитного поля устанавливаются на 2 и 45 полюсах катушки по 7 витков, на 3 и 44 полюсах катушки по 21 витков и на остальных полюсах катушки по 28 витков. На 2, 3, 44 и 45 полюсах дополнительно установлены катушки коррекции (Рис. 2).

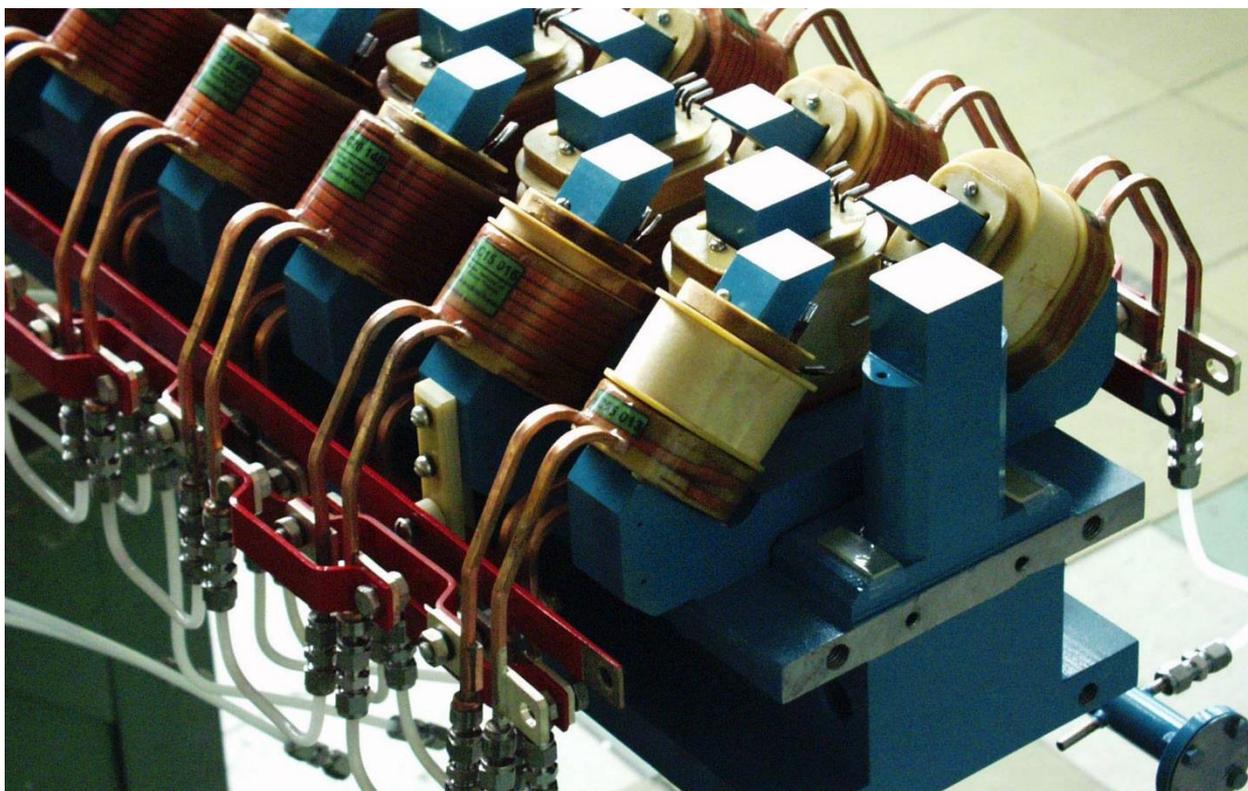


Рисунок 2. Полюса ондулятора UE212 с токовыми катушками.

Вод охлаждаемые катушки имеют 2 независимые последовательные токовые коммутации от двух источников. Катушки полюсов 2, 3, 4+3n, 44 и 45 последовательно подключены к дополнительному источнику тока (до 150А). Остальные катушки

последовательно подключены к основному источнику тока (до 150А). Такая коммутация позволяет работать ондулятору в режиме подавления нежелательных гармоник синхротронного излучения.

Для создания горизонтального магнитного поля устанавливаются на 2 и 45 полюсах катушки по 5 витков, на 3 и 44 полюсах катушки по 15 витков и на остальных полюсах катушки по 20 витков. На 2, 3, 44 и 45 полюсах дополнительно установлены катушки коррекции.

Водоохлаждаемые катушки по току с коммутированы последовательно и подключаются к источнику тока (до 130А).

Для ондулятора проектируется станина для установки по высоте от пола тоннеля до оси ондулятора 1.2 м и надвигания ондулятора на вакуумную камеру.

Для выставки ондулятора на кольце электронного накопителя ондулятор имеет геознаки.

2 Режимы работы ондулятора UE212M

Ондулятор UE212M может работать в 3 режимах: планарном режиме, режиме подавления высших гармоник (квазипериодическом) и эллиптическом. Каждый из этих режимов более подробно описан ниже.

2.1 Планарный режим ондулятора

В планарном режиме в ондуляторе создается только вертикальное, периодическое магнитное поле с периодом $\lambda=212\text{мм}$, регулярных периодов 20. Наибольшая величина магнитного поля достижимая в этом режиме работы $|B_v|=0.49\text{Тл}$. На рисунке 3 представлено, рассчитанное при помощи программы для магнитостатических расчетов “Mermaid”, распределение величины магнитного поля вдоль ондулятора, при максимальном включении тока в полюсных катушках.

Токи в катушках крайних полюсов подобраны так, чтобы на выходе ондулятора величины первого и второго интегралов величины магнитного поля были нулевыми. В этом случае установка ондулятора на накопительное кольцо ускорителя не повлияет на траекторию электронного пучка за пределами ондулятора.

Изменяя ток в ондуляторе, мы можем модулировать спектр синхротронного излучения из ондулятора.

На рисунке 4 представлены возможные спектры синхротронного излучения из ондулятора UE212M, смоделированные с помощью программы “Spectra”.

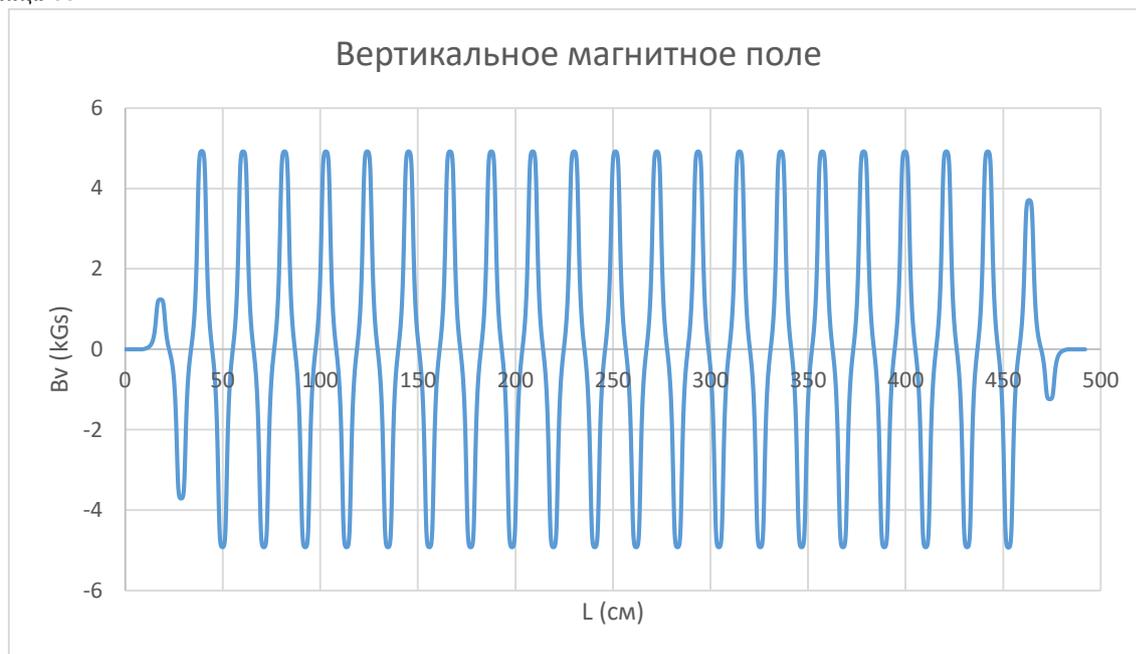


Рисунок 3. Распределение величины вертикального магнитного поля вдоль ондулятора UE212M.

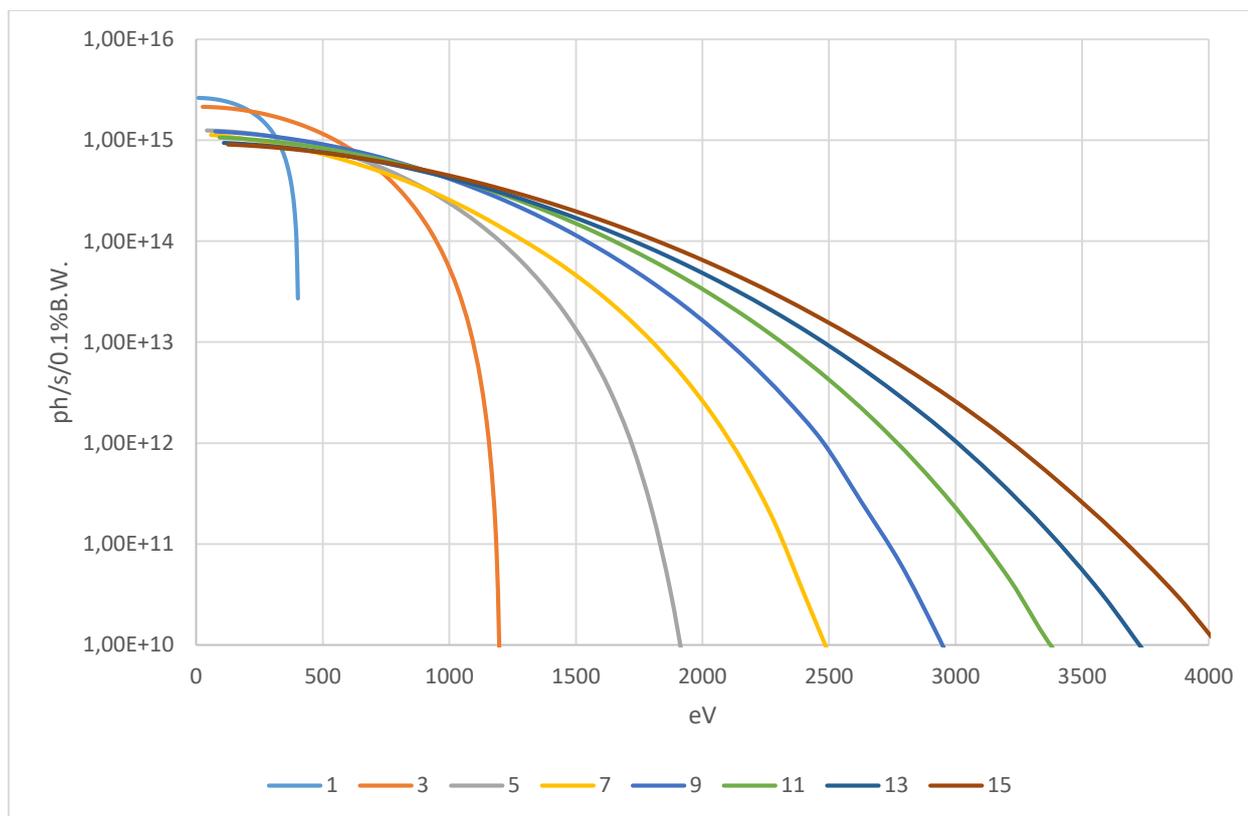


Рисунок 4. Излучение первых восьми основных гармоник ондулятора UE212M в окне 6мм×6мм на расстоянии 25м в планарном режиме работы.

2.2 Режим подавления высших гармоник

В некоторых случаях для нормальной работы аппаратуры с синхротронным излучением из ондулятора необходимо подавить 3 гармонику в излучении. Достичь этого можно на базе концепции квазипериодности магнитной структуры ондулятора, например, уменьшив в каждом третьем регулярном полюсе ондулятора величину магнитного поля примерно на 14%. Для реализации данного режима в электромагнитном ондуляторе UE212M для создания вертикального магнитного поля используется 2 токовые коммутации. Уменьшив ток на 14% в катушках полюсов 2, 3, 4+3n, 44 и 45, мы подавим третью гармонику в излучении. На рисунке 5 представлено рассчитанное при помощи программы для магнитостатических расчетов “Mermaid” распределение величины магнитного поля вдоль ондулятора при максимальном включении основного тока в полюсных катушках и уменьшенном на 14% дополнительном токе.

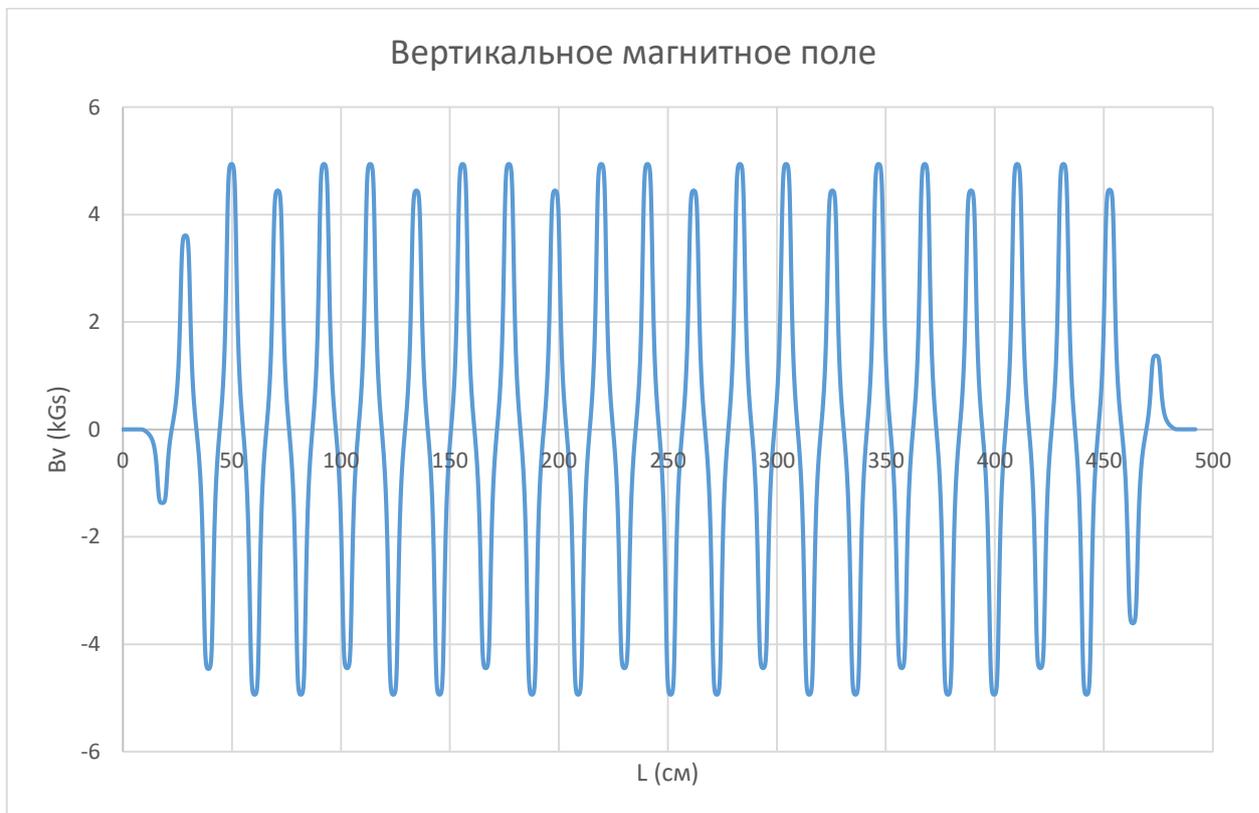


Рисунок 5. Распределение величины вертикального магнитного поля вдоль ондулятора UE212M в режиме подавления гармоник.

Токи в катушках крайних полюсов подобраны так, чтобы на выходе ондулятора величины первого и второго интегралов магнитного поля были нулевыми. У ондулятора UE212M величины токов в первом и последнем, во втором и предпоследнем полюсах совпадают. Следовательно, для питания током крайних полюсов достаточно двух источников тока. Ондулятор UE212 имел на один регулярный период меньше (19 регулярных периодов),

поэтому он имел с одного края два полюса с уменьшенным током в катушках. Соответственно, каждый краевой полюс должен иметь свой источник тока.

На рисунке 6 представлены спектры синхротронного излучения из ондулятора UE212M в планарном режиме и в режиме подавления гармоник, смоделированные с помощью программы “Spectra”. Окно для излучения из ондулятора имеет размеры 6×6 мм² по вертикали и горизонтали и расположено на расстоянии 25 м от центра ондулятора.



Рисунок 6. Спектры излучения из ондулятора UE212M на расстоянии 25 м от точки излучения в окне 6×6 мм² в стандартном (планарном) режиме и режиме подавления высших гармоник.

2.3 Эллиптический режим ондулятора

В эллиптическом режиме в ондуляторе создается вертикальное и горизонтальное, периодическое магнитное поле независимо друг от друга. Период составляет $\lambda=212$ мм, количество регулярных периодов 20. Наибольшая величина вертикального магнитного поля достижимая в этом режиме работы $|B_v|=0.49$ Тл, горизонтального магнитного поля $|B_h|=0.1$ Тл. На рисунке 7 представлено рассчитанное при помощи программы для магнитостатических расчетов “Mermaid” распределение величины магнитного поля вдоль ондулятора при максимальном включении тока в полюсных катушках в эллиптическом режиме работы.

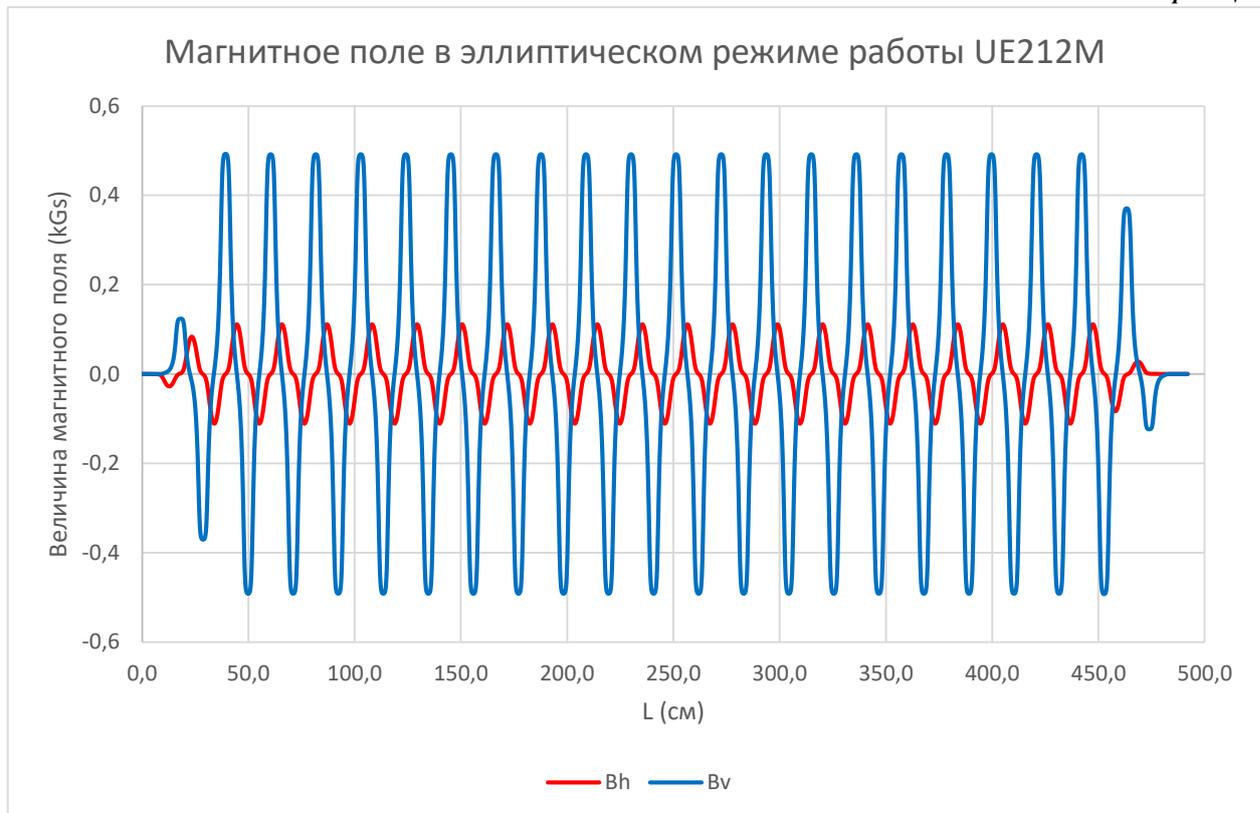


Рисунок 7. Распределение величины вертикального и горизонтального магнитного поля вдоль ондулятора UE212M в режиме эллиптического ондулятора.

Токи в катушках краевых полюсов подобраны так, чтобы на выходе ондулятора величины первого и второго интегралов магнитного поля были нулевыми. В этом случае установка ондулятора в накопительное кольцо не повлияет на траекторию электронного пучка за его пределами.

Изменяя ток в ондуляторе, мы можем модулировать спектр и поляризацию синхротронного излучения из ондулятора. Ондулятор может эффективно работать в режиме генерации циркулярно-поляризованного излучения до величин магнитного поля $|B|=0.1$ Тл.

На рисунках 8 и 9 представлены теоретические спектры синхротронного излучения из ондулятора UE212M в эллиптическом режиме, смоделированные с помощью программы “Spectra”.

На рисунках 10 и 11 представлены теоретические спектры синхротронного излучения из ондулятора UE212M в циркулярном режиме работы, смоделированные с помощью программы “Spectra”.

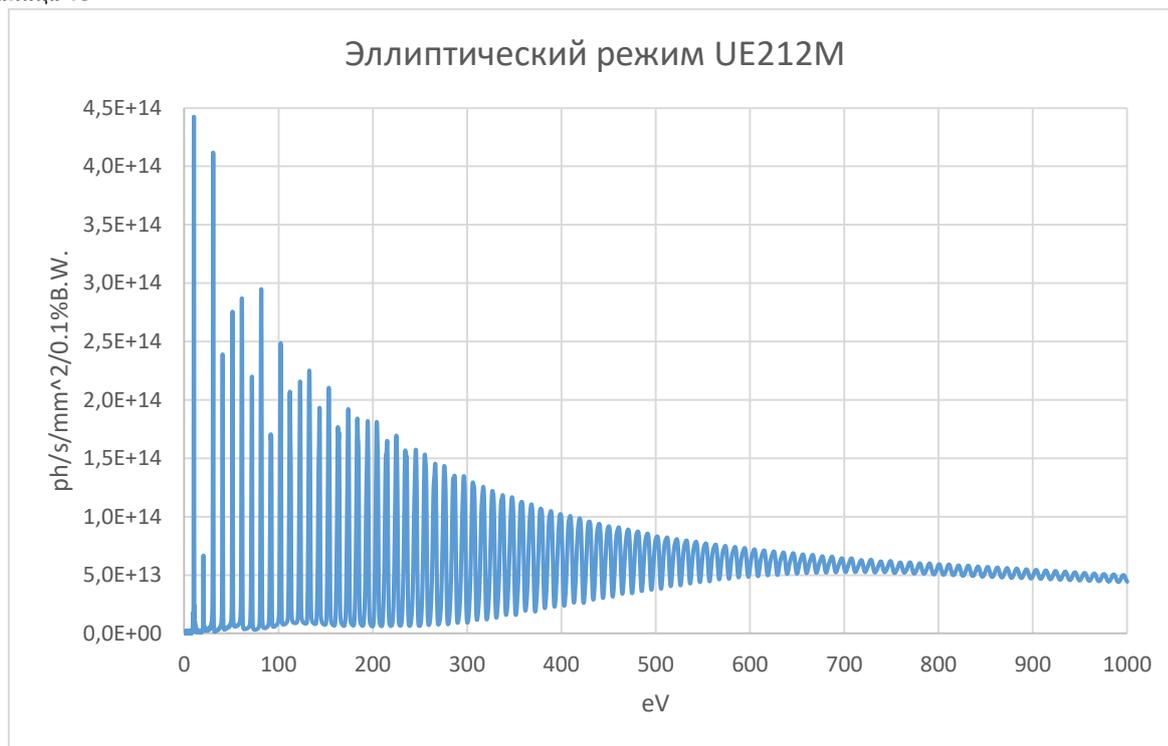


Рисунок 8. Спектры излучения из ондулятора UE212M на расстоянии 25м от ондулятора в окне 6мм×6мм в эллиптическом режиме работы.

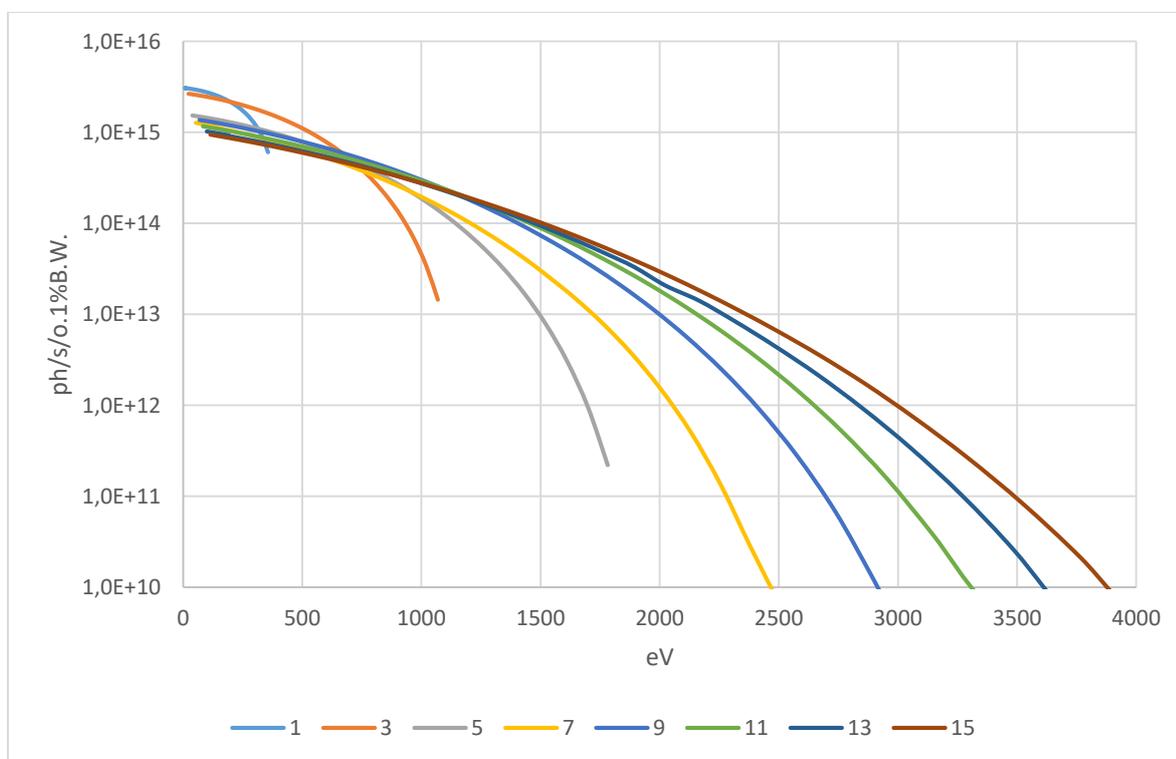


Рисунок 9. Излучение первых восьми основных гармоник ондулятора UE212M в окне 6мм×6мм на расстоянии 25м в эллиптическом режиме работы.

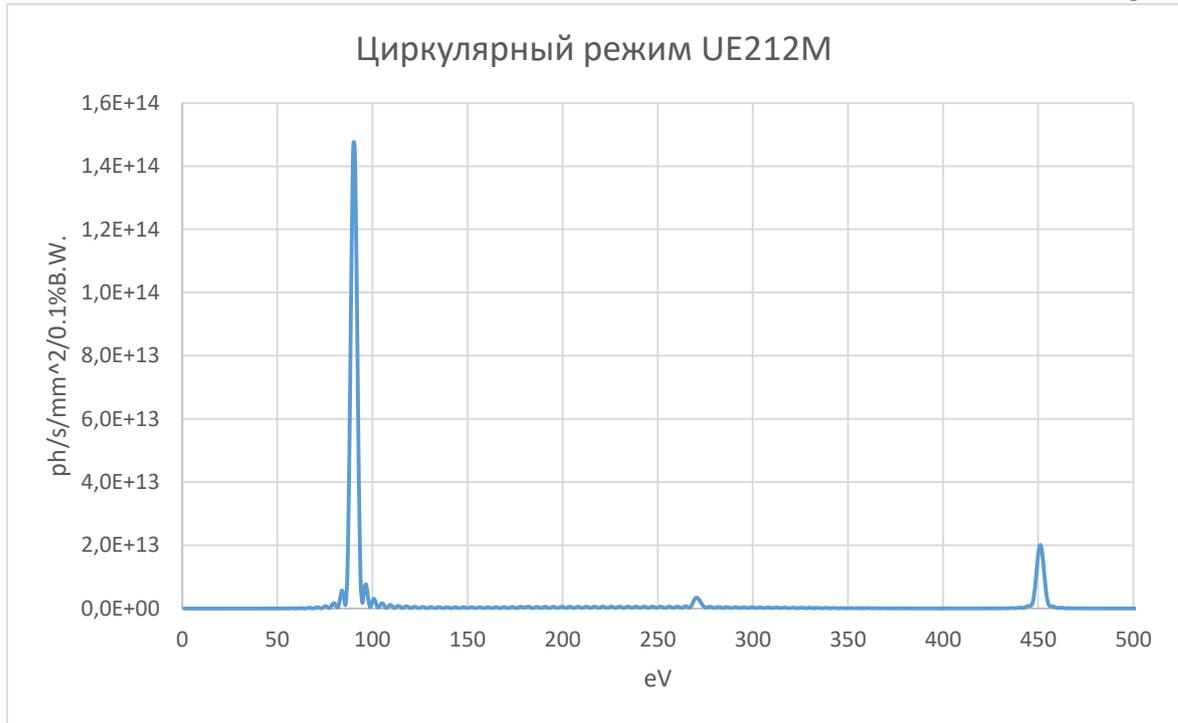


Рисунок 10. Спектры излучения из ондулятора UE212M на расстоянии 25 м от точки излучения в окне $6 \times 6 \text{ мм}^2$ в циркулярном режиме работы.

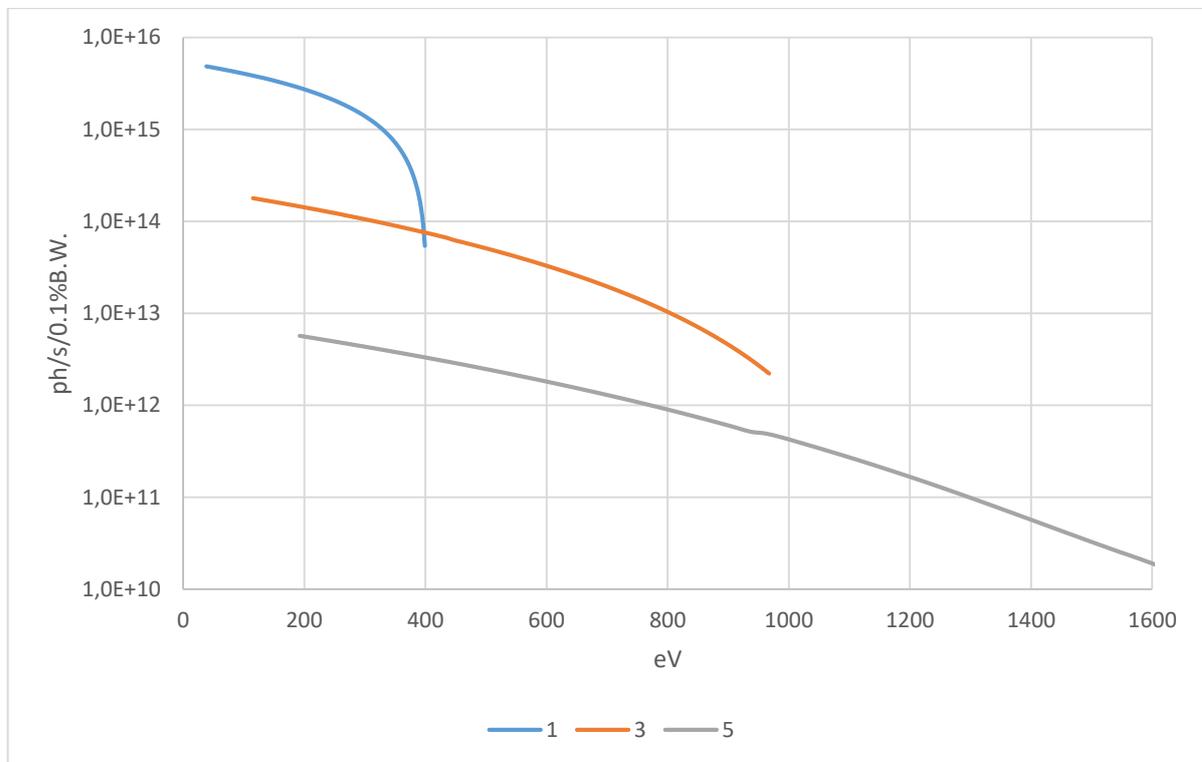


Рисунок 11. Излучение трех гармоник ондулятора UE212M в окне $6 \times 6 \text{ мм}^2$ на расстоянии 25 м в циркулярном режиме работы.

3 Основные параметры ондулятора UE212M

Основные параметры эллиптического электромагнитного ондулятора представлены в Таблице 1.

Таблица 1. Основные параметры эллиптического электромагнитного ондулятора

	Вертикальный	Горизонтальный
Период, мм	212	212
Количество регулярных периодов	20	20
Общее количество полюсов	46	46
Длина ондулятора, мм	4864	4864
Межполюсной зазор, мм	19	19
Максимальная величина магнитного поля, Тл	0.49	0.1
Максимальная величина тока, А	150	130
Максимальная потребляемая мощность основного источника тока, кВт	12	12
Максимальная величина дополнительного тока, А	150	-
Максимальная мощность дополнительного источника тока, кВт	6	-
Максимальный ток для 9 источников тока корректоров, А	8	8
Максимальная мощность корректоров, Вт	40	40
Высота оси устройства	1.2	м

Список цитируемой литературы

- [1] Baranov G., Bogomyagkov A., Sinyatkin S., Levichev E. Lattice optimization of the Novosibirsk fourth-generation light source SKIF. arXiv:2107.03081v1, 7 Jul 2021.
- [2] Schmidt T. et al. FIRST RESULTS OF THE UE212 QUASIPERIODIC ELLIPTICAL ELECTROMAGNETIC UNDULATORS AT SLS. Proceedings of EPAC 2002, Paris, France.

Дизайн фронтендов станций первой очереди для ЦКП «СКИФ»

С.В. Волков^{1,3}, А.Г. Елесин^{1,3}, К.В. Золотарев^{1,2}, А.А. Краснов², К.С. Ломакин^{1,3},
С.В. Майоров^{1,3}, С.Н. Макаров^{1,3}, А.Д. Николенко^{1,2}, В.Н. Сероштан^{1,3}, Д.В. Скоков^{1,3},
А.В. Шевляков^{1,3}

¹ЦКП «СКИФ», Институт Катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Никольский пр., 1, Кольцово, 630559

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

³КТИ НП СО РАН, Конструкторско-технологический институт научного приборостроения СО РАН, ул. Русская, 41, 630058, Новосибирск

Автор для переписки: a.d.nikolenko@inp.nsk.su

Аннотация. В статье описана компоновка и основные требования к элементам фронтендов для каналов синхротронного излучения первой очереди для источника СКИФ. В разработке конструкции элементов фронтенда используется общий подход, что позволяет создать набор типовых элементов, которые будут использованы не только в составе фронтендов первой очереди, но и во всех последующих каналах ЦКП СКИФ.

Ключевые слова: фронтенд, устройство генерации, тепловая нагрузка, вакуумные условия, 3D-модели

Оглавление

Введение	52
1 Размещение Оборудования фронтенда	52
2 Состав и технические параметры типичных элементов фронтендов	60
Заключение.....	18
Список цитируемой литературы	19

Введение

Фронтендом канала синхротронного излучения называют группу элементов канала, расположенных в зале накопителя и осуществляющих технические функции по предварительному формированию размера пучка, сопряжению вакуума накопителя с вакуумом канала транспортировки СИ, обеспечению вакуумной безопасности в случае прорыва атмосферы в вакуумный канал, а также обеспечению радиационной безопасности. Первая очередь ЦКП СКИФ включает в себя шесть каналов СИ, работающих с излучением из вставных устройств. Условно эти устройства можно разделить на три части: сверхпроводящие вигглеры (каналы 1-3 и 1-5), сверхпроводящие ондуляторы (1-1 и 1-2) и ондуляторы, работающие при комнатной температуре (каналы 1-4 и 1-6).

Фронтенды для сверхпроводящих вигглеров и ондуляторов способны работать с высокоинтенсивными пучками мощностью до 50 и 8 кВт, соответственно, и имеют разделительные вакуумные окна, отделяющие вакуум канала (до 10^{-7} Торр) и более высокий вакуум накопителя (до 10^{-9} Торр). Фиксированная маска, формирующая предварительный рабочий размер пучка, должна обеспечивать отвод тепла порядка 30 кВт для СП вигглера и 5 кВт для СП ондулятора. Излучение, проходящее через эти окна, частично поглощается в их материале и создает определенные сложности с отводом тепловой мощности (порядка 1 кВт на каждом окне). Фронтенды для несверхпроводящих ондуляторов не имеют разделяющих окон, и, как следствие, рассчитаны на более высокий вакуум, совпадающий с рабочим вакуумом накопителя (до 10^{-9} Торр). Описанный подход аналогичен с подходом в создании фронтендов в других центрах синхротронного излучения.

1 Размещение оборудования фронтенда

Фронтенды устанавливаются в защищенном зале накопителя вдоль оси пучка СИ из соответствующего ему источника излучения. Область Фронтенда начинается непосредственно после входного шиберов, который отделяет вакуумную камеру накопителя от вакуумного объема фронтенда, приблизительно на расстоянии 6 м от середины источника излучения. Область Фронтенда заканчивается после стены биозащиты выходным шибером, который отделяет вакуум Фронтенда от вакуума канала СИ в экспериментальном зале, приблизительно на расстоянии 25 м от середины источника излучения. Входной шибер относится к зоне ответственности вакуумной системы Накопителя и не входит в состав Фронтенда. Выходной шибер относится к зоне ответственности вакуумной системы Фронтенда и входит в его состав. Входной и выходной шиберы должны иметь электрическую цепь (или вывод логических сигналов) индицирующих их состояние и соответствующую индикацию, для включения в систему блокировок управления каналом. Индикация входного шиберов также включается в систему блокировок включения питания ондулятора. На **Рисунке 1** изображена 3D-модель расположения элементов фронтенда в зале накопителя на примере канала 1-1. Последовательность расположения элементов для разных Фронтендов вдоль пучка СИ приведена на **Рисунках 2-7** (без соблюдения масштаба).

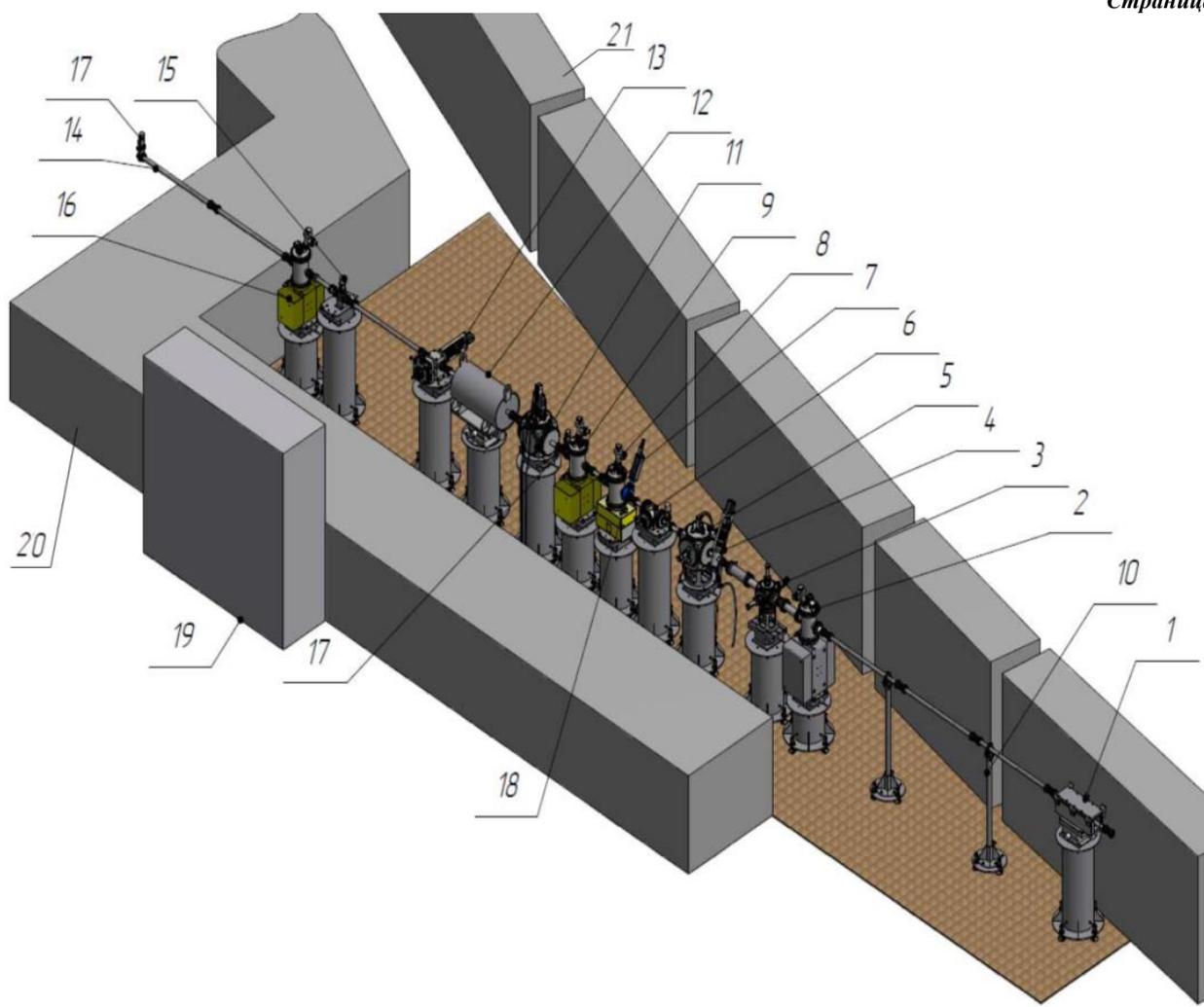


Рисунок 1. 3D-модель расположения элементов фронтенда в зале накопителя на примере канала 1-1.

Условные обозначения: 1 –Магнит-коллиматор, 2, 7, 9, 16 - Откачной вакуумный порт, 3 –
Фиксированная маска, 4 – Подвижная тепловая шторка, 5 – Регулируемая маска, 6 –
Люминесцентный датчик пучка СИ, 8, 15 – Алмазное окно, 10 – Подставка, 11 – Пневматический
радиационный затвор, 12 – Радиационный коллиматор поглощения тормозных ливней, 13 – Система
ввода лазерного луча для трассировки элементов экспериментальной станции, 14 – Резервная
оптическая вакуумная секция, 17 – Шибер, 18 – Аварийный шибер, 19 – Шкаф управления, 20 –
стена биозащиты, 21 – элементы накопителя.

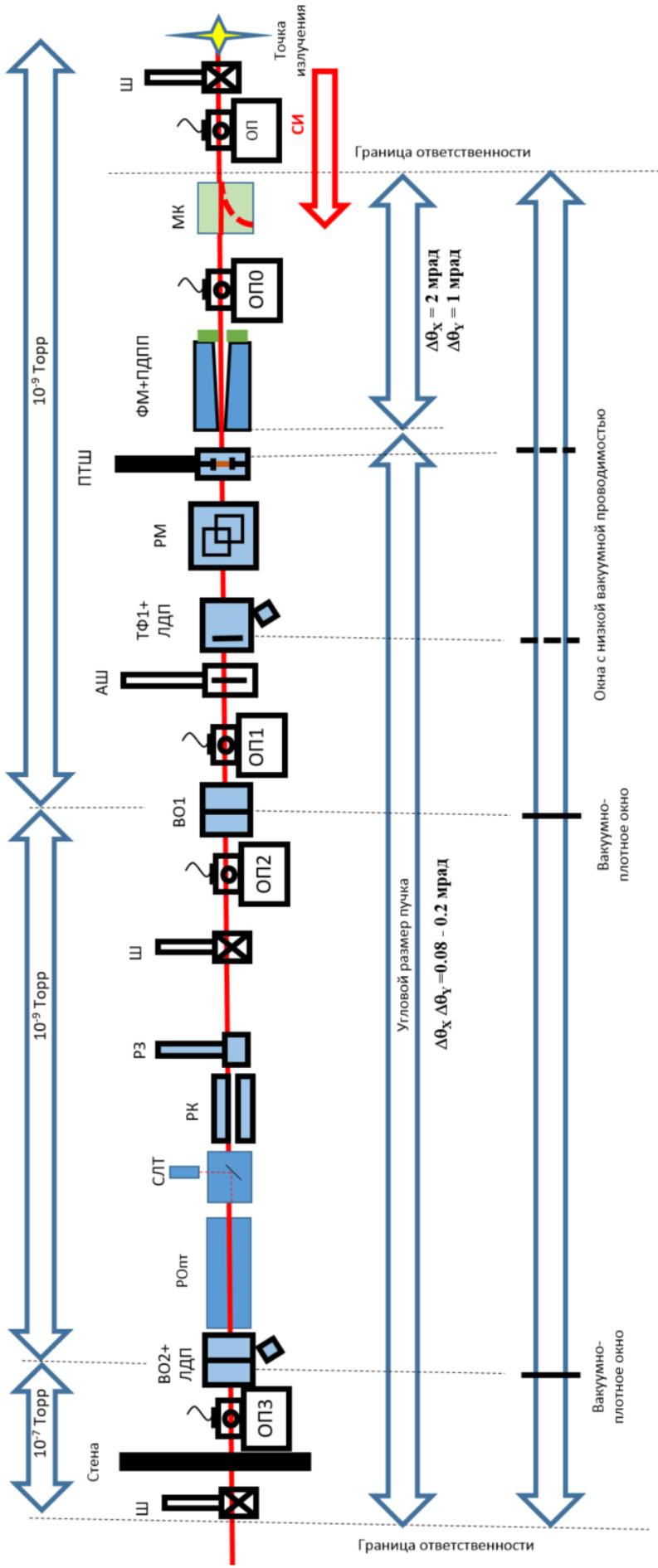


Рисунок 2. Схема расположения элементов Фронтенда экспериментальной станции I-1.

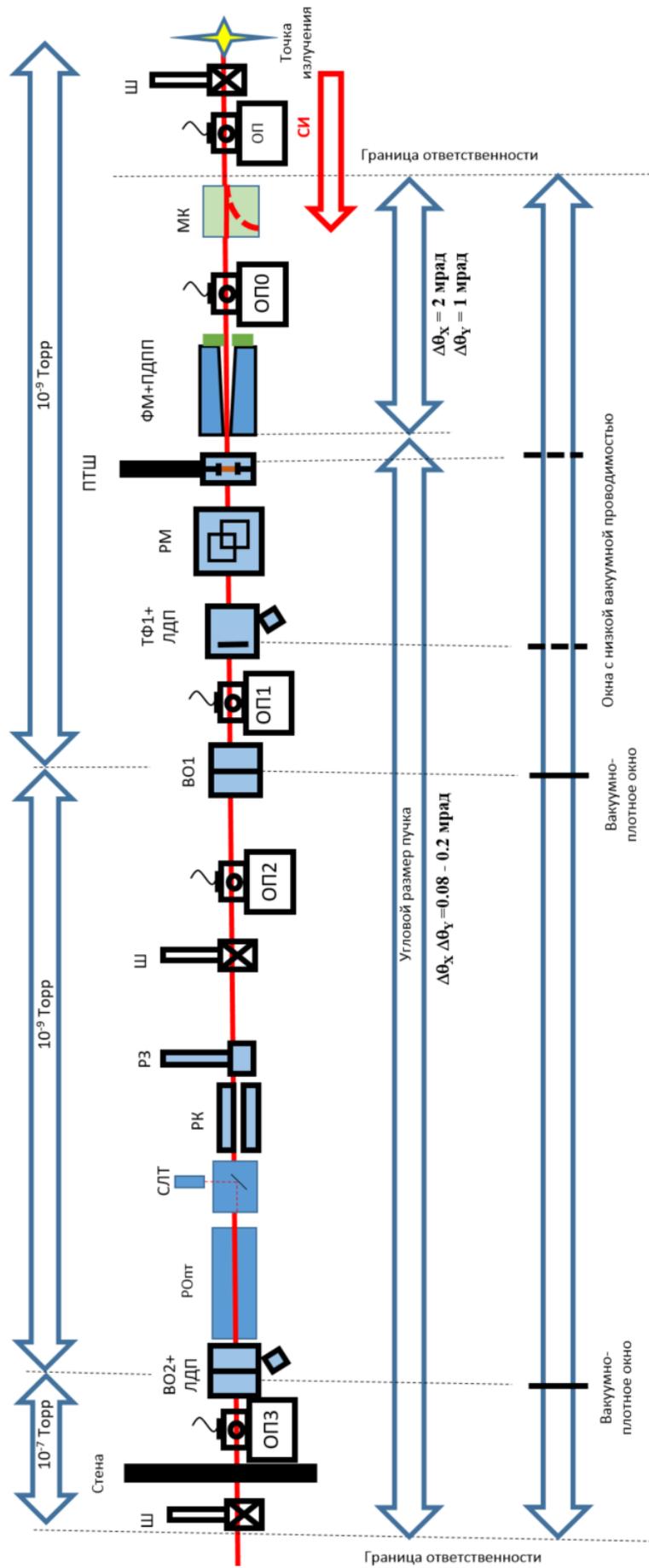


Рисунок 3. Схема расположения элементов Фронтенда 1-2.

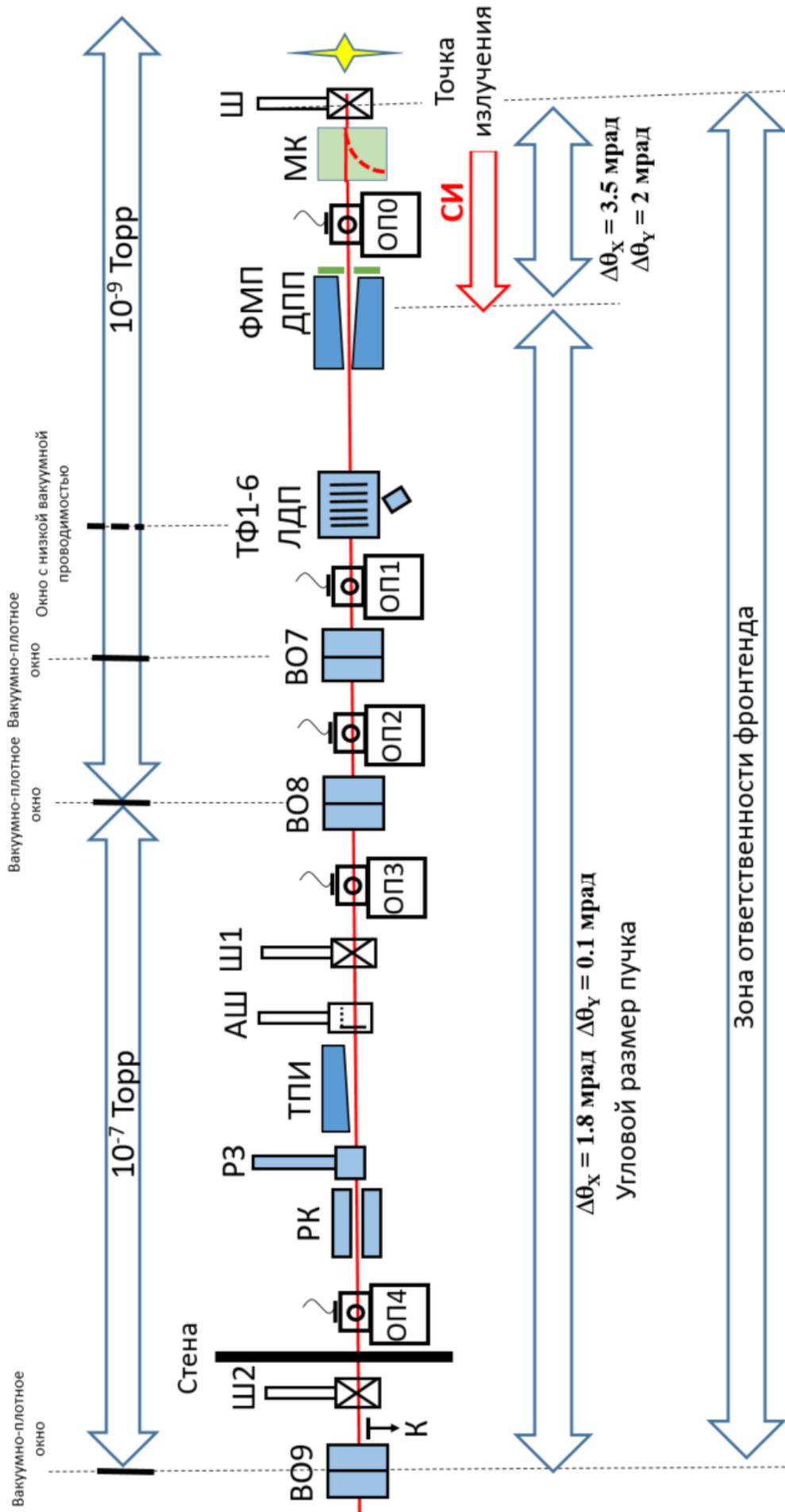


Рисунок 4. Схема расположения элементов Фронтенда 1-3.

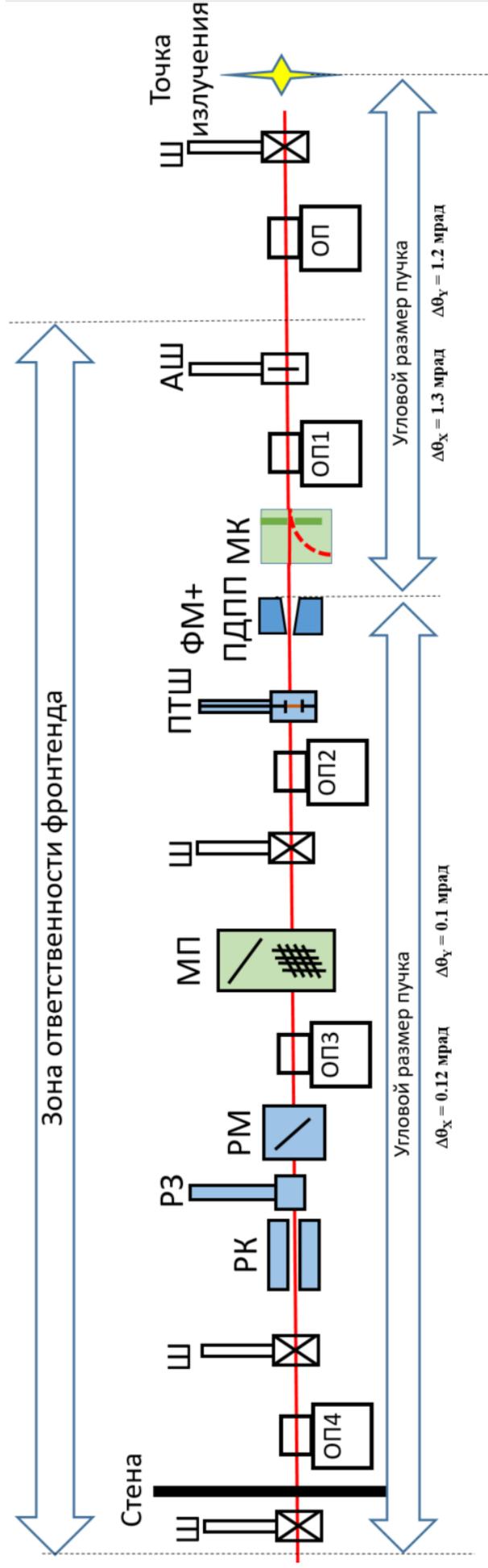


Рисунок 5. Схема расположения элементов Фронтенда 1-4.

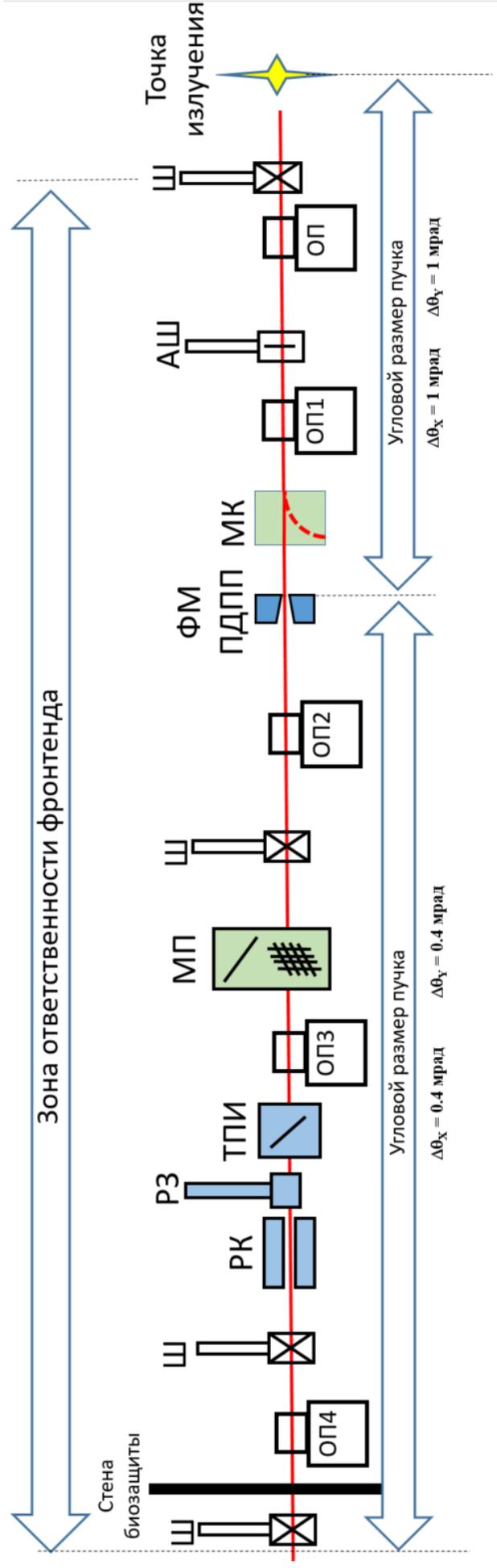


Рисунок 7. Схема расположения элементов Фронтенда 1-6. Условные обозначения: Ш – шиббер; МК – магнит-коллиматор; ОП – откачной вакуумный порт; ФМ – фиксированная маска; ПДПП – пластинчатый датчик положения пучка; ПТПШ – подвижная тепловая шторка; РМ – регулируемая маска; ТФ – фильтр; ЛДП – люминесцентный датчик пучка СИ; АШ – аварийный шиббер; ВО – вакуумное окно; РЗ – пневматический радиационный затвор; РК – радиационный коллиматор поглощения тормозных ливней; СЛТ – система лазерной трассировки элементов экспериментальной станции; РОПт – резервная вакуумная секция.

2 Состав и технические параметры типичных элементов фронтендов

Ряд элементов является типичным для всех фронтендов и имеет идентичные параметры, и обеспечивает функции, одинаковые для всех фронтендов:

Магнит-коллиматор (МК) предназначен для уменьшения фона заряженных частиц вдоль оси канала путем увода в сторону частиц, выпавших из пучка электронов в накопителе. Магнитное поле направлено горизонтально, поперек оси пучка СИ. Величина интеграла индукции магнитного поля вдоль оси пучка СИ - не менее 2 Тл×м. Конструкция МК устроена так, чтобы исключить влияние его поля на пучки электронов в накопителе.

Пластинчатый датчик положения пучка (ПДПП) предназначен для контроля положения пучка СИ в вертикальном и горизонтальном направлениях. Представляет собой 4 изолированных пластины, вводимых в периферию пучка с четырех сторон и имеющих электрические выводы для измерения фототока. Полоса пропускания системы регистрации - не менее 1 кГц. Датчик обеспечивает чувствительность к смещению оси пучка не более 10 мкм. Рабочее давление внутри датчика - более 10^{-9} торр.

Аварийный вакуумный шибер (АШ) обеспечивает быстрое разделение вакуумных объемов накопителя и фронтенда в случае прорыва атмосферы со стороны канала СИ. В зависимости от типа фронтенда имеет проходной диаметр от 40 до 100 мм. Рабочее давление 10^{-9} Торр. Время срабатывания 15 мс с момента поступления сигнала о вакуумной аварии. Шибер выполнен в цельнометаллическом исполнении, за исключением материала уплотнения витонитового запорного элемента, обеспечивающего быстрое уплотнение и уровень натекания не более 10^{-9} мбар-л/с.

Откачной вакуумный порт (ОП, Рисунок 8) предназначен для поддержания вакуума в сегменте фронтенда. Представляет собой откачной объем, сквозь который прямой пучок СИ. К откачному объему присоединены вспомогательные элементы: датчик измерения вакуума, цельнометаллический клапан для подключения предварительной форвакуумной откачки и магниторазрядный насос. Для портов, находящихся в зоне вакуума 10^{-9} Торр, насос дополнительно оснащен сорбционным модулем геттерного типа. Мощность насосов варьируется в пределах 50-500 л/сек в зависимости от вакуумных условий обслуживаемого ими участка канала.

Радиационный коллиматор (РК) предназначен для поглощения высокоэнергетических частиц, образовавшихся в результате развития радиационных ливней и выходящих под большими углами за пределы РЗ. Представляет собой свинцовый массив с размером 400 мм по трем координатам с проходным каналом 0.3 мрад вдоль оси пучка СИ.

Шибер (Ш) предназначен для расчленения объема фронтенда на вакуумно-независимые сегменты. Для шиберов, находящихся в зоне рабочего давления $<10^{-9}$ Торр, уплотнение рабочего элемента металлическое, для шиберов, находящихся в зоне с рабочим давлением $>10^{-9}$, уплотнение рабочего элемента – витон. Шибер представляет собой покупное изделие.

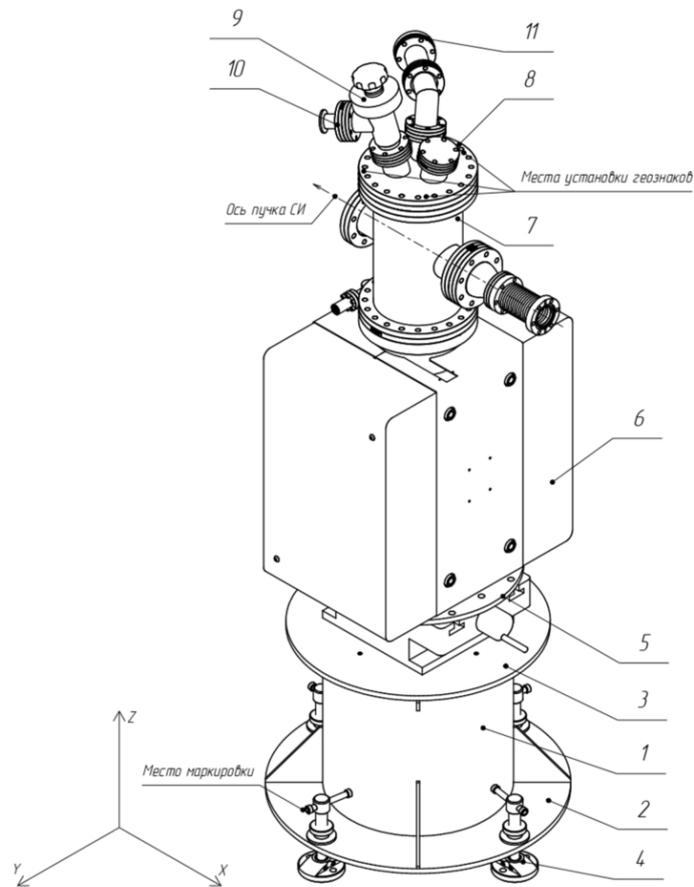


Рисунок 8. Компоновка откачного порта. Условные обозначения:

1 – труба, 2, 3 – фланец, 4 – опора регулируемая, 5 – столик, 6 – сверхвысоковакуумный ионный насос, 7 – вакуумный объем, 8 – фланец, 9 – угловой клапан, 10 – прямой переходник с CF на KF, 11 – ионный датчик.

Люминесцентный датчик пучка СИ (ЛДП, Рисунок 9) предназначен для контроля положения пучка СИ в вертикальном и горизонтальном направлениях. Включает в себя пластину люминесцирующим материалом, вакуумное окно и видеокамеру, регистрирующую сквозь вакуумное окно изображение пучка. Для фронтендов 1-1, 1-2, 1-3 и 1-5 в качестве люминесцирующего элемента используется материал алмазного фильтра, который постоянно находится в пучке СИ. Для фронтендов 1-4 и 1-6 этот элемент является вводимым и представляет собой тонкую пластину YAG. Ожидается, что ЛДП обеспечит определение положения пучка с точностью 1 мкм.

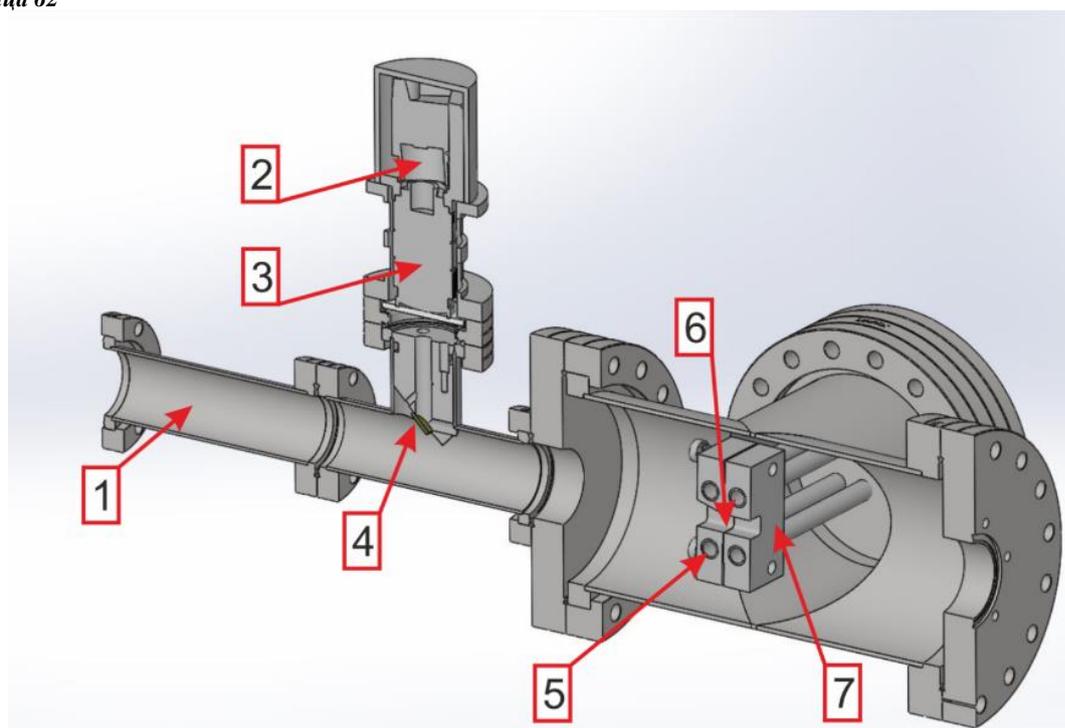


Рисунок 9. Люминесцентный датчик пучка, совмещенный с охлаждаемым алмазным окном.

Условные обозначения: 1 – переходная трубка; 2 – камера асА1920-40gm; 3 – объектив М7528-МР; 4 – зеркало; 5 – канал для воды; 6 – алмазная пластина; 7 – медный корпус алмазной пластины.

Пневматический радиационный затвор (РЗ) предназначен для оперативного перекрывания канала при наличии пучка СИ с целью полного поглощения его лучистой мощности, а также высокоэнергетических частиц, образовавшихся в результате развития радиационных ливней. Время срабатывания – порядка 10 секунд. Запорный элемент изготовлен из свинца, заключенного в нержавеющей рубашку. Длина запорного элемента вдоль пучка – 250 мм. На передней грани, обращенной к источнику СИ установлен охлаждаемый водой поглотитель для отвода тепловой мощности белого пучка СИ. Отводимая мощность – не менее 2 кВт. Нормальное состояние затвора – закрытое. При отключении электричества или падении давления в магистрали сжатого воздуха затвор под действием силы тяжести приходит в состояние «Закрыт». Система управления и индикации затвором имеет три состояния «Открыт», «Не закрыт» и «Закрыт». Команда на закрытие может поступать от пользователя, от оператора накопителя и ли от автоматизированной системы радиационной безопасности.

Другая группа элементов также является типичной для ряда фронтендов, но основные параметры этих элементов, в зависимости от задач соответствующих им каналов, могут существенно отличаться друг от друга, что определяет разный подход к их конструированию. К таким элементам относятся следующие устройства:

Тепловой фильтр (ТФ) прозрачен для рабочей компоненты белого пучка СИ и предназначен для снижения тепловой нагрузки на вакуумно-плотные вакуумные окна ВО.

Представляет собой пластину из монокристаллического CVD алмаза. Имеет водяное охлаждение для отведения тепловой нагрузки, возникшей при поглощении в нем длинноволновой части спектра белого пучка СИ. Толщина фильтра подбирается так, чтобы поглощаемая в нем мощность не превышала 1 кВт. В случае, если одного фильтра недостаточно, устанавливается несколько фильтров подряд. Используются во фронтендах 1-1, 1-2, 1-3, 1-5.

Вакуумное окно (ВО). Прозрачно для рабочей компоненты белого пучка СИ и предназначено для разделения вакуумного объема Фронтенда на вакуумно-изолированные сегменты. Представляет собой вакуумно-плотное окно из монокристаллического CVD алмаза, карбида кремния или бериллия. Имеет водяное охлаждение для отведения тепловой нагрузки, возникшей при поглощении в нем длинноволновой части спектра белого пучка СИ. Используются во фронтендах 1-1, 1-2, 1-3, 1-5. Окна и фильтры имеют общие для всех параметры: горизонтальная апертура – 0.5 мрад, вертикальная апертура – 0.2 мрад. Температура теплоотводящего корпуса контролируется с погрешностью не более 2°C. Некоторые ключевые параметры окон и фильтров фронтендов приведены в **Таблицах 1 и 2.**

Таблица 1. Параметры окон и фильтров для фронтенда 1-3.

Элемент	Материал	Толщина, мкм	Мощность, поглощенная в элементе, кВт
Фильтр	Алмаз	70	0,84
Окно 1	Алмаз	100	0,472
Окно 2	Алмаз	100	0,332
Бериллиевое окно	Ве	100	0,269

Таблица 2. Параметры окон и фильтров для фронтенда 1-5.

Элемент	Материал	Толщина, мкм	Мощность, поглощенная в элементе, кВт
Фильтр 1	алмаз	0.5	1149
Фильтр 2	алмаз	1	985
Окно 1	алмаз	0.5	378
Окно 2	алмаз	0.5	336
Фильтр 3	SiC	0.3	1011
Фильтр 4	SiC	0.5	976
Фильтр 5	SiC	0.5	738
Окно 3	SiC	0.5	470
Окно 4	SiC	0.5	377

Подвижная тепловая шторка (ПТШ, Рисунок 10) имеет два рабочих положения – «введено» и «выведено». При введении ПТШ поглощает длинноволновую часть спектра, снижая тепловую нагрузку на последующие окна. При выведении ПТШ не оказывает влияния на проходящий пучок СИ. Используется на фронтендах 1-1, 1-2, 1-4. Входная

апертура по обеим координатам составляет не менее 0.2 мрад, толщина бериллиевой фольги – 10-150 мкм. Отводимая мощность – не менее 2 кВт.

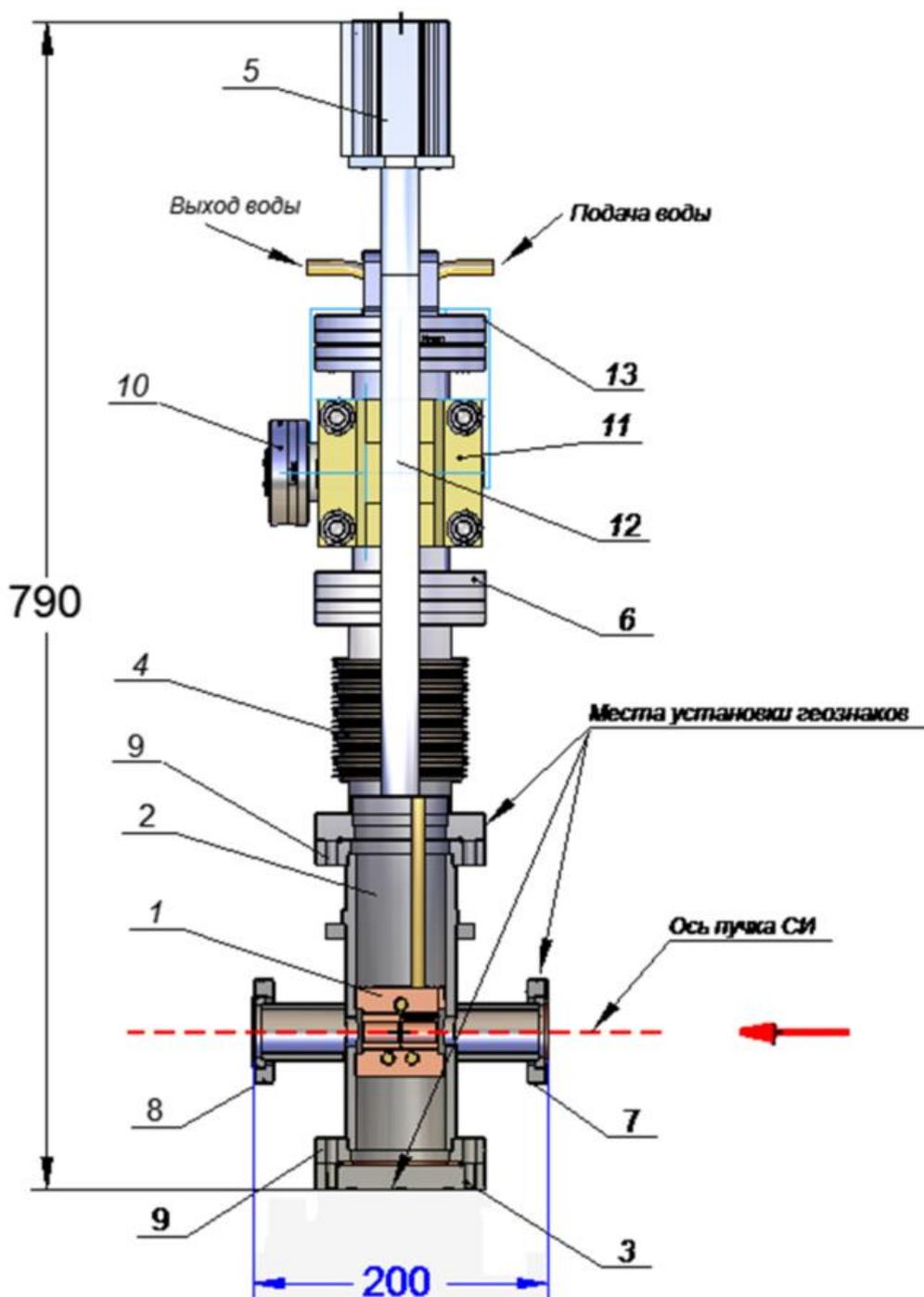


Рисунок 10. Подвижная тепловая шторка. Условные обозначения: 3, 9, 13 – фланец CF-63; 4 – сильфон; 5 – пневмоцилиндр; 6 – тройник CF-40; 7,8 – фланец CF-40; 10 – гермоввод; 11 – суппорт; 12 – направляющая стойка

Система лазерной трассировки (СЛТ, Рисунок 11) элементов экспериментальной станции предназначена для выставления вдоль оси пучка СИ элементов, входящих в состав экспериментальной станции. Представляет собой вакуумный объем, в который

посредством вводимого зеркала вводится лазерный пучок, повторяющий траекторию распространения пучка СИ. Элемент используется только при настройке аппаратуры канала СИ. При работе с синхротронным излучением зеркало выводится.

Резервная вакуумная оптическая секция (РОпт) представляет собой участок вакуумной трубы с внутренней апертурой 35 мм. Предназначена для резервирования места в составе фронтенда пучка СИ и установки, в случае необходимости, элементов рентгеновской оптики. Используется на фронтенде 1-1.

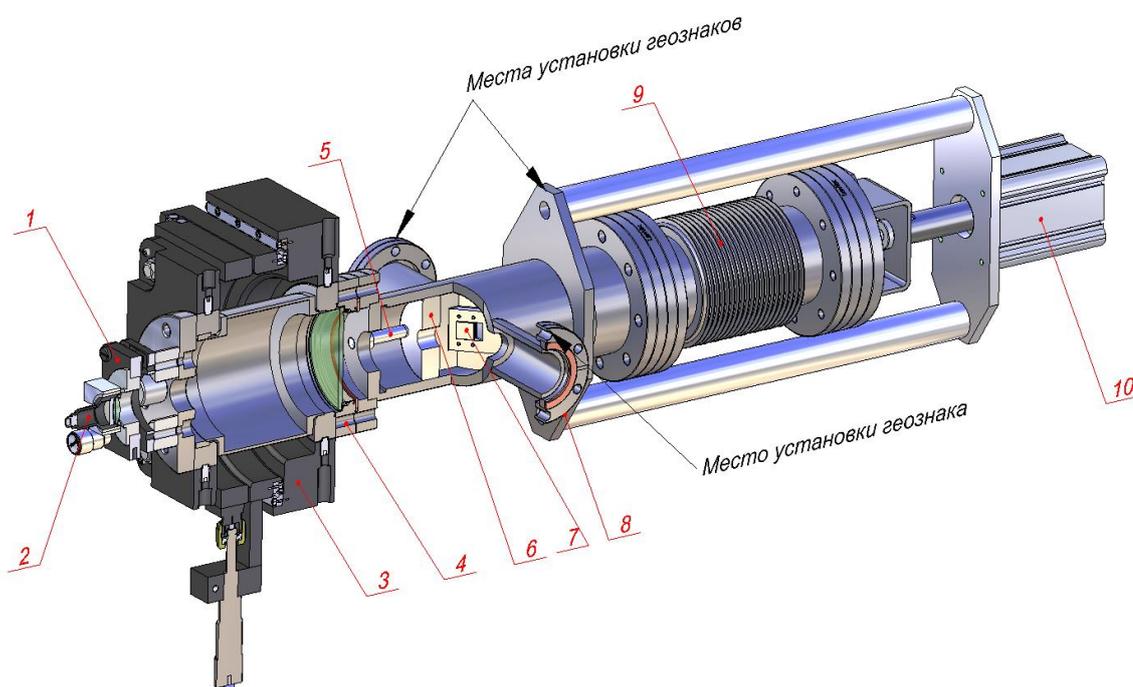


Рисунок 11. Система лазерной трассировки. Условные обозначения:

1 – подвижка качания; 2 – коллиматор; 3 – манипулятор XY; 4 – окно; 5 – площадка для упоров; 6 – корпус зеркала; 7 – алюминиевое зеркало с защитой; 8 – трубка; 9 – тяга; 10 – пневмоцилиндр.

Фиксированная маска (ФМ, Рисунок 12) предназначена для формирования заданной расходимости СИ в горизонтальной и вертикальной плоскостях. Маска представляет собой массив поглощающего материала, в котором прорезан сходящийся канал. Входная апертура канала рассчитана так, чтобы вмещать в себя большую часть лучистой мощности, генерируемой источником СИ. В качестве критерия используется условие, что за пределами входной апертуры остается не более 50 Вт мощности. Выходная апертура определяется требованиями канала СИ. Поглотитель маски имеет водяное охлаждение для съема поглощенной лучистой мощности. В **Таблице 3** приведены основные параметры ФМ для всех шести фронтендов.

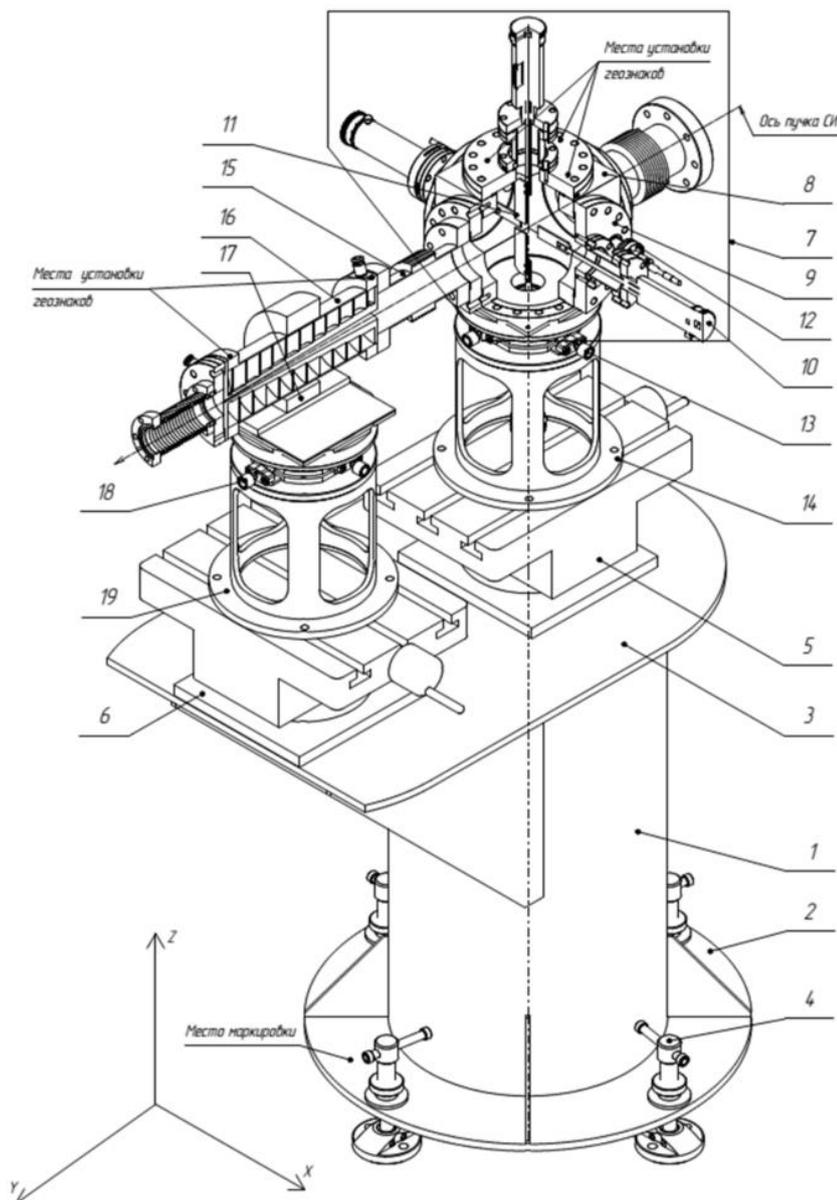


Рисунок 12. Компоновка блока фиксированной маски и пластинчатого датчика положения пучка. Условные обозначения: 1 – труба, 2, 3 – фланец, 4 – опора регулируемая, 5, 6 – столик, 7 – ПДПП, 8 – корпус, 9 – фланец, 10 – линейный актуатор, 11 – пластина, 12 – эклектический вывод, 13 – позиционер угловой, 14 – стакан, 15 – сильфон, 16 – устройство для формирования заданной расходимости СИ, 17 – призма, 18 – позиционер угловой, 19 – стакан.

Таблица 3. Основные параметры фиксированных масок для фронтендов шести экспериментальных станций первой очереди.

Параметры	Значения параметров фиксированной маски для фронтендов					
	1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-6
Входная горизонтальная апертура, мрад	2	2	3.5	1.3	7.2	1.9
Входная вертикальная апертура, мрад	1	1	3	1.2	2	3.1
Выходная горизонтальная апертура, мрад	0.2	0.2	1.8	0.12	2	0.42
Выходная вертикальная апертура, мрад	0.2	0.2	0.1	0.1	0.2	0.42
Поглощаемая мощность, кВт	5	5	24.7	7.5	30.4	1.6
Погрешность контроля температуры, °С	2°					

На **Рисунке 13** в качестве примера приведены угловое распределение лучистой мощности из ондулятора, соотношения входной и выходной апертур фиксированной маски и сравнительные размеры вертикального и горизонтального распределения плотности мощности для фронтенда 1-1.

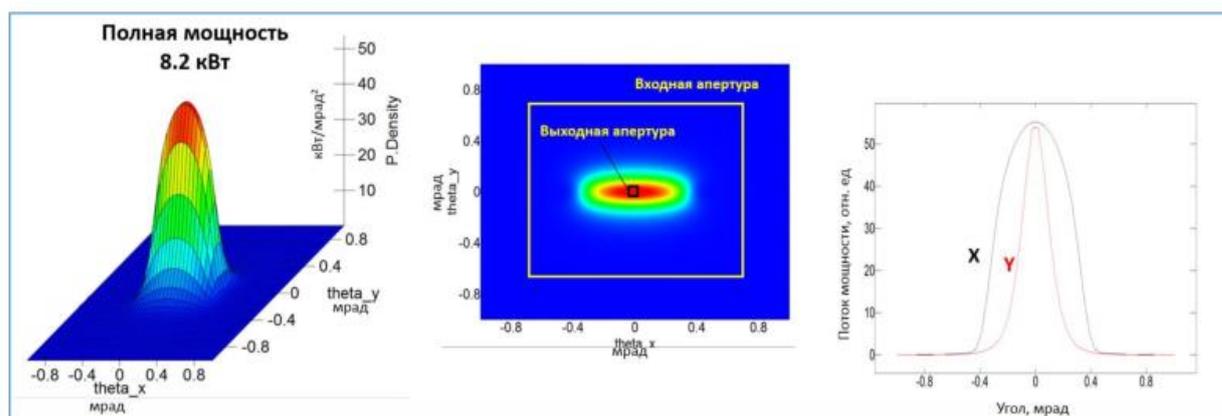


Рисунок 13. Распределение плотности мощности из ондулятора 1-1, входная и выходная апертуры фиксированной маски фронтенда.

Регулируемая маска (РМ, **Рисунок 14**). Предназначена для оперативного выбора степени коллимации пучка. Используется на фронтендах 1-1 и 1-2. Входная апертура по обеим координатам составляет не менее варьируется в пределах от 50 до 200 мкрад с шагом 1 мкрад. Отводимая мощность – не менее 2 кВт.

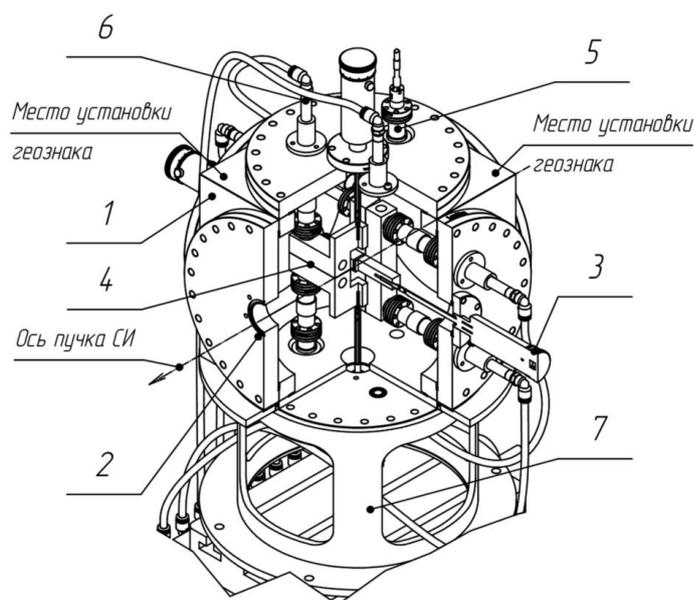


Рисунок 14. Регулируемая маска. Условные обозначения: 1 – корпус, 2 – фланец, 3 – двигатель шаговый, 4 – шторка, 5 – фланец, 6 – направляющая, 7 – стакан.

Заключение

В рамках данной статьи описаны эскизные проекты для трех фронтендов экспериментальных станций 1-1, 1-2 и 1-4 ЦКП «СКИФ». Проведено предварительное проектирование элементов фронтендов, продемонстрировано соответствие предлагаемых конструкционных решений требованиям обеспечения их стабильной работы и требованиям обеспечения безопасности операционного персонала.

ЭП представляет собой совокупность КД (ведомости ЭП, пояснительные записки, чертежи общего вида, схемы деления структурные, проекты программ и методик приемосдаточных испытаний), отражающей принципиальные конструктивные решения, общие виды фронтендов, общую компоновку СЧ фронтендов в виде трехмерных моделей, дающей общее представление об устройстве и принципе работы фронтендов 1-1, 1-2 и 1-4, а также об их основных параметрах и габаритных размерах.

На этапе ЭП выполнена общая компоновка СЧ фронтендов с учетом расположения оборудования в зале накопителя. При этом также учтено пространство для прохода обслуживающего персонала. Предложено предпочтительное размещение шкафов (стоек) управления. Указаны места прохождения кабельных магистралей. Проведена оценка массы СЧ фронтендов. Общая масса всего оборудования – не более 3100 кг для каждого фронтенда.

Сформулированы требования на подключение электричества, воды, и сжатого воздуха.

Выполнена предварительная компоновка фронтендов (в виде 3D-моделей) и предложены основные конструктивные решения всех СЧ фронтендов. Выбраны основные материалы и комплектующие, которые планируется использовать при изготовлении

оборудования фронтендов. Сформированы перечни покупных изделий. Произведен запрос коммерческих предложений.

Для подтверждения работоспособности основных узлов и блоков фронтендов (ФМ, РМ и тепловые фильтры и разделительные вакуумные окна) произведены расчеты радиационных (тепловых) нагрузок с учетом спектрального распределения мощности излучения, определяемого параметрами СПО. Для вычислений общих тепловых нагрузок на СЧ фронтендов использовалась программа SPECTRA 11.0.1. Для вычисления плотностей мощности, поглощаемых на элементах фронтендов также использовались собственные программы, разработанные на языке Python (Anaconda).

Предложены места расположения геознаков на основных элементах фронтендов. Предложен предварительный план сборки и выставки оборудования. В конструкции всех СЧ предусмотрены необходимые регулировки, обеспечивающие выставку элементов по пучку СИ с требуемой точностью.

Проведена оценка рисков для персонала и оборудования, предложены основные принимаемые меры для защиты. Разработана предварительная схема блокировок для защиты оборудования и персонала. Разработана схема заземления.

Разработаны предварительные программы и методики приемосдаточных испытаний фронтендов 1-1, 1-2, 1-4.

Полученные результаты позволяют говорить о возможности использования принятых конструктивных решений в дальнейшем при разработке и изготовлении фронтендов для других фронтендов ЦКП «СКИФ».

Список цитируемой литературы

- [1] S. Seletskiy, C. Amundsen, J. Choi... at al. Commissioning of the Synchrotron Radiation Protection System and Beamlines Frontends at NSLS-II// AIP Conf. Proc. 1741, 020042-1–020042-4; doi: 10.1063/1.4952821.
- [2] H Schulte-Schrepping, M Degenhardt, H-B Peters, U Hahn, J Heuer, M Hesse. Status of PETRA III photon beamline frontends and optical systems// Journal of Physics: Conference Series 425 (2013) 042005 doi:10.1088/1742-6596/425/4/042005.

Система автоматизированного управления оборудованием экспериментальной станции

С.А. Белоконь^{1,2}, К.Ю. Котов^{1,2}, А.В. Курочкин^{1,2}

¹Институт автоматики и электрометрии СО РАН, просп. Ак. Коптюга, 1, 630090,
Новосибирск

²ЦКП "СКИФ", Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Никольский пр., 1, 630559,
Кольцово

Автор для переписки: kotov@idisys.iae.nsk.su

Аннотация. Рассмотрены основные требования к программно-аппаратным комплексам распределенных систем управления научным экспериментом. Предложена архитектура программного обеспечения прототипа системы автоматизированного управления оборудованием экспериментальной станции комплекса СКИФ.

Ключевые слова: автоматизированная система управления, большие научные установки, SCADA-система

Введение

Функционирование экспериментальных установок такого класса, как синхротроны, предполагает создание сложных, распределенных систем управления научным экспериментом. Жизненный цикл таких установок может составлять десятки лет. Система управления должна обеспечивать интеграцию и возможность постепенного обновления разнородной аппаратно-программной среды в течение эксплуатации. Это требование может быть выполнено с минимальными издержками лишь в том случае, если система управления является модульным, легко расширяемым и динамически конфигурируемым комплексом, разработанным в соответствии со стандартами открытых систем [1].

Оборудование экспериментальных станций включает в себя системы контроля энергоснабжения, пожарной и радиационной безопасности, комплексы научного оборудования. Научное оборудование для реализации основных измерительных процессов на станции состоит из исполнительных устройств, обеспечивающих механическое перемещение: линейных и круговых подвижек с двигателями постоянного тока или сервоприводами, роботизированных манипуляторов для перемещения образцов и измерительного оборудования: детекторов энергии, фотоприемников, концевых выключателей подвижек, видеокамер и других датчиков [2].

На технологической станции СИ ИЯФ СО РАН с 2021 года проводится настройка пакетов системного программного обеспечения и прикладных программ, а также комплексная отладка создаваемого программного обеспечения прототипа системы автоматизированного управления оборудованием экспериментальной станции комплекса СКИФ. Программное обеспечение комплекса разрабатывается на основе свободно распространяемой SCADA-системы для научных исследований TANGO/Sardana, получившей широкое распространение на целом ряде установок: ALBA, ESRF, MAX IV, SOLEIL [3].

1 Программная платформа TANGO

В качестве протоколов нижнего уровня в TANGO используются CORBA и ZMQ для синхронного и асинхронного обмена данными. В качестве базы данных используется реляционная база данных MariaDB/MySQL. Одним из основных свойств TANGO является мультиязычность и мультиплатформенность, в частности TANGO поддерживается на OS Linux и OS Windows распространённых версий, а для создания программ могут использоваться языки Python, C++ и Java. Это позволяет при необходимости легко интегрировать любые подсистемы в систему управления, в частности, подсистемы на ПЛК, одноплатных компьютерах, беспроводных сенсорах и мобильных устройствах.

TANGO представляет широкий набор инструментов для реализации программ нижнего, среднего и верхнего уровней системы управления. На нижнем и среднем уровне для работы с устройствами или группами устройств реализуются специальные программы DeviceServer'ы, позволяющие работать с различными классами оборудования. Существует широкий набор готовых DeviceServer'ов для различного оборудования, а также возможно написание специализированных. Для облегчения работы программистов предоставлены кодогенераторы для различных языков.

Программное обеспечение Sardana используется для абстрагирования от класса конкретного устройства, реализации запуска рутинных процедур в виде макросов и предоставления готовых инженерных интерфейсов для отладки оборудования.

Вся информация об устройствах и программных средствах TANGO сохраняется в базе данных TANGODB. Также предоставляются возможности для архивации данных, авторизации пользователей, ведения журнала. Для управления базой данных, слежения за сервисами TANGO и мониторингом их работы предоставляются утилиты jive, starter и astor.

Для разработки пользовательских графических интерфейсов используется библиотека Taurus. Планируется интеграция TANGO с программной средой Robotic Operation System (ROS) для возможности создания управляющих модулей роботизированными устройствами станции [4].

2 Архитектура системы управления

Предполагаемая архитектура системы управления оборудованием экспериментальной станции представляет собой трехуровневую структуру, состоящую из комплекса автоматизированных рабочих мест (АРМ), контроллеров и управляющих компьютеров и функционирующих в темпе реального измерительного процесса (**Рисунок 1**).

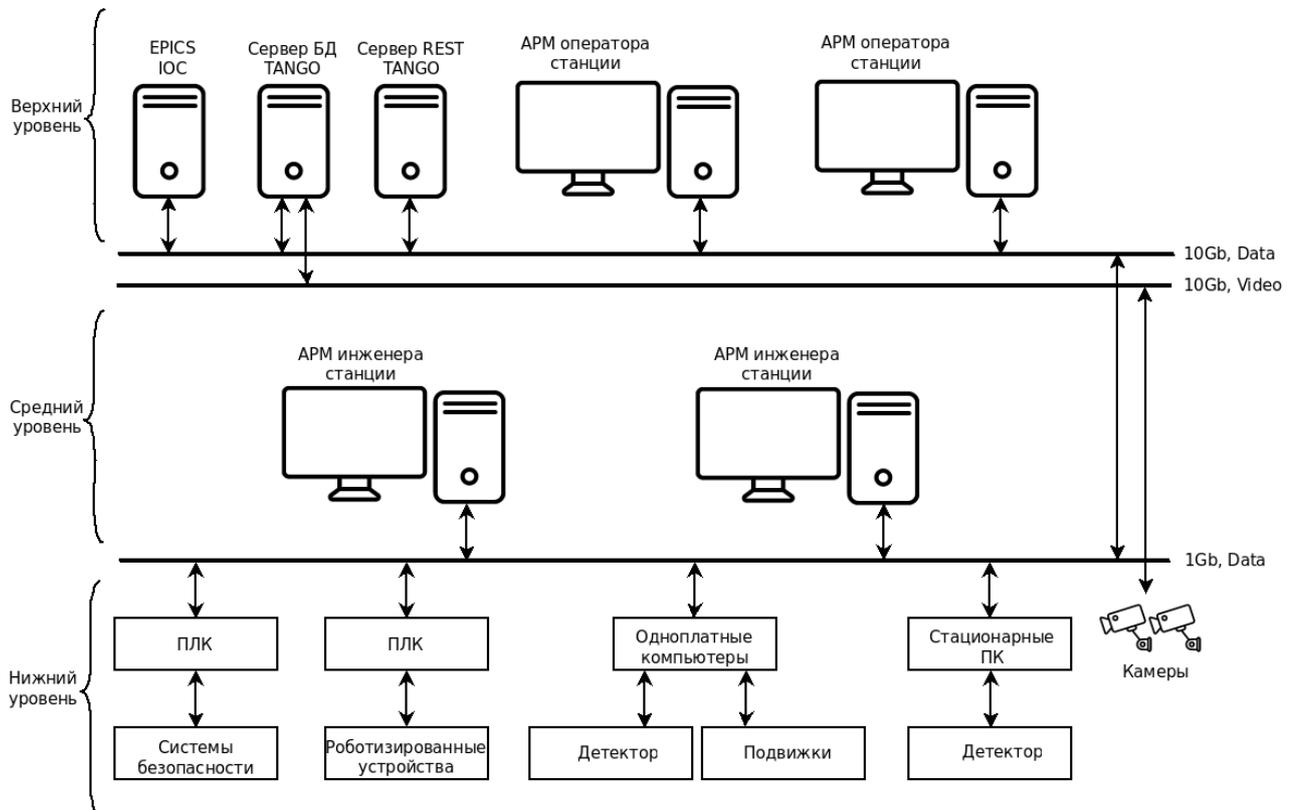


Рисунок 1. Предполагаемая архитектура системы управления оборудованием экспериментальной станции.

Верхний уровень системы включает в себя АРМ оператора станции, сервер базы данных, сервер удаленного доступа REST TANGO и EPICS IOC – программной платформы системы управления ускорителем частиц.

Средний уровень содержит рабочие места инженеров станции. Кроме этого, на данном уровне возможно размещение технологического рабочего места с функциями моделирования оборудования экспериментальной станции. Создание модели оборудования позволит ускорить разработку и точную настройку программного обеспечения для проведения научных экспериментов на станции, настройку необходимого оборудования, провести оценку алгоритмов управления различными подсистемами (безопасность, оповещение, эксперимент). Например, использование наборов инструментов MATLAB позволяет значительно сократить этап подготовки к экспериментам на реальном объекте [5].

На нижнем уровне находятся управляющие контроллеры и компьютеры, выполняющие функции устройств сопряжения с объектами и реализующие алгоритмы управления научным оборудованием станции.

Заключение

В работе представлена концепция архитектуры программного обеспечения прототипа системы автоматизированного управления оборудованием экспериментальной станции, отмечены пути возможного развития программного обеспечения на основе SCADA-системы TANGO.

Список цитируемой литературы

- [1] С.А. Белоконь, В.В. Васильев, Ю.Н. Золотухин, А.С. Мальцев, М.А. Соболев, М.Н. Филиппов, А.П. Ян. Автоматизированные системы диспетчерского управления объектами повышенной опасности // Автометрия. 2011, 3, С. 73-83.
- [2] O. Ivashkevych, M. Abeykoon, J. Adams, G. Bischof, E.D. Dooryhee, J. Li, R. Petkus, J.T. Trunk, Z. Yin Hard X-Ray Pair Distribution Function (PDF) Beamline and End-Station Control System, presented at the 17th Int. Conf. on Accelerator and Large Experimental Physics Control Systems (ICALEPCS'19), New York, NY, USA, Oct. 2019.
- [3] TANGO, <http://www.tango-controls.org>
- [4] Koubaa A. (2017). Robot System (ROS) Operating The Complete Reference (Volume 2). In Studies in Computational Intelligence (Vol. 707, Issue Volume 2). Computational Intelligence Springer, Cham, (2017)
- [5] Rubio-Manrique S. and Cuni G., Dynamic Control Systems: Advantages and Challenges, presented at the 17th Int. Conf. on Accelerator and Large Experimental Physics Control Systems (ICALEPCS'19), New York, NY, USA, Oct. 2019.

ИТ-обеспечение экспериментальных станций ЦКП «СКИФ»

А.В. Матвеев¹, А.Г. Окунев¹, И.В. Маринин², М.А. Марченко², Д.В. Подгайный³,
В.В. Кореньков³, В.С. Потеряев⁴, Я.В. Зубавичус⁴

¹Новосибирский государственный университет, ул. Пирогова, 2, Новосибирск, 630090

²Институт вычислительной математики и математической геофизики СО РАН, просп. Акад. Лаврентьева, 6, Новосибирск, 630090

³Лаборатория информационных технологий, Объединенный институт ядерных исследований, ул. Жолио-Кюри, 6, Дубна, 141980

⁴ЦКП «СКИФ», Институт Катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Никольский пр., 1, Кольцово, 630559

Автор для переписки: v.s.poteriaev@inp.nsk.su

Аннотация. В статье рассмотрены технические требования к информационной инфраструктуре ЦКП «СКИФ»; проанализированы факторы, обуславливающие выбор архитектуры центра обработки данных экспериментальных станций ЦКП «СКИФ»; предложены возможные аппаратные решения в области высокопроизводительных вычислительных систем и систем хранения данных, достаточные для обеспечения соответствия сформулированным требованиям.

Ключевые слова: центр обработки данных, суперкомпьютер, высокопроизводительные вычисления, интерконнект, сетевое хранилище данных, горячее и теплое хранилище, озеро данных, система реального времени.

Оглавление

Введение	75
1 Функции и структурные элементы ИТ-инфраструктуры ЦКП «СКИФ»	76
2 Технические требования к ЦОД экспериментальных станций	80
3 Обоснование ключевых характеристик ЦОД ЭС.....	83
4 Требования к локальному вычислительному и коммуникационному оборудованию станций	86
Заключение.....	87
Список цитируемой литературы	87

Введение

Установки класса Мегасайенс, среди которых ключевую роль играют источники синхротронного излучения и нейтронов, а также лазеры на свободных электронах (ЛСЭ), в значительной степени определяют объем и уровень проводимых научных исследований в национальном масштабе. Это мультидисциплинарные пользовательские установки, работающие круглосуточно без выходных, с небольшими технологическими останковками для проведения регламентных профилактических работ.

Одним из ключевых аспектов, обеспечивающих высокую экономическую эффективность и научную результативность работы установок Мегасайенс, является правильно выбранная и внедренная политика управления потоками данных, основанная на современных информационных технологиях. По статистике именно установки класса Мегасайенс (для полноты картины к перечисленным выше типам можно добавить ядерно-физические установки вроде Большого адронного коллайдера ЛНС или строящегося Международного термоядерного реактора ITER) являются одними из наиболее требовательных потребителей ресурсов высокопроизводительных вычислений и структурированного хранения больших объемов информации. Это не должно вызывать удивления: большие установки генерируют большие данные. Важность этой проблемы становится все более очевидной, что выражается в регулярном появлении специализированных статей, обзоров и целых тематических журнальных выпусков [1-3].

Так, например, в недавно опубликованном аналитическом обзоре [1], заголовок которого можно перевести как «Научные открытия на синхротронных источниках последнего поколения становятся возможными благодаря современным технологиям искусственного интеллекта и высокопроизводительных вычислений», подготовленном руководителями ИТ-подразделений четырех ведущих синхротронных центров США (APS, NSLS II, ALS и SLAC), дается прогноз на темпы развития потребностей национальной сети Мегаустановок США на ближайшие несколько лет. Согласно этому прогнозу, к 2028 году синхротронные источники США превысят Эксабайтный порог (квинтиллион, или 10^{18} байт) по объему генерируемых экспериментальных данных в год, а требования к пиковой производительности локальных вычислительных систем приблизятся, соответственно, к Эксафлопсу (квинтиллиону операций с плавающей запятой в секунду). По мнению авторов другого аналитического обзора [2] под названием «Наука о больших синхротронных данных», ключевыми научными направлениями, формирующими тренды на сверхвысокопроизводительную ИТ-инфраструктуру, будут синхротронная кристаллография и, в частности, макромолекулярная кристаллография в интересах биомедицины и фармацевтики, а также вычислительная томография и другие методики рентгеновской визуализации. Крайне ресурсоемким экспериментальным методом является развивающаяся в последнее время времязрешающая (микросекундная для источников СИ 4-го поколения и наносекундная для рентгеновских ЛСЭ) серийная кристаллография [4].

Строящийся в р.п. Кольцово Новосибирской области источник синхротронного излучения поколения 4+ ЦКП «СКИФ» - один из крупнейших, технически сложных и амбициозных проектов в области модернизации исследовательской инфраструктуры России

за несколько последних десятилетий. К 2024 году должен быть введен в эксплуатацию ускорительный комплекс и шесть экспериментальных станций первой очереди. Что характерно, упомянутые выше наиболее требовательные с точки зрения ИТ-обеспечения исследовательские методики должны быть реализованы в рамках функционала станций первой очереди.

Решение задач, поставленных перед научным коллективом ЦКП «СКИФ», окажется невозможным без предельного уровня информатизации и интеллектуализации процессов получения новых научных знаний на этой установке с широким использованием технологий искусственного интеллекта в цепочки управления данными с целью быстрого получения конечных результатов исследования.

1 Функции и структурные элементы ИТ-инфраструктуры ЦКП «СКИФ»

ИТ-инфраструктура должна включать в себя, по меньшей мере, два уровня: средства автоматизации и вычислительные ресурсы, локализованные непосредственно на экспериментальных станциях, напрямую связанных с генераторами информации (например, быстродействующим двумерным детектором в ходе синхротронного эксперимента), а также централизованные ВТ-ресурсы, размещаемые в Центре обработки данных (ЦОД) экспериментальных станций в Корпусе энергохозяйства (см. **Рисунок 1**).

На распределённые по экспериментальным станциям СИ элементы комплекса автоматизации возлагается роль управления экспериментом, сбор данных в соответствии с конфигурацией эксперимента и передачи первичных «сырых» экспериментальных данных в ЦОД для последующей обработки и хранения.

На централизованные вычислительные ресурсы комплекса возлагается функция численной математической обработки данных, получаемых в ходе синхротронного эксперимента, размещения этих данных, а также результатов их обработки в файловом хранилище, а также предоставление доступа к ним участникам исследовательской коллаборации. Именно централизованным ВТ-ресурсам ЦОД экспериментальных станций будет уделено основное внимание в данной статье.

Во-первых, само по себе техническое решение по частичной централизации вычислительных ресурсов требует обоснования. Ведь набор методик обработки экспериментальных данных для каждой из экспериментальных станций обусловлен характеристиками синхротронного пучка на конкретной станции и набором детекторного оборудования, которые не подразумевают существенного разнообразия требований к вычислительным ресурсам. Таким образом, возможен вариант распределенной инфраструктуры: каждая экспериментальная станция оборудована необходимым и достаточным комплектом вычислительной техники. А на ЦОД в такой конфигурации ложится лишь функция долговременного хранения результатов измерений и передача «сырых» экспериментальных данных в суперкомпьютерные центры, входящие в коллаборации пользователей для глубокой ресурсоемкой математической обработки.

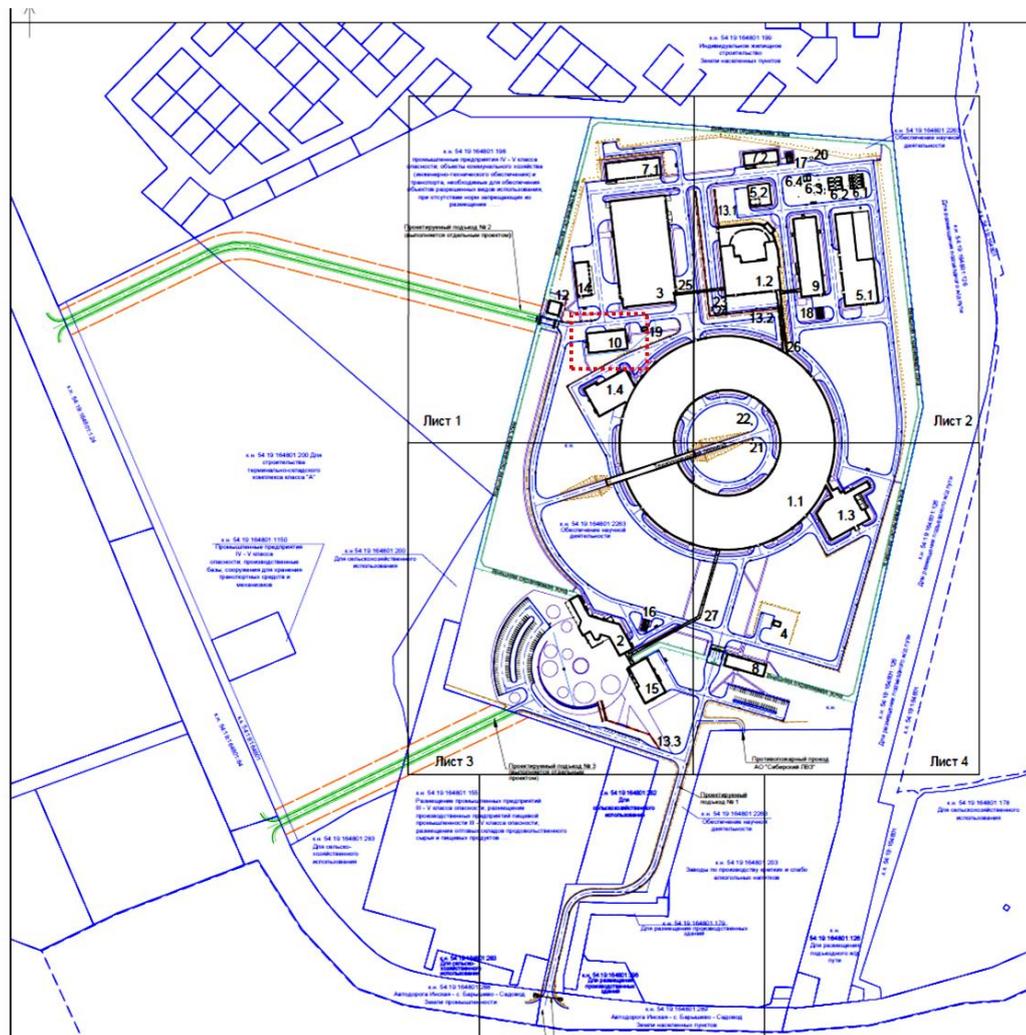


Рисунок 1. Схема расположения зданий ЦКП «СКИФ» в соответствии с генеральным планом. Красной пунктирной линией обозначен Корпус энергохозяйства, где планируется размещение ЦОД экспериментальных станций.

По результатам проведенного анализа данный вариант был отвергнут по нескольким причинам. Самая простая и очевидная причина – ограниченность финансовых ресурсов. В том случае, когда каждая экспериментальная станция оснащается собственными вычислительными ресурсами, возникают риски двух типов: либо вычислительные мощности могут оказываться недостаточными для определенной методики (например, включенной в функционал экспериментальной станции после модернизации), либо избыточная вычислительная мощность оказывается невостребованной и, соответственно, закупленное оборудование используется нерационально и неэффективно.

Еще один вариант заключается в полном переносе функции ЦОД экспериментальных станций ЦКП «СКИФ» на внешние ресурсы, такие как действующий ЦКП «Сибирский суперкомпьютерный центр СО РАН» или перспективный Суперкомпьютерный центр «Лаврентьев». К сожалению, такой вариант тоже технически нереализуем: ожидаемый поток первичных «сырых» данных с детекторного оборудования экспериментальных секций

станций слишком велик для передачи в суперкомпьютерный ЦКП, удаленный на несколько километров, с требуемой скоростью. Расстояние между первичными генераторами данных и ЦОД не должно превышать нескольких десятков метров, и между ними должны быть проложены волоконно-оптические линии связи (ВОЛС) с достаточно пропускной способностью.

Из вариативности запросов на вычислительные ресурсы каждого конкретного эксперимента и его индивидуальной методики обработки органично следует необходимость возможности гибкого динамического перераспределения вычислительных мощностей между экспериментальными станциями и их секциями в зависимости от пиковой нагрузки. В этой связи перспективной представляется ориентация на глубокую виртуализацию всех ВТ-ресурсов – вычислителей на базе CPU и GPU, оперативной памяти, сверхбыстрых твердотельных систем хранения и систем «теплого» среднесрочного хранения.

Чтобы при такой глубокой виртуализации не потерять производительность, на первый план выходит требование коннективности узлов, включённых в единую виртуальную вычислительную систему. Это приводит к ужесточению требований к скорости обмена данными, отсутствию задержек и потерь, что заставляет отказаться от использования для решения именно этой задачи удаленных распределенных вычислительных систем. При этом задача создания локального централизованного ЦОД остается крайне технически сложной: интерконнект должен характеризоваться высочайшей степенью связности всех сетевых узлов, колоссальной скоростью обмена данными и минимально возможной латентностью. Но, тем не менее, эта задача выглядит выполнимой.

Итак, после обоснования базовой конфигурации централизованного ЦОД экспериментальных станций можно перейти к составлению списка отдельных его элементов. Во-первых, этот список должен включать ферму вычислительных узлов. Во-вторых, пул серверов «тёплого», условно долговременного хранения, мощнейший интерконнект, связывающий узлы хранения и вычисления с внешней сетью и, наконец, коммуникационное оборудование, которое обеспечивает коннективность как с оборудованием и информационными базами данных экспериментальных станций и ускорительного комплекса, так и с более мощными суперкомпьютерными центрами пользовательских коллабораций, вплоть до связи с локальных вычислительных систем (ЛВС) компьютерных рабочих мест штатных сотрудников и прикомандированных пользователей ЦКП «СКИФ».

Как было отмечено выше, к техническим параметрам этих компонентов ЦОД предъявляются жесткие требования. Например, вычислительные узлы должны содержать твердотельные накопители значительного объема с высокой пропускной способностью, гибко виртуализируемые для успешного «спасения» и кратковременного «сверхгорячего» хранения «сырой» детекторной информации для экспрессной онлайн-предобработки в режиме реального времени.

К системе условно долговременного хранения также предъявляются жесткие требования не столько по объему хранения (эти требования вполне реализуемы на

современной аппаратной базе), сколько по гибкости конфигурирования виртуальных массивов, файловых систем и их пропускной способности.

Особые требования к интерконнекту были приведены ранее. В качестве аппаратной платформы необходимо использовать high-end системы класса InfiniBand от компании Mellanox с пропускной способностью не ниже 400 Гигабит/с.

Остальные элементы централизованной части комплекса автоматизации должны подбираться согласованным образом так, чтобы не сыграть роль бутылочного горлышка, слабого звена в системе, дорогостоящие элементы которой адаптированы для достижения максимальных характеристик.

Следует отметить, что централизованный вычислительный комплекс экспериментальных станций ЦКП «СКИФ» будет иметь одну важную особенность, отличающую его от канонических суперкомпьютерных ЦОД, ориентированных на пакетную обработку заданий. Речь идет о предобработке первичных «сырых» экспериментальных данных в режиме реального времени. Поясним более подробно. Ряд исследований, например, в области макромолекулярной (белковой) кристаллографии сталкиваются с необходимостью либо предварительной фильтрации потока первичных детекторных данных (например, автоматической отбраковки пустых детекторных фреймов), либо оперативной предварительной online-оценки качества образца, установленного на прибор, по интегральным критериям (общая интенсивность дифракционной картины, предельное разрешение), что требует значительных вычислительных ресурсов.

Для реализации данной важной функции, характерной именно для синхротронных экспериментов, вычислительные узлы ЦОД должны быть дополнительно оснащены сверхбыстрыми системами твердотельных накопителей с рекордной пропускной способностью – чтобы максимально приблизить процесс предобработки к истинному «реальному времени». Этот же режим онлайн-предобработки, а также ряд методик и популярных пакетов программного обеспечения, широко используемых в международных центрах синхротронного излучения, предполагает использование в вычислительных узлах математических ускорителей, например на базе графических процессоров GPU, что обуславливает требование поддержки гетерогенных систем в составе вычислительного кластера.

По результатам выполненного анализа, логическая схема ЦОД может быть представлена в следующем виде (**Рисунок 2**).

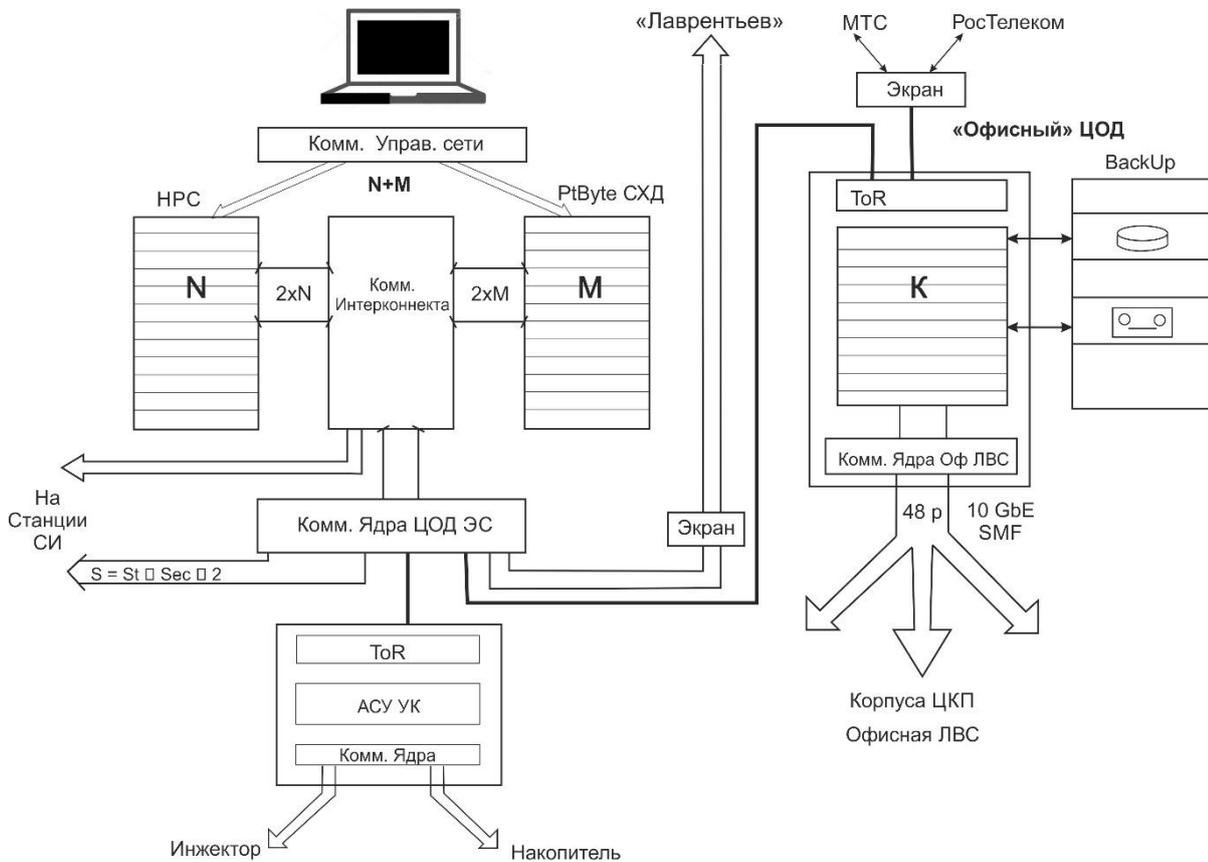


Рисунок 2. Схема центра обработки данных экспериментальных станций ЦКП «СКИФ».

2 Технические требования к ЦОД экспериментальных станций

В рамках разработанной схемы можно подробнее расписать технические требования к централизованным компонентам комплекса. Итак, централизованная часть ЦОД экспериментальных станций ЦКП «СКИФ» должна включать следующие подсистемы:

1. Кластер вычислительных узлов и сверхоперативного хранения «горячих» данных (далее – NPC-кластер) может состоять из высокопроизводительных компактных серверов с водяным охлаждением;
2. Кластер узлов хранения - система условно долговременного хранения «тёплых» данных (далее PtByte СХД) должна состоять из серверов управления массивами твердотельных накопителей, так же, желательно, с водяным охлаждением;
3. Коммутатор Интерконнекта вычислительных и узлов хранения, или сверхвысокоскоростной коммутатор, должен обеспечивать высокоскоростную и низколатентную связь вычислительных серверов с серверами хранения и со

сверхскоростными генераторами экспериментальных данных на синхротронных станциях;

4. Коммутатор Ядра комплекса автоматизации станций СИ, или высокоскоростной коммутатор оптических каналов, предназначен обеспечивать, через коммутатор интерконнекта, связь узлов хранения и вычислительных узлов с сетями экспериментальных станций, офисной ЛВС и автоматизированной системой управления ускорительным комплексом (АСУ УК) ЦКП «СКИФ».
5. Сеть управления, конфигурирования и мониторинга.

По каждой из подсистем уже сейчас можно сформулировать набор требований к их ключевым техническим характеристикам.

1. Кластер высокопроизводительных вычислений должен отвечать ряду требований:
 - Гарантировать масштабируемость в диапазоне от десяти и более раз по всем ключевым параметрам;
 - Поддерживать виртуализацию ресурсов, как вычислительных, так и ресурсов «горячего» хранения, сосредоточенных в вычислительных узлах;
 - Должна быть реализована возможность конфигурирования виртуальных ресурсов «горячего» хранения вычислительных узлов под известные распределённые файловые системы, например, такие как NFS, Lustre, DAOS или аналогичные, которые выбираются и назначаются на этапе формирования набора централизованных ВТ-ресурсов для проведения конкретного эксперимента на конкретной экспериментальной станции;
 - Обеспечивать достаточность вычислительных ресурсов: CPU – 200 TFLOPS, GPU – 500 TFLOPS на первом этапе; расширение до 8 PfLOPS CPU + GPU в финальной стадии;
 - Обеспечивать достаточность ресурсов оперативного хранилища короткоживущих «горячих» экспериментальных данных: 240 ТераБайт на первом этапе; расширение до 1.5 ПетаБайт на финальной стадии;
 - Предусматривать возможность использования технологий GPU-вычислений;
 - Предусматривать наличие высокоскоростных портов на каждом вычислительном узле для связи с коммутатором интерконнекта;
 - Предусматривать высокоскоростной коннект вычислительных узлов с критичными к трафику детекторами станций СИ через коммутатор интерконнекта – 200 – 400 Гигабит в секунду;
 - Обязательное наличие средств для управления, конфигурирования и мониторинга, как вычислительного кластера, так и распределённых файловых систем СХД.
2. Система долговременного хранения PtByte СХД ЦОД ЭС должна отвечать следующим требованиям:
 - Гарантировать масштабируемость в пределах единого технологического решения от 4-х до 80-ти Петабайт;

- Гарантировать гибкость конфигурирования виртуальных массивов/файловых систем под запросы конкретного эксперимента;
 - Виртуальные массивы хранения в составе PtByte СХД должны поддерживать различные распределённые файловые системы, например, такие как NFS, Lustre, DAOS или аналогичные;
 - Виртуальные массивы хранения в составе СХД должны поддерживать механизм автоматической миграции «горячих» данных из вычислительных узлов на условно долговременное «тёплое» хранение в СХД;
 - Аппаратная реализация СХД должна обеспечить достаточную пропускную способность для совокупности прогнозируемых потоков экспериментальных данных со станций СИ, нуждающихся в долговременном «тёплом» хранении: суммарно порядка 32 ГигаБайта в секунду;
 - Обеспечивать достаточные объёмы долговременного хранения: 4 ПетаБайта на начальном этапе; расширение до 80 ПетаБайт в финальной стадии;
 - Обеспечивать надёжность долговременного хранения (до 1 года).
3. Коммутатор интерконнекта вычислительного ядра ЦОД ЭС должен удовлетворять следующим требованиям:
- - Масштабируемость: наращивание числа портов и пропускной способности без радикального перепланирования оборудования коммутатора;
 - - Коммутатор интерконнекта должен обеспечивать низко латентную связь вычислительных узлов с узлами «тёплого» хранения на скоростях 200 - 400 гигабит в секунду;
 - - На коммутаторе интерконнекта должны быть предусмотрены высокоскоростные порты для связи с коммутатором ядра ЦОД экспериментальных станций;
 - - На коммутаторе интерконнекта должны быть предусмотрены резервные порты со скоростями 100 - 200 Гигабит в секунду для поддержания связи с высокоскоростным детекторным оборудованием каждой экспериментальной станции. Другими словами, должен быть предусмотрен механизм интеграции потоков детекторной информации в коммутационную среду интерконнекта, соответствующий параметрам потока экспериментальных данных, таким как скорость, пропускная способность, задержки;
 - - Для соответствия требованиям критичного к трафику детекторного оборудования, порты коммутатора интерконнекта или порты оборудования сопряжения с ними должны обеспечивать совместимость с протоколами типа RDMA RoCE v1/v2.
4. Коммутатор ядра ЦОД ЭС должен удовлетворять следующим требованиям:
- ЦОД ЭС должен быть связан с коммутатором интерконнекта вычислительных узлов на скорости 100 - 200 гигабит в секунду;
 - Основное предназначение коммутатора ядра ЦОД ЭС – обеспечение связи с элементами комплекса автоматизации научных исследований, разнесённым по контрольным кабинам экспериментальных секций станций СИ;

- Коммутатор ядра ЦОД ЭС будет оптимизирован на интеграцию с каналами передачи данных с экспериментальных станций на скоростях 10 - 20 Гигабит в секунду;
- Нарращивание числа портов коммутатора ядра, ориентированных на связь со станциями СИ, должно осуществляться простым стекированием коммутаторов;
- Наряду с основной функцией обработки данных с экспериментальных станций, коммутатор ядра ЦОД ЭС будет также исполнять функцию среды коннективности офисной ЛВС и АСУ УК. Число портов, выделяемых на эти цели, после запуска первого этапа ЦКП «СКИФ», не предусматривает дальнейшего значительного расширения;
- ЛВС АСУ УК, офисная ЛВС и сеть инженерных систем интегрируются в ядро ЦОД ЭС через сетевые экраны;
- Коммутатор ядра ЦОД ЭС должен предусматривать наличие 100 -200 Гигабитных портов для поддержания высокоскоростной связи со специализированными или внешними вычислительными ресурсами (к внешним вычислительным ресурсам могут относиться суперкомпьютерные центры, такие как действующий ЦКП «Сибирский суперкомпьютерный центр СО РАН» или перспективный Суперкомпьютерный центр «Лаврентьев»);
- Связь с участниками суперкомпьютерных альянсов должна осуществляться на скоростях от 100 Гигабит в секунду и быть обеспечена комплексными программно-аппаратными решениями информационной безопасности.

5. Сеть управления и мониторинга вычислительного ядра ЦОД ЭС. Сеть управления должна включать в себя все узлы ЦОД ЭС и служит для настройки конфигурации, как кластера вычислительных узлов, так и элементов СХД, вплоть до настройки изолированных виртуальных вычислительных подсистем, ориентированных на конкретный эксперимент. Система конфигурирования и мониторинга вычислительного ядра ЦОД ЭС должна являться неотъемлемой частью поставляемого аппаратного решения ЦОД ЭС. Прототипом такой системы может служить «Базис Автоматизация» суперкомпьютера «Говорун» ЛИТ ОИЯИ г. Дубна.

Следует, однако, отметить, что истинное «холодное» (вечное) хранение экспериментальных данных предполагает использование внешних специализированных ресурсов класса «озеро данных» (Data Lake) или ресурсов пользователей ЦКП «СКИФ» в соответствии с документально оформленными взаимными обязательствами

3 Обоснование ключевых характеристик ЦОД ЭС

Все синхротронные методики основаны на регистрации результата взаимодействия исследуемого объекта с синхротронным излучением, по своей сути, с лучом света с особыми характеристиками, такими как длина волны, интенсивность, линейный размер, угловая расходимость, степень когерентности, длительность воздействия и т.д. По зафиксированным результатам взаимодействия методами численного математического анализа, с некоторой

точностью и достоверностью, реконструируется атомная структура исследуемого объекта или другая функционально-значимая характеристика.

Результаты взаимодействия излучения с исследуемым объектом фиксируются достаточно широким спектром детекторного оборудования, у которого, с точки зрения процесса математической обработки, ключевыми являются параметры скорости поступления и объёмов первичных «сырых» данных, генерируемых детектором в ходе эксперимента. Объём «сырых» данных напрямую связан с длительностью сеанса измерения, составляющего независимый завершённый эксперимент.

Потребность в вычислительных ресурсах для обработки экспериментальных данных в значительной части обусловлена сложностью и разнообразием математических методик получения конечного результата исследований из исходных экспериментальных данных. Оценить эти потребности можно, с одной стороны, отталкиваясь от характеристик детекторного оборудования, которое планируется использовать на исследовательских станциях СИ – для оценки объёмов и потоков экспериментальных данных, и, с другой стороны, опираясь на опыт обработки данных с экспериментов в международных центрах синхротронного излучения. Важно, что при оценке потребных параметров ЦОД ЭС мы должны опираться на текущее состояние, как доступного детекторного оборудования, так и на существующие в данный момент методики математической обработки. Но при этом необходимо учитывать возможные тренды развития детекторного оборудования и алгоритмов обработки данных в ближайшие годы.

ЦКП «СКИФ» проектируется как международный исследовательский центр на базе источника синхротронного излучения поколения 4+. В рамках первой очереди планируется ввод в эксплуатацию шести экспериментальных станций, в то время как максимальное количество станций равно тридцати. На этих экспериментальных станциях и их независимых секциях будут реализованы почти все известные на сегодняшний день методики исследования образцов и объектов при помощи синхротронного излучения как рентгеновского, так и не рентгеновского диапазонов (например, УФ, ИК).

Поэтапность ввода в эксплуатацию экспериментальных станций СИ на комплексе ЦКП «СКИФ», с одной стороны, позволяет начинать работу с ВТ-ресурсами, мощность которых можно оценить на основании текущего состояния исследовательской среды, а, с другой стороны, архитектуру комплекса автоматизации надо разрабатывать с учетом потенциала последующего расширения в терминах, как общей производительности, так и использования новых технологий и методик обработки, которые только-только начинают входить в употребление в научной среде. Архитектурное решение вычислительного ядра комплекса автоматизации должно обеспечивать использование технологий как на базе универсальных CPU, так и с использованием GPU и других типов вычислительных ускорителей. Последовательное наращивание мощностей вычислительных и коммуникационных ресурсов позволит развивать ИТ-инфраструктуру симбатно развитию исследовательской инфраструктуры с вводом в эксплуатацию станций второй и последующих очередей.

Статус детализации проекта ЦКП «СКИФ» уже на текущем этапе позволяет провести первоначальные оценки потребностей экспериментальных станций в ВТ-ресурсах ЦОД:

1. Скорость поступления «горячих» экспериментальных данных с одного критичного детектора – 100 – 200 Гигабит в секунду;
2. Объёмы «горячих» детекторных экспериментальных данных кратковременного хранения – 200 – 240 Терабайт (в сутки);
3. Суммарная пропускная способность системы хранения «горячих» детекторных данных – 30 – 40 ГигаБайт в секунду;
4. Скорость поступления экспериментальных данных с «медленного» детекторного оборудования станций СИ – 10 – 20 Гигабит в секунду;
5. Суммарная пиковая скорость поступления «медленных» данных со всех шести экспериментальных станций – 200 – 250 Гигабит в секунду;
6. Объём «медленных» экспериментальных данных по всем шести станциям – 20 – 30 ТераБайт в сутки;
7. Объём долговременного (год) «тёплого» хранения экспериментальных данных – 4–8 ПетаБайта в год;
8. Вычислительная производительность на базе универсальных CPU – 200 – 250 TFLOPS двойной точности;
9. Вычислительная производительность на базе GPU-ускорителей – 500 – 700 TFLOPS двойной точности.

По нашим оценкам, ввод в эксплуатацию второй очереди экспериментальных станций, как минимум, утроит потребности в ВТ-ресурсах ЦОД. К сожалению, на данном этапе можно сделать лишь предварительный прогноз, в то время как точный расчет невозможен. Но совершенно очевидно, что архитектура комплекса информатизации и соответствующая инженерная инфраструктура должны допускать, как минимум, десятикратный рост мощности ресурсов по сравнению с базовым функционалом первой очереди.

Очень важно отметить, что приведённая оценка не учитывает потребностей персонала и пользователей ЦКП «СКИФ» в ВТ-ресурсах для крайне ресурсоемкого моделирования исследуемых систем, являющегося неотъемлемой составляющей научных исследований и рациональной базой верификации экспериментальных результатов. Облегчающим ситуацию с модельными вычислениями может служить тот факт, что они могут проводиться в пакетном режиме, в том числе и на вычислительных ресурсах внешних суперкомпьютерных центров, без жестких ограничений по времени и срокам.

С учётом всех приведённых аргументов, потребности ЦОД ЭС в ВТ-ресурсах к 2030-му году можно оценить следующими величинами:

1. Производительность вычислительного кластера, суммарная, CPU + GPU – более 4 Петафлопс;
2. Объём долговременного «тёплого» хранения - более 80 Петабайт
3. Пропускная способность горячего хранения – более 60 Гигабайт в секунду
4. Объём горячего хранения – более 1.5 Петабайт

Следует отметить, что наши прогнозы характеристик производительности ЦОД ЭС ЦКП «СКИФ», в целом, соответствуют аналогичным прогнозам ведущих международных синхротронных центров [5].

4 Требования к локальному вычислительному и коммуникационному оборудованию станций

В рамках предложенной схемы распределения функций и потоков данных между экспериментальными станциями и ЦОД каждая секция экспериментальной станции ЦКП «СКИФ» должны быть оснащена унифицированным единообразным комплектом вычислительного и коммуникационного оборудования, которое необходимо и достаточно для построения эффективной самосогласованной системы ИТ-обеспечения. Таким образом, в состав этого локального оборудования, связанного с ЦОД, должны входить следующие компоненты:

1. Два коммутатора Ethernet уровня доступа – один для офисной ЛВС и один для ЛВС комплекса информатизации научных исследований;
2. Два офисных компьютеризированных рабочих места со своей обычной периферией, включая ПК офисного класса, IP-телефоны, МФУ, точки доступа Wi-Fi, оборудование для видеоконференц-связи и т.д.;
3. Два ПК класса Рабочая станция, т.е. расширенной комплектации: один для управления всей инженерной инфраструктурой секции, и еще один для, управления обработкой и визуализацией промежуточных результатов измерений, мониторинга вспомогательных датчиков, сенсоров и прочей регистрирующей аппаратуры (термодатчики, датчика напора охлаждающей воды, вакуумное оборудование и пр.).

Ethernet-коммутатором уровня доступа ЛВС комплекса автоматизации предпочтительно комплектовать отдельно каждую экспериментальную секцию экспериментальной станции, поскольку он будет обеспечивать связность всего диагностического и инженерного оборудования секции, снабжённого интерфейсом Ethernet. В особых случаях к этому коммутатору допускается подключение локального сетевого хранилища.

Требования к коммутатору вполне стандартные: 24 порта RJ45 с пропускной способностью до 10 гигабит/с (по медному кабелю) и 4 оптоволоконных порта SFP+/QSFP28 с пропускной способностью от 10 до 100 гигабит в секунду.

Сверхскоростные детекторы на отдельных станциях, такие как X Spectrum Sparta [6] или другие детекторы подобного класса на базе технологии Adaptive Gain Integrating Pixel Detector (AGIPD), придётся подключать выделенными каналами оптической связи к сверхскоростному коммутатору интерконнекта вычислительного ядра ЦОД ЭС на скоростях от 100 Гигабит в секунду и выше (например, при помощи агрегации 100 Гигабитных каналов). Ethernet-коммутатором уровня доступа офисной ЛВС целесообразно комплектовать каждую экспериментальную станцию, распределяя его порты по всем секциям станции, в силу не критичности требований к трафику в офисной ЛВС.

Заключение

ИТ-инфраструктура, построенная на базе современных доступных на рынке аппаратно-программных средств, по текущим оценкам достаточна для удовлетворения потребностям экспериментальных станций ЦКП «СКИФ», создающимся в рамках первой очереди. Технологии создания аналогичных по функционалу ЦОД хорошо отработаны и могут быть взяты в качестве прототипа для построения ЦОД ЭС ЦКП «СКИФ». В качестве яркого примера можно упомянуть суперкомпьютерную систему ускорительного комплекса НИКА в ОИЯИ (Дубна), разработанную специалистами Лаборатории информационных технологий. В случае проекта ЦКП «СКИФ» экспериментальные станции второй и третьей очередей будут вводятся в эксплуатацию поэтапно, что позволит наращивать ресурсные мощности центра обработки последовательно по мере необходимости, однако нельзя забывать, что базовая инженерная инфраструктура должна быть корректно проработана и реализована на начальном этапе.

Список цитируемой литературы

- [1] Schwarz et al 2020 Enabling Scientific Discovery at Next- Generation Light Sources with Advanced AI.
- [2] Chunpeng Wang, Ullrich Steiner, and Alessandro Sepe. Synchrotron Big Data Science. Small. 2018. P. 1802291-1-12.
- [3] Wagner H. (Ed.) Data handling and Storage. Special Issue of Synchrotron Radiation News. 2019. V. 32. Issue 3.
- [4] Raphael Ponsard, Nicolas Janvier, Jerome Kieffer, Dominique Houzetb and Vincent Fristotb - RDMA data transfer and GPU acceleration methods for high-throughput online processing of serial crystallography images - Journal of Synchrotron Radiation 07.02.2020.
- [5] Chunpeng Wang, Feng Yu, Yiyang Liu, Xiaoyun Li, Jige Chen, Jeyan Thiyagalingam. and Alessandro Sepe: Deploying the Big Data Science Center at the Shanghai Synchrotron Radiation Facility: the first superfacility platform in China.
- [6] <https://x-spectrum.de/products/sparta/>.

Вирусологическая станция «Вектор» на Сибирском кольцевом источнике фотонов

А.В. Гладышева¹, А.Ю. Бакулина^{1,2}, Г.С. Онхонова¹, С.Г. Архипов², А.А. Гладышева^{1,2},
А.П. Агафонов¹, Р.А. Максюттов¹, Я.В. Зубавичус³, Е.Б. Левичев³, В.И. Бухтияров⁴

¹ ФБУН ГНЦ ВБ «Вектор» Роспотребнадзора, 630559, р.п. Кольцово

² НГУ, ул. Пирогова, 2, г. Новосибирск, 630090

³ ЦКП "СКИФ", Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Никольский пр., 1, р.п. Кольцово, 630559

⁴ Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Лаврентьева пр., 5, Новосибирск, 630090

Автор для переписки: bakulina@gmail.com

Аннотация. ГНЦ ВБ «Вектор» – крупнейший научный вирусологический центр России, главной миссией которого является научное и практическое обеспечение противодействия глобальным биологическим угрозам. Создание вирусологической станции «Вектор» на СКИФ поколения 4+ позволит проводить комплексные исследования возбудителей вирусных заболеваний, включая опасные. В данной статье описывается концепция вирусологической станции «Вектор» на СКИФ и список решаемых задач.

Ключевые слова: СКИФ, вирусология, микротомография животных, рентгеновская микроскопия.

Введение

В последние десятилетия проблема появления новых вирусных инфекций встала перед общественным здравоохранением особенно остро. Это связано прежде всего с вторжением человека на ранее необжитые территории и возникновением более плотных контактов с представителями животного мира, имеющими свой вириобиом. Быстрому распространению заболеваний способствует увеличение плотности и интенсивности человеческих потоков вследствие расширения деловых и туристических связей между странами. Инфекции наносят не только прямой социальный урон населению всех стран мира, но и огромный экономический ущерб. Так, ежегодный ущерб от клещевого энцефалита оценивается в 1,26 млрд рублей в год [1]. Примерно такую же сумму – 1,138 млрд рублей – составил прямой ущерб от вирусного заболевания африканская чума свиней (АЧС) в 2018 году [2]. Последствия от заболевания гриппом в 2019 году были оценены в сумму около 1,6 млрд рублей [3]. Последствия пандемии коронавирусной инфекции COVID-19 в 2020 году эксперты Роспотребнадзора оценивают в сумму около триллиона рублей. Становится все более очевидным, что реагирование на появление новых вирусов созданием противовирусных лекарств является единственным фактором сдерживания инфекционных заболеваний. Карантинные мероприятия остаются высокоэффективными, но в долгосрочной перспективе практически парализуют деловую, экономическую активность. Для создания эффективных вакцин и терапевтических противовирусных препаратов важно знать тонкое устройство вириона, взаимодействие его белков с клеточными структурами, патогенез и иммунопатогенез заболевания. Для этого необходимо использовать новые методы изучения вирусов – и одним из наиболее перспективных инструментов для этих целей становятся установки синхротронного излучения. Проводимые на таких установках исследования будут представлять огромный интерес как с точки зрения фундаментального понимания способов и механизмов сосуществования вирусов и макроорганизмов, так и с точки зрения практического использования уникальных особенностей и возможностей вирусов при создании противовирусных и противораковых препаратов, генной терапии, конструировании новых форм организмов.

Использование синхротронного излучения открывает новые возможности для комплексного исследования вирусов на разных уровнях организации – от отдельных белков и вирусных частиц до клеток и органов инфицированных лабораторных животных. Ожидаемый в 2024 году запуск Сибирского кольцевого источника фотонов (СКИФ) поколения 4+ в непосредственной близости от Государственного научного центра вирусологии и биотехнологии «Вектор» Роспотребнадзора значительно повысит доступность таких исследований для вирусологов.

Концепция станции «Вектор»

ФБУН ГНЦ ВБ «Вектор» Роспотребнадзора (далее ГНЦ ВБ «Вектор») – один из крупнейших научных вирусологических и биотехнологических центров России, главной миссией которого является научное и практическое обеспечение противодействия глобальным биологическим угрозам.

Научно-исследовательские работы ГНЦ ВБ «Вектор» направлены на изучение возбудителей особо опасных и социально значимых вирусных инфекций, их генетической изменчивости и разнообразия, патогенеза вирусных инфекций, разработку эффективных средств и методов диагностики, профилактики, лечения инфекционных заболеваний, создание и совершенствование биотехнологических процессов, связанных с производством средств противодействия вирусным инфекциям.

Ученые ГНЦ ВБ «Вектор» планируют активно использовать возможности метода рентгеноструктурного анализа макромолекулярных соединений, который будет реализован на секции 1-1-3 "Макромолекулярная кристаллография" станции первой очереди 1-1 "Микрофокус". Этим методом можно изучать структуры отдельных вирусных белков, комплексов вирусных белков с антителами, другими белками и низкомолекулярными лигандами. Полученные структуры позволят, в частности, планировать эксперименты по оптимизации противовирусных соединений прямого действия и моноклональных антител. Рентгеноструктурные исследования белков, принадлежащих к опасным вирусам, не требуют соблюдения особых мер безопасности, так как белки получают по рекомбинантной технологии без использования вирусов.

Другие методы исследования вирусов уже требуют выполнения работ на отдельной станции «Вектор», так как при исследовании будут присутствовать живые вирусы. Это 1) микротомография *in vivo* здоровых и зараженных вирусами животных 2) рентгеновская микроскопия и микротомография.

Планируется, что станция «Вектор» будет располагаться в отдельном здании, имеющим общий фундамент с основным зданием синхротрона. Строительные и инженерно-технические системы здания обеспечат безопасное проведение работ с возбудителями опасных инфекционных заболеваний вирусной этиологии. По классификации, принятой в США и Европе, это соответствует третьему уровню биологической защиты (BSL-3). Станция «Вектор» в соответствии с национальным законодательством будет иметь санитарно-защитную зону, которая составит 300 метров. Таким образом, в комплексе СКИФ будет создана первая в мире BSL-3 лаборатория – станция «Вектор», которая позволит проводить исследования тонких механизмов патогенеза вирусных заболеваний на животных.

Микротомография животных. Рентгеновская томография – это мощный метод трехмерной визуализации органов и тканей. При использовании рентгеновской трубки в качестве источника излучения визуализация тонких структур мягких тканей затруднена. Использование источников синхротронного излучения дает дополнительные возможности по получению высококонтрастных изображений. Метод разностной радиографии позволяет при вычитании двух изображений, полученных на разных длинах волн (до и после края поглощения К-оболочки), получать изображения объектов, содержащих контрастирующие вещества. В качестве таких веществ используют соединения, содержащие атомы с тяжелыми ядрами например, йод, гадолий, ксенон. Метод фазочувствительной рентгеновской визуализации использует небольшое отклонение когерентных рентгеновских лучей на границах сред с разными плотностями.

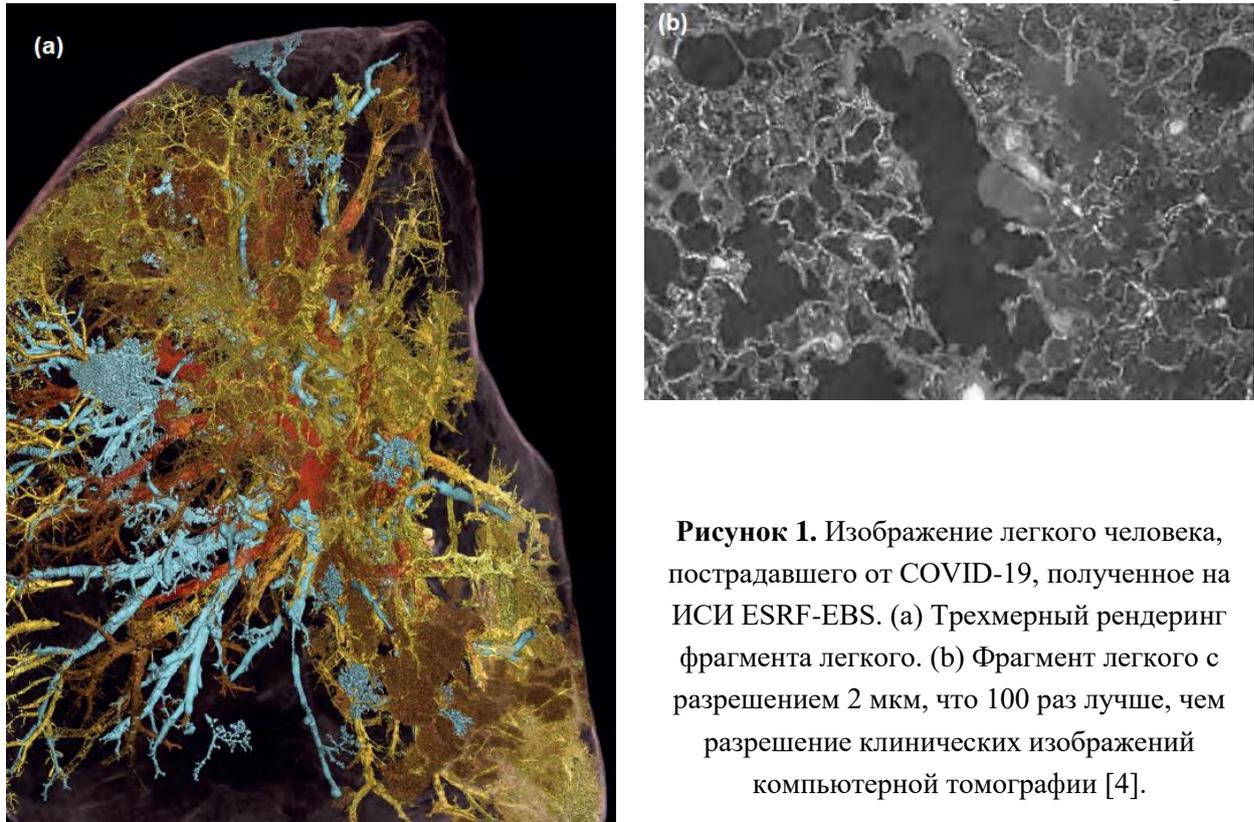


Рисунок 1. Изображение легкого человека, пострадавшего от COVID-19, полученное на ИСИ ESRF-EBS. (a) Трехмерный рендеринг фрагмента легкого. (b) Фрагмент легкого с разрешением 2 мкм, что 100 раз лучше, чем разрешение клинических изображений компьютерной томографии [4].

На сегодняшний день известны разнообразные примеры исследований с помощью томографии на источниках СИ. При помощи синхротронной микротомографии на ESRF-EBS было получено трехмерное изображение образца ткани легкого мужчины, пострадавшего от COVID-19. (**Рисунок 1 (a)**). Изображение получено с разрешением 2 мкм, что в 100 раз лучше, чем разрешение клинических изображений компьютерной томографии (**Рисунок 1 (b)**). Детали изображения таковы, что могут быть обнаружены мельчайшие кровеносные сосуды и даже отдельные эритроциты.

Удачными примерами использования этого метода может также служить изучение роли сердца в перемешивании воздуха в легких (**Рисунок 2**) [5]. Метод также был успешно использован при изучении первых вдохов после рождения кроликов [6], раздувании отдельных альвеол [7] и понимании нормального мукоцилиарного клиренса частиц [8]. В работе Gradl R. et al. сообщается об использовании динамической рентгеновской фазово-контрастной визуализации для наблюдения за доставкой лекарств в легкие путем закапывания жидкости и путем вдыхания микрокапель [9].

Рентгеновская микроскопия и микротомография. Методы мягкой рентгеновской микроскопии используют излучение с энергией приблизительно от 100 до 1000 эВ, что хорошо согласуется с краями поглощения К-оболочки атомов с низким Z, таких как углерод и кислород, или краями L-оболочки атомов, например, кальций. Длина волны этих рентгеновских лучей находится в диапазоне от 1 до 10 нм (в отличие от 350-700 нм для видимого света). На дифракционном пределе более короткие длины волн дают гораздо более высокое пространственное разрешение, чем более длинные волны. Рентгеновская

микроскопия использует описанные выше собственные абсорбционные свойства образца и, таким образом, не требует окрашивающих или флуоресцентных зондов, которые обычно используются в световой микроскопии. Хороший контраст в естественной водной среде можно получить, используя длины волн между краями поглощения кислорода и углерода внутренней оболочкой, 2.3 и 4.4 нм (окно прозрачности воды). В этой области поглощение углерода примерно в 10 раз больше, чем кислорода и, следовательно, воды. Таким образом, рентгеновские лучи с такими длинами волн позволяют исследовать толстые (до 10 мкм) и гидратированные клетки. Даже более толстые образцы примерно 100 мкм можно исследовать на длинах волн около 0,3 нм. Объекты при исследовании могут быть зафиксированы замораживанием.

Метод мягкой рентгеновской микроскопии предполагается реализовать в рамках проекта ЦКП «СКИФ» на экспериментальной станции второй очереди "Наноскоп". Особые условия станции «Вектор» позволят использовать этот метод для изучения механизмов взаимодействия различных вирусов, в том числе патогенных для человека или животных, с клетками-мишенями. Этим инструментом можно отслеживать проникновение вируса в клетку, изменение внутриклеточных процессов, выход вирусных частиц из клетки. Дополнительно с помощью этого метода можно будет наблюдать взаимодействие компонентов иммунной системы с вирусом и инфицированными клетками, и исследовать тонкие механизмы ускользания вируса от систем защиты организма.

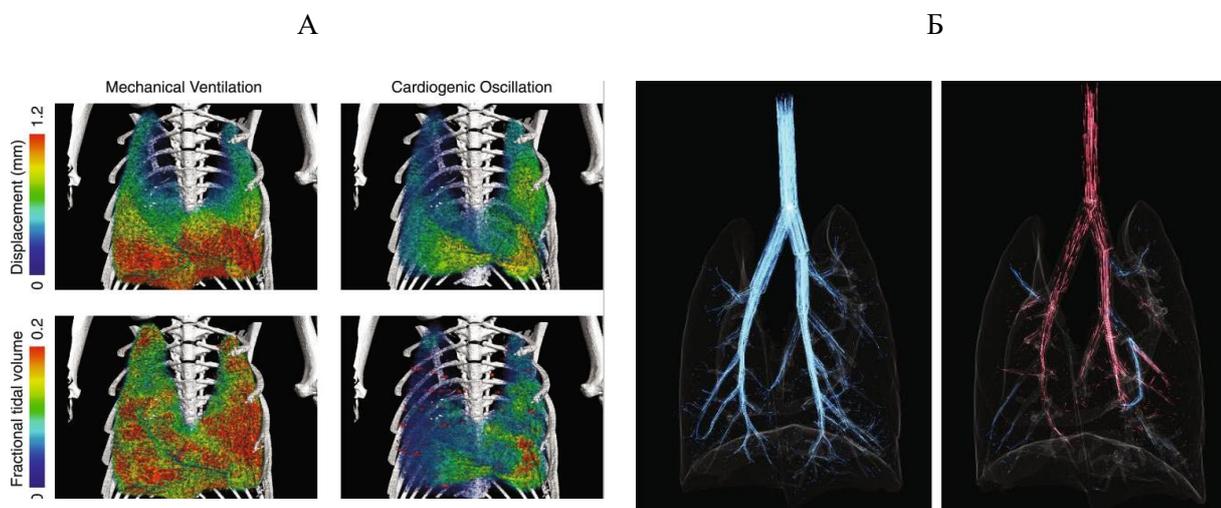


Рисунок 2. Изучение роли сердца в перемешивании воздуха в легких. А) Смещение ткани (вверху) и дыхательный объем (внизу) при механической вентиляции (слева) и кардиогенных колебаниях (справа). Смещение и дыхательный объем, генерируемые кардиогенными колебаниями сердца, локализуются вблизи сердца. Б) Вентиляционные и кардиогенные потоки. Красные пути указывают на поток, движущийся в направлении восходящих поколений (от трахеи к периферии), а синие через нисходящие поколения [5].

С использованием синхротрона Diamond Light Source в Великобритании были получены изображения внутриклеточного жизненного цикла реовируса [10]. С помощью синхротрона BESSY II в Берлине, были получены изображения ультраструктур клетки, зараженной вирусом осповакцины (VACV), вместе со структурами, появившимися в результате деятельности вируса: вирусными фабриками и двумя типами вирусных частиц, относящихся к разным ступеням созревания VACV (незрелые и зрелые частицы) [11]. Также методом мягкой рентгеновской микроскопии были получены изображения внутриклеточного жизненного цикла для вируса простого герпеса 1 (HSV-1). Было выявлено индуцирование образования путей проникновения вирусных частиц в ядерную оболочку вирусом HSV-1 (Рисунок 3) [12], [13].

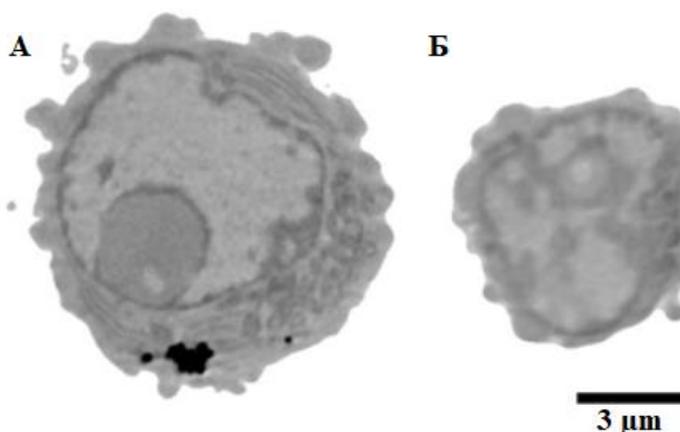


Рисунок 3. Изменение ядерного объема инфицированных клеток, в результате уплотнения и реорганизации хроматина хозяина, вызванных вирусом HSV-1. Ядерный объем инфицированных клеток (А) был увеличен по сравнению с ядерным объемом неинфицированных клеток (В).

Таким образом, на вирусологической станции «Вектор» комплекса СКИФ станет возможным решение следующих задач:

1. Изучение тонких механизмов реализации всех стадий репродукции вируса в клетках различных органов и тканей макроорганизма.
2. Подбор животных моделей и изучение патологических изменений, происходящих в органах и тканях при вирусной инфекции или при вакцинации живыми вирусными вакцинами.
3. Отбор наиболее эффективных противовирусных препаратов и изучение их действия на органы и ткани зараженного вирусом организма, в том числе и на этапе доклинических испытаний средств терапии.

Комплексное исследование патогенных вирусов на станции «Вектор» позволит получить новые фундаментальные знания в области вирусологии, молекулярной биологии, биологии клетки и других областях науки. Важно, что такие исследования позволят значительно ускорить сроки разработки новых, а также повысить эффективность уже существующих лечебных препаратов и вакцин.

Заключение

Рентгеновская микротомография на СИ — это метод трехмерной визуализации, который за последнее десятилетие зарекомендовал себя как мощный инструмент неразрушающей визуализации тканей и органов живых животных. Исследования физиологических процессов в органах и тканях животных очень сложны, но уровень сложности значительно увеличивается при выполнении исследований на животных, зараженных вирусами.

В мире уже проводятся исследования вирусов с помощью синхротронного излучения, однако до сих пор нет ни одной специализированной вирусологической станции. В мире также нет станций уровня BSL-3 по международной классификации, обеспечивающих возможность работы с опасными вирусными патогенами.

В данный момент продолжаются работы по выбору генерирующих устройств для станции «Вектор». Необходимость обеспечения безопасной работы с патогенами накладывает дополнительные условия на проектирование станции. Не исключено, что параметры рентгеновских пучков в результате окажутся хуже, чем на других станциях томографии животных или рентгеновской микроскопии, но, тем не менее, возможность работы с объектами, недоступными для исследования на других станциях, позволит получать уникальные результаты мирового уровня.

В ГНЦ ВБ «Вектор» будет создан постоянно работающий коллектив ученых с компетенциями как в вирусологии, так и в синхротронных методах, включая пробоподготовку и обработку данных. Исследования на станции «Вектор» будут дополняться исследованиями, проводимыми на других станциях ЦКП СКИФ и в лабораториях ГНЦ ВБ «Вектор», таким образом, будет формироваться комплексная картина процессов патогенеза вирусных инфекций. Например, для работ по поиску новых противовирусных соединений параллельно могут проводиться испытания на культурах клеток с живыми вирусами, макромолекулярная кристаллография комплексов белков-мишеней и противовирусных соединений, изучение побочных эффектов на лабораторных животных и другие работы.

ГНЦ ВБ «Вектор» – крупнейший научный вирусологический и биотехнологический центр России, главной миссией которого является научное и практическое обеспечение противодействия глобальным биологическим угрозам. Создание вирусологической станции «Вектор» на СКИФ станет началом использования источников синхротронного излучения для обеспечения национальной биологической безопасности в области противодействия опасным вирусным инфекциям, позволит более оперативно реагировать на возникающие биологические угрозы,

Авторы благодарят всех сотрудников Центра коллективного пользования "Сибирский кольцевой источник фотонов" за формирование концепции работы станции «Вектор».

Список цитируемой литературы

- [1] Колясникова Н.М., Авксентьев Н.А., Авксентьева М.В., Деркач Е. В., Платонов А. Е. Социально-экономическое бремя клещевого энцефалита в Российской Федерации // *Медицинские технологии. Оценка и выбор.* – 2013. – №. 3 (13).
- [2] <https://ria.ru/20190531/1555161778.html>.
- [3] Михеева М. А., Михеева И. В. Динамика рейтинга экономического ущерба от инфекционных болезней как критерий эффективности эпидемиологического контроля // *Журнал микробиологии, эпидемиологии и иммунобиологии.* – 2020. – №. 2. Doi: 10.36233/0372-9311-2020-97-2-174-181.
- [4] Newsletter about first EBS image. ESRF News Journal. – March 2021. – https://www.esrf.fr/Apache_files/Newsletter/2021/March/1-ESRF-News-March-2021.html#/page/14.
- [5] Dubsy S., Thurgood J., Fouras A., Thompson B.R., Sheard G.J. Cardiogenic airflow in the lung revealed using synchrotron-based dynamic lung imaging // *Scientific reports.* – 2018. – Т. 8. – №. 1. – С. 1-9. DOI: 10.1038/s41598-018-23193-w.
- [6] Te Pas A. B., Siew M., Wallace M.J., Kitchen M.J., Fouras A., Lewis R.A., Yagi N., Uesugi K., Donath S., Davis P.G., Morley C.J., Hooper S.B. Establishing functional residual capacity at birth: the effect of sustained inflation and positive end-expiratory pressure in a preterm rabbit model // *Pediatric research.* – 2009. – Т. 65. – №. 5. – С. 537-541. DOI: 10.1203/PDR.0b013e31819da21b.
- [7] Lovric G., Mokso R., Arcadu F., Oikonomidis I.V., Schittny J.S., Roth-Kleiner M., Stamanoni M. Tomographic in vivo microscopy for the study of lung physiology at the alveolar level // *Scientific reports.* – 2017. – Т. 7. – №. 1. – С. 1-10. DOI: 10.1038/s41598-017-12886-3.
- [8] Donnelley M., Siu K. K. W., Jamison R.A., Parsons D.W. Synchrotron phase-contrast X-ray imaging reveals fluid dosing dynamics for gene transfer into mouse airways // *Gene therapy.* – 2012. – Т. 19. – №. 1. – С. 8-14. DOI: 10.1038/gt.2011.80.
- [9] Gradl R., Dierolf M., Yang L., Hehn L., Günther B., Möller W., Kutschke D., Stoeger T., Gleich B., Achterhold K., Donnelley M., Pfeiffer M., Schmid O., Morgan K.S. Visualizing treatment delivery and deposition in mouse lungs using in vivo x-ray imaging // *Journal of Controlled Release.* – 2019. – Т. 307. – С. 282-291. DOI: 10.1016/j.jconrel.2019.06.035.
- [10] Kounatidis I., Stanifer M.L., Phillips M.A., Paul-Gilloteaux P., Heiligenstein X., Wang H., Okolo C.A., Fish T.M., Spink M.S., Stuart D.I., Davis I, Boulant S., Grimes J.M., Dobbie I.M., Harkiolaki M. 3D Correlative Cryo-Structured Illumination Fluorescence and Soft X-ray Microscopy Elucidates Reovirus Intracellular Release Pathway. // *Cell.* – 2020. – Т. 182. – №. 2. – С. 515-530. DOI: 10.1016/j.cell.2020.05.051.
- [11] Chichón F.J., Rodríguez M.J., Pereiro E., Chiappi M., Perdiguero B., Guttmann P., Werner S., Rehbein S., Schneider G., Esteban M., Carrascosa J.L. Cryo X-ray nano-tomography of vaccinia virus infected cells. // *Journal of Structural Biology.* – 2012. – Т. 177. – №. 2. – С. 202-211. DOI: 10.1016/j.jsb.2011.12.001.

[12] Myllys M., Ruokolainen V., Aho V., Smith E.A., Hakanen S., Peri P., Salvetti A., Timonen J., Hukkanen V., Larabell C.A., Vihinen-Ranta M. Herpes simplex virus 1 induces egress channels through marginalized host chromatin. // Scientific reports. – 2016. –Т. 6. – С. 1-9. DOI: 10.1038/srep28844.

[13] Aho V., Myllys M., Ruokolainen V., Hakanen S., Mäntylä E., Virtanen J., Hukkanen V., Kühn T., Timonen J., Mattila K., Larabell C.A., Vihinen-Ranta M. Chromatin organization regulates viral egress dynamics // Scientific reports. – 2017. – Т. 7. – №. 1. – С. 1-10. DOI: 10.1038/s41598-017-03630-y.

Концепция учебной станции Новосибирского государственного университета

С.В. Цыбуля^{1,2}, О.А. Булавченко^{1,2}, З.С. Винокуров^{1,3}, А.Н. Шмаков^{1,2,3}, Д.А. Яценко^{1,2},
В.П. Пахарукова^{1,2}, К.И. Шефер^{1,2,3}, Ю.В. Ларичев^{1,2}, Я.В. Зубавичус^{1,2,3}

¹НГУ, ул. Пирогова, 2, Новосибирск, 630090

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

³ЦКП "СКИФ", Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Никольский пр., 1, Кольцово, 630559

Автор для переписки: k.i.shefer@srf-skif.ru

Аннотация. Учебно-исследовательская станция Новосибирского государственного университета ЦКП «СКИФ» должна стать важной составляющей создаваемого исследовательского комплекса в ряду станций второй очереди. Станция будет востребована, прежде всего, для подготовки квалифицированных кадров для синхротронных исследований, также может быть полезна для решения некоторых исследовательских задач. Рассмотрен мировой опыт по подготовке кадров для синхротронных исследований. Приведены технические параметры станции, описаны реализуемые экспериментальные методы, обозначены возможные научные задачи и практикумы, которые могут быть реализованы на данной станции.

Ключевые слова: учебная станция, практикумы, синхротронное излучение, дифракционные методы, рентгеновская спектроскопия, томография, радиография, XAS исследования, *in situ* исследования, малоугловое рассеяние.

Оглавление

Введение.....	98
1. Образовательные программы международных синхротронных центров	98
2. Общая концепция и назначение учебной станции НГУ	100
3. Реализуемые экспериментальные методы и возможные научные задачи	101
4. Технические параметры станции	102
5. Практикумы	103
Заключение	105
Список цитируемой литературы.....	105

Введение

Создание источника синхротронного излучения поколения 4+ в Новосибирской области (СКИФ) предполагает, что в ближайшие годы после его запуска должно сформироваться научное сообщество российских и зарубежных исследователей, активно использующих новые, во многом уникальные, экспериментальные возможности для решения актуальных задач в различных сферах науки и технологий. Сам Центр СКИФ призван стать экспериментальной базой для подготовки и переподготовки кадров в содружестве с заинтересованными учебными учреждениями. В планах перспективного развития СКИФ значится создание учебно-исследовательских станций второй очереди, проектируемых для целей организации учебного процесса совместно с ведущими российскими университетами.

Новосибирский государственный университет является одним из ключевых вузов, готовящих кадры для СКИФ. Благодаря своим уникальным научным связям с институтами РАН именно НГУ может взять на себя функции подготовки специалистов по синхротронным методам исследований для различных направлений подготовки (физиков, биологов, химиков, геологов, археологов, медиков), которые, с одной стороны, будут в состоянии сформулировать задачу, выбрать методику эксперимента и грамотно интерпретировать результаты исследования их объектов, с другой стороны, смогут стать научно-инженерным персоналом СКИФ.

В среднесрочной и долговременной перспективе планируемая учебная станция должна стать базовым элементом в практической подготовке научных и научно-технических кадров для синхротронных исследований, потребность в которых будет только нарастать.

1. Образовательные программы международных синхротронных центров

Идея активного использования инфраструктуры международных синхротронных центров в реализации целевых образовательных программ время от времени обсуждается в профессиональном сообществе [1-6]. Каждый из источников СИ имеет свой опыт в решении этого вопроса. Приведем в качестве примера специальный выпуск журнала *Synchrotron Radiation News* 2013 года с названием «Фокус на синхротронных образовательных инициативах» под редакцией преподавателя Чикагского университета Антонио Ланциротти [1]. В двух статьях, включенных в цитируемый сборник, описаны целевые программы вовлечения школьников-старшеклассников, студентов и их преподавателей в процесс проведения научных исследований на современной инструментальной базе синхротронных центров. Первая статья с романтическим названием «Запрос на вдохновение» [2] описывает программу «Студенты на экспериментальных станциях» (*Students on the Beamlines*), реализуемую на канадском синхротронном источнике CLS с 2006 года. Программа финансируется Национальным советом Канады в области естественно-научных и инженерных исследований NSERC. В рамках программы небольшие группы старшеклассников из различных школ (между которыми ведется соревнование, а по итогам года объявляется победитель) приглашаются для проведения синхротронного эксперимента по заранее продуманной и сформулированной программе для приготовленного образца. Пребывание

группы на синхротронном источнике занимает, как правило, три дня. В первый день идет адаптация членов группы на новом месте, ознакомление с оборудованием выбранной синхротронной станции, порядком проведения эксперимента. Сам эксперимент проводится во второй день, а третий день посвящен анализу и интерпретации полученных результатов. Программа стажировки завершается подготовкой отчетной презентации. Реализация данной программы играет важную роль в подготовке молодых специалистов, для которых использование синхротронного излучения станет главным занятием в жизни.

Другая аналогичная программа [3], разработанная на базе американского источника синхротронного излучения NSLS, носит название «Внедрение синхротронов в школьные классы» (Introducing Synchrotrons into the Classroom, InSynC). В рамках данной программы организуется отдельный конкурс заявок на синхротронные исследования для преподавателей и их студентов. К экспертизе поступивших заявок привлекаются ведущие в мире специалисты по использованию синхротронного излучения с опытом преподавания в высшей школе. Помимо стандартных критериев научной значимости и продуманности эксперимента, заявки оцениваются и с точки зрения педагогического эффекта. Победителям конкурса предоставляется время для реализации предложенных идей, с проигравшими проводится подробный разбор слабых мест поданных заявок и причин снижения экспертных оценок.

Сотрудники источника СИ в Австралии (Australian Synchrotron, AS), понимая важность привлечения молодых кадров, также проводят не только обучение для студентов университетов (физиков, химиков, биологов, математиков, но и ознакомительные туры для школьников [4]. В основном это старшеклассники, но есть опыт проведения экскурсий и для учащихся начальной школы. Познакомившись с возможностями синхротронного обучения, молодые люди с большей вероятностью выберут для себя деятельность, связанную с физическими науками.

Во Франции (Ecole Centrale Paris) разработан недельный междисциплинарный курс «Integrated Design of Synchrotron Beamline» для обучения инженеров [5]. Для обучения не требуется каких-либо знаний об ускорителях или физике СИ. Важно, чтобы студенты поняли, что даже с теми знаниями, которые у них есть, они могут внести свой вклад при разработке источника СИ. На этом курсе студенты делятся на группы, каждая из которых проектирует в виртуальном виде один из ключевых компонентов экспериментальной станции СИ. Обучающие могут удаленно консультироваться с экспертами из Франции, США, Японии. При прохождении курса студенты учатся работать в команде, лучше понимают свой научный потенциал, на конкретных примерах видят связь между отдельными дисциплинами.

На источнике Diamond Light Source существуют ежегодные курсы по кристаллографии макромолекул. Также проводились обзорные курсы для молодых физиков, которые планировалось проводить раз в два года. На курсы подаются заявки, которые оцениваются по их качеству и вероятности использования возможностей источника в будущей работе соискателя. Курсы для физиков начинаются с лекций, которые проходят в течение двух дней. В течение следующих двух дней сотрудники Diamond, специалисты разных направленностей знакомят обучающихся с техникой эксперимента на десяти различных станциях. В последний

день курса обучающиеся слушают выступления ученых, которые на примере своих работ показывают, как можно использовать синхротронное излучение [6].

В Новосибирске, благодаря существованию ЦКП «СЦСТИ» (Центр коллективного пользования «Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения», ИЯФ СО РАН) и проектированию ЦКП «СКИФ», периодически проводятся школы для молодых ученых, которые включают лекции специалистов, работающих с синхротронным излучением, экскурсии и знакомство с экспериментальными станциями ЦКП «СЦСТИ». Имеется большой опыт выполнения квалификационных работ с использованием синхротронного излучения. В составе ЦКП «СЦСТИ» на канале №1 вывода синхротронного излучения СИ из накопителя ВЭПП-4М создана технологическая станция [7], предназначенная для практического изучения студентами ВУЗов основ синхротронных методов исследования источнике синхротронного излучения

1. Общая концепция и назначение учебной станции НГУ

Проектируемая учебная станция должна отвечать специфическим требованиям, отличающим её от станций первой очереди, обеспечивающих возможности проведения уникальных экспериментов, но при этом ориентированных, как правило, на реализацию одного базового физического метода исследования или на решение относительно узкого круга задач. Данная станция также должна отличаться универсальностью в части реализации различных спектральных, дифракционных и иных экспериментов, гибкостью и максимальной простотой при переходе от одного экспериментального режима к другому. Эти важные требования обусловлены самим назначением учебной станции. Глубокая интеграция в учебный процесс, проведение учебных занятий с группами обучающихся разных уровней и разных профилей подготовки предполагает многообразие учебных и научно-исследовательских задач. Должны быть обеспечены возможности демонстрации наглядных запоминающихся экспериментов, выполнение студентами лабораторных, курсовых работ, дипломных по разным тематикам. На станции могут выполняться также подготовительные и предварительные эксперименты перед написанием заявок на специализированные станции ЦКП «СКИФ» или в международные центры СИ.

Модульная концепция построения многоцелевой станции должна обеспечить возможность собирать различные экспериментальные схемы, устанавливать при необходимости новые элементы и узлы. Простота в управлении и надежность также относятся к числу необходимых требований, предъявляемых к учебной станции.

Получаемые экспериментальные данные должны оперативно обрабатываться, и это предполагает наличие в комплексе со станцией соответствующего учебного класса, оснащенного необходимым пользовательским программным обеспечением.

2. Реализуемые экспериментальные методы и возможные научные задачи

Требование универсальности станции, сформулированные выше, тем не менее, должно сочетаться с принципом взаимодополняемости реализуемых методик при решении определенного круга задач. При всем желании ни одна из станций не может обеспечить всего многообразия экспериментов, которые сегодня возможны с использованием синхротронного излучения. Предполагается, что на учебной станции НГУ будут реализованы методики, которые позволяют решать общие задачи, поставленные химиками, биологами, геологами или материаловедами. К числу таких методов, востребованных при изучении объектов различного происхождения относятся:

- порошковая рентгеновская дифрактометрия;
- рентгеноструктурный анализ монокристаллов;
- рентгенофлуоресцентный анализ;
- рентгеновская спектроскопия поглощения;
- малоугловое рентгеновское рассеяние.

В числе других методов, которые в принципе можно реализовать на станции, рассматриваются также рентгеновская радиография и томография.

В ряде случаев для решения задач изучения атомной и электронной структуры объектов недостаточно применения одного метода, поэтому встает необходимость в проведении всесторонней характеристики образца комплексом различных рентгеновских подходов как в стандартных условиях (*ex situ*), так и в условиях внешнего воздействия (*in situ*) температуры, давления и др. Если при исследовании в режиме *ex situ* сложность выполнения экспериментов с привлечением нескольких физических методов обусловлена, в основном, организационными вопросами, например, работой группы ученых на двух станциях источника СИ, либо оснащением дополнительным оборудованием и его настройкой в рамках одной рабочей станции, то для *in situ* исследований трудности связаны с необходимостью фиксировать состояние системы в определённый момент, когда необходимо следить за динамикой процесса в реальном времени. С этой точки зрения, применение нескольких методов в ходе одного экспериментального цикла может дать уникальную и достоверную информацию как об особенностях протекающего процесса, так и о исследуемой системе в целом.

Как пример, можно рассмотреть эксперименты по комбинированному *in situ* QXAFS и FTIR анализу Ni-фосфидного катализатора в условиях гидрообессеривания [8]. Другим примером решаемых задач является исследование катализаторов синтеза Фишера Тропша в условиях активации и функционирования методом XAS и рентгеновской дифракции [9]. Совмещение рентгеновской дифракции и XANES позволило показать формирование промежуточного низкокristаллического оксида при превращении из ZnO_2 в ZnO [10].

Должна быть возможность создания и установки собственных модулей, разрабатываемых студентами, например, для изучения процессов механохимического синтеза [11-13].

Заявленные возможности проектируемой станции позволят проводить научные исследования высокого уровня в рамках выполнения квалификационных работ обучающихся – физиков, химиков, биологов, геологов, инженеров. Практические задачи по автоматизации оборудования и алгоритмам обработки больших данных могут быть предложены также обучающимся по механико-математическим и информационным направлениям подготовки.

3. Технические параметры станции

Источником излучения для станции был выбран сильнополюсный поворотный магнит с параметрами, представленными в **Таблица 1**.

Таблица 1. Параметры источника СИ станции.

β_x / β_y , м	0.252 / 7.77
η_x , м	0.003
Магнитное поле, Тл	1.95 – 2.05
Критическая энергия фотонов, кэВ	11.97
Плотность мощности в плоскости орбиты, Вт/мрад	91.2
Размер источника, гориз. / вертик., мкм	14.14 / 24.14

β_x , β_y – горизонтальная и вертикальная бетатронные функции, η_x – горизонтальная дисперсия.

Источник обладает максимальным фотонным потоком в диапазоне энергий 2500-25000 эВ или длин волн 0.5-5Å (см. **Рисунок 1**), что вполне позволяет реализовать заявленные методики.

В качестве основных оптических элементов предлагается использовать первое коллимирующее зеркало с Rh покрытием, двухкристальный Si(111) монохроматор с саггитально фокусирующим вторым кристаллом и фокусирующее второе зеркало с Rh покрытием. Также возможно использование бериллиевых составных преломляющих линз для микрофокусных и томографических экспериментов. Предполагаемый поток фотонов на образце составляет 10^{11} - 10^{12} фотонов/с. Размер пятна излучения на образце будет составлять от 0.1 до нескольких мм.

На экспериментальной станции планируется использование ионизационных камер для XAS исследований, полупроводникового детектора для флуоресцентного анализа и двухкоординатного детектора гибридного счета фотонов для рентгеноструктурного анализа и порошковых экспериментов с временным разрешением. Станцию также предполагается оснастить набором *in situ* ячеек для работы в условиях внешних воздействий (УФ, ИК, лазерное и электромагнитные излучения, температура, давление и др.).

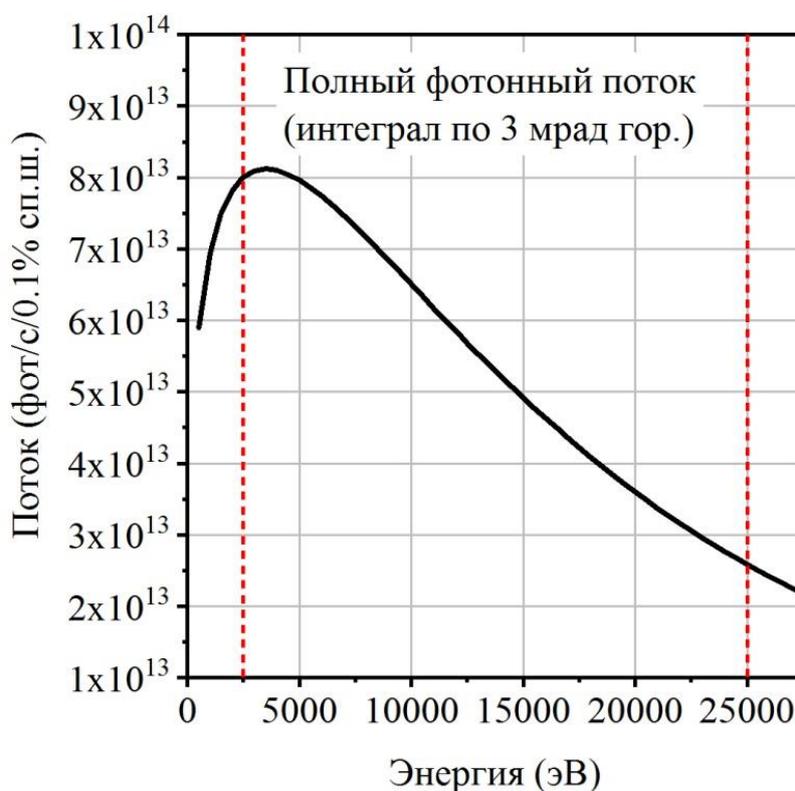


Рисунок 1. Интегральный поток фотонов в 3 мрад по горизонтали. Ток накопителя 400 мА.

4. Практикумы

Станция должна быть активно задействована в учебном процессе, для чего предполагается сформировать различные практикумы, рассчитанные на обучающихся разных уровней и профилей подготовки. Содержание практикумов должно быть тесно увязано с необходимой базовой подготовкой студентов, знанием ими теоретических основ методов. Весьма желательно также наличие первичных навыков использования дифракционных и спектральных методов с применением лабораторных приборов.

Основу практикумов составят лабораторные работы, демонстрирующие принципиальные возможности методик, реализованных на станции:

- порошковая рентгеновская дифракция (фазовый анализ в применении к исследованию многокомпонентных систем, фазовых переходов I и II рода, явлений плавления и кристаллизации и др.; уточнение кристаллических структур; исследование реальной структуры поликристаллических объектов; изучение ближнего порядка в кристаллических, нанокристаллических, аморфных объектах);
- монокристалльный дифракционный эксперимент;

- флуоресцентный анализ, метрологическое обеспечение эксперимента, определение минимальных пределов обнаружения для разных режимов эксперимента
- рентгеновская спектроскопия XANES и EXAFS;
- томографический эксперимент и реконструкция 3D-изображений, механизмы формирования и способы повышения контраста;
- малоугловое рентгеновское рассеяние;
- комбинированное применение нескольких методов, в том числе, в режимах *in situ* и *operando*.

Могут быть воспроизведены ключевые эксперименты из истории науки (реконструкция «нобелевских экспериментов»: Рентген, Лауэ, Брэгги, Дебай, Комптон, Мёссбауэр, Уотсон и Крик, Ходжкин и др.).

Отдельную категорию лабораторных работ будут составлять спецпрактикумы, ориентированные на подготовку специалистов по конкретным профилям. Так, например, для бакалавров-физиков будут реализованы работы, демонстрирующие различные эффекты взаимодействия рентгеновского излучения с веществом:

- ослабление рентгеновского излучения в веществе в широком интервале энергий фотонов (закон Мозли);
- измерение квантового выхода рентгеновской флуоресценции;
- вторичные процессы, сопровождающие фотопоглощение (скачок электропроводности полупроводников, оптическая люминесценция и пр.);
- радиационные повреждения.

Для инженерно-физических специальностей важна демонстрация принципов работы рентгенооптических приборов и детекторов:

- принципы работы CRL-линз, измерение фокусных расстояний и оптимальных размеров фокусного пятна для линз с разным набором параметров (варьирование кривизны, количества элементарных линз, материала линз);
- фокусирующие свойства изогнутых кристаллов;
- различные режимы работы газового детектора (ионизационная камера – пропорциональный счетчик – счетчик Гейгера);
- сравнительный анализ количественных характеристик разных рентгеновских сцинтилляторов (квантовая эффективность в разных диапазонах, длительность высвечивания, мертвое время).

Лабораторные работы химиков, биологов, геологов будут ориентированы на демонстрацию возможностей синхротронных методов на примерах, интересных для этих направлений подготовки.

Наряду с получением навыков проведения экспериментов обучающиеся должны получить практические навыки применения программного обеспечения, необходимого для обработки полученных данных. Предполагается, что обучающиеся будут иметь возможность работать в учебном классе (возможно, в режиме виртуального компьютерного класса),

оснащенном соответствующим программным обеспечением. Будут подготовлены методические пособия, направленные на освоение как готовых программных продуктов (Fituk, Origin, ReX, Vesta и др.), так и разрабатываемых специально для станций СКИФ; проведено обучение и обеспечена возможность работы с различными базами данных (кристаллографическими – Кембриджский банк, ICSD, дифракционными PDF, и т.д.) Для работы с порошковыми дифракционными данными будет разработан комплекс программ для анализа ультрадисперсных и наноструктурированных материалов.

Заключение

Планируется, что учебная станция ЦКП «СКИФ» будет введена в эксплуатацию в конце 2026 года вместе с другими станциями второй очереди. Эта станция отличается универсальностью, гибкостью при определении хода исследования, разнообразием и наглядностью методов. Устройство станции и реализуемые на ней методики помогут в решении задач из разных областей науки и позволят приобрести практические навыки проведения экспериментов, применения программного обеспечения для обучающихся разных специальностей, выполнить курсовые и квалификационные работы на высоком уровне. Наличие специальной учебной станции в составе ЦКП «СКИФ» дает возможность подготовить высококвалифицированных специалистов, использующих в своей работе синхротронное излучение, а также специалистов, обеспечивающих функционирование всех станций исследовательского комплекса.

Список цитируемой литературы

- [1] A. Lanzirotti, Focus on Synchrotron Education Initiatives, Synchrotron Radiation News, V. 26. I. 1. (2013) P. 2-4. <https://doi.org/10.1080/08940886.2013.753768>.
- [2] T.L. Walker, R.I.R. Blyth, Inquiry for Inspiration: The Students on the Beamlines Program at the Canadian Light Source. Synchrotron Radiation News. 2013. V. 26. I. 1. P 21-24. <https://doi.org/10.1080/08940886.2013.753778>.
- [3] A. Lanzirotti, S. Bronson, L. Miller, K. Nasta, Using the NSLS for Introducing Synchrotrons into the Classroom (InSynC), Synchrotron Radiation News, V. 26. I. 1. (2013) P. 30-34. <https://doi.org/10.1080/08940886.2013.753786>.
- [4] N. Mills, Synchrotron Education Down Under, Synchrotron Radiation News, V.26. I.1. (2013) P. 16-20. <https://doi.org/10.1080/08940886.2013.753776>.
- [5] P. Bernaud, A. Ceppi, B. Fournier, P. Morenton, J.-M. Gillet, The Synchrotron Radiation beamline as a pedagogical tool in engineering schools and universities, The Japanese Society for Synchrotron Radiation Research, V. 22. № 3 (2009) P. 1420150. <http://www.jssrr.jp/journal/pdf/22/p142.pdf>.
- [6] F. Mosselmans, Synchrotron Radiation School at Diamond Light Source, Synchrotron Radiation News, V. 24. I. 1. (2011) P.16-18. <https://doi.org/10.1080/08940886.2011.550552>.

[7] Гольденберг Б.Г., Ракшун Я.В., Бугаев С.В., Мешков О.И., Цыбуля С.В. Проект технологической станции синхротронного излучения на ВЭПП-4М. Известия Российской академии наук. Серия физическая. 2019. Т.83. №2. С.176-180. DOI: 10.1134/s0367676519020157.

[8] K.K. Bando, T. Wada, T. Miyamoto, K. Miyazaki, S. Takakusagi, Y. Koike, Y. Inada, M. Nomura, A. Yamaguchi, T. Gott, S.T. Oyama, K. Asakura, Combined in situ QXAFS and FTIR analysis of a Ni phosphide catalyst under hydrodesulfurization conditions, Journal of Catalysis, V. 286 (2012) P. 165-171. <https://doi.org/10.1016/j.jcat.2011.10.025>.

[9] I.K. van Ravenhorst, A.S. Hoffman, C. Vogt, A. Boubnov, N. Patra, R. Oord, C. Akatay, F. Meirer, S.R. Bare, B.M. Weckhuysen, On the Cobalt Carbide Formation in a Co/TiO₂ Fischer–Tropsch Synthesis Catalyst as Studied by High-Pressure, Long-Term Operando X-ray Absorption and Diffraction, ACS Catalysis, V. 11 № 5 (2021) P. 2956-2967. <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acscatal.0c04695>.

[10] T. Daley, K.B. Opuni, E. Raj, A.J. Dent, G. Cibin, T.I. Hyde, G. Sankar, Monitoring the process of formation of ZnO from ZnO₂ using in situ combined XRD/XAS technique, Journal of Physics: Condensed Matter, V. 33 № 26 (2021) 264002 (9pp). <https://doi.org/10.1088/1361-648X/abfb91>.

[11] I. Halasz, S.A.J. Kimber, P.J. Beldon, A.M. Belenguer, F. Adams, V. Honkimäki, R.C. Nightingale, R.E. Dinnebier, T. Friščić In situ and real-time monitoring of mechanochemical milling reactions using synchrotron X-ray diffraction, Nature Protocols, V. 8 (2013) P. 1718–1729. <https://doi.org/10.1038/nprot.2013.100>.

[12] T. Rathmann, H. Petersen, S. Reichle, W. Schmidt, A.P. Amrute, M. Etter, C. Weidenthaler, In situ synchrotron x-ray diffraction studies monitoring mechanochemical reactions of hard materials: Challenges and limitations, Review of Scientific Instruments, 92 (2021), P. 114102-1-10. <https://doi.org/10.1063/5.0068627>.

[13] H. Petersen, S. Reichle, S. Leiting, P. Losch, W. Kersten, T. Rathmann, J. Tseng, M. Etter, W. Schmidt, C. Weidenthaler, In situ synchrotron X-ray diffraction studies of the mechanochemical synthesis of ZnS from its elements, Chemistry. A European Journal, V. 27, I. 49 (2021) P. 12558-12565. <https://doi.org/10.1002/chem.202101260>.

Концептуальный проект экспериментальной станции «Материя»

И.А. Батаев¹, М.В. Горбачев¹, И.П. Долбня², А.М. Корсунский³, Д.А. Красноруцкий¹,
И.В. Малышев⁴, Н.А. Мезенцев⁵, А.В. Мурзина⁶, В.С. Наумкин^{1,7}, Я.В. Ракшун^{5,8},
А.Н. Скляр⁶, А.Е. Требушин⁹, Ю.В. Хомяков⁵, В.А. Чернов⁵, Н.И. Чхало⁴

¹ НГТУ, пр. К. Маркса 20, Новосибирск, 630073

² Diamond Light Source, Didcot, Oxfordshire, OX11 0DE, UK

³ University of Oxford, Wellington Square, Oxford, OX1 2JD, UK

⁴ ИФМ РАН, Институт физики микроструктур РАН, ГСП-105, Нижний Новгород, 603950

⁵ ИЯФ СО РАН, Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, Лаврентьева пр., 11,
630090, Новосибирск

⁶ НГУ, ул. Пирогова, 2, Новосибирск, 630090

⁷ ИТ СО РАН, Институт теплофизики им. С.С. Кутателадзе, Лаврентьева пр., 1,
г. Новосибирск, 630090,

⁸ СибГУТИ, Сибирский государственный университет телекоммуникаций и информатики, ул.
Кирова, д. 86, г. Новосибирск, 630102

⁹ European XFEL, Holzkoppel 4, 22869, Schenefeld, Germany

Автор для переписки: i.bataev@corp.nstu.ru

Аннотация. В работе описан концептуальный проект экспериментальной станции “Материя” на ондуляторном источнике излучения, предназначенной для решения широкого круга материаловедческих задач *in situ* и *operando*, включающих исследование эволюции структуры конструкционных и функциональных материалов в различных технологических процессах. Совмещение набора взаимодополняющих методов исследования в рамках одной экспериментальной станции позволит получить максимально разнообразную информацию о структуре изучаемого объекта.

Ключевые слова: материаловедение, технология материалов, металлы, сплавы, керамики, интерметаллиды, полимеры, *in-situ*, *operando*.

Оглавление

Список сокращений и терминов.....	109
1 Введение.....	112
2 Ключевые научные задачи	113
2.1 Картирование зеренного устройства сплавов с использованием методики Лауэ микро/нано-дифракции	115
2.2. Трибологические исследования	119
2.3 Исследование и модификация тонких покрытий	122
2.4 Аддитивные технологии	123
2.5 Создание биосовместимых материалов.....	125
2.6 Формирование нанопорошков при электровзрыве проводника	127
2.7 Краткий перечень фундаментальных и прикладных задач университетов и научно-исследовательских организаций	128
3 Экспериментальные методы	130
4 Принципиальная рентгенооптическая схема.....	131
4.1 Вставное устройство	134
4.2 Фронтэнд	139
4.3 Рентгеновская оптика станции	142
4.4 Мониторирование пучка	169
4.5 Щели	169
5 Системы станции.....	170
5.1 Вакуумная система	170
5.2 Автоматизированная система управления	170
5.3 Система “окружения” образца	171
5.4 Детекторы.....	174
6 Оценка стоимости.....	174
Список цитируемой литературы	175

Список сокращений и терминов

- 3D-XRD – 3-dimensional X-ray diffraction (3-х мерная рентгеновская дифракция)
- CDI - coherent diffraction imaging (когерентный дифракционный имиджинг)
- CRL - compound refractive lens (набор составных преломляющих линз)
- DLS - Diamond Light Source (национальный источник синхротронного излучения «Алмаз», Чилтон, Дидкот, Оксфордшир, Великобритания)
- DMM - Double Multilayer Monochromator (двухзеркальный монохроматор)
- EBSD – electron backscatter diffraction (дифракция обратного рассеяния электронов)
- ESRF-EBS - European Synchrotron Radiation Facility - extremely brilliant source (Европейский источник синхротронного излучения, Гренобль, Франция)
- ex situ - режим, при котором измерения проводятся после протекания исследуемого процесса
- FWHM - full width at half maximum (ширина на полувысоте)
- in situ - режим, при котором максимально полно реализуются измерения в реальном времени, в лабораторных условиях
- operando - режим, при котором максимально полно реализуются измерения в реальном времени, в условиях, приближенных к реальным
- QCM - Quadruple Crystal Monochromator (четырёхкристальный монохроматор)
- QXAFS - quick-scanning X-ray absorption fine structure (метод быстрого сканирования тонкой структуры спектра поглощения рентгеновского излучения)
- QXAS - quick-scanning X-ray absorption structure (метод быстрого сканирования спектра поглощения рентгеновского излучения)
- RMS - root mean square (среднеквадратичное значение)
- SAXS - small angle X-ray scattering (малоугловое рентгеновское рассеяние)
- SLS - Swiss Light Source (Швейцарский источник синхротронного излучения, Paul Scherrer Institute, Швейцария)
- top-up инжекция - режим работы накопителя, при котором ток поддерживается вблизи максимума с точностью до нескольких процентов. При этом, производится регулярный сброс электронов без остановки эксперимента.
- USAXS – ultra small angle X-ray scattering (ультра малоугловое рентгеновское рассеяние)
- WAXS - wide-angle X-ray scattering (широкоугольное рентгеновское рассеяние)
- XAFS - X-ray absorption fine structure (тонкая структура спектра поглощения рентгеновского излучения)

XAS - X-ray absorption structure (структура спектра поглощения рентгеновского излучения)

XFEL – X-ray free electron laser

XOP - X-ray oriented programs ([16])

XRF – X-ray fluorescence (рентгенофлуоресцентная спектроскопия)

АлтГТУ - Алтайский государственный технический университет

АФ – алмазные фильтры

АСУ – автоматизированная система управления

АЦП - аналого-цифровой преобразователь

БГТУ - Белгородский государственный технический университет

ВУ - вставное устройство

ВУЗ - высшее учебное заведение

ГАП – гидроксипатит

ИГиЛ СО РАН - Институт гидродинамики им. М.А. Лаврентьева Сибирского отделения Российской академии наук

ИСМАН РАН - Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения Российской академии наук

ИТ СО РАН - Институт теплофизики им. С.С. Кутателадзе Сибирского отделения Российской академии наук

ИТПМ СО РАН - Институт теоретической и прикладной механики Сибирского отделения Российской академии наук

ИФПМ СО РАН - Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук

ИХТТМ СО РАН - Институт химии твердого тела и механохимии Сибирского отделения Российской академии наук

КБ зеркала - зеркала Киркпатрика-Баеза

КНАГУ - Комсомольский-на-Амуре государственный университет

КузГТУ - Кузбасский государственный технический университет им Т. Ф. Горбачева

МГТУ - Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана

МК – магнит-коллиматор

НАН Беларуси - Национальная академия наук Беларуси

НГТУ - Новосибирский государственный технический университет

НГУ - Новосибирский государственный университет

НИФТИ ННГУ - Научно-исследовательский физико-технический институт
Нижегородского государственного университета

НПА - научно-производственная ассоциация

ОЛТ - Ориентационная Лауэ томография

ПВО – полное внешнее отражение

ПДПП – пластинчатый датчик положения пучка

пин-диод - точечный измеритель интенсивности пучка синхротронного излучения

ПНИПУ - Пермский национальный исследовательский политехнический университет

РАН - Российская академия наук

РЗ – радиационный затвор

РК – радиационный коллиматор

РМ - регулируемая маска

СБ – стена биологической защиты

СВС - самораспространяющийся высокотемпературный синтез

СИ – синхротронное излучение

СЛТ – система лазерной трассировки пучка

СО РАН - Сибирское отделение Российской академии наук

ТГУ - Томский государственный университет

ТИУ - Тюменский индустриальный университет

ТПУ - Томский политехнический университет

ТУСУР - Томский государственный университет систем управления и
радиоэлектроники

УрО РАН - Уральское отделение Российской академии наук

ФМ - фиксированная маска

хатч - радиационно безопасное помещение

ЦАП – цифро-аналоговый преобразователь

ЦКП “СКИФ” - Центр коллективного пользования “Сибирский кольцевой источник
фотонов”

ЦМШ – цельнометаллический шибер

ЦНИИ Чермет - Центральный научно-исследовательский институт черной
металлургии

1 Введение

Материаловедение является одной из наиболее динамично развивающихся наук последних десятилетий. Прогресс во многих областях промышленности обусловлен появлением новых материалов, развитием новых подходов по управлению их структурой и свойствами. В широком смысле материаловедение – это междисциплинарная наука, которая направлена на объяснение взаимосвязи структуры и свойств материалов. На современных источниках синхротронного излучения (СИ) материаловеды являются одной из основных пользовательских групп, и по этой причине создание комплекса специализированных «материаловедческих» станций на проектируемом источнике СИ в ЦКП «СКИФ» представляется естественным развитием этого проекта.

Новосибирский государственный технический университет (НГТУ) выступил с инициативой создания в ЦКП «СКИФ» комплекса научно-образовательных станций для *in situ* исследования эволюции структуры конструкционных и функциональных материалов в различных технологических процессах. К нашей инициативе проявили большой интерес материаловеды из многих Российских университетов и научно-исследовательских институтов. Среди заинтересованных организаций, можно привести такие, как ТПУ, МГТУ, АлтГТУ, ПНИПУ, КузГТУ, ТГУ, ТУСУР, ИФПМ СО РАН, ИГиЛ СО РАН, НИФТИ ННГУ, ТИУ, ИСМАН РАН, БГТУ, КнАГУ, ИТПМ СО РАН, ЦНИИ Чермет, ИХТТМ СО РАН, Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси и др. География потенциального российского пользовательского сообщества представлена на **Рисунке 1.1**. Кроме того, к разрабатываемой установке проявили также большой интерес научные группы из Великобритании, Германии, Франции, Польши, Китая, Японии и Бразилии.

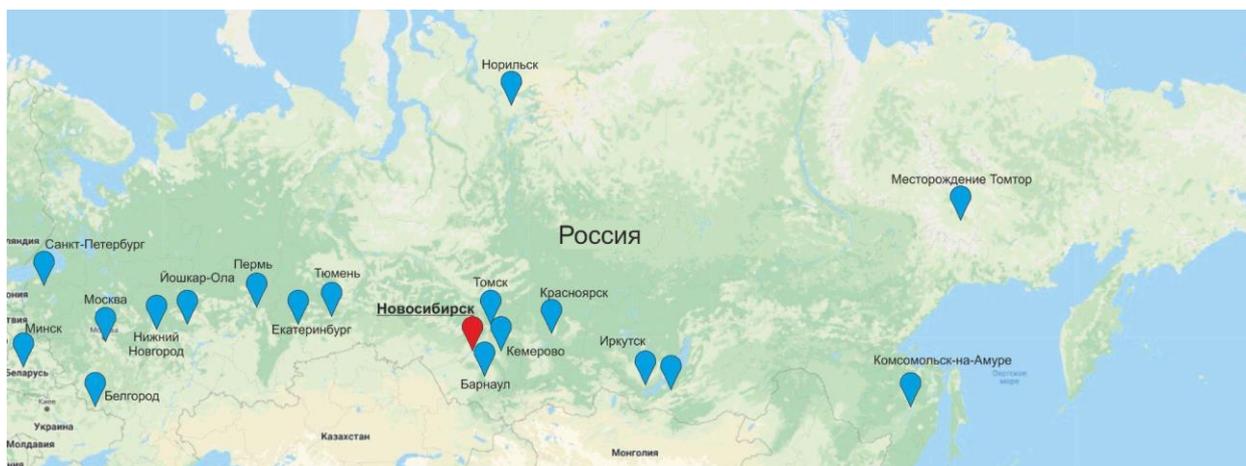


Рисунок 1.1. География российского пользовательского сообщества.

Следует также отметить, что в соответствии с Федеральной научно-технической программой развития синхротронных и нейтронных исследований и исследовательской инфраструктуры на 2019 – 2027 годы, в России создаётся несколько источников синхротронного излучения с десятками экспериментальных станций. Это означает, что по сути сформирован запрос на подготовку специалистов для проведения научно-

исследовательских работ и обеспечения работы станций. Интеграция образовательного процесса в экспериментальную инфраструктуру источника поколения 4+ позволит своевременно удовлетворить этот крайне важный запрос.

С учётом компетенций НГТУ, целого ряда научно-исследовательских организаций и ВУЗов в области решения материаловедческих задач, а также необходимости проведения образовательной деятельности для бакалавров, магистрантов и аспирантов российских ВУЗов, был подготовлен концептуальный проект экспериментальной станции “Материя” на ондуляторном источнике излучения. Именно станция на ондуляторе позволяет реализовать ключевые преимущества источника синхротронного излучения поколения 4+, то есть, высокую яркость и высокую степень когерентности излучения, при решении материаловедческих задач *in situ* (и *operando*) с достаточно высоким временным разрешением.

Также можно ожидать, что в связи с быстрым внедрением синхротронных методов анализа материалов в ВУЗах и институтах РАН запрос российских материаловедов на предлагаемую станцию будет постоянно расти.

2 Ключевые научные задачи

Номенклатура современных материалов чрезвычайно широка. Научные группы, работающие в области материаловедения, как правило, специализируются лишь на материалах определенного назначения. По этой причине выделить какую-либо группу материалов в качестве доминирующей не представляется возможным. Независимо от специализации ученых-материаловедов объединяет необходимость получения максимально разнообразной информации о структуре изучаемого объекта. Это особенно актуально при разработке новых материалов, когда закономерности связи их структуры со свойствами еще не до конца понятны. Таким образом, возможность совмещения определенного набора взаимодополняющих методов исследования в рамках одной экспериментальной установки/станции представляется чрезвычайно актуальной задачей. Не менее важная задача связана с проведением исследований эволюции структуры материалов при различных видах внешнего воздействия в режиме *in situ* с высоким временным разрешением (вплоть до микросекунд). В отличие от традиционных *ex situ* подходов такие исследования позволяют более детально проследить во времени и понять закономерности формирования структуры материалов и открывают новые возможности по тонкой «настройке» их свойств.

Разработка концептуального проекта станции “Материя” была проведена, исходя из следующих требований:

- универсальность с точки зрения исследуемых материалов (металлы, керамики, полимеры, полупроводники и проч.);
- оптимизация под наиболее востребованные методики (дифракция, рентгенография, томография);
- сохранение точки анализа на образце при смене методик или при сканировании по энергии;

- выполнение «быстрых» *in situ* и *operando* исследований с высоким временным разрешением;
- высокое пространственное разрешение и возможность его улучшения;
- гибкость схемы станции для реализации дополнительных методов исследования (малоугловое рентгеновское рассеяние, XAS, рентгенофлуоресцентная спектроскопия, 3D-дифракция, темнопольная рентгеновская микроскопия, и др.) и дальнейшего совершенствования станции;
- возможность установки в экспериментальном хатче различных пользовательских установок, моделирующих реальные производственные и технологические процессы.

Задачи с применением полихроматического (“розового”) пучка

- Построение 2D и 3D карт ориентации, качества и напряжений кристаллитов в поликристаллах, в том числе в процессе внешних воздействий (продвинутый аналог EBSD);
- *In situ* анализ механизмов неупругой деформации с милли- и субмиллисекундным разрешением;
- Построение карт обратного пространства;
- Анализ процессов, происходящих при синтезе многослойных структур;
- Исследования отклика конструкционных и функциональных материалов на быстрые воздействия (*pump-probe* эксперименты).

Задачи с применением монохроматического пучка

- Анализ химических реакций и фазовых превращений при внешнем воздействии;
- Анализ процессов, происходящих при синтезе многослойных структур;
- Механохимические процессы, происходящие на поверхности материалов в трибологических экспериментах и резании (интенсивная пластическая деформация, химические реакции и т.д.);
- Анализ поверхностных слоёв в условиях химического воздействия (химические реакции, источники питания);
- Изменение структуры в процессе интенсивной пластической деформации материалов;
- Анализ эволюции кристаллографической текстуры в процессе деформации, кристаллизации, термического воздействия;
- Анализ эволюции напряженно-деформированного состояния в процессе деформации, кристаллизации, термического воздействия, фазовых превращений;
- Анализ магнитной структуры материалов.

Проектируемая станция может быть использована для решения широкого круга задач в области материаловедения, химии, физики конденсированного состояния вещества и других смежных наук. Ниже перечислены несколько характерных примеров из целого ряда ключевых задач, реализация которых на сегодняшний день представляется чрезвычайно перспективной и актуальной.

2.1 Картирование зеренного устройства сплавов с использованием методики Лауэ микро/нано-дифракции

В силу сложившихся исторических условий развития рентгеновских методов, на ранних этапах методической разработки возобладало использование характеристического излучения от металлических анодов (Cu, Cr, Mo, W) рентгеновских трубок, а приобретенный таким образом опыт обусловил «превалирование» монохроматического подхода также и в, например, макромолекулярной кристаллографии на синхротронных источниках.

Тем не менее, следует отметить, что метод Лауэ в приложении к задачам материаловедения имеет целый ряд преимуществ для изучения внутренней структуры и деформаций в отдельных кристаллитах инженерных и биологических объектов, т.к. в сочетании с фокусировкой луча до размеров пятна в несколько микрон (а в некоторых случаях, сотен и даже десятков нанометров) может предоставлять информацию на *внутризеренном* уровне. Разработка и доступность программ для численного анализа диаграмм рассеяния микро-Лауэ сделали процесс интерпретации данных автоматизированным и быстрым, позволяя картировать значительные площади на поверхности массивных образцов, а также, в том числе, получать 3D информацию о внутренней структуре миниатюрных образцов томографическим методом [1].

Ключевой особенностью метода Лауэ стало получение информации о структуре объекта посредством изучения обратного пространства. Например, высокая интенсивность рассеяния соответствует большой «когерентной» (т.е. одинаково ориентированной) области в реальном пространстве внутри зерна, и т.д. (**Рисунок 2.1.1**). Рассеяние полихроматического луча на совершенном монокристалле создает в трехмерном обратном пространстве концентрированное Гауссово распределение интенсивности. Появление искажений и дефектов решетки, например, при кристаллическом сдвиге, ведет к фрагментации пика рассеяния, проиллюстрированной на **Рисунке 2.1.2**. Таким образом становится возможным исследование локальных изменений кристаллической структуры без вращения образца при использовании двумерных детекторов. Более того, применение пучков, сфокусированных в область менее размеров зерна (например, с помощью зеркал Киркпатрика-Баеза) дает возможность картирования деформации и сравнения этих экспериментальных наблюдений с числовыми моделями.

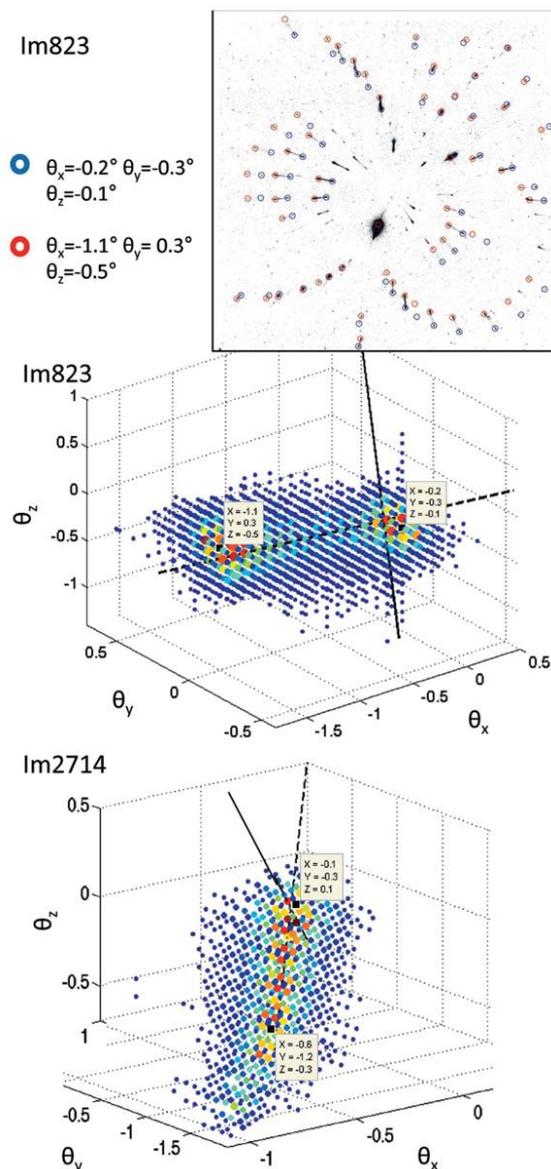


Рисунок 2.1.1. Иллюстрация разориентации внутри зерна, полученная с помощью Лауэ дифракции [2].

Поскольку экспериментальная конфигурация для дифракции Лауэ не требует поворота образца для сбора картин рассеяния, становится возможным нагружение образцов (быстрое либо сравнительно медленное) и наблюдение за их эволюцией в процессе деформации (**Рисунок 2.1.3А**). Таким образом может быть организован сбор больших данных для улучшенного цифрового моделирования. Сочетание дифракции Лауэ с высокой проникаемостью материалов для рентгеновских лучей дает возможность построения методик трехмерной Лауэ томографии для 3D картирования внутреннего зеренного устройства металлических сплавов [1, 2]. На **Рисунке 2.1.3Д** показана реконструкция сечения образца, состоящего из пяти зерен разной ориентации.

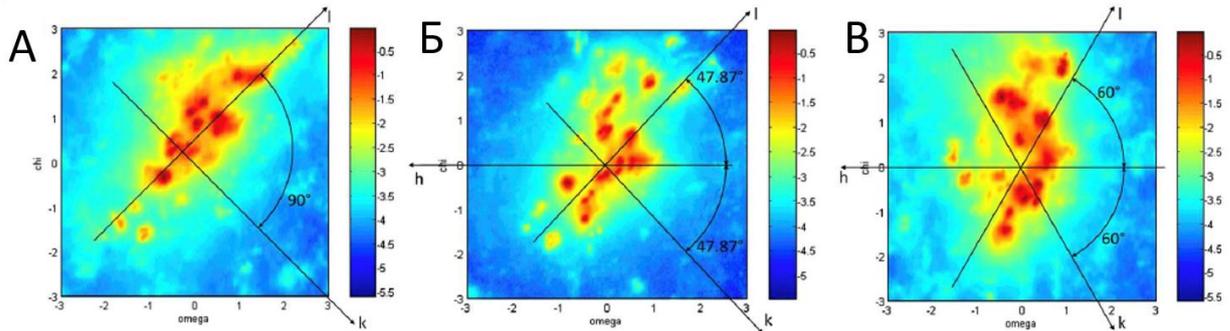


Рисунок 2.1.2. Карты обратного пространства, полученные посредством Лауэ дифракции на выбранном зерне поликристалла никелевого сплава, соответствующие разным индексам Миллера (А) 200, (Б) 311, (В) 111 [3].

В настоящее время методы Лауэ дифракции развиты на ряде источников СИ, например, на Diamond Light Source (DLS) в Великобритании и European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) во Франции. Примеры соответствующих станций приведены на **Рисунке 2.1.3В, Г**. Важно отметить, что по сравнению со станциями на поворотных магнитах или вигглерах использование ондулятора с уширенными гармониками на станции “Материя” даёт заметный выигрыш в потоке излучения на образце и, следовательно, позволит добиться высоких временных разрешений в *in situ* Лауэ-дифрактометрии. Кроме того, принципиальная возможность сохранять положение точки излучения на образце открывает широкие перспективы последовательного и одновременного применения нескольких методик для комплексного исследования веществ.

Потенциальными пользователями являются Новосибирский государственный технический университет, University of Oxford (Англия), Московский институт стали и сплавов, Сколковский институт науки и технологий, ИФПМ СО РАН (Томск), Уральский федеральный университет (Екатеринбург).

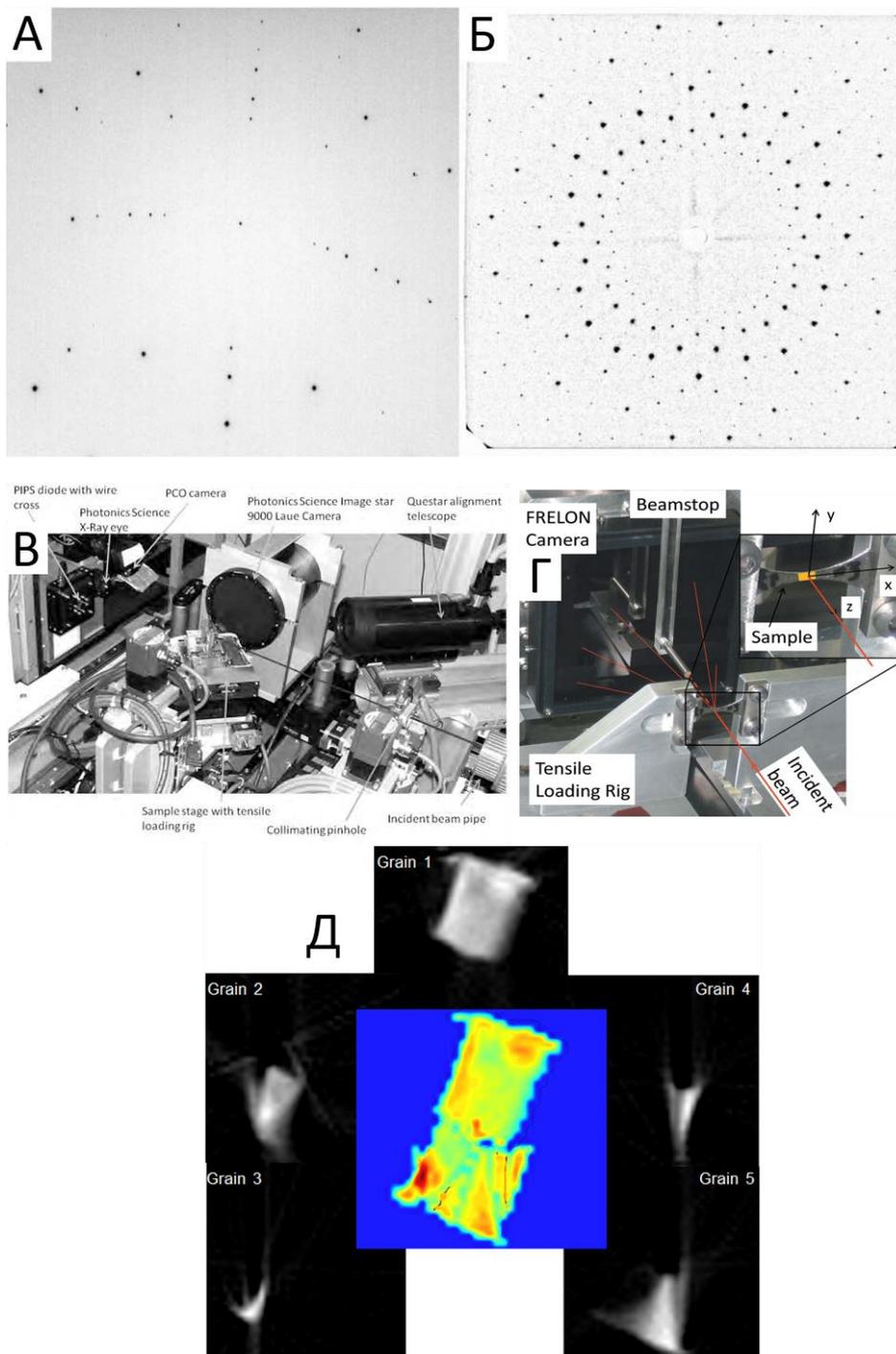


Рисунок 2.1.3. Сравнение картин Лауэ дифракции на отражение (А) и пропускание (Б): (А) показана дифрактограмма от калибровочного образца Si(111), (Б) на высоких энергиях фотонов >50 кэВ. (В)

Экспериментальная конфигурация для Лауэ картирования образца в процессе нагружения в ориентации на отражение (B16, DLS). (Г) Экспериментальная конфигурация для Лауэ дифракции с использованием высоких энергий на пропускание (ID15, ESRF). (Д) Иллюстрация сегментации олигокристалла (объекта, состоящего из небольшого количества зерен, $n=5$) с помощью Ориентационной Лауэ томографии (ОЛТ) [1].

2.2. Трибологические исследования

Ежегодно трение и износ приводят к гигантским экономическим потерям. С целью сокращения этих потерь в мире проводятся глубокие фундаментальные и прикладные трибологические (греч. “tribos” - трение) исследования. Результаты этих исследований повышают долговечность трущихся частей механизмов, безотказность функционирования двигателей, эффективность работы сцепляющихся поверхностей. В современной трибологии в первую очередь изучается поверхность соприкасающихся тел, при этом рассматриваются деформационная и молекулярная составляющие взаимодействия.

Как правило, работы такого типа выполняются с использованием разрушающих методов исследования, таких как световая микроскопия или растровая электронная микроскопия (**Рисунок 2.2.1**). Для этого исследуемый объект подвергается фрикционному воздействию в течение определенного времени, после чего испытания прекращаются, объект разрезается и анализируется с использованием классических металлографических методик.

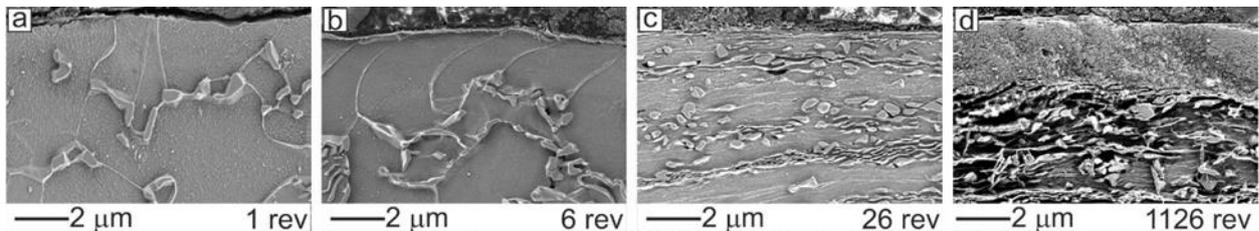


Рисунок 2.2.1. Эволюция поверхности углеродистой стали в процессе сухого трения скольжения (растровая электронная микроскопия). С течением времени равноосные зерна вытягиваются вдоль направления трения и измельчаются. После длительного фрикционного воздействия на поверхности образца формируется механически перемешанный слой, состоящий из материалов пары трения, а также продуктов их реакции с воздушной атмосферой [4].

При этом разрушающие методы исследования подразумевают, что образец невозможно вновь установить на испытательную установку и продолжить анализ при необходимости получения дополнительной информации. Кроме того, для получения информации о структуре на различных временных этапах требуется подготовка значительного количества образцов, а сами исследования требуют значительных затрат времени. И тем не менее, такие масштабные методы исследования не позволяют детально восстанавливать сложные трибохимические процессы смазываемых трибоконтактов, наблюдать взаимодействие специализированных наноструктурных поверхностных слоёв и многое другое, поскольку для этого необходимо получать информацию непосредственно при фрикционном воздействии. Это ключевое ограничение снимается при использовании синхротронного излучения. Например, в НГТУ на протяжении последних лет развивается новый подход к анализу эволюции структуры материалов, который основан на использовании дифракции синхротронного рентгеновского излучения для контроля состояния поверхности образца непосредственно в процессе трения. Он был успешно опробован на линии ID 13 ESRF («Microfocus beamline») с использованием разработанной в НГТУ установки (**Рисунок 2.2.2**).

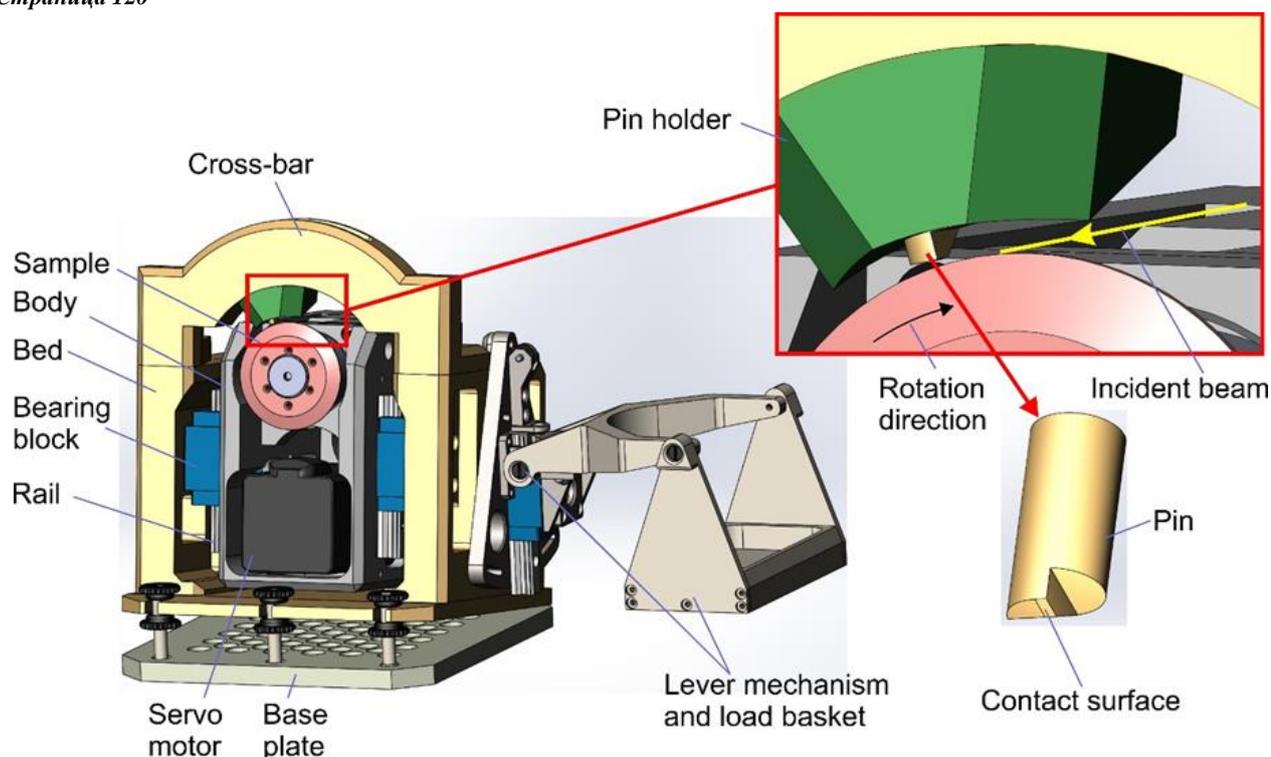


Рисунок 2.2.2. Схема установки для проведения испытаний на трение с одновременным анализом поверхности образца с использованием синхротронного рентгеновского излучения. Образец (sample) в виде диска закрепляется на шпинделе установки при помощи цанги и прижимается к контртелу (pin). Выходящий из зоны контакта материал исследуется с использованием синхротронного рентгеновского излучения [4].

Теперь стал доступен анализ поверхности материала через несколько миллисекунд после ее выхода из зоны трения, т.е. *operando* подход. Возможно исследовать процессы фазовых превращений при трении, а также трибоокисление (**Рисунок 2.2.3А**). Используя современные методы профильного анализа возможно проанализировать измельчение кристаллитов в процессе трения (**Рисунок 2.2.3Б**), а также эволюцию дислокационной структуры [4].

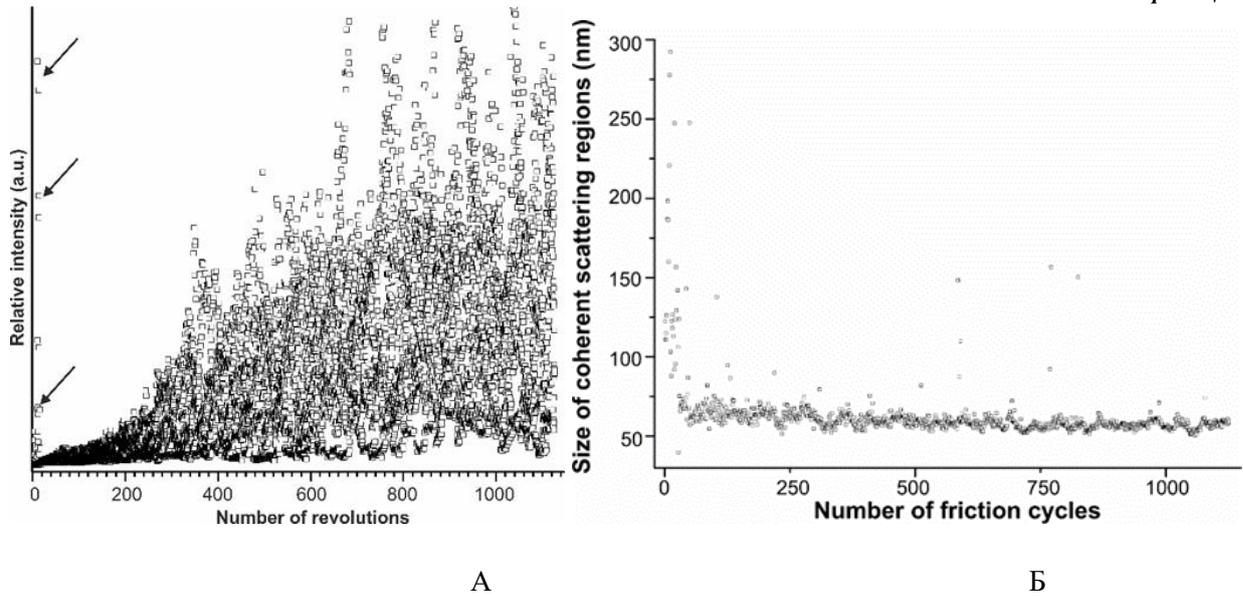


Рисунок 2.2.3. Примеры анализа эволюции структуры при трении с использованием дифракции синхротронного рентгеновского излучения. (А) Быстрый рост интенсивности одного из пиков оксида железа с увеличением числа циклов трения иллюстрирует процесс трибоокисления, (Б) уменьшение областей когерентного рассеяния в приповерхностном слое, иллюстрирующее измельчение зёрно-субзерненной структуры материала в процессе сухого трения скольжения [4].

Комбинация нескольких синхротронных методов исследования, таких как рентгеновская дифракция и микродифракция, QXAS-спектроскопия и рентгенофлуоресцентный микроанализ, позволит детально изучить связь между составом, строением, свойствами и закономерностями поведения материалов, а также их изменениями при трении и изнашивании. Более того, реализация режима микроскопии, когда определённую область можно исследовать пучками сфокусированного излучения от субмикронного до миллиметрового размера, и при этом сохранять положение пучка на объекте, позволит комплексно решать задачи трибоматериаловедения.

Отметим, что станция «Материя», рассчитанная на основной диапазон энергий 10 - 30 кэВ и позволяющая выполнять эксперименты с использованием целого ряда синхротронных методик в режиме микроскопии, идеально подходит для трибологических исследований.

Научные коллективы, заинтересованные в развитии такого подхода: Новосибирский государственный технический университет, Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск), Институт машиноведения УрО РАН (г. Екатеринбург), Уральский федеральный университет (г. Екатеринбург), Cranfield University (UK).

2.3 Исследование и модификация тонких покрытий

Можно смело сказать, что наш современный мир обязан своим существованием прогрессу в развитии тонкоплёночных технологий. Новые технологии в создании тонкоплёночных материалов и структур для полупроводниковой микро- и оптоэлектроники обусловили взрывное развитие в информационно-телекоммуникационной сфере. Современные материалы фотовольтаики, в том числе основанные на тонких многослойных структурах, позволяют эффективнее использовать солнечную энергию и, тем самым, уменьшать углеродный след. Повсеместное внедрение редкоземельных элементов и элементов платиновых групп помимо выигрыша в каталитической активности, механических и электромагнитных параметрах поверхностных структур налагает определённые требования на материалоёмкость производств, и здесь применение тонкоплёночных технологий решает проблемы миниатюризации изделий и покрытий.

Важно отметить фундаментальную научную значимость исследований тонких плёнок толщиной вплоть до монослоёв, поскольку переход от трёхмерных к дву- и квазидвумерным системам зачастую сопровождается кардинальными изменениями как физических, так и химических свойств материалов. Микроструктура нанослойных материалов может существенно отличаться от их “объёмных” аналогов. Более того, в зависимости от условий приготовления может значительно варьироваться морфология наноструктур, что является предпосылкой для открытий новых явлений и закономерностей, которые могут стать основой создания принципиально новых технологий и устройств.

Для создания функциональных покрытий, обладающих особыми оптическими, электрическими, магнитными свойствами, а также высокой износостойкостью и коррозионной стойкостью широко применяются различные технологии осаждения из газовой фазы. При этом функциональные свойства плёнок главным образом определяются их микроструктурой, поэтому исследование факторов и процессов, влияющих на закономерности зарождения, роста и эволюции плёнок, является ключом к созданию новых специализированных покрытий. Подчеркнём особую важность применения экспериментальных методов *in situ*, поскольку именно они дают информацию об изменениях, происходящих в формирующихся тонких слоях.

Для проведения исследований процессов осаждения из газовой фазы ИСЭ СО РАН предлагает установить на экспериментальной станции “Материя” специализированную систему окружения образца, представленную на **Рисунке 2.3.1**. Это позволит определять фазовый состав получаемых материалов, их микроструктуру, измерять напряжения между покрытием и подложкой, определять тип кристаллографической текстуры, а также проводить оценку связи режимов напыления с перечисленными характеристиками материала. Кроме физического осаждения слоёв из газовой фазы с использованием этой системы на станции будет возможно осуществлять, исследовать и контролировать процессы ионной имплантации и модификации покрытий импульсными электронными пучками. Это даст институтам и промышленным предприятиям более глубокие знания о возможностях влияния на микроструктуру плёнок с целью получения материалов с заранее заданными свойствами.

Отметим, что оптическая конфигурация станции предоставляет достаточно пространства для размещения таких сложных систем окружения образца, а высокие интенсивности пучков позволяют добиться необходимых временных разрешений для *in situ* исследований.

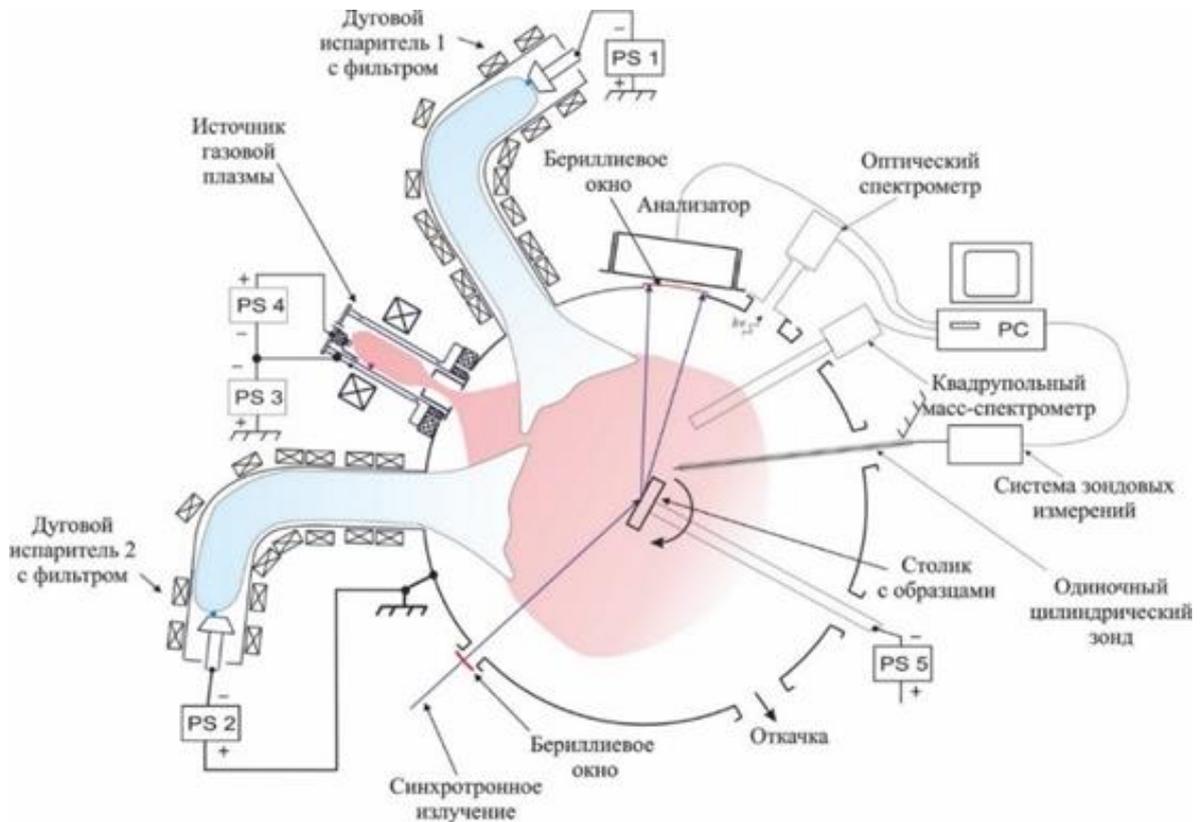


Рисунок 2.3.1. Схема установки для *in situ* диагностики процессов формирования многослойных и градиентных структур на поверхности конструкционных и функциональных материалов пучковыми и плазменными методами.

Потенциальными пользователями данной установки являются: Институт сильноточной электроники СО РАН (г. Томск); Институт электрофизики УрО РАН (г. Екатеринбург); Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск); Уфимский государственный авиационный технический университет (г. Уфа); ТУСУР, ТГУ, ТПУ (г. Томск).

Заинтересованные предприятия: АО «ИСС» имени академика М. Ф. Решетнёва» (г. Железногорск), ООО «Проект-Р» (г. Новосибирск), ПАО «ОДК-УМПО» (г. Уфа), НПА «Технопарк АТ» (г. Уфа), ООО «НПЗ» (г. Новосибирск), ООО «Вольф Технолоджи».

2.4 Аддитивные технологии

Аддитивное производство является одной из наиболее быстро развивающихся областей машиностроения. В отличие от классических технологий, используемых в машиностроении на протяжении сотен лет, аддитивные технологии обеспечивают существенную экономию материала, а также позволяют получать сложные геометрические формы, производство

которых невозможно при использовании субтрактивных методов (например, становится возможным получение сложных каналов внутри изделий). На сегодняшний день аддитивные технологии активно используются при производстве уникальных деталей в авиастроении, ракетостроении и биомедицине (**Рисунок 2.4.1**), однако, область их применения постоянно расширяется, и это требует детальных исследований самыми современными методами, основанными на синхротронном излучении.

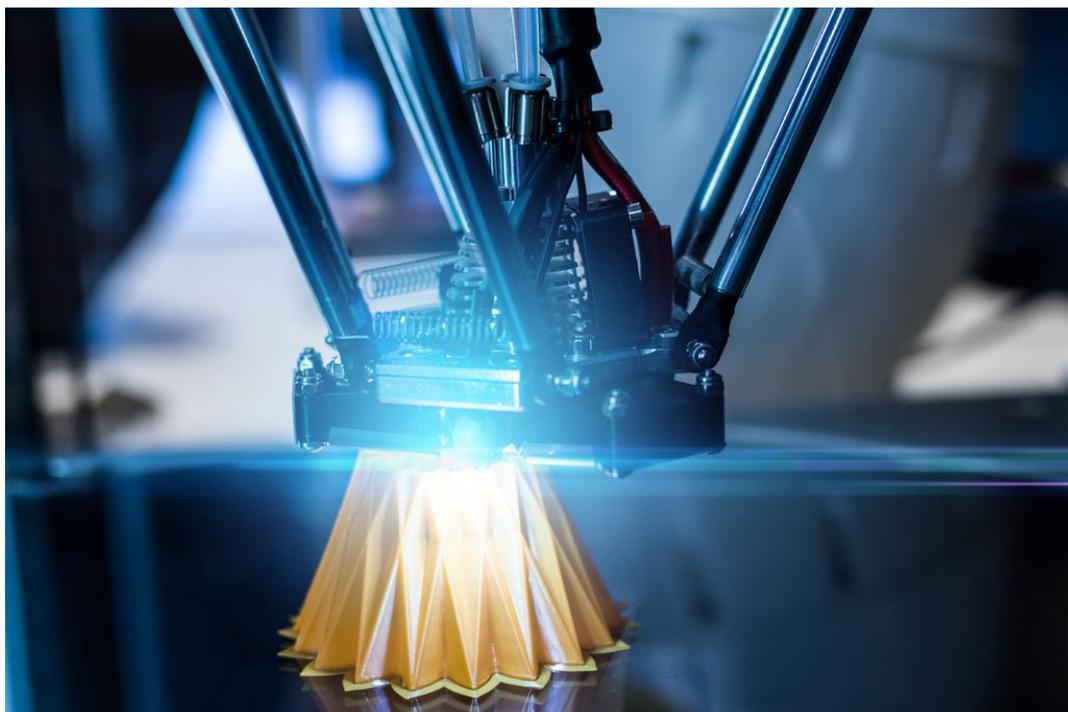


Рисунок 2.4.1. Пример промышленной 3D печати [5].

Изделия, полученные с использованием аддитивных технологий, отличаются по своей структуре от аналогичных изделий, полученных субтрактивными методами (например, с использованием фрезерования). Так, например, изделия, получаемые методом селективного лазерного спекания, имеют структуру литого материала. Для них присущи такие дефекты как пористость, нерасплавленные частицы порошка, неоднородность элементного состава, формирование крупнозернистой структуры и сильная кристаллографическая текстура, что негативно сказывается на комплексе механических и эксплуатационных свойств изделий. Управление структурой материала в процессе селективного лазерного спекания требует детального понимания процессов, происходящих при плавлении материала и его кристаллизации (**Рисунок 2.4.2**). Совокупность явлений, происходящих в условиях селективного лазерного спекания и других технологий, связанных с локальным плавлением, в настоящее время часто называют локальной нестационарной металлургией. Исследование процессов, происходящих при локальном плавлении, требует высокого пространственного и временного разрешений, поскольку скорости охлаждения могут достигать нескольких тысяч градусов в секунду. Оптимальным подходом для исследования процессов локальной нестационарной металлургии является сочетание нескольких методов исследования. Для

визуализации процесса кристаллизации идеальным методом является использование рентгенографии, а для получения сведений о кристаллической структуре получаемого материала наиболее удобно использовать рентгеновскую дифракцию. Проектируемая станция «Материя» оптимизировалась именно под эти два метода, и, по этой причине, отлично подходит для *in situ* и *operando* исследований формирования структуры материалов в технологических процессах, связанных с локальным плавлением и быстрой кристаллизацией. Кроме аддитивных технологий, связанных с плавлением и кристаллизацией металлов, на станции «Материя» с применением умеренных энергий (от 10 до 15 кэВ) возможно исследование технологий 3D-печати полимеров. Это является чрезвычайно актуальной для представителей «физики мягкого вещества».



Рисунок 2.4.2. Пример лазерной сварки металлических изделий [6].

2.5 Создание биосовместимых материалов

Биомедицинское направление является одним из основных драйверов современного материаловедения. Например, значительный прогресс, достигнутый в нейрохирургии в течение последних десятилетий, связан с разработкой новых материалов, обладающих высоким уровнем биосовместимости и механических свойств. Для изготовления винтов, кейджей, пластин и скоб применяют различные классы материалов – сложнoleгированные металлические сплавы, керамики и полимеры. Для повышения их биосовместимости применяются особые покрытия микронной и субмикронной толщины. Тонкая «настройка» структуры перечисленных материалов и оптимизация их механических свойств сопровождается сотнями экспериментов, с последующим анализом методами разрушающего контроля *ex situ*. В настоящее время развивается альтернативный подход на основе *in situ* исследований формирования структуры биомедицинских материалов непосредственно в процессе их синтеза, а также последующего термического и термомеханического воздействий.

Основным методом исследования, необходимыми при анализе сплавов в процессе их синтеза и последующей обработки *in situ*, является рентгеновская дифракция, позволяющая получать информацию о структурно-фазовом состоянии материала.

Ключевую роль при создании новых материалов и изделий для имплантатов играет и то, как они ведут себя в организме человека, насколько меняются их химические и механические свойства со временем. Для анализа процесса взаимодействия имплантируемых материалов с биологическими тканями принципиальное значение имеет применение компьютерной томографии высокого разрешения, а также спектрального анализа (**Рисунки 2.5.1 и 2.5.2**).

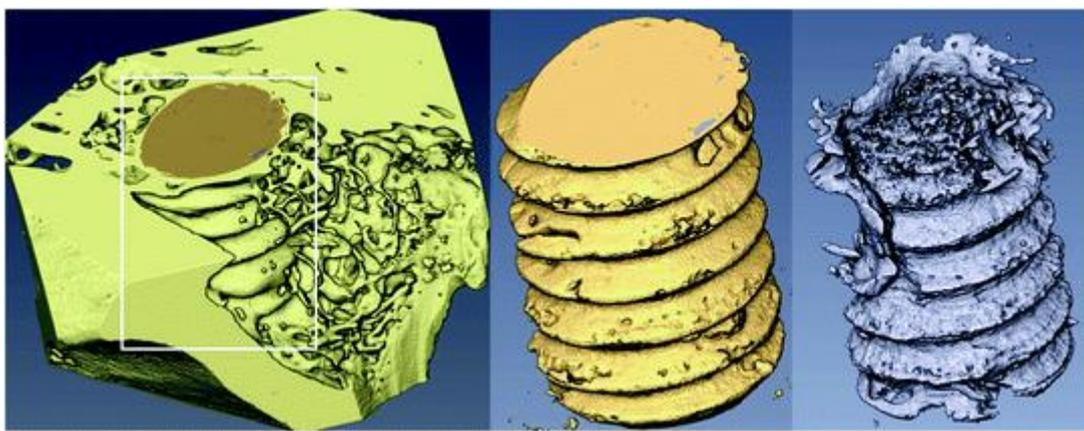


Рисунок 2.5.1. Визуализация эксплантата (слева), коррозионного слоя (в центре) и оставшегося объемного материала (справа) проржавевшего имплантата на основе реконструкции рентгеномногографических данных [7].

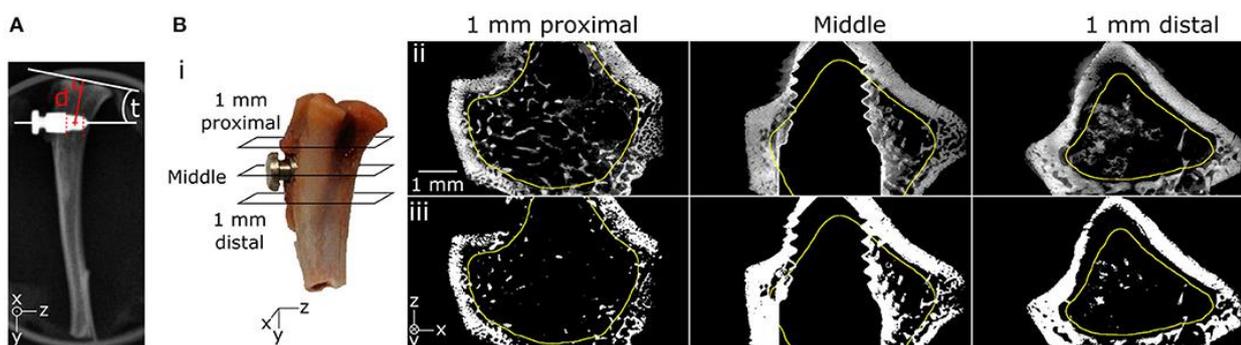


Рисунок 2.5.2. Пример исследования костных имплантатов на станции TOMCAT (SLS, Швейцария) [8].

В связи с наличием в Новосибирске крупных медицинских организаций и научно-исследовательских институтов, одной из естественных задач станции «Материя» является исследование биомедицинских материалов, таких, как новые титановые сплавы, керамики, биоразлагаемые материалы на основе сплавов магния и полимеров, специализированные

покрытия. Таким образом, набор методик станции «Материя» идеально подходит для комплексного решения задач по разработке биосовместимых материалов и покрытий для нейрохирургии.

2.6 Формирование нанопорошков при электровзрыве проводника

Электровзрыв проводника является одной из наиболее подходящих технологий для массового производства нанопорошков металлов и керамик. В настоящее время процесс конденсации порошков из газового или плазменного состояния экспериментально не исследуется в связи с высокой скоростью его протекания. Фактически большая часть известных представлений о формировании наночастиц при использовании такой технологии построены на теоретических моделях и анализе результатов эксперимента после его завершения. В то же время возможность наблюдения за процессом роста наночастиц, а также химическими реакциями между продуктами электровзрыва и окружающей атмосферой позволит не только раскрыть природу этого явления, но и предложить способы управления им.

Типичный процесс электровзрыва, зафиксированный с использованием высокоскоростной камеры, представлен на **Рисунке 2.6.1**. Типичный диаметр проволоки, используемой в экспериментах, составляет от 0,1 до 1 мм. Время от начала пропускания тока до момента взрыва составляет около 10 мкс (зависит от используемых режимов), полное время, затрачиваемое на расширение облака продуктов взрыва и конденсацию частиц, составляет сотни микросекунд. Для детального понимания процессов, происходящих в облаке, при кластеризации и росте наночастиц, необходимо получать информацию за времена порядка микросекунды, а для этого, в свою очередь, требуется высокая интенсивность излучения и высокоскоростные детекторы.

Необходимую информацию о динамике роста частиц порошка (от единиц до десятков нанометров) можно получить на станции «Материя», используя метод малоуглового рентгеновского рассеяния *in situ*, а одновременный анализ пространственного расположения атомов от момента зарождения кластеров в газовой фазе до формирования и роста кристаллитов - регистрируя рассеяние в широких углах. Требуемые интенсивности и размеры пучков излучения позволяет получить специализированное вставное устройство и оптика станции.

Научные коллективы, заинтересованные в развитии такого подхода: Новосибирский государственный технический университет, Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск), Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Сибирский государственный индустриальный университет (г. Новокузнецк), Московский физико-технический институт, Казанский национальный исследовательский технологический университет, университет Кумамото (Япония), Пекинский институт технологий (Китай).

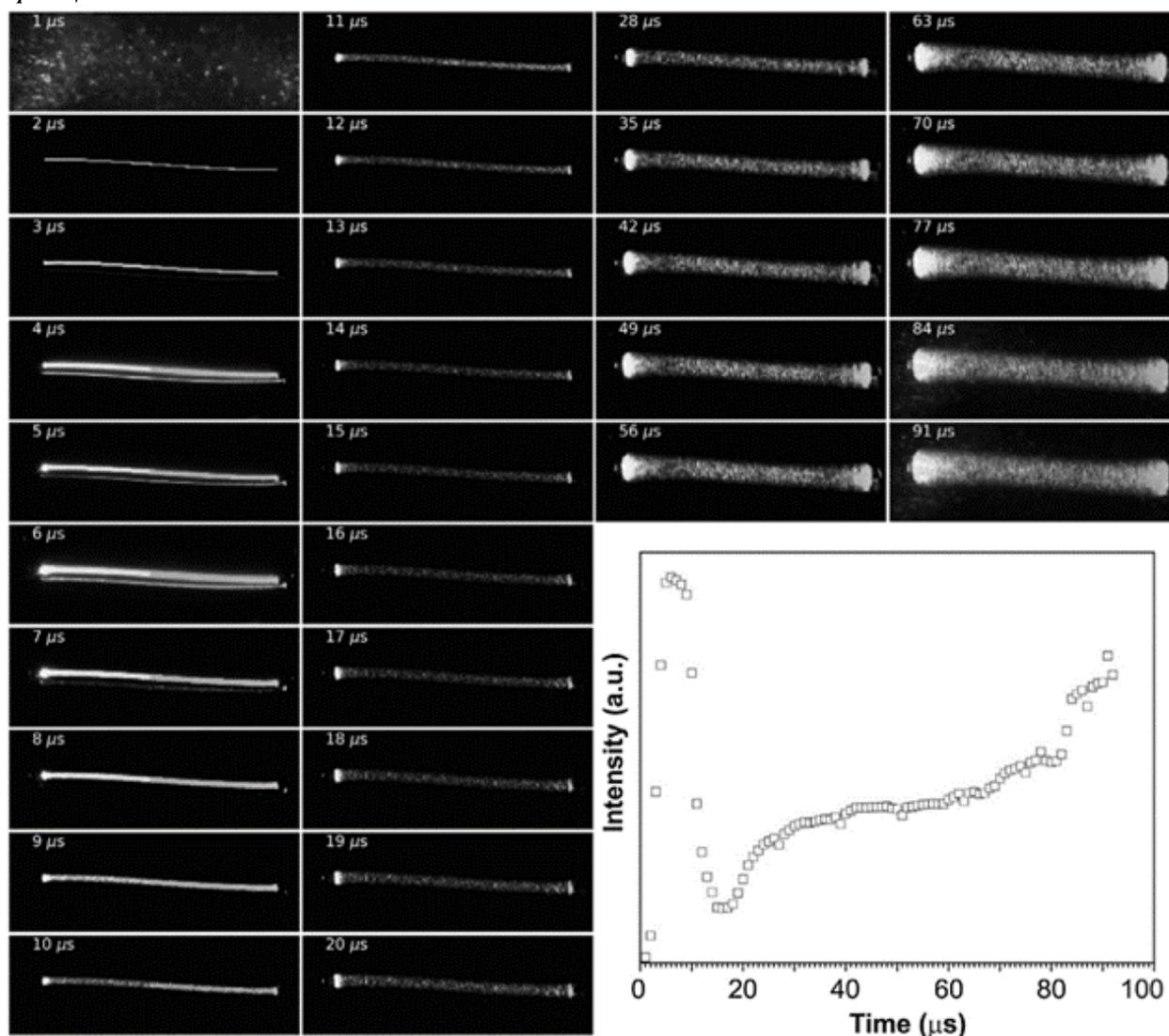


Рисунок 2.6.1. Процесс электровзрыва вольфрамовой проволоки в среде жидкого парафина, приводящий к формированию наночастиц кубического карбида вольфрама. Диаграмма в правом нижнем углу показывает изменение интенсивности свечения проволоки в различные моменты времени [9].

2.7 Краткий перечень фундаментальных и прикладных задач университетов и научно-исследовательских организаций

Краткий перечень конкретных задач, поступивших от университетов и научно-исследовательских организаций России и Белоруссии, решение которых возможно с использованием функционала станции «Материя», сведён в **Таблицу 2.7.1**. Для удобства в таблице также указан класс методик, который предполагается использовать при их решении.

Таблица 2.7.1. Перечень научных задач, решение которых возможно с использованием функционала станции «Материя».

Организация	Задачи
МГТУ им. Баумана	1. Изучение состава и структуры межслойных границ на субмикронном уровне (дифракция, томография, XAFS) 2. Исследование релаксация напряжений в металлах (дифракция) 3. Анализ текстуры материалов (дифракция) 4. Исследование сред синтеза и биомедицинских материалов (ГАП) (дифракция, томография, XRF)
АлтГТУ им. И.И. Ползунова	1. Анализ дислокационной структуры (дифракция) 2. Исследование структуры композиционных материалов (дифракция, томография, XAFS) 3. Изучение остаточных напряжений при внешнем воздействии (дифракция, томография) 4. Исследование термодиффузионного воздействия (дифракция, томография) 5. Трибологические исследования (дифракция)
КузГТУ им. Т.Ф. Горбачева	1. Усталостные исследования, анализ изменений структуры материалов после длительной эксплуатации (дифракция, XAFS) 2. Исследования наночастиц в сплавах (дифракция) 3. Исследование изменений структуры материалов при термическом воздействии (дифракция)
ТИУ	1. Исследование образцов кернов (томография, дифракция, XRF) 2. Разработка материалов для использования в нейрохирургии (XRF, дифракция, томография) 3. Исследование эволюции структуры в условиях усталостного воздействия на металлы (XRF, дифракция, томография) 4. Изучения процесса формирования защитного слоя Al ₂ O ₃ на различных поверхностях (XRF, дифракция, томография)
ИСМАН им. А.Г. Мержанова РАН	1. Исследование границ раздела сваренных взрывом соединений (дифракция, XRF, томография) 2. Анализ остаточных напряжений в биметаллах (дифракция, томография) 3. Исследование превращений в волне горения СВС (томография, дифракция, рентгеновская микроскопия)

(продолжение на следующей странице)

Организация	Задачи
НИФТИ ННГУ им. Н.И. Лобачевского	<ol style="list-style-type: none"> 1. Изучение дислокационной структуры материалов (дифракция) 2. Исследование композиционных материалов (дифракция, томография) 3. Анализ остаточных напряжений в металлах (дифракция) 4. Анализ текстуры в материалах после интенсивной пластической деформации (дифракция) 5. Аддитивные технологии (дифракция, томография, XAFS) 6. Трибологические исследования (дифракция) 7. Исследование изменений структуры при спекании порошков (дифракция, XAFS) 8. Исследование материалов биомедицинского назначения (дифракция, томография, XAFS)
БГТУ им. В.Г. Шухова	<ol style="list-style-type: none"> 1. Анализ структуры композиционных строительных материалов с учетом типа модификации и условий эксплуатации (дифракция, томография) 2. Исследование структуры и механизмов деструкции высоконаполненных полимерных композитов в условия деформационного и теплового воздействий (дифракция, томография)

3 Экспериментальные методы

Станция «Материя» будет спроектирована и изготовлена с целью развития новых возможностей различных экспериментальных методик (дифракция, 2D и 3D микроскопия, спектроскопия) в области жёсткого рентгеновского диапазона, появление которых обусловлено высокой яркостью источников СИ 4-го поколения. Разработанная рентгенооптическая концепция реализует идею универсальности станции для комплексных *in situ* и *operando* исследований с высоким пространственным и временным разрешением. Принципиальная возможность варьировать размер пучков излучения от нанометров до 1 миллиметра, наряду с возможностью использования как монохроматических, так и, так называемых, «розовых» пучков уширенных гармоник ондулятора, при этом сохраняя положение точки фокуса на образце, делает станцию уникальным материаловедческим инструментом для исследования процессов, происходящих на разных уровнях организации материи. Вкупе, это позволит максимально эффективно и комплексно устанавливать взаимосвязь между иерархической структурой и свойствами материалов, от металлов до биологических образцов, и является ключевым компонентом в дальнейшем создании, развитии и исследовании конструкционных и функциональных материалов следующего поколения для Индустрии 4.0.

Основные методы:

- *In situ* и *operando* дифракция (дифракция с использованием монохроматического и “розового” пучков, дифракция в геометриях скользящего пучка и “на просвет”, энергодисперсионная дифрактометрия);

- *In situ* и *operando* рентгеновская визуализация (абсорбционная и фазово-контрастная рентгенография и томография, дифракционно-контрастная томография).

Дополнительные методы:

- Малоугловое (SAXS) и ультра малоугловое рентгеновское рассеяние (USAXS);
- Аномальная дифракция, тонкая структура аномальной дифракции;
- Рентгенофлуоресцентная спектроскопия (XRF);
- XAFS-спектроскопия.

Перспективные методы, планируемые для развития:

- Трёхмерная дифракция (3D-XRD);
- Темнопольная рентгеновская микроскопия (Dark field X-ray microscopy);
- Когерентный дифракционный имиджинг (CDI).

Дифракция и рентгеновская визуализация являются важным структурным инструментом для характеристики кристаллических и квазикристаллических фаз, деформаций, ориентации и текстуры, а также для изучения межзёренных интерфейсов многокомпонентных соединений. Именно потому станция оптимизирована под исследования этими методами, являющимися ключевыми для материаловедения. Однако, возможности современных вставных устройств и оптики позволят также эффективно реализовать спектроскопические методы для исследования состава и локальной структуры материалов. Методы XAFS-спектроскопии позволят распространить исследовательские возможности на аморфные и другие вещества, не имеющие дальнего порядка. Методы рентгенофлуоресцентного анализа на синхротронном излучении позволят получать информацию о составе исследуемых веществ с исключительно высокой чувствительностью, а когерентный дифракционный имиджинг обеспечит максимально высокое пространственное разрешение (вплоть до дифракционного предела).

4 Принципиальная рентгенооптическая схема

Общая компоновка станции “Материя” схематично представлена на **Рисунке 4.1**. Полная длина станции от точки излучения до последнего элемента (камера для исследований методами SAXS и USAXS) составляет 78-80 метров.

Поставленная задача, согласно которой станция должна работать, как “материаловедческий микроскоп”, открыть широкие возможности для комбинации дифракционных и спектроскопических методов, достичь высоких пространственных и временных разрешений, налагает существенные требования как к устройству генерации излучения, так и к рентгенооптическому тракту станции. Необходимо обеспечить как спектрально узкие, так и спектрально широкие пучки; необходимо сохранить высокие потоки излучения, получать пучки, размерами от 1 мм до десятков нанометров в одной точке образца, “держат” оптикой эту точку в процессе серии микроскопических экспериментов и при этом обеспечить снижение тепловых нагрузок на оптические элементы.

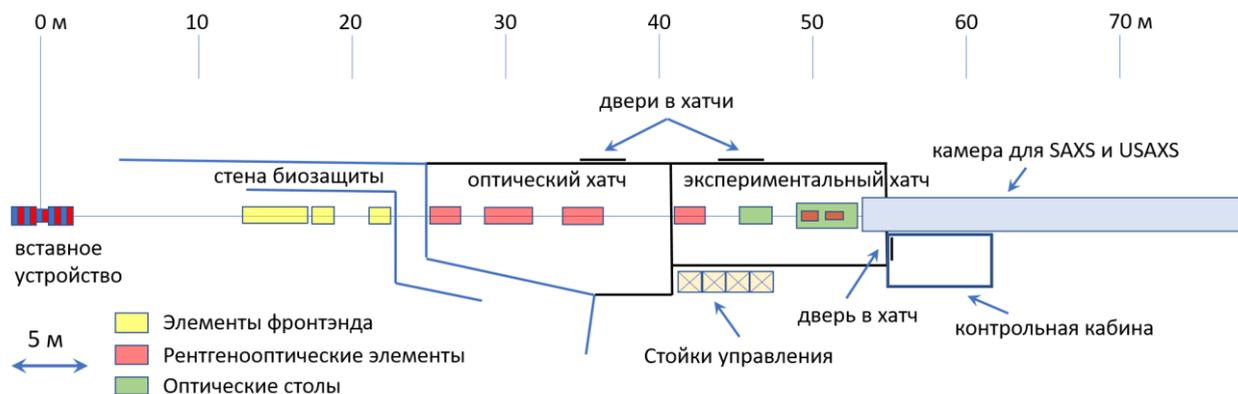


Рисунок 4.1. Общая компоновка станции.

В результате целого ряда размышлений, обсуждений и расчётов нами предложен достаточно гибкий, как мы считаем, инструмент для решения поставленной задачи, а именно рентгенооптический тракт станции, схематически представленный на **Рисунке 4.2**: трансфокатор, двухзеркальный (на основе зеркал с многослойными покрытиями) и четырёхкристальный монохроматоры размещены в оптическом хатче станции, оптика финального фокуса (преломляющие линзы и КБ зеркала) - в экспериментальном хатче.

Предполагаются следующие режимы работы станции:

1. Для традиционных методов дифракции будут использоваться трансфокатор, DMM, QCM в различных комбинациях. Вставное устройство будет работать в обычном режиме.
2. Для Лауэ-дифракции вставное устройство будет работать в режиме генерации уширенных гармоник, основными оптическими элементами будут трансфокатор и/или DMM.
3. Для XAFS-исследований вставное устройство также будет работать в режиме генерации уширенных гармоник, основными оптическими элементами будут трансфокатор, DMM и QCM. С использованием QCM также вполне можно реализовать метод QXAFS с частотами регистрации спектров до 1кГц.
4. Для методов микро-радиографии (с возможностью 3D - микротомографии, птихография) будут использоваться трансфокатор и DMM. Предполагается, что основной режим работы вставного устройства - обычный, но возможна и работа в режиме генерации уширенных гармоник.
5. Для решения задач методами малоуглового (SAXS) и ультра малоуглового рентгеновское рассеяние (USAXS) будут использоваться трансфокатор, DMM, QCM в различных комбинациях. Вставное устройство будет работать в обычном режиме.
6. Рентгенофлуоресцентный анализ (XRF) рассматривается, как вспомогательная методика исследований, и может быть легко реализован совместно с другими методами установкой полупроводникового детектора. Для флуоресцентной конфокальной рентгеновской микроскопии и томографии потребуется только возможность перемещения образца и соответствующая оптика на детектор.

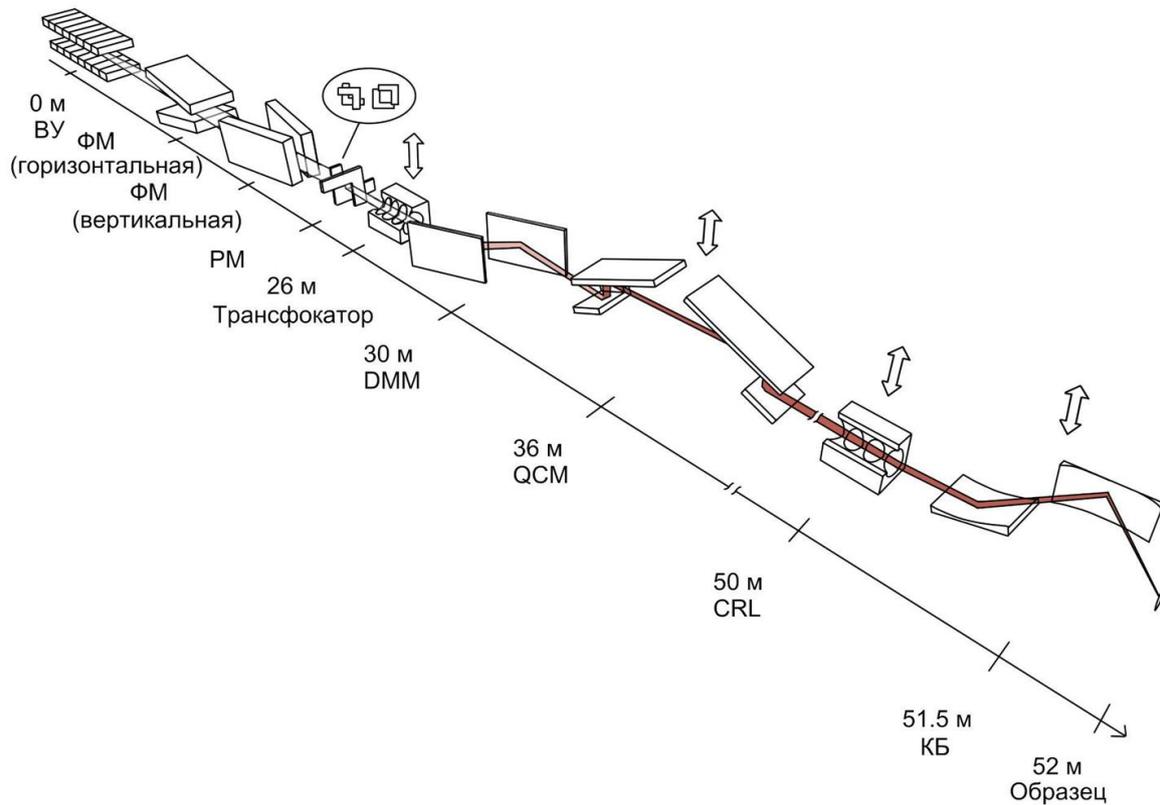


Рисунок 4.2. Общая рентгенооптическая схема станции. На рисунке указаны примерные расстояния, на которых находятся элементы. ВУ - вставное устройство; ФМ - фиксированная маска; РМ - регулируемая маска; Трансфокатор - набор составных преломляющих линз; DMM (Double Multilayer Monochromator) - двухзеркальный монохроматор; QCM (Quadruple Crystal Monochromator) - четырёхкристальный монохроматор; CRL - набор составных преломляющих линз финального фокуса; КБ зеркала (K-B mirrors) - зеркала Киркпатрика-Баеза финального фокуса.

Во всех перечисленных режимах набор масок, находящийся во фронтэнде, обеспечивает предварительную коллимацию излучения из источника. При необходимости проведения микро- и наноисследований в пучок СИ будет вводиться оптика финального фокуса (CRL и/или КБ зеркала).

Следует отметить одно исключительно важное свойство предложенной схемы для материаловедческих задач - а именно - в подавляющем большинстве режимов работы оптики установки пучок излучения направляется в одну и ту же точку образца. Более того, при техническом проектировании мы планируем заложить возможность подстройки положения фокуса пучка СИ в плоскости образца также при помощи оптических элементов, что особенно важно при субмикронной фокусировке.

В рентгенооптических расчётах были использованы следующие рабочие параметры источника синхротронного излучения 4-го поколения (ЦКП «СКИФ»): энергия электронов 3 ГэВ, рабочий ток 400 мА (в условиях *top-up* инжекции), эмиттанс $76 \text{ пм}^* \text{ рад}$, значения β_x , β_y в центре прямолинейного промежутка составляют 0.53 и 3.04 м соответственно.

4.1 Вставное устройство

В качестве источника СИ (вставного устройства, ВУ) для станции планируется использовать двухсекционный короткопериодный сверхпроводящий ондулятор. Соединение секций планируется осуществить при помощи трёхполосного корректора фазы. Оптимизация параметров ВУ была проведена для работы в энергетическом диапазоне 10-30 кэВ (основной диапазон). При оптимизации мы стремились получить максимальный поток излучения через апертуру фронтэнда в основном диапазоне энергий, снизить номера рабочих гармоник ондулятора, не выйти за пределы допустимых плотностей потока излучения для первого зеркала DMM и первого кристалла QCM. При этом для лучшей стабилизации пучков излучения планируется использовать водяное охлаждение DMM, принципиальная возможность использования которого на ярких пучках источника 4-го поколения ESRF-EBS показана в [10]. Длина магнитной структуры секций ВУ одинакова и была определена из условий технической возможности изготовления и оптимизации количества сегментов в каждой секции с корректирующими катушками для уширения гармоник согласно [11].

В результате проведённой работы мы остановились на следующих параметрах ВУ: количество секций 2 (секции одинаковы), период магнитного поля 13,5 мм, количество периодов в секции 140, количество сегментов 10 (число периодов в каждом сегменте равно 14), поле 1.08 Тл, полная мощность излучения из ВУ составляет 10 кВт. Максимальному полю соответствует $K = 1.36$, энергия первой гармоники - 3.3 кэВ. Фазовая ошибка полагалась равной 3%.

Спектральная плотность потока излучения из ондулятора через апертуру фронтэнда (угловая апертура составляет 86×61 мкрад, что соответствует 6σ расходимости третьей гармоники) приведена на **Рисунке 4.1.1**. Огибающая спектральной характеристики излучения из ондулятора при вариации поля от 0.05 до 1.08 Тл представлена на **Рисунке 4.1.2**, основные рабочие гармоники - 3, 5, 7 и 9. Угловые характеристики соответствующих гармоник и пространственные характеристики источников, рассчитанные с помощью программы SPECTRA 11 [12], приведены на **Рисунке 4.1.3 и 4.1.4**, соответственно.

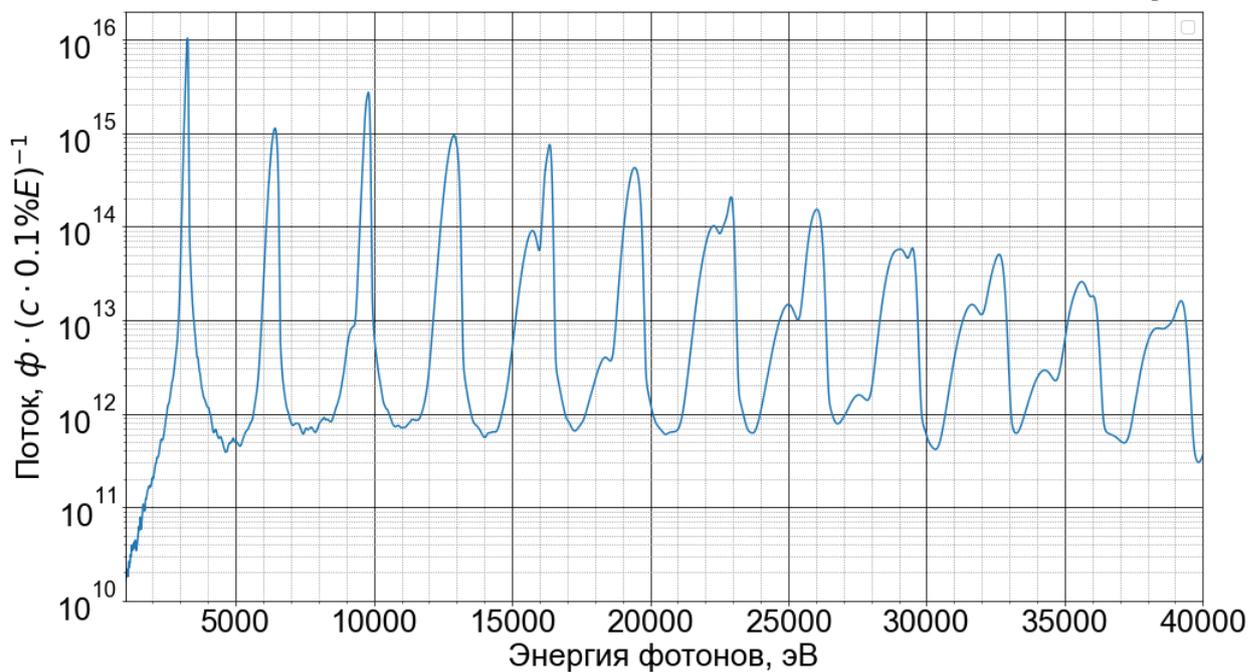


Рисунок 4.1.1. Спектральная плотность потока через апертуру 86×61 мкрад с учётом фазовой ошибки 3%.

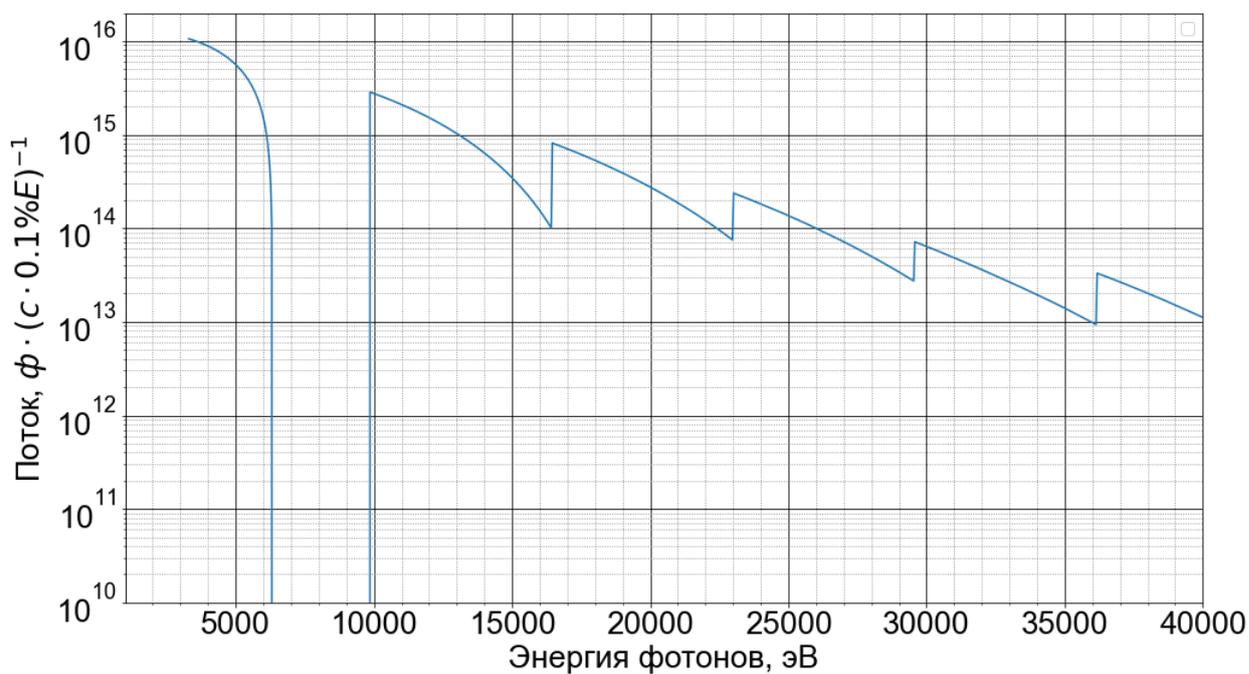


Рисунок 4.1.2. Огибающая спектральной характеристики.

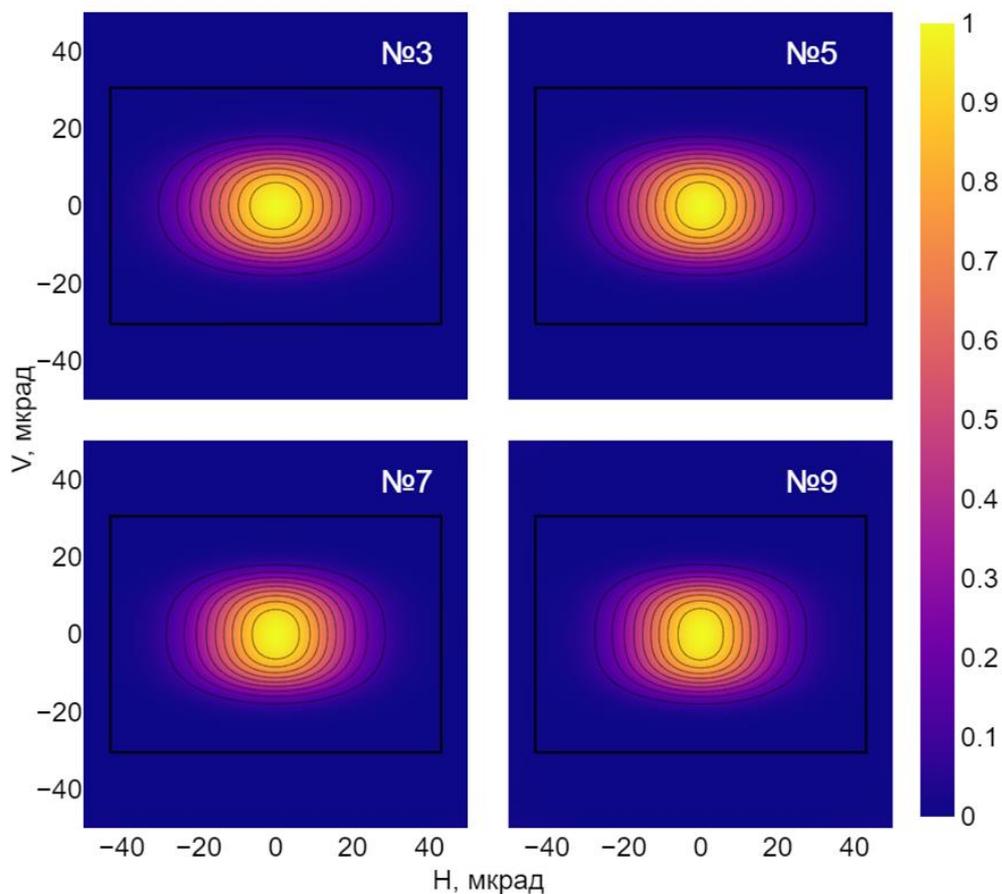


Рисунок 4.1.3. Угловые характеристики гармоник (RMS, мкрад): третьей (14.3 x 10.2), пятой (13.6 x 10.2), седьмой (13.2 x 10.2), девятой (12.6 x 10.5).

Плотности потока приведены в относительных единицах. Чёрным прямоугольником отмечена область, выделяемая регулируемым масками фронтэнды.

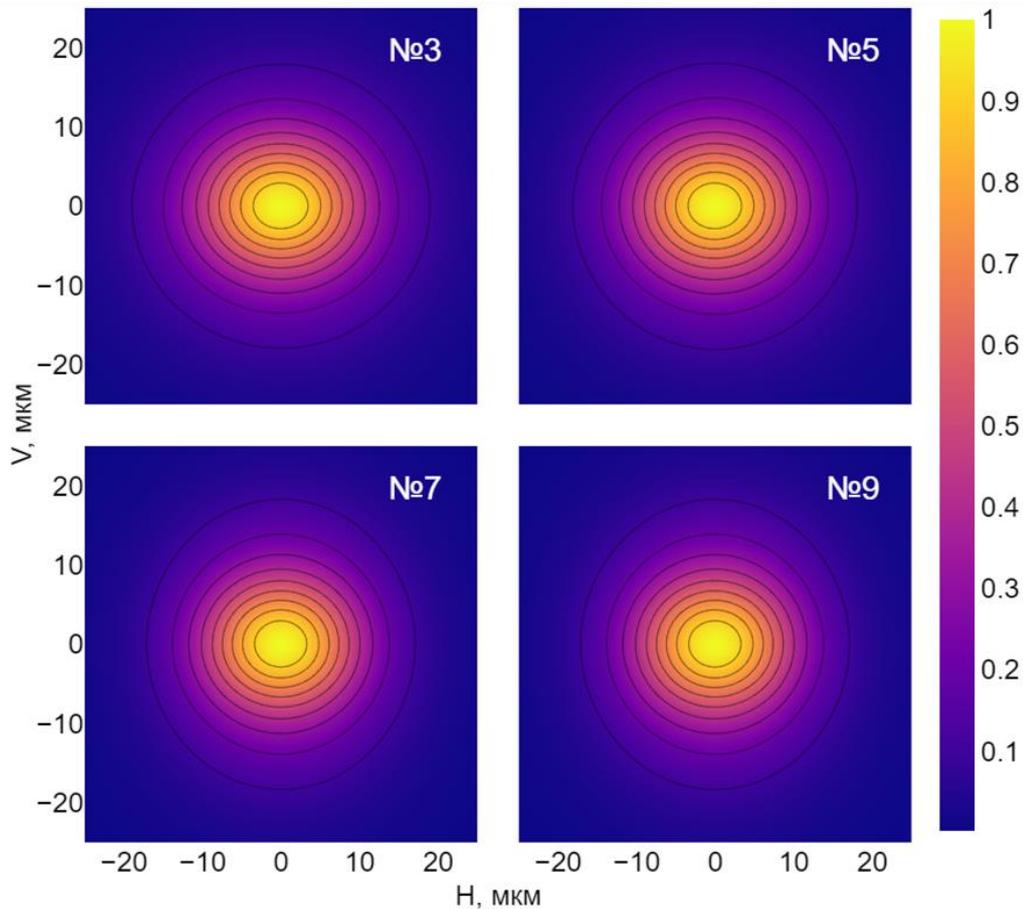


Рисунок 4.1.4. Пространственные профили гармоник в центре ондулятора (FWHM, мкм): третьей (18.3x15.4), пятой (17.7x15.4), седьмой (17.3x15.8), девятой (16.7x16.0). Плотности потока приведены в относительных единицах.

Одной из особенностей двухсекционного сегментированного ондулятора является возможность оперативного изменения ширины гармоника для реализации методов дифракции по Лауэ и QXAFS-спектроскопии. При этом ширина гармоника излучения (dE/E) в каждой секции может составлять 2.5 и 10%, а, с использованием небольшой отстройки несущей частоты гармоник в секциях друг от друга можно получить dE/E около 5% соответственно (режим уширенной гармоника для лауэ-дифракции). Спектральные характеристики ондулятора в таком режиме приведены на **Рисунке 4.1.5**, угловые характеристики приведены на **Рисунке 4.1.6**, пространственные профили пучка в центре ВУ, рассчитанные в вигглерном приближении, приведены на **Рисунке 4.1.7**. Расчёты проводились с помощью программы SPECTRA 11. Отметим, что основной рабочий диапазон уширенных гармоник составляет 15-25 кэВ, гармоника 5 и 7. Угловая апертура 45x45 мкрад была выбрана исходя из условия фильтрации гало (для пропускания относительно однородной центральной части уширенной гармоника).

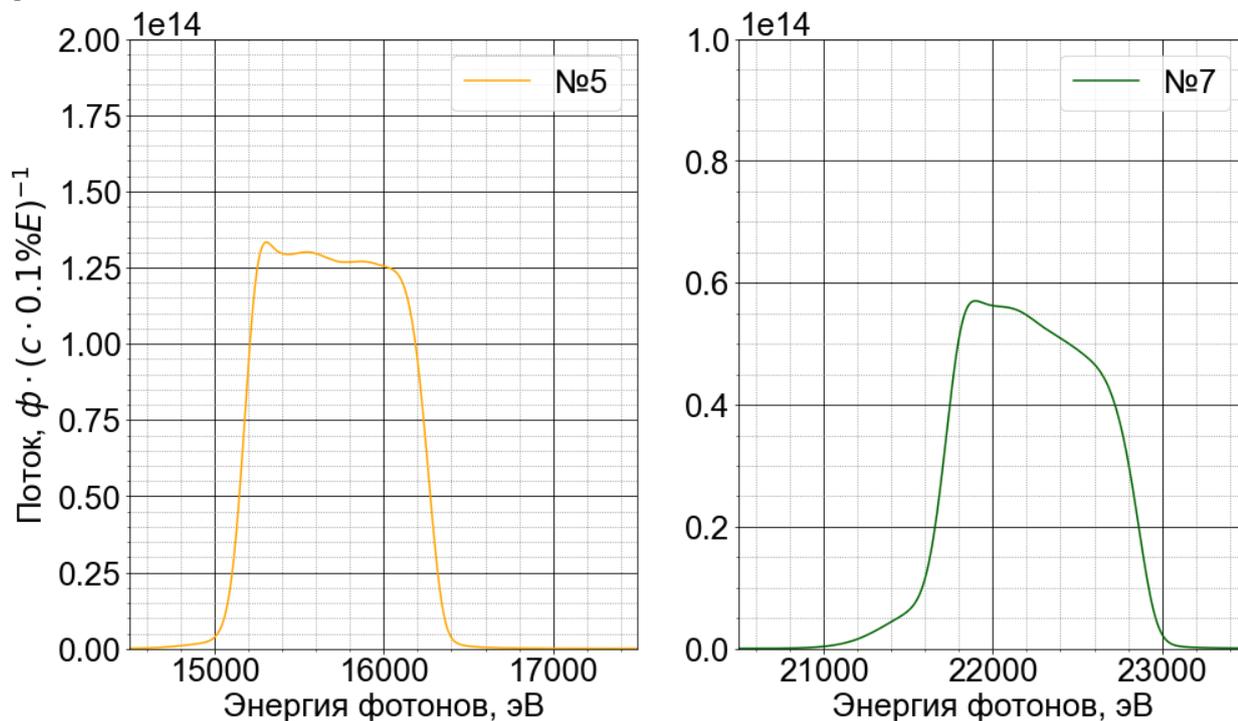


Рисунок 4.1.5. Спектральная плотность потока излучения из двухсекционного ондулятора в апертуре 45x45 мкрад в оптимальных режимах для пятой и седьмой гармоники.

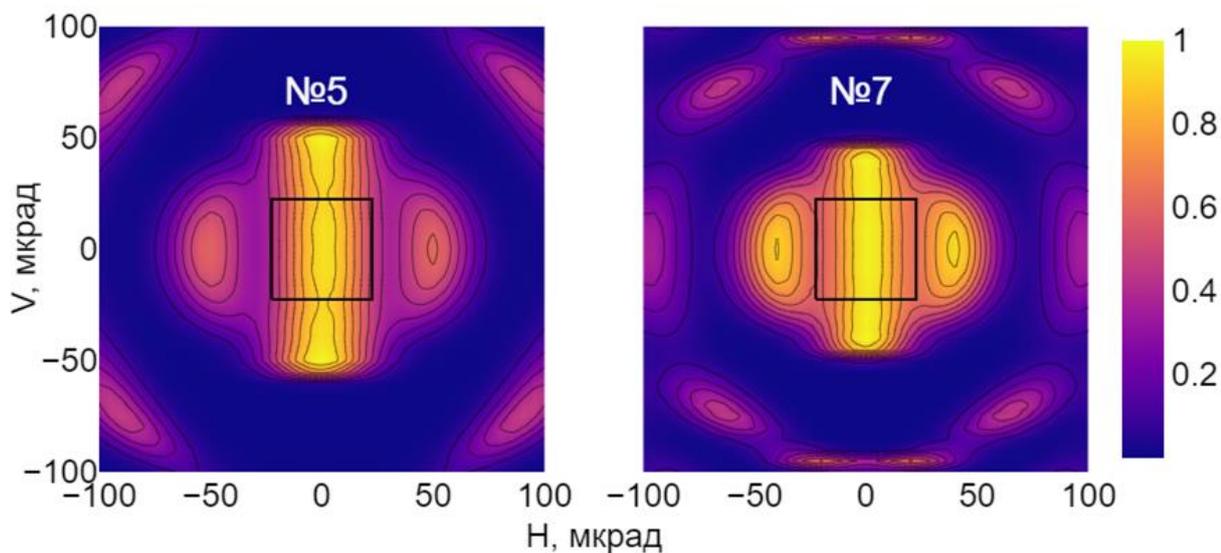


Рисунок 4.1.6. Расходимость излучения в оптимальных режимах для пятой и седьмой гармоники. Плотности потока приведены в относительных единицах. Чёрным квадратом отмечена область, выделяемая регулируемым масками фронтэнды 45x45 мкрад.

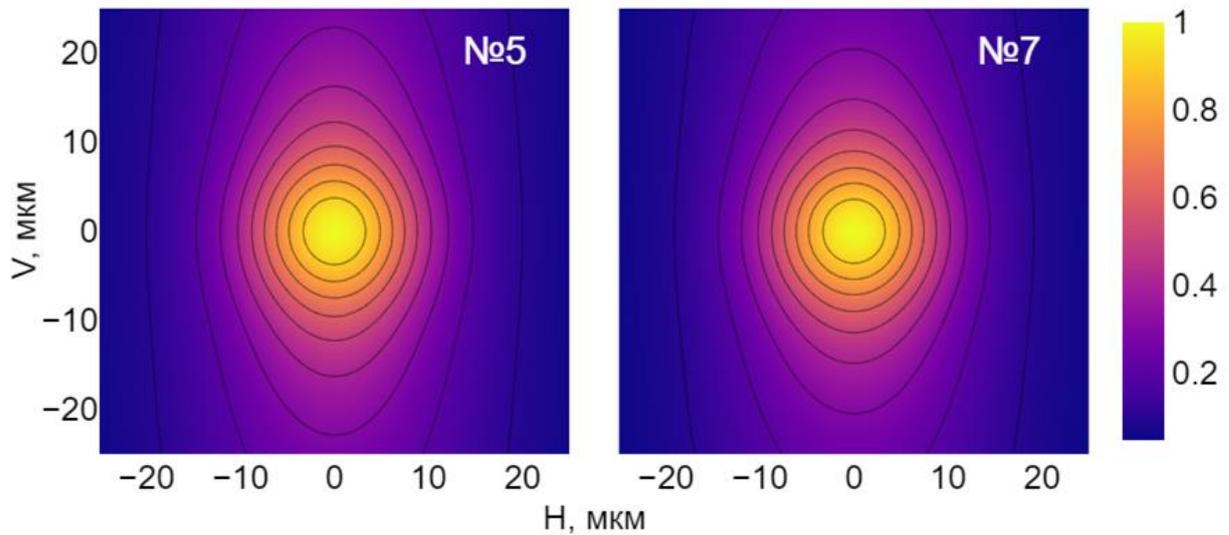


Рисунок 4.1.7. Пространственные профили гармоник в центре ондулятора в режиме уширенных гармоник (FWHM, мкм): пятой (17.5x24.2), седьмой (17.5x22.5).

Другой особенностью является потенциальная возможность снижения интенсивности (“гашение”) излучения 3-й гармоники при работе на 5-й и 7-й. Это важно для уменьшения паразитного сигнала, приходящегося на склон кривой ПВО многослойного зеркала DMM. Использование корректора фазы и специального распределения полей в сегментах с этой целью требует отдельного исследования.

В отдельных случаях для того, чтобы уменьшить продольный размер источника излучения возможно отключение одной из секций ондулятора и корректора фазы.

4.2 Фронтэнд

Схема фронтэнда представлена на **Рисунке 4.2.1**.

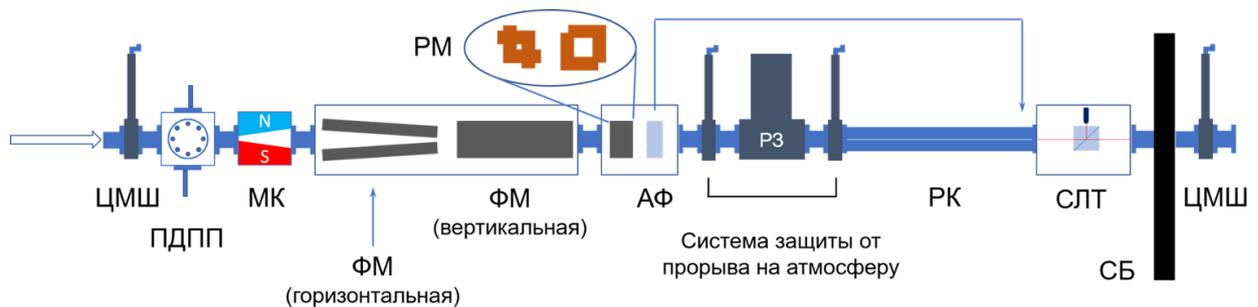


Рисунок 4.2.1. Схема фронтэнда станции. ЦМШ – Цельнометаллический шибер; ПДПП – Пластинчатый датчик положения пучка; МК – Магнит-коллиматор; ФМ – Фиксированная маска; РМ – Регулируемая маска; АФ – Алмазные фильтры (совмещены с датчиком положения пучка); РЗ – Радиационный затвор; РК – Радиационный коллиматор; СЛТ – Система ввода лазера для трассировки пучка; СБ – Стена биологической защиты.

На расстоянии 11 м от центра прямолинейного промежутка (источника излучения), в котором располагается ВУ, находится цельнометаллический шибер, отделяющий вакуумную камеру накопителя от вакуумной камеры фронтэнда станции. Полная длина фронтэнда составляет около 14 м. Фронтэнд отделён от оптической части станции другим цельнометаллическим шибером, находящимся в экспериментальном зале сразу за стеной биозащиты (25 м от источника излучения).

Состав фронтэнда представлен в подписи к **Рисунку 4.2.1**. Магнит-коллиматор с горизонтальным полем предохраняет канал станции от попадания пучка электронов, который в случае аварии может вылететь из накопителя. Система из двух мониторов позволяет контролировать положение пучка СИ по углу и поперечным координатам, при этом второй монитор совмещён с алмазным фильтром. Система, состоящая из фиксированной и регулируемой масок, позволяет задать угловой размер пучка СИ, выходящего из фронтэнда. Фиксированные маски (горизонтальная и вертикальная) задают угловой размер в 200x200 мкрад, а регулируемые служат в качестве первичной щели. В основном режиме работы регулируемые маски будут выделять угловой размер пучка СИ, соответствующий 6σ расходимости третьей гармоники ондуляторного излучения.

В состав фронтэнда также входят радиационный затвор, позволяющий работать в оптическом хатче без выключения ВУ, радиационный коллиматор для предохранения канала станции от ливней и система лазерной трассировки для упрощения выставки оптических элементов станции.

Алмазные фильтры общей толщиной 400 мкм служат для фильтрации первой гармоники излучения ондулятора и снижения тепловой нагрузки на последующие оптические элементы. Спектральная плотность потока излучения из ондулятора через апертуру фронтэнда (86x61 мкрад) после фильтрации приведена на **Рисунке 4.2.2**.

Мощность излучения, проходящего через апертуру 86x61 мкрад, составляет 525 Вт. Алмазными фильтрами поглощается 239 Вт, таким образом мощность излучения, выходящего из фронтэнда, составляет 286 Вт. Плотность мощности излучения в мВт/мкрад² приведена на **Рисунке 4.2.3**.

Мощность излучения, проходящего через апертуру 45x45 мкрад в оптимальном режиме для пятой и седьмой уширенных гармоник, составляет 211 и 208 Вт соответственно. Алмазными фильтрами поглощается 87 и 86 Вт, таким образом мощность излучения, выходящего из фронтэнда, составляет 124 и 122 Вт соответственно. Плотность мощности излучения в мВт/мкрад² приведена на **Рисунке 4.2.4**.

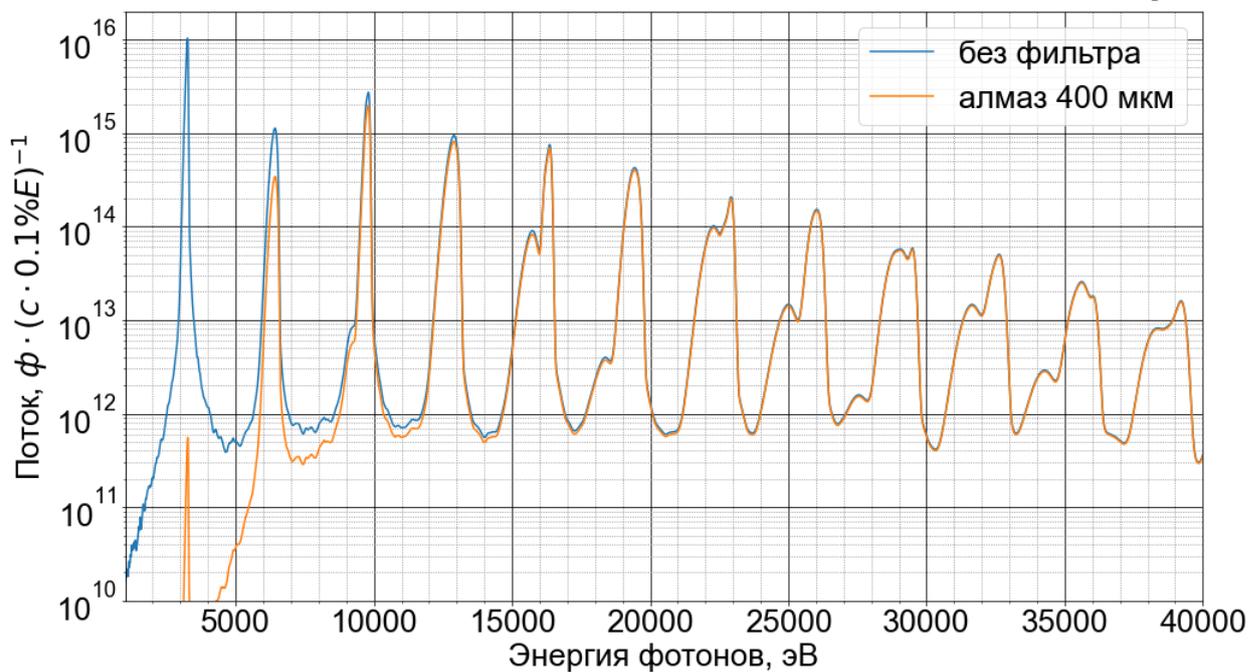


Рисунок 4.2.2. Спектральная плотность потока излучения ондулятора до и после алмазного фильтра толщиной 400 мкм (угловая апертура 86x61 мкрад).

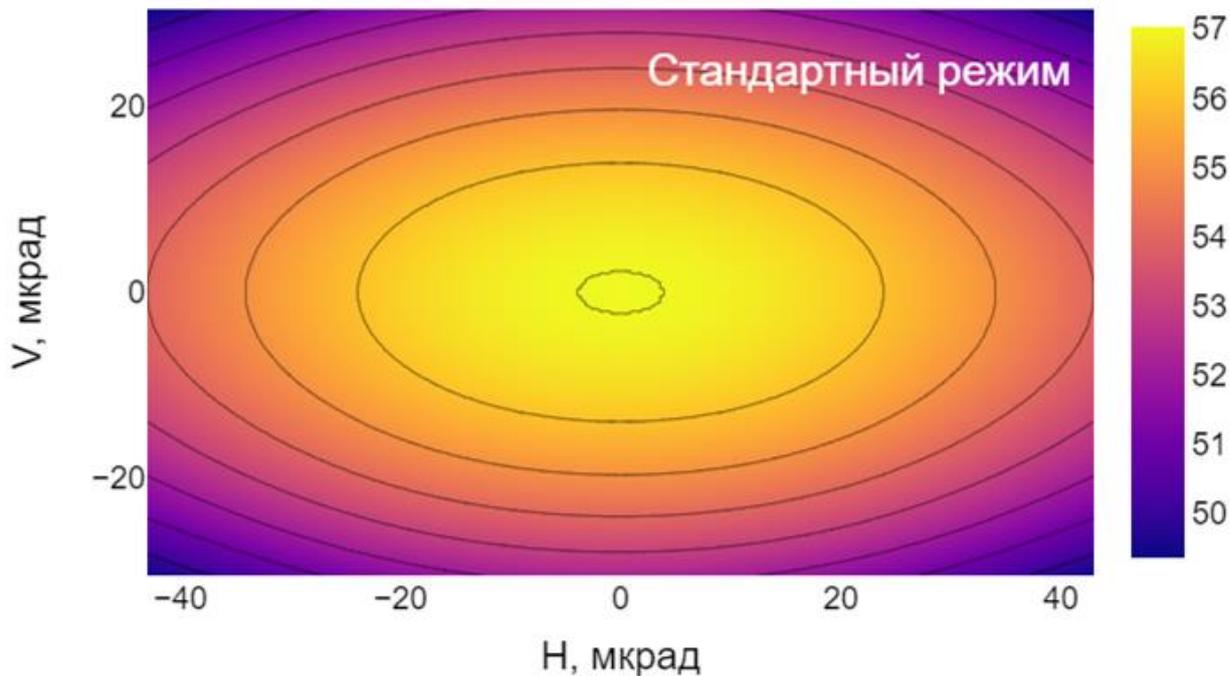


Рисунок 4.2.3. Пространственное распределение мощности излучения, выходящего из фронтэнды в стандартном режиме работы, в мВт/мкрад².

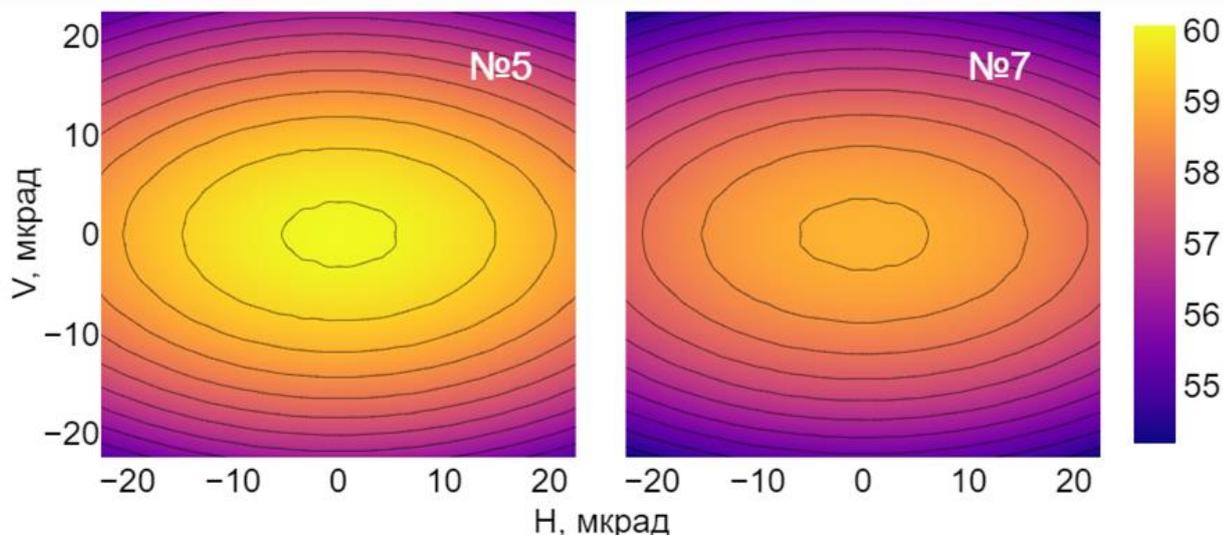


Рисунок 4.2.4. Пространственное распределение мощности излучения, выходящего из фронтэнды в режимах 5-й и 7-й уширенных гармоник, в мВт/мкрад².

Предполагается, что алмазный фильтр будет подвижным, а сам фронтэнд - безоконным. По этой причине во фронтэнде также будет размещена система защиты от прорыва на атмосферу, предотвращающая попадание воздуха в вакуумный канал накопителя в случае вакуумной аварии на станции.

4.3 Рентгеновская оптика станции

Рентгенооптическая схема представлена на **Рисунке 4.3.1**.

Предполагаются следующие режимы работы фокусирующей оптики станции:

- оптика выведена из пучка (без фокусировки);
- коллимация излучения трансфокатором;
- фокусировка 1:1 с помощью трансфокатора (возможна работа в сходящихся пучках);
- фокусировка 25:1 с помощью CRL (без коллимации);
- фокусировка с помощью CRL (с коллимацией трансфокатором);
- фокусировка 100:1 с помощью КБ зеркал (без коллимации, CRL выведены из пучка);
- фокусировка с помощью КБ зеркал (с коллимацией трансфокатором, CRL выведены из пучка).

В каждом из перечисленных режимов первичная монохроматизация излучения (1% или 5%) осуществляется при помощи DMM. При необходимости получения более узких спектральных полос используется QCM, а DMM обеспечивает снижение тепловой нагрузки на первый кристалл QCM.

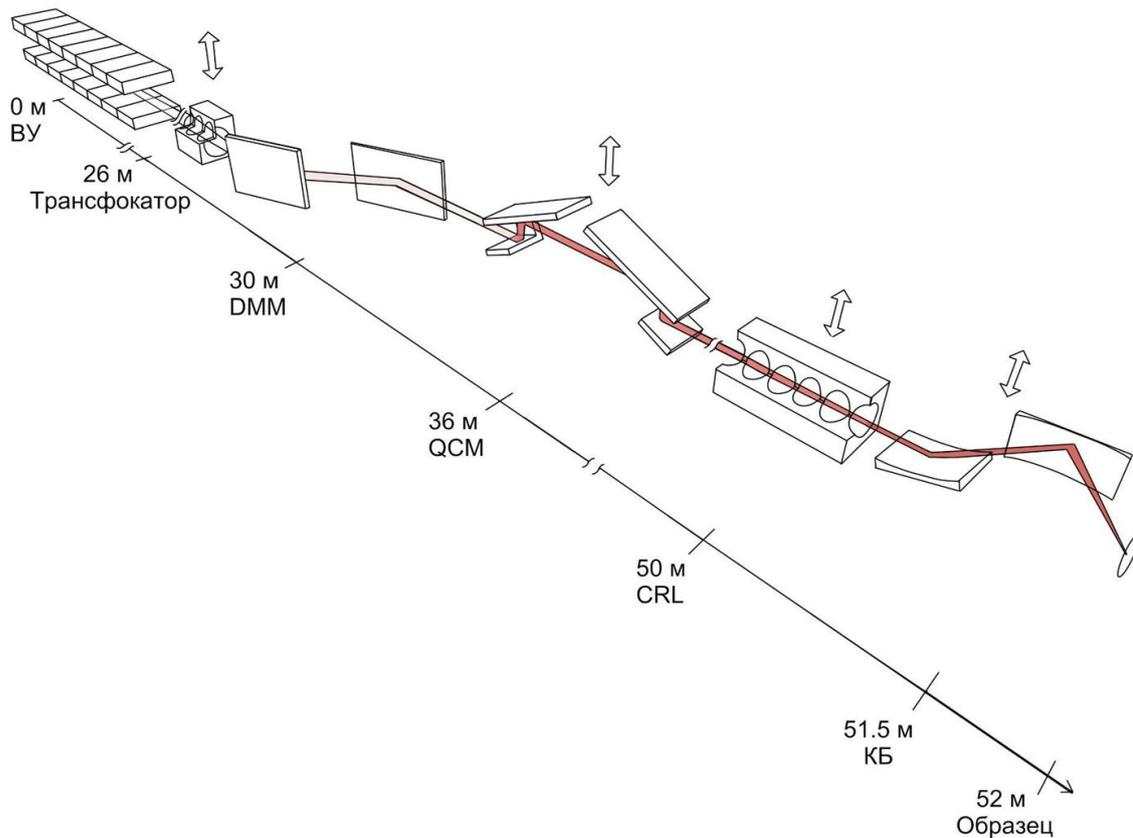


Рисунок 4.3.1. Рентгенооптическая схема станции. На рисунке указаны расстояния, на которых находятся элементы. Трансфокатор - набор составных преломляющих линз; DMM - двухзеркальный монохроматор; QCM - четырёхкристальный монохроматор; CRL - набор составных преломляющих линз финального фокуса; КБ зеркала - зеркала Киркпатрика-Баеза финального фокуса. Стрелками отмечены элементы, которые могут быть выведены из пучка СИ.

Трансфокатор

Трансфокатор представляет собой набор составных преломляющих линз с изменяемым числом линз, устанавливаемый в пучке СИ. Трансфокатор располагается в оптическом хатче сразу после стены биозащиты (первый интерфейс - 26 м). Трансфокатор будет служить для коллимации излучения или его фокусировки в соотношении 1:1. Оптимальный радиус кривизны линз R выбран из условий сохранения максимального потока излучения и минимизации количества наборов линз в трансфокаторе при работе на различных ондуляторных гармониках. Радиус кривизны, при котором геометрической апертуры A линз достаточно для пропускания каждой из рабочих гармоник, составляет $R=500$ мкм, соответственно $A=1393$ мкм. Следует отметить, что при таком радиусе удалось подобрать наборы одинаковых линз с близкими фокусными расстояниями для фокусировки различных гармоник. При расчётах использовались “стандартные” линзы из бериллия [13]. В перспективе, при развитии соответствующей технологии изготовления, возможно применение алмазных линз.

Результаты расчётов трансфокатора (количество линз, фокусное расстояние, размер пятна излучения и количество фотонов на образце) в режиме коллимации и фокусировки излучения представлены в **Таблицах 4.3.1 и 4.3.2**. Расчёты проводились для поля, соответствующего максимуму интенсивности гармоник, с использованием кода Shadow 3 [14]. В расчётах учитывалось двукратное отражение от соответствующих многослойных зеркал DMM, а также поглощение дополнительными фильтрами, описанными в разделе о DMM. При этом многослойные зеркала Si/Be и Cr/Be предназначены для монохроматизации излучения в обычном режиме работы ондулятора, а W/Be для ондулятора с уширенными гармониками. Отметим, что зеркала W/Be также могут быть использованы и в обычном режиме работы ондулятора. В результатах расчётов указаны оба случая применения зеркал W/Be, для уширенных гармоник у номера гармоники стоит индекс “у”.

Таблица 4.3.1. Параметры трансфокатора в режиме коллимации излучения. Радиус кривизны линз R=500 мкм. Здесь и далее размер пятна излучения по горизонтали обозначен литерой H, по вертикали - V.

Энергия фотонов, кэВ (номер гармоники)	Число линз	Фокусное расстояние, м	Размер пятна излучения в фокусе (FWHM), мкм		Число фотонов в секунду после прохождения трансфокатора и DMM (указаны пары элементов многослойных зеркал)		
			H	V	1%, Si/Be	1%, Cr/Be	4.6%, W/Be
9.9 (3)	3	24.0	690	490	7.09E+15	-	-
16.4 (5)	8	24.7	660	510	3.40E+15	2.57E+15	2.36E+15
23 (7)	14	25.9	710	580	-	8.57E+14	6.29E+14
29.6 (9)	25	25.7	600	520	-	2.46E+14	
16.4 (5y)	7	24.0	1086	1086	-	-	1.18E+15
23 (7y)	14	25.3	1112	1113	-	-	2.13E+14

Таблица 4.3.2. Параметры трансфокатора в режиме фокусировки 1:1.

Энергия фотонов, кэВ (номер гармоники)	Число линз	Расстояние от первого интерфейса до перетяжки, м	Размер пятна излучения в фокусе (FWHM), мкм		Число фотонов в секунду после прохождения трансфокатора и DMM (указаны пары элементов многослойных зеркал)		
			H	V	1%, Si/Be	1%, Cr/Be	4.6%, W/Be
9.9 (3)	5	29,9	27	21	6.57E+15	-	-
16.4 (5)	14	28,6	33	27	3.10E+15	2.35E+15	2.15E+15
23 (7)	28	27,0	29	26	-	7.38E+14	5.41E+14
29.6 (9)	47	26,6	23	23	-	2.03E+14	-
16.4 (5y)	13	28.9	35	45	-	-	1.04E+15
23 (7y)	28	26.5	29	35	-	-	1.72E+14

На **Рисунке 4.3.2** представлены примеры полученных изображений источника на расстоянии 52 м. Интенсивность приведена в относительных единицах.

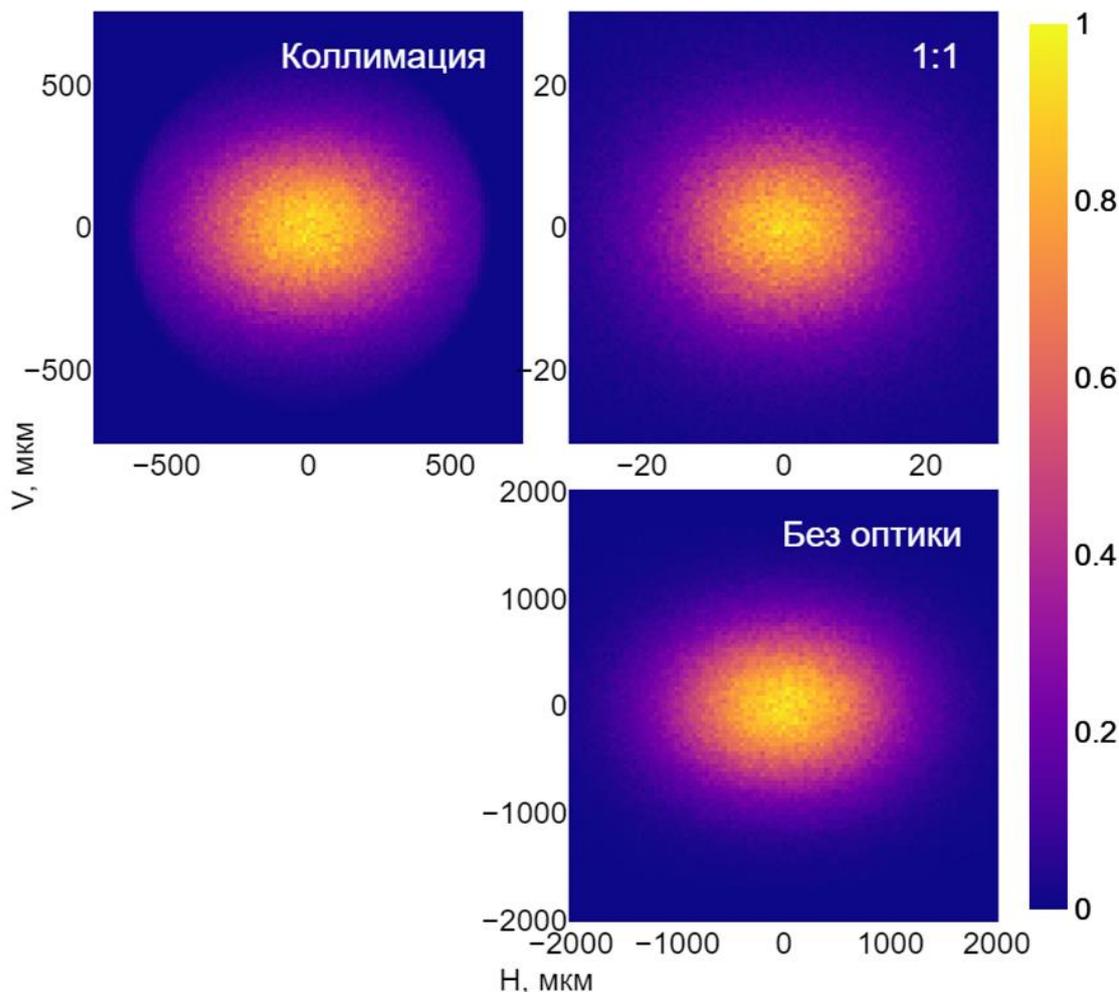


Рисунок 4.3.2. Изображение источника на расстоянии 52 м, рассчитанное для 3-й гармоники: при коллимации, при фокусировке 1:1, без оптики.

Двухзеркальный многослойный монохроматор (DMM)

Двухзеркальный многослойный монохроматор состоит из пары плоских зеркал, расположенных вертикально, т.е. плоскость отражения DMM горизонтальная. DMM предназначен для монохроматизации пучка СИ с dE/E около 1% и 5% или (при работе в паре с QCM) для первичной монохроматизации и снятия тепловой нагрузки с первого кристалла QCM. Схема DMM представлена на **Рисунке 4.3.3**.

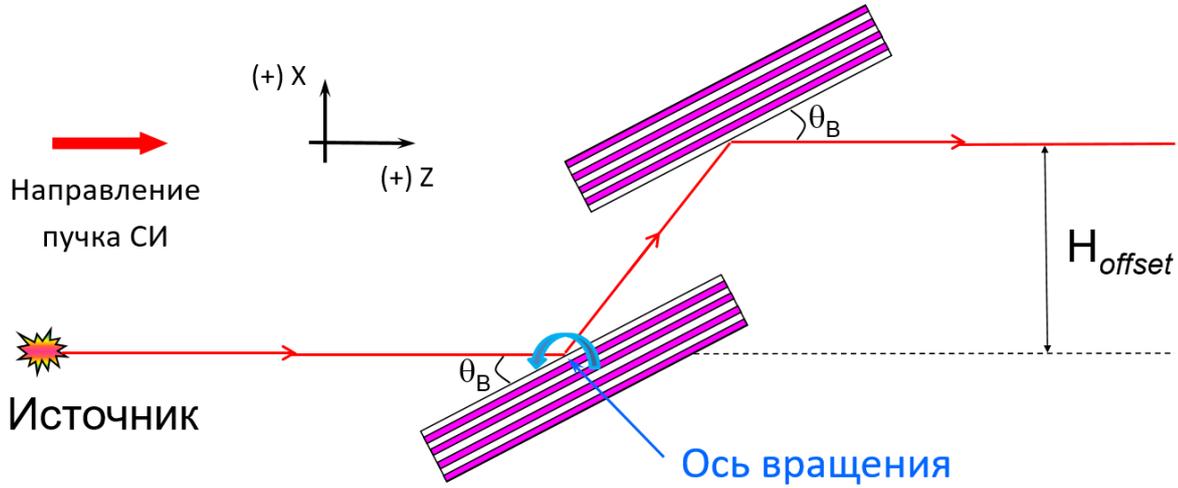


Рисунок 4.3.3. Ход лучей в двухзеркальном многослойном монохроматоре. θ_B - угол Брэгга, H_{offset} - горизонтальное расстояние между падающим и выходящим пучками излучения.

Покрытие зеркал будет состоять из трёх стрипов шириной 5 мм: Si/Be, Cr/Be и W/Be. Пары Si/Be и Cr/Be с $dE/E=1\%$ покрывают основной диапазон энергий 10-30 кэВ, пара W/Be с $dE/E=4.6\%$ предназначена для работы в режиме уширенной 5-й или 7-й гармоники. Параметры покрытий представлены в **Таблице 4.3.3**, коэффициенты отражения - на **Рисунке 4.3.4**. Расчёты производились с учётом шероховатости подложки (RMS) 3 Å и межслойной шероховатости (RMS) 3 Å с помощью кода [15] и кода ХОР [16].

Диапазон углов скольжения: 0.3° (5-я гармоника ондулятора, зеркала Si/Be) - 0.75° (5-я гармоника ондулятора, зеркала Cr/Be). Оптимальная длина зеркала при этом составляет около 300 мм.

Таблица 4.3.3. Параметры многослойных покрытий DMM. N - количество слоёв, γ - отношение толщины чётного подслоя к толщине периода структуры.

№	Покрытие	Период, Å	N	γ	Рабочий диапазон энергий, кэВ	dE/E , %	Углы скольжения, °
1	Si/Be	76.6	300	0.33	9-16	1	0.3-0.5
2	Cr/Be	30	300	0.33	16-30	1	0.4-0.75
3	W/Be	38	150	0.40	16-25	4.6	0.4-0.6

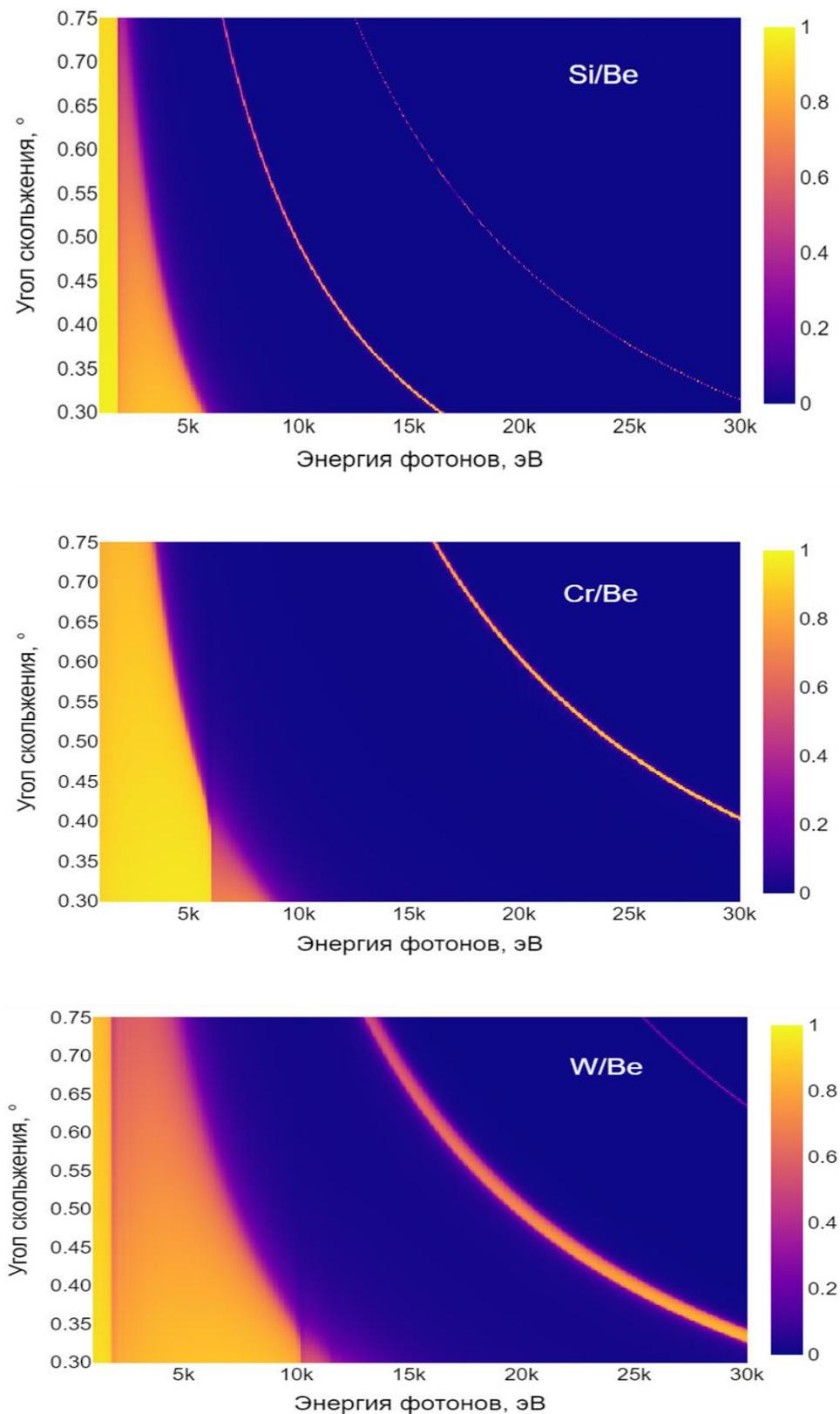


Рисунок 4.3.4. Зависимость коэффициента отражения многослойных покрытий DMM от энергии фотонов и угла скольжения. На рисунках указаны пары элементов покрытий.

Плотность мощности в режиме с наибольшей тепловой нагрузкой на первое зеркало, т.е. при наибольшем скользящем угле 0.75° (5-я гармоника ондулятора, зеркала Cr/Be), представлена на **Рисунке 4.3.5**.

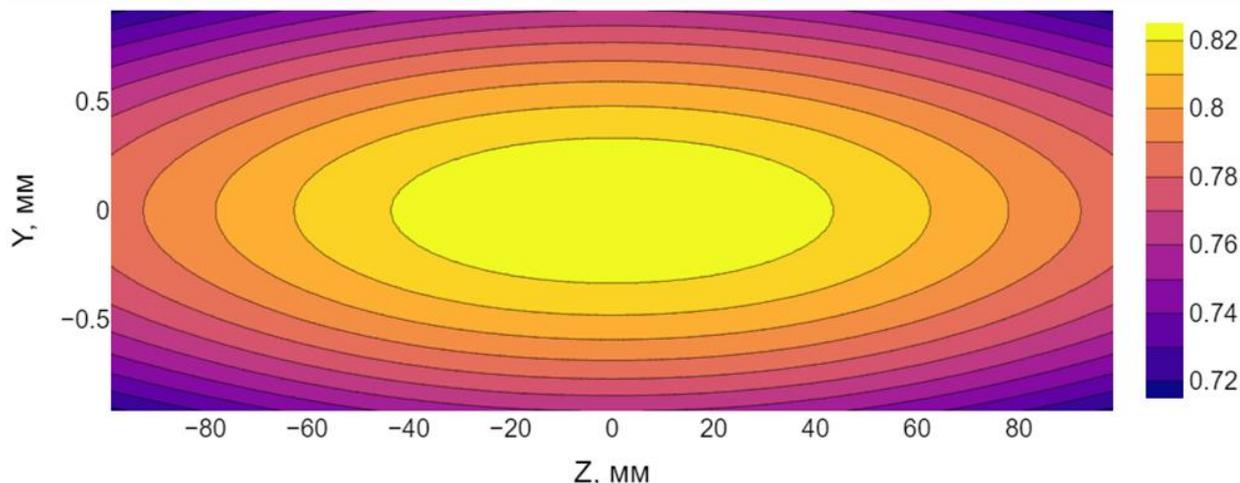


Рисунок 4.3.5. Плотность мощности в Вт/мм² падающего на первое многослойное зеркало излучения при скользящем угле 0.75° .

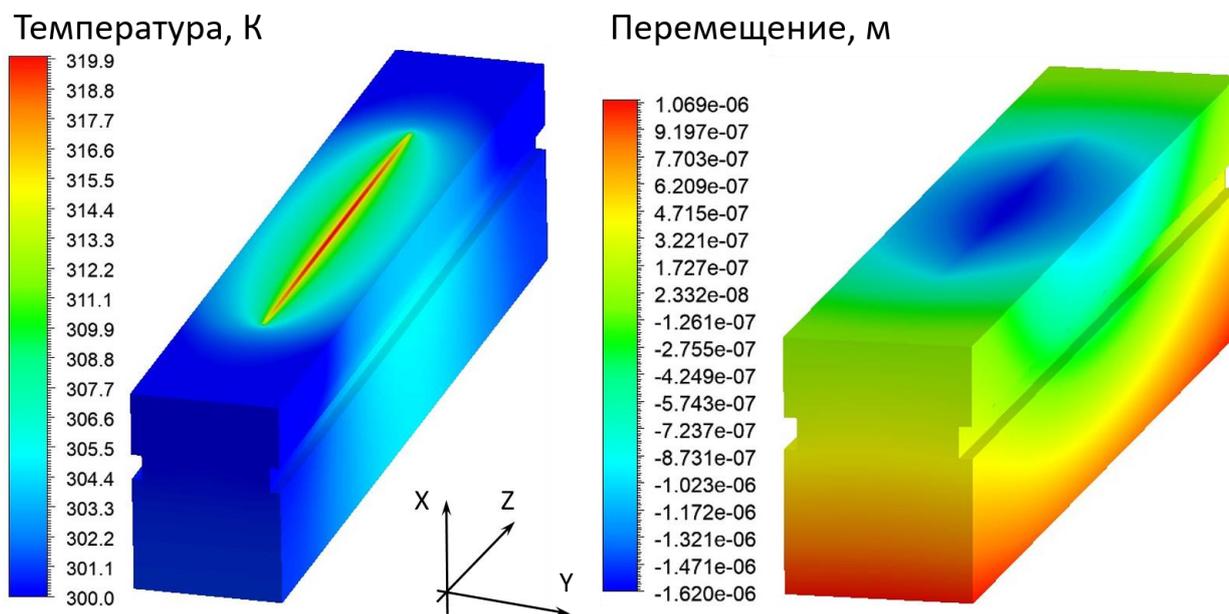


Рисунок 4.3.6. Объёмное стационарное распределение температуры (слева) и линейных перемещений (справа) первого зеркала при скользящем угле 0.75° .

Тепловые расчёты зеркала были проведены в программном комплексе ANSYS 2020R2 (модуль Fluent), использовалось приближение стационарного температурного поля с поверхностным распределением теплоты на рабочей ламели кремниевого зеркала. Многослойное покрытие не учитывалось. При этом предполагалось полное поглощение

падающего излучения. В модели задавались условия радиационного теплообмена с окружающей средой для боковых и нижней плоскостей зеркала, медные охлаждающие радиаторы были размещены на боковых плоскостях зеркала. Следуя методике, использованной в работе [8], сами радиаторы в модели не рассматривались, задавался коэффициент теплоотдачи равный $3000 \text{ Вт}/(\text{м}^2\text{К})$ и температура 295 К . В расчётах учитывалась зависимость теплофизических параметров кремния от температуры.

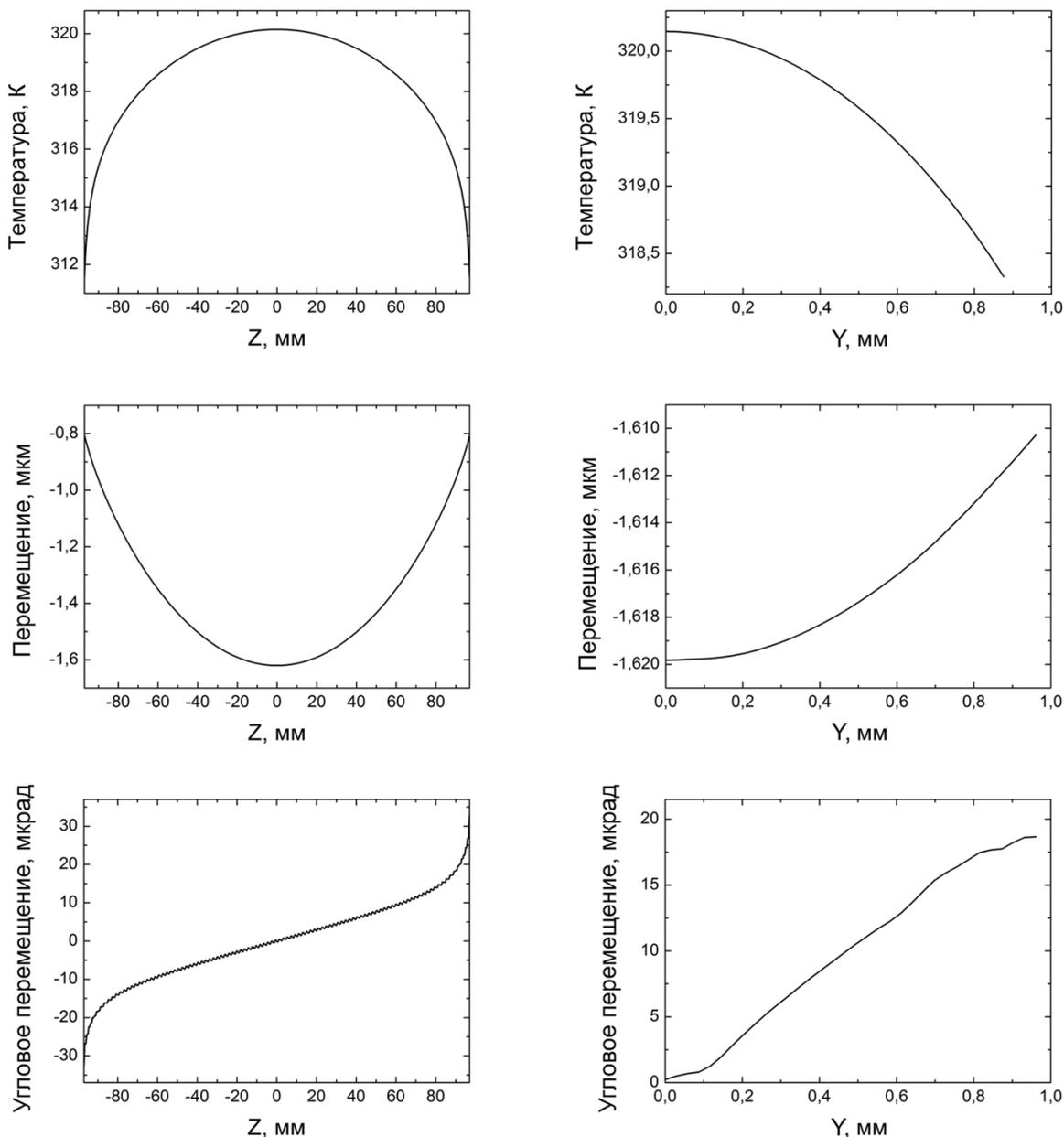


Рисунок 4.3.7. Профили температур и перемещений в средних сечениях. Слева приведены рисунки для параметров вдоль зеркала, справа - поперёк. Координата “0” по осям Y и Z соответствует центру зеркала.

Расчёты деформаций были проведены в программном комплексе ANSYS 2020R2 (модуль Static Structural) с учётом результатов по объёмному стационарному распределению температур. Результаты теплового расчёта, расчёта полей линейных и угловых перемещений поверхностей первого зеркала представлены на **Рисунках 4.3.6 и 4.3.7**.

Таким образом, требуемые параметры деформации первого зеркала могут быть обеспечены при помощи водяного охлаждения. Дальнейшая оптимизация системы охлаждения ДММ планируется на этапе технического проектирования.

Спектры излучения после двух отражений от зеркал ДММ при настройке на пропускание 3-й, 5-й, 7-й и 9-й гармоник, а также 5-й и 7-й уширенных гармоник представлены на **Рисунках 4.3.8 и 4.3.9** соответственно. Получено, что без использования дополнительной фильтрации при малых углах многослойных зеркал (работа на высоких гармониках), спектры излучения, прошедшего через ДММ, “загрязнены” мягкой компонентой (2-я и 3-я гармоники) ПВО. Для подавления этой компоненты в канале станции предлагается установить блок фильтров, представляющий собой набор фольг из различных материалов. Помимо подавления паразитных гармоник он будет служить для калибровки QCM по краям поглощения химических элементов.

Для оценки спектральной чистоты мы использовали коэффициент гармоник, определённый следующим образом:

$$K_{Гn} = \frac{\sqrt{\sum_{i \neq n} F_i^2}}{F_n},$$

где i - номер гармоники ондулятора, n - номер рабочей гармоники, F - соответствующие значения спектральной плотности потока фотонов, F_n - значение спектральной плотности потока фотонов для рабочей гармоники.

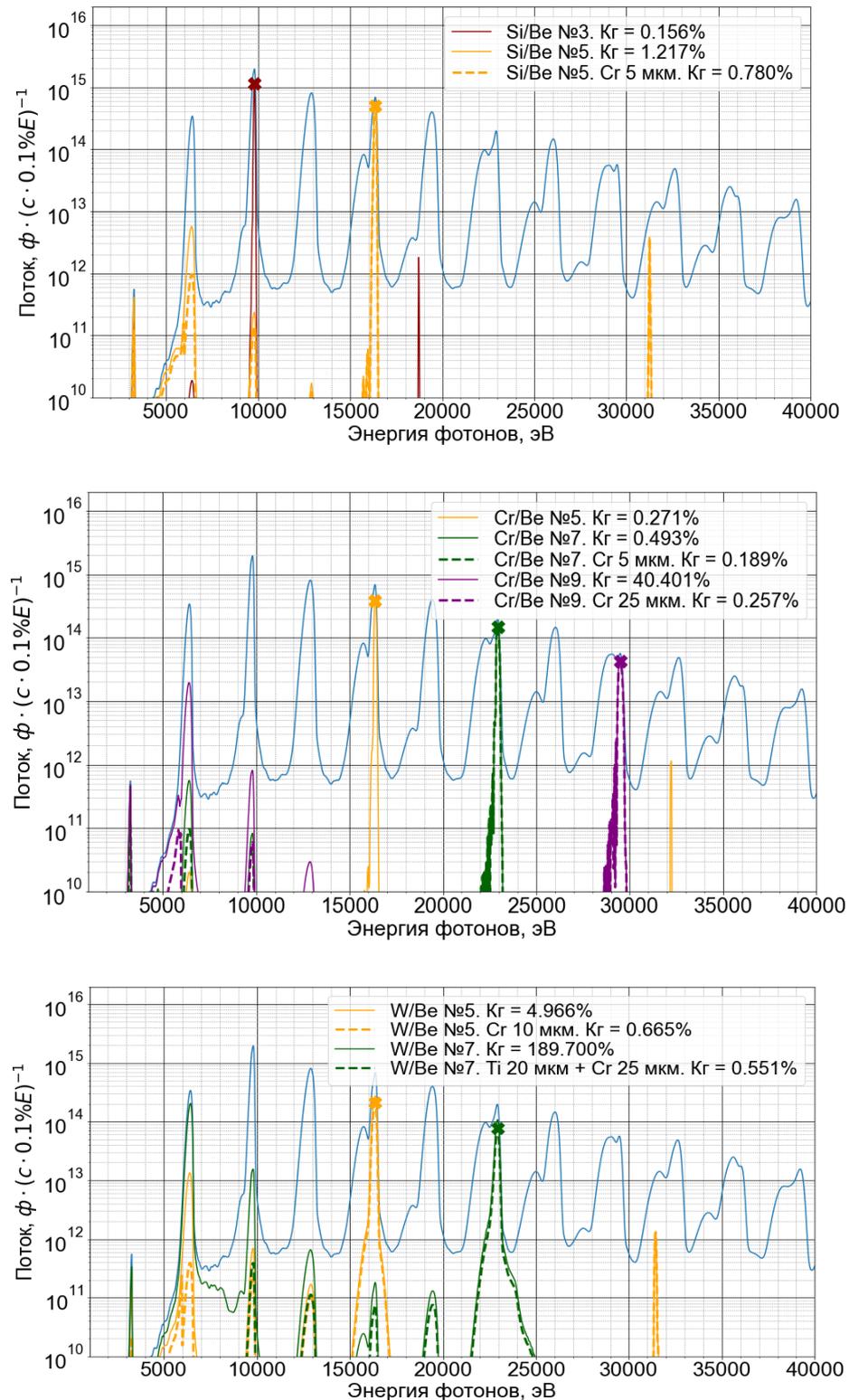


Рисунок 4.3.8. Спектры излучения после DMM в обычном режиме работы ондулятора при использовании стрипов: сверху - Si/Be, в центре - Cr/Be, внизу - W/Be. Рабочая гармоника отмечена знаком “X”. Пунктиром изображены спектры при использовании дополнительных фильтров. В легенде указан номер рабочей гармоники, материал и толщина дополнительного фильтра, коэффициент гармоник (K_r).

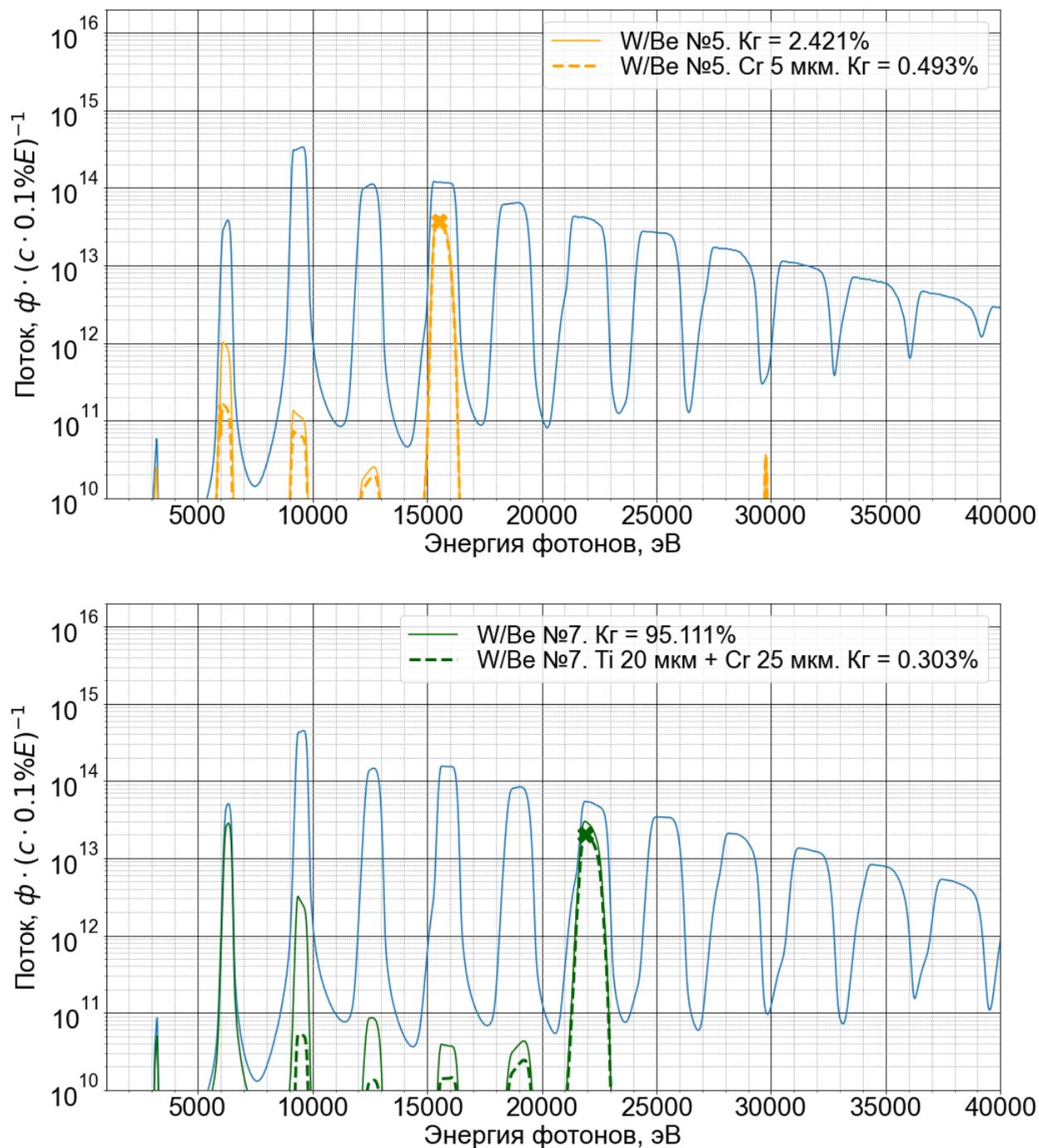


Рисунок 4.3.9. Спектры излучения после DMM в режиме уширенных гармоник при использовании стрипа W/Be: сверху - при настройке ВУ в режим генерации 5-й уширенной гармоники; внизу - 7-й гармоники. Рабочая гармоника отмечена знаком “X”. В легенде указан номер рабочей гармоники, материал и толщина дополнительного фильтра, коэффициент гармоник ($K_{г}$).

Путём применения фильтров, удаётся достичь $K_g < 0.3\%$ для всех рабочих гармоник в обычном режиме работы ондулятора и $K_g < 0.5\%$ - для уширенных гармоник.

Итоговые характеристики излучения на основных гармониках после DMM с применением фильтров приведены в **Таблице 4.3.4**.

Таблица 4.3.4. Полное число фотонов в секунду после DMM при использовании фильтров. K_g - коэффициент гармоник. Индексом “у” здесь и далее обозначены уширенные гармоники.

Энергия фотонов, кэВ (номер гармоники)	Si/Be		Cr/Be		W/Be	
	Поток, ф/с	K_g , %	Поток, ф/с	K_g , %	Поток, ф/с	K_g , %
9.9 (3)	8.87e+15	0.16	-	-	-	-
16.4 (5)	4.22e+15	1.22	3.19e+15	0.27	2.93e+15	0.67
23 (7)	-	-	1.10e+15	0.19	8.03e+14	0.55
29.6 (9)	-	-	3.38e+14	0.26	-	-
16.4 (5у)	-	-	-	-	1.49e+15	0.49
23 (7у)	-	-	-	-	2.85e+14	0.30

Для выбранного диапазона углов скольжения $0.3^\circ - 0.75^\circ$ нами была рассмотрена схема перемещения зеркал и возможные варианты конструкций DMM (**Рисунок 4.3.10**). Полный диапазон перемещения второго зеркала относительно первого при офсете $H_{offset} = 15$ мм составляет L от 573 до 1432 мм, т.е. 859 мм. При этом не требуется горизонтальной подстройки зеркал (в направлении D , см. **Рисунок 4.3.10А**), поскольку смещение второго зеркала составляет менее 1 мкм. Смена рабочих стрипов зеркал будет осуществляться их вертикальным перемещением (вдоль координаты Y) относительно пучка СИ на высоту 12-15 мм.

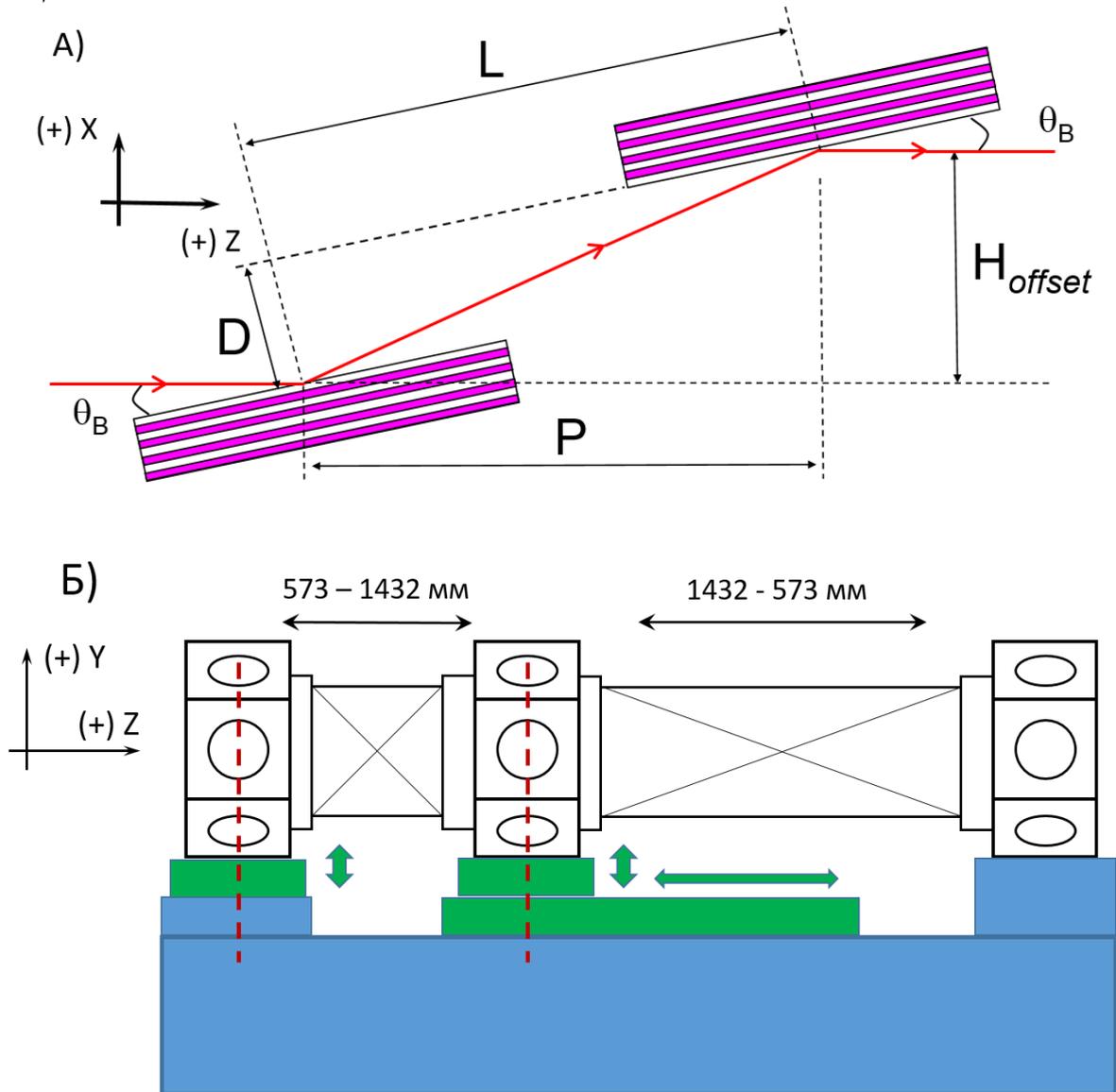


Рисунок 4.3.10. А) - схема DMM. L - расстояние между зеркалами вдоль перемещения, D - расстояние между отражающими плоскостями по вертикали, P - расстояние между центрами зеркал вдоль пучка. Б) - схематичный вариант конструкции DMM с вакуумными объёмами, связанными сифонными узлами на одной вибро-устойчивой плите/платформе. Отмечены оси вращения зеркал (пунктирная линия), диапазоны растяжения-сжатия сифонов, наружные подвижки.

Один из вариантов конструкции DMM (**Рисунок 4.3.10Б**) может быть реализован с использованием, например, сварных сифонных узлов COMVAT DN160. Общая длина этой конструкции будет составлять порядка 3 метров. Другой рассмотренный нами вариант предполагает размещение зеркал в одном объёме, при этом полная длина конструкции DMM составит около 2 м. Выполненные нами оценки показали, что предложенная схема DMM конструктивно реализуема, конечный выбор дизайна будет осуществлён на этапе технического проектирования.

Четырёхкристальный монохроматор (QCM)

Главным преимуществом использования QCM является сохранение положения пучка рентгеновского излучения в плоскости образца при реализации нескольких исследовательских методик на одной энергии и при изменении энергии излучения, при вводе/выводе QCM из оптического тракта, перестройке QCM на другую гармонику или внутри уширенной гармоники ондулятора в процессе эксперимента. По этой причине, несмотря на незначительное усложнение конструкции, мы остановились именно на таком варианте монохроматора. Дополнительным преимуществом использования QCM является возможность относительно лёгкой реализации быстрого сканирования по энергии (QXAFS) с частотами регистрации XANES спектров до 1кГц.

Четырёхкристальный монохроматор состоит из зеркально-симметричной пары монохроматоров - "бабочек" (channel-cut) Si(111) и предназначен для финальной монохроматизации излучения ($dE/E \sim 10^{-4}$). Плоскость отражения выбрана вертикальной, т.е. ортогонально плоскости отражения DMM для того, чтобы развязать друг от друга две поворотные системы DMM и QCM. Общая схема QCM представлена на **Рисунке 4.3.11**.

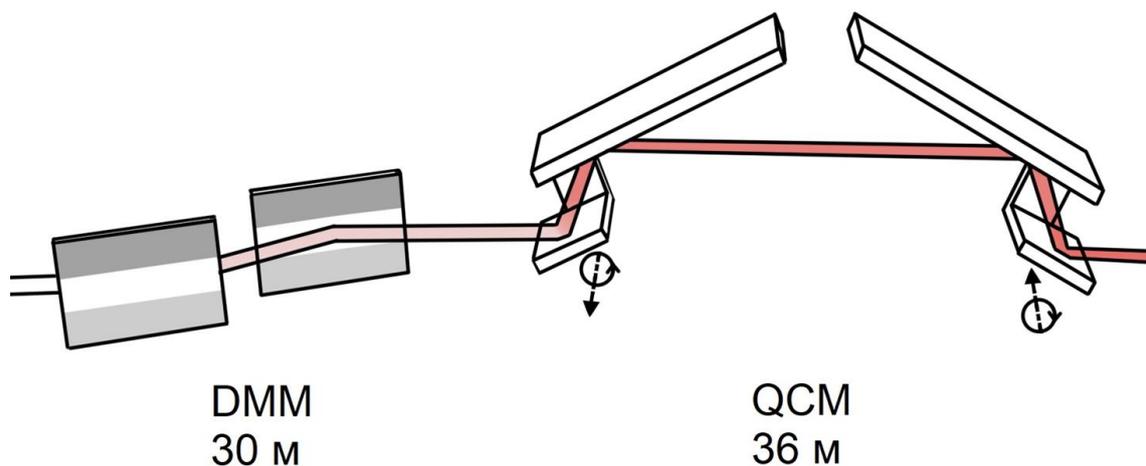


Рисунок 4.3.11. Ход лучей при использовании четырёхкристального монохроматора.

Нами также рассматривается более консервативный вариант QCM, при котором первая пара кристаллов представляет собой "квазибабочку", т.е. два независимых кристалла с соответствующей подстройкой. В этом режиме второй кристалл юстируется относительно первого в стационарных условиях нагрева пучком излучения и в дальнейшем не подстраивается. Несмотря на возможное преимущество этой схемы, связанное с настройкой, она имеет ряд недостатков. Усложнение механической части монохроматора приводит к усложнению синхронизации совместного движения пар "бабочек" и ставит под сомнение возможность получения высоких скоростей перестройки по энергии. Схема с четырьмя независимыми кристаллами нами не рассматривается, поскольку не позволит в полной мере реализовать преимущества QCM. Итоговый вариант рабочей схемы QCM будет утверждён в техническом проекте после проектирования механической части и с учётом детальных тепловых расчётов.

Следует отметить, что первый кристалл QCM испытывает наибольшую тепловую нагрузку в режиме пропускания третьей гармоники (стрип Si/Be DMM), при этом полная мощность излучения составляет 14 Вт, что достаточно много. Соответствующий максимуму третьей гармоники угол Брэгга равен 11.63° . Плотность мощности для такого случая представлена на **Рисунке 4.3.12**.

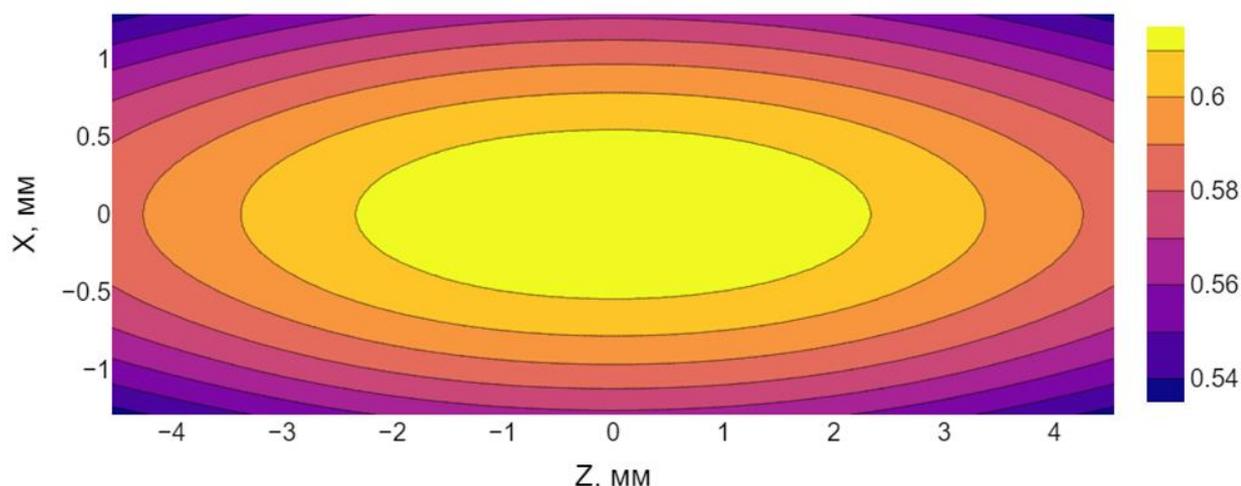


Рисунок 4.3.12. Плотность мощности в $\text{Вт}/\text{мм}^2$ падающего на первый кристалл излучения при угле Брэгга 11.63° .

Для упрощения задачи тепловые расчёты и расчёты деформаций первого кристалла QCM были выполнены при помощи моделей, построенных для DMM. Основной концептуальный вопрос, на который мы искали ответ - есть ли альтернатива охлаждению жидким азотом при таких тепловых нагрузках?

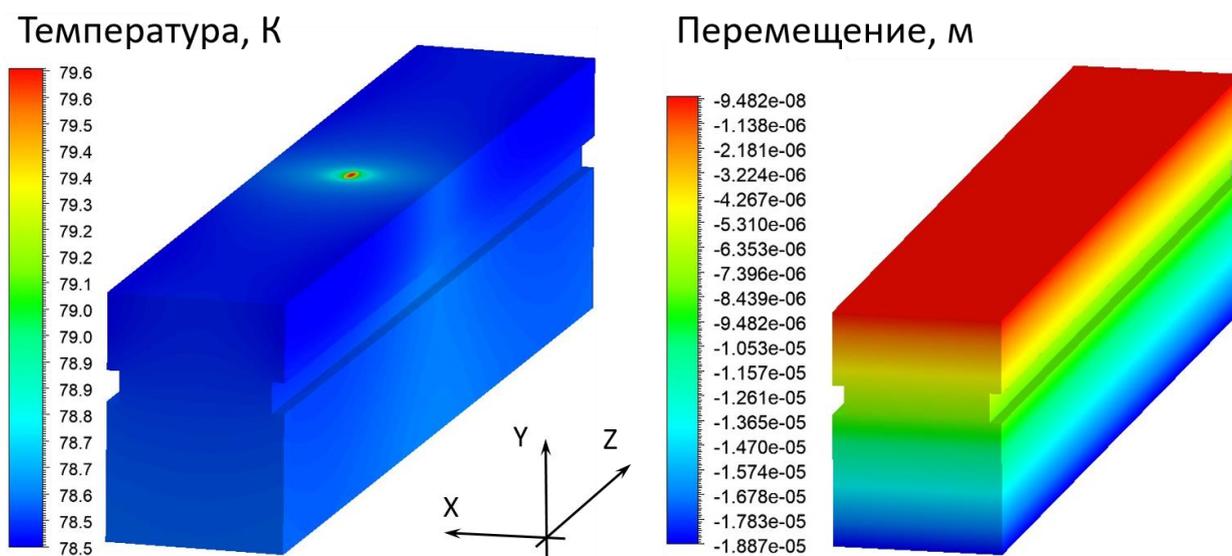


Рисунок 4.3.13. Объёмное стационарное распределение температуры (слева) и линейных перемещений (справа) первого кристалла при угле Брэгга 11.63° . Случай охлаждения жидким азотом.

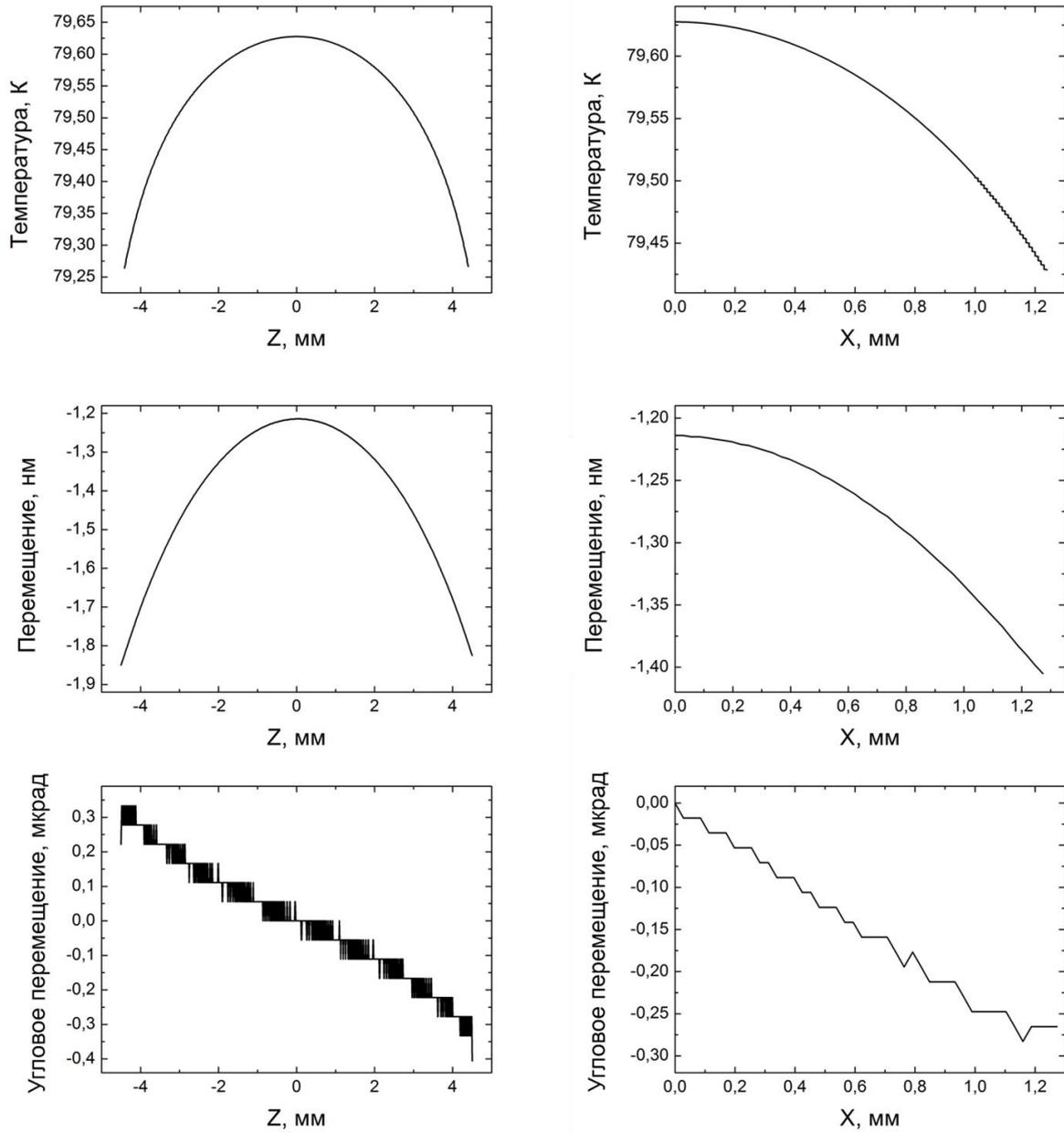


Рисунок 4.3.14. Профили температур и перемещений в средних сечениях. Слева приведены рисунки для параметров вдоль кристалла, справа - поперёк. Координата “0” по осям X и Z соответствует центру кристалла. Случай охлаждения жидким азотом.

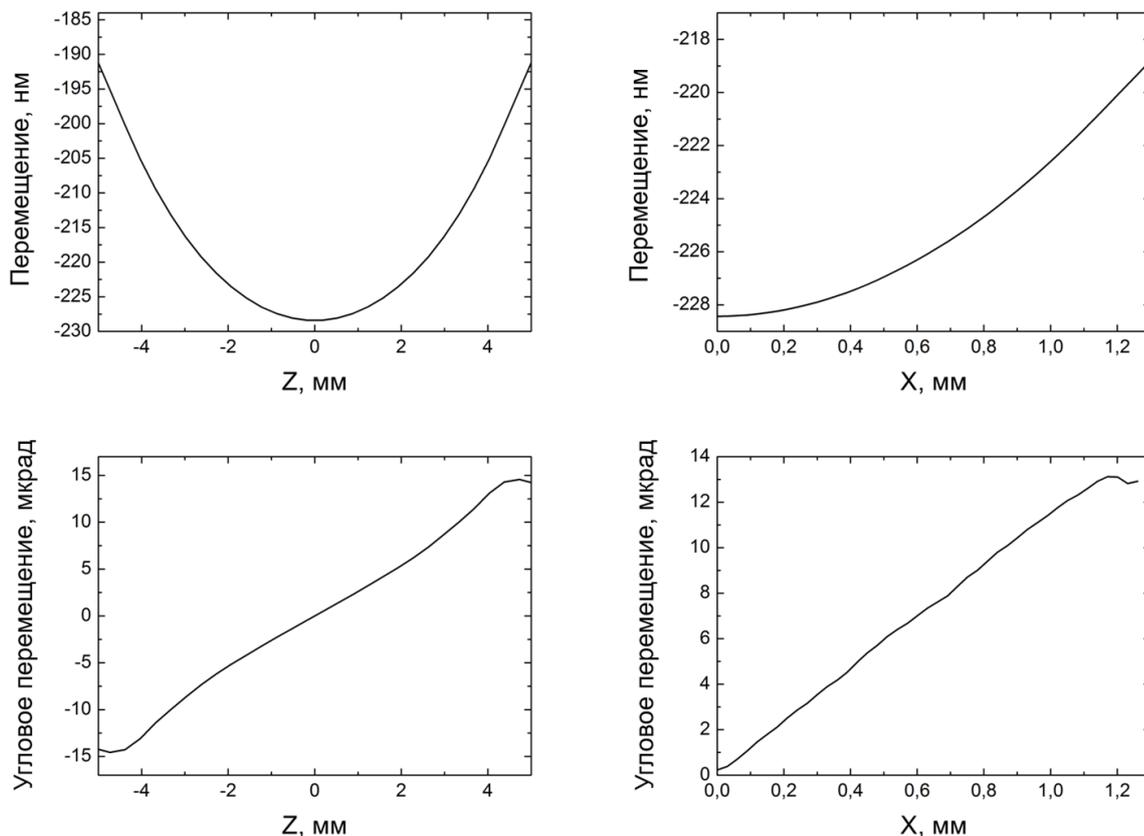


Рисунок 4.3.14. Профили перемещений в средних сечениях. Слева приведены рисунки для параметров вдоль кристалла, справа - поперёк. Координата “0” по осям X и Z соответствует центру кристалла. Случай охлаждения водой.

Полученные результаты (**Рисунки 4.3.13 - 4.3.15**) свидетельствуют о том, что альтернативы криоохлаждению нет. Например, для случая охлаждения водой (**Рисунок 4.3.15**) величины перемещений (наведённых деформаций) по крайней мере на 1.5-2 порядка превышают величины перемещений для случая охлаждения жидким азотом (**Рисунок 4.3.14**) и становятся сравнимы с шириной столика Дарвина.

Четырёхкристальный монохроматор обеспечивает монохроматизацию излучения с относительной шириной полосы пропускания $dE/E = 1.3 \times 10^{-4}$. Ширина столика Дарвина для Si(111) на энергии 10 кэВ составляет 27 мкрад, на энергии 30 кэВ - 8.7 мкрад.

Пример спектральной плотности потока фотонов (5-я гармоника) после монохроматизации системой DMM+QCM в обычном режиме и режиме уширенной гармоники представлен на **Рисунке 4.3.16**. Поток фотонов при настройке на каждую из гармоник в обоих режимах работы ВУ и спектральные ширины (FWHM) перечислены в **Таблице 4.3.5**.

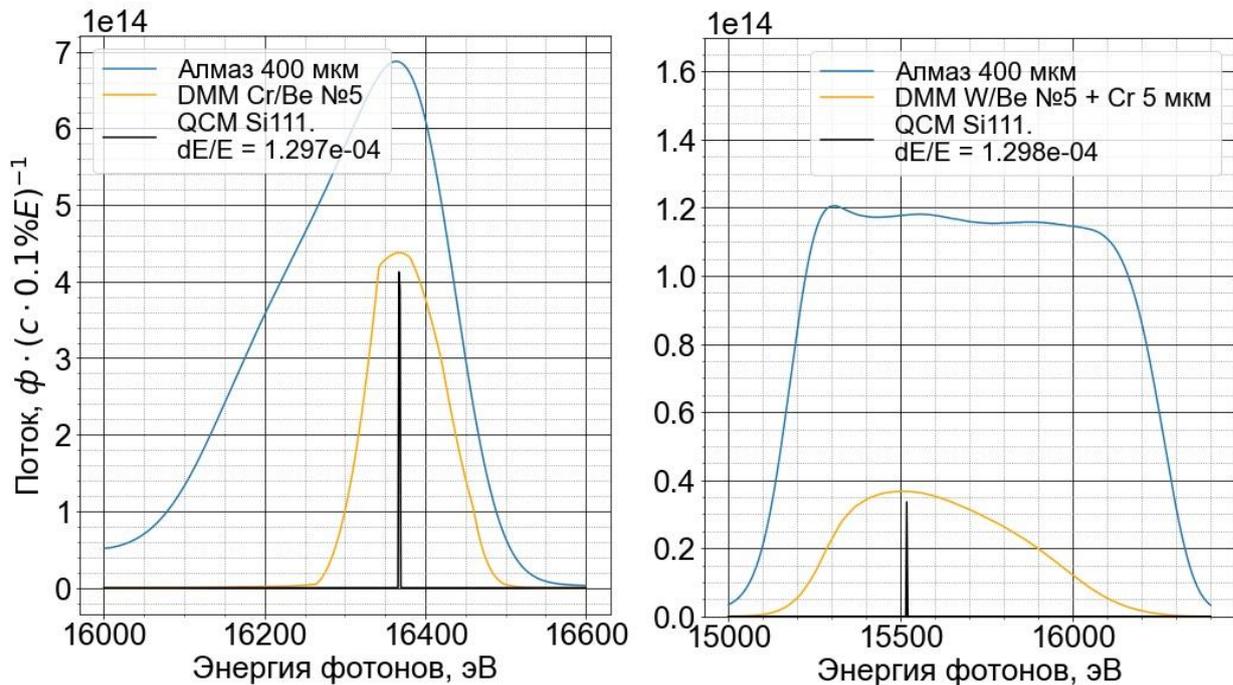


Рисунок 4.3.16. Спектры излучения после QCM при настройке на 5-ю гармонику: в обычном режиме (слева) и в режиме уширенной гармоники (справа)

Таблица 4.3.5. Потоки фотонов и спектральные ширины после DMM и QCM. Указаны номера гармоник и материалы многослойных покрытий DMM.

Энергия фотонов, кэВ (номер гармоники)	Si/Be		Cr/Be		W/Be	
	Поток, ф/с	dE, эВ	Поток, ф/с	dE, эВ	Поток, ф/с	dE, эВ
9.9 (3)	9.43e+13	1.20	-	-	-	-
16.4 (5)	3.36e+13	2.12	2.62e+13	2.12	1.43e+13	2.12
23 (7)	-	-	7.83e+12	2.99	4.07e+12	2.99
29.6 (9)	-	-	1.78e+12	3.84	-	-
16.4 (5y)	-	-	-	-	1.55e+12	2.02
23 (7y)	-	-	-	-	6.33e+11	2.86

Оптика финального фокуса: CRL

Один из элементов оптики финального фокуса представляет собой набор составных преломляющих линз, первый интерфейс которых расположен на расстоянии 50 м от центра ВУ. CRL финального фокуса предназначены для фокусировки 25:1. Результаты расчётов линз финального фокуса представлены в **Таблице 4.3.6**. Пример получаемого на расстоянии 52 м изображения источника приведен на **Рисунке 4.3.17** (слева). Как и в случае с трансфокатором, мы ориентировались на использование одинаковых линз. Радиус линз $R=200$ мкм был выбран так, чтобы геометрическая апертура CRL (880 мкм) полностью пропускала сколлимированный трансфокатором пучок.

Таблица 4.3.6. Параметры CRL финального фокуса. Радиус кривизны линз R=200 мкм.

Энергия фотонов, кэВ (номер гармоники)	Число линз	Расстояние от первого интерфейса до перетяжки, мм	Размер пятна излучения в фокусе (FWHM), мкм		Число фотонов в секунду после прохождения DMM (указаны пары элементов многослойных зеркал) и CRL		
			H, мкм	V, мкм	1%, Si/Be	1%, Cr/Be	4.6%, W/Be
9.9 (3)	14	2090	1.64	1.4	9.76E+14	-	-
16.4 (5)	40	2038	1.74	1.62	4.39E+14	3.32E+14	3.05E+14
23 (7)	81	2011	1.48	1.66	-	8.54E+13	6.26E+13
29.6 (9)	138	2044	1.31	1.27	-	1.69E+13	-
16.4 (5y)	35	2170	1.84	2.24	-	-	7.73E+13
23 (7y)	72	2229	2.08	2.48	-	-	1.11E+13

Для увеличения потока излучения на образце нами также была рассмотрена схема, в которой CRL финального фокуса используются вместе с трансфокатором (в режиме коллимации). Результаты расчета приведены в **Таблице 4.3.7**. Пример получаемого на расстоянии 52 м изображения источника приведен на **Рисунке 4.3.17** (справа). В этом случае увеличивается размер пятна излучения на образце до 2.5 мкм, т.е. примерно в 1.6 раза, при этом поток излучения увеличивается в 3 раза.

Таблица 4.3.7. Параметры финального фокуса в схеме “трансфокатор+CRL”.

Энергия фотонов, кэВ (номер гармоники)	Размер пятна излучения в фокусе (FWHM), мкм		Число фотонов в секунду после прохождения трансфокатора, DMM (указаны пары элементов многослойных зеркал) и CRL		
	H, мкм	V, мкм	1%, Si/Be	1%, Cr/Be	4.6%, W/Be
9.9 (3)	2.65	2.1	3.16E+15	-	-
16.4 (5)	2.89	2.6	1.38E+15	1.04E+15	9.56E+14
23 (7)	2.38	2.14	-	2.38E+14	1.74E+14
29.6 (9)	2.06	2.06	-	5.62E+13	-
16.4 (5y)	2.88	3.92	-	-	2.83E+14
23 (7y)	2.88	3.52	-	-	3.76E+13

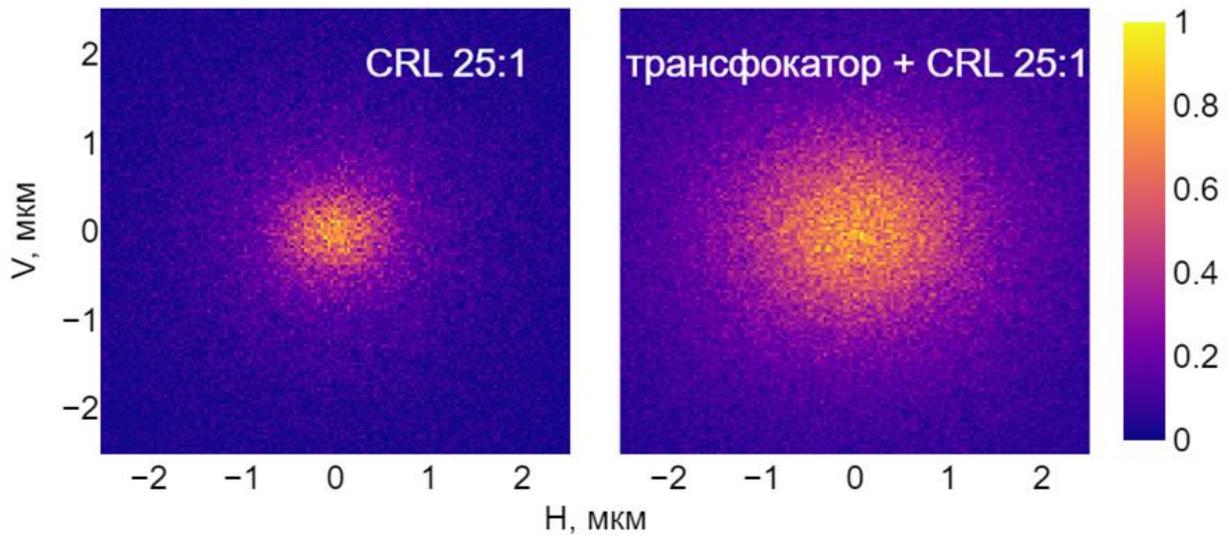


Рисунок 4.3.17. Изображения источника, рассчитанные для 3-й гармоники, на расстоянии 52 м при фокусировке только линзами финального фокуса (слева) и линзами финального фокуса вместе с коллимирующим трансфокатором (справа). Интенсивность приведена в относительных единицах.

Оптика финального фокуса: КБ зеркала

Другой элемент - зеркала Киркпатрика-Баеза представляют собой пару ортогональных зеркал с эллиптическим профилем; нами была использована схема, в которой первое зеркало фокусирует пучок по вертикали, второе - по горизонтали. Для использования во всём рабочем диапазоне энергий, а также для возможности фокусировки излучения от уширенных гармоник было решено использовать зеркала ПВО. В дальнейшем, для получения более острых фокусов может быть рассмотрена система многослойных КБ зеркал на выбранных энергиях.

В качестве покрытия КБ зеркал был рассмотрен Ir. Зависимость коэффициента отражения Ir от скользющего угла и энергии падающих фотонов представлена на **Рисунке 4.3.18**, угол скольжения для диапазона энергий до 30 кэВ, при котором отражается не менее 70% излучения, составляет 2.75 мрад. Коэффициент отражения Ir в зависимости от энергии при фиксированном скользющем угле 2.75 мрад представлен на **Рисунке 4.3.19**. Расчёты проводились с учётом шероховатости (RMS) 3 Å с использованием кода XOP.

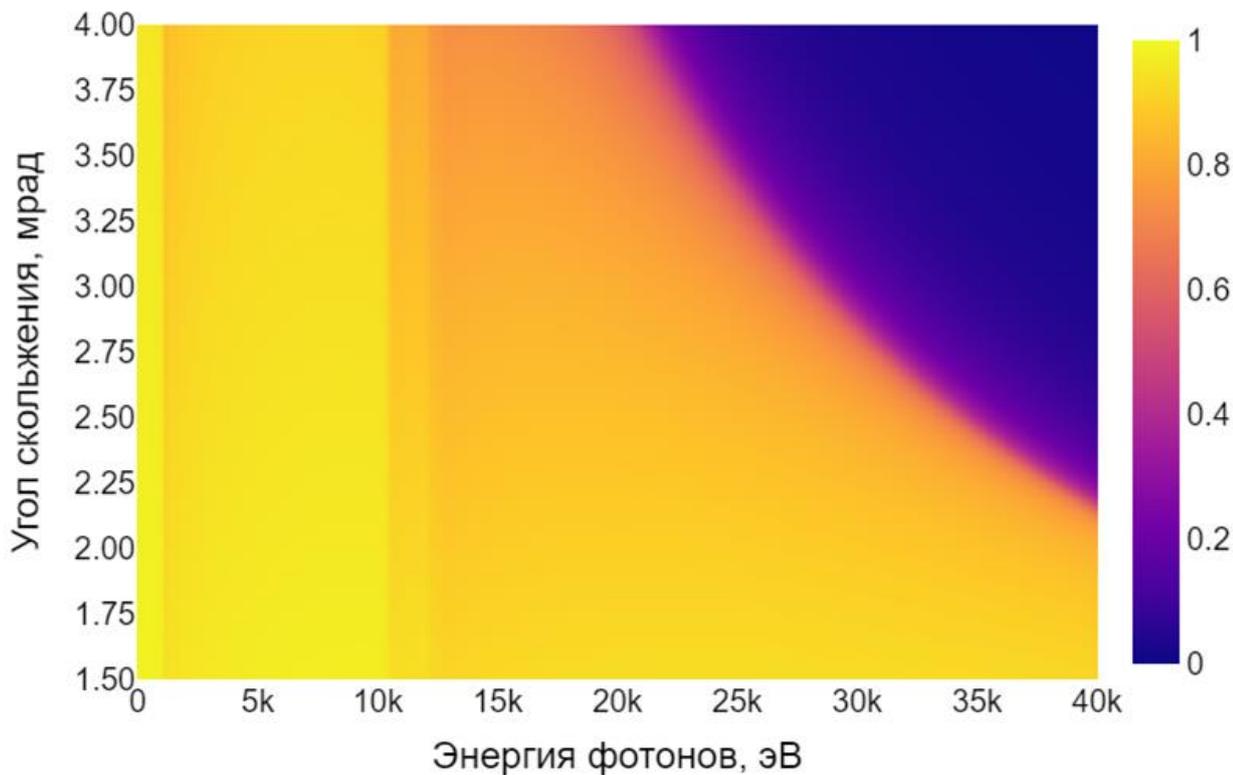


Рисунок 4.3.18. Зависимость коэффициента отражения покрытия из Iг от энергии фотонов и скользящего угла.

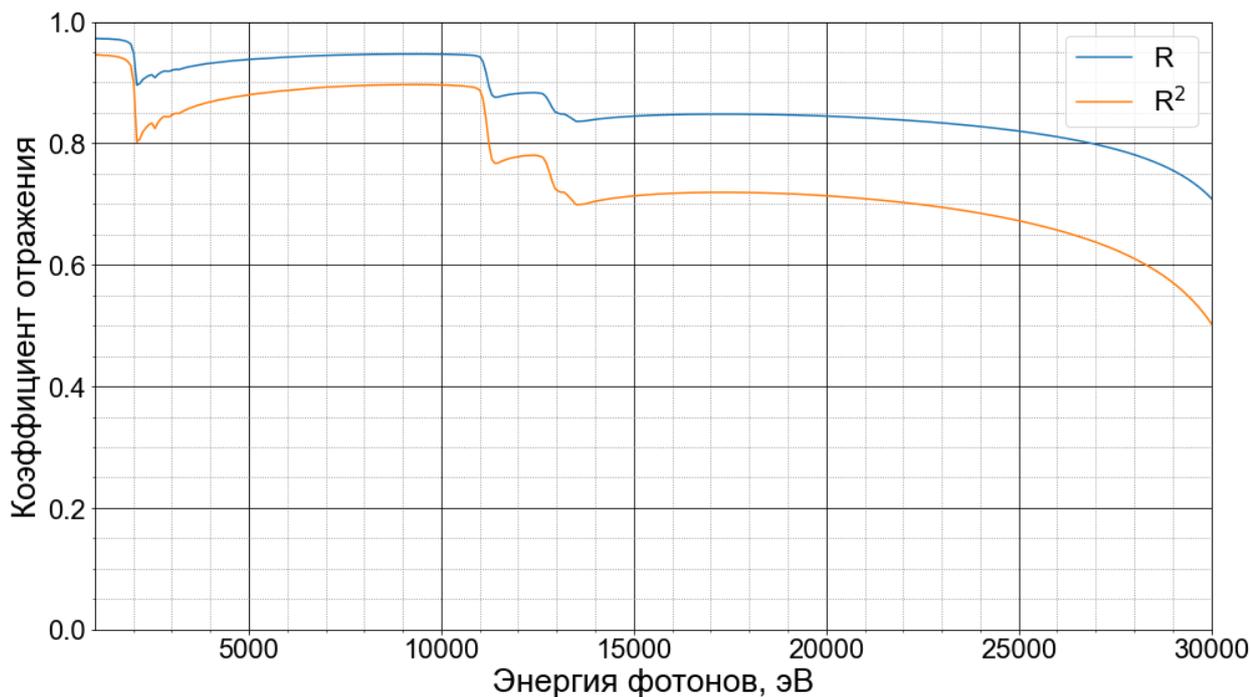


Рисунок 4.3.19. Коэффициент отражения покрытия из Iг при фиксированном скользящем угле 2.75 град.

При оптимизации зеркал мы исходили из следующих условий: расстояние от торца второго зеркала до фокальной плоскости (образца) должно быть не менее 200 мм, характерный размер пятна излучения на образце должен составлять порядка 100 нм и система КБ зеркал должна захватывать весь коллимированный трансфокатором пучок СИ. Расстояние в 200 мм (свободное расстояние 150 - 170 мм) выбрано для того, чтобы можно было размещать габаритные силовые установки системы окружения образца. При длине зеркал 300 мм геометрическая апертура системы составляет $\sim 825 \times 825$ мкм. В этой геометрии (**Рисунок 4.3.18**) центр первого зеркала должен быть расположен на расстоянии 51.34 м от центра ВУ, центр второго зеркала - на расстоянии 51.65 м. Такая система КБ зеркал позволяет осуществить финальную фокусировку излучения с плечами 78:1 по вертикали и 148:1 по горизонтали. При расчётах мы предполагали, что при фокусировке пучка СИ КБ зеркалами из оптического тракта выводятся CRL.

Ход лучей и параметры системы КБ зеркал финального фокуса представлены на **Рисунке 4.3.20**.

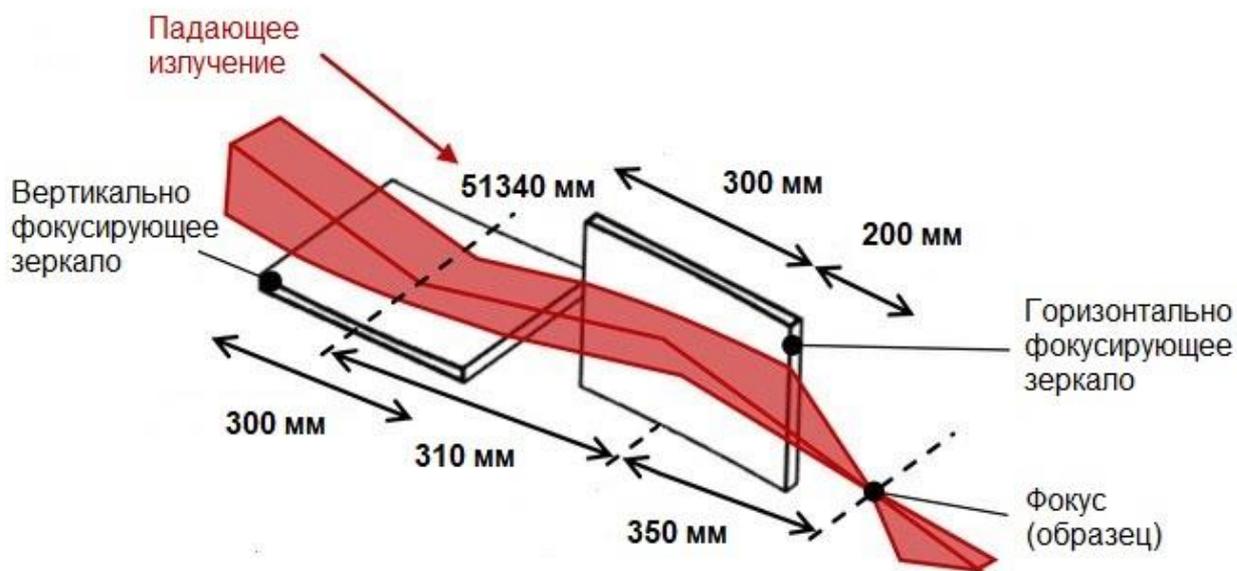


Рисунок 4.3.20. Ход лучей при фокусировке КБ зеркалами и геометрические параметры системы.

При выбранном угле скольжения 2.75 мрад и вышеуказанных плечах меридиональные радиусы кривизны в центрах первого и второго зеркал составляют 474 м и 253 м соответственно.

Пример изображения источника в фокальной плоскости (на расстоянии 52 м от ВУ) представлен на **Рисунке 4.3.21**, результаты расчётов КБ зеркал с использованием кода Shadow приведены в **Таблице 4.3.8**. Для понимания реальных параметров излучения в фокусе, мы внесли в расчёт произвольно сгенерированный в Shadow профиль зеркала с ошибкой профиля (RMS отклонения от идеального профиля зеркала, figure error) 1 нм, которая вполне может быть достигнута современными методами обработки поверхности. Ошибка наклона (slope error), соответствующая этой ошибке профиля составляет около 70 нрад, что при современном

развитии рентгеновской оптики представляется вполне реальным. Отметим, что мощность излучения, сфокусированного системой, может достигать 3.2 Вт. С учётом ошибки профиля (RMS) 1 нм плотность мощности в центре пятна составляет 79 мВт/нм^2 .

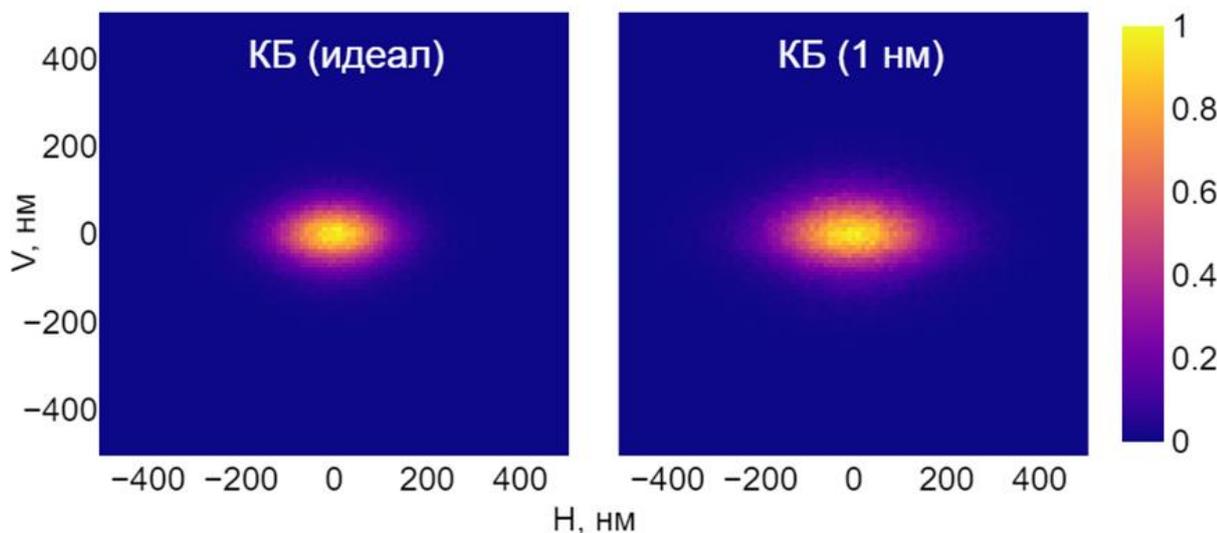


Рисунок 4.3.21. Изображение источника, рассчитанное для 3-й гармоники, на расстоянии 52 м при фокусировке КБ зеркалами без учёта (слева) и с учётом ошибки профиля (RMS) 1 нм (справа).

Размеры (FWHM, нм): 178x99 и 248x109, соответственно. Интенсивность приведена в относительных единицах.

Таблица 4.3.8. Параметры финального фокуса в системе с КБ зеркалами. Здесь и далее размеры приведены с учётом ошибки профиля зеркала (RMS) 1 нм.

Энергия фотонов, кэВ (номер гармоники)	Размер пятна излучения в фокусе (FWHM), нм		Число фотонов в секунду после прохождения DMM и КБ зеркал (указаны пары элементов многослойных зеркал)		
	H	V	1%, Si/Be	1%, Cr/Be	4.6%, W/Be
9.9 (3)	248	109	1.99E+15	-	-
16.4 (5)	248	109	7.97E+14	6.03E+14	5.54E+14
23 (7)	257	109	-	2.09E+14	1.53E+14
29.6 (9)	257	129	-	3.82E+13	-
16.4 (5y)	337	109	-	-	1.41E+14
23 (7y)	317	109	-	-	2.68E13

Для увеличения потока излучения на образце нами также была рассмотрена схема, в которой КБ зеркала используются вместе с трансфокатором (в режиме коллимации). В этом случае увеличивается размер пятна излучения на образце до 1.2 мкм. Результаты расчета данного режима работы оптического тракта приведены в **Таблице 4.3.9**. Пример получаемого на расстоянии 52 м изображения источника приведен на **Рисунке 4.3.22**.

Таблица 4.3.9. Расчёт системы “Трансфокатор + КБ”.

Энергия фотонов, кэВ (номер гармоники)	Размер пятна излучения в фокусе (FWHM), мкм		Число фотонов в секунду после прохождения DMM и КБ зеркал (указаны пары элементов многослойных зеркал)		
	H	V	1%, Si/Be	1%, Cr/Be	4.6%, W/Be
9.9 (3)	1.27	1.27	5.39E+15	-	-
16.4 (5)	1.27	1.14	2.07E+15	1.57E+15	1.44E+15
23 (7)	1.11	0.98	-	4.80E+14	3.52E+14
29.6 (9)	1.19	1.23	-	9.75E+13	-
16.4 (5y)	1.18	1.29	-	-	5.22E+14
23 (7y)	1.06	0.97	-	-	8.97E+13

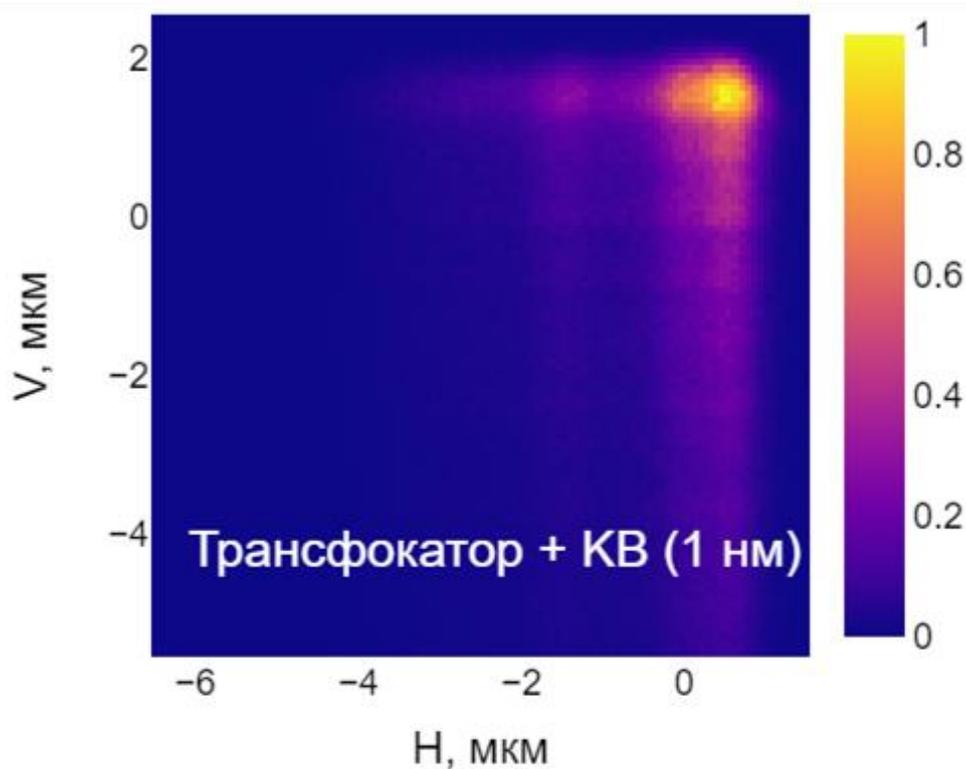
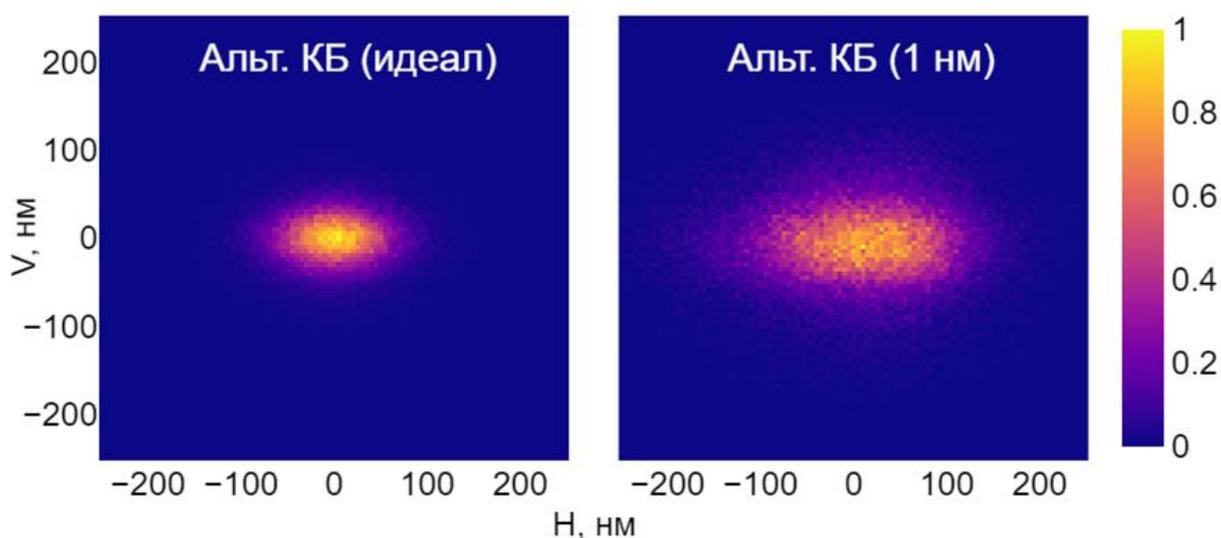


Рисунок 4.3.22. Изображение источника, рассчитанное для 3-й гармоники, на расстоянии 52 м при фокусировке КБ зеркалами излучения, сколлимированного трансфокатором. Интенсивность приведена в относительных единицах.

Для уменьшения фокусного пятна рассмотрен альтернативный вариант геометрии КБ зеркал с длиной 150 мм и расстоянием от края второго зеркала до фокуса 100 мм. Центры коротких КБ зеркал расположены на расстоянии 51.665 м и 51.825 м от источника, плечи составляют 154:1 и 296:1 соответственно. Меридиональные радиусы кривизны: 242 м и 127 м. Результаты расчётов описанной системы КБ с учётом ошибки профиля (RMS) 1 нм приведены в **Таблице 4.3.10.**

Таблица 4.3.10. Параметры финального фокуса в альтернативной системе с короткими КБ зеркалами.

Энергия фотонов, кэВ (номер гармоники)	Размер пятна излучения в фокусе (FWHM), нм		Число фотонов в секунду после прохождения DMM и КБ зеркал (указаны пары элементов многослойных зеркал)		
	H	V	1%, Si/Be	1%, Cr/Be	4.6%, W/Be
9.9 (3)	168	79	5.77E+14	-	-
16.4 (5)	163	79	2.28E+14	1.72E+14	1.58E+14
23 (7)	168	79	-	5.91E+13	4.34E+13
29.6 (9)	173	84	-	1.05E+13	-
16.4 (5y)	193	74			3.42E+13
23 (7y)	183	79			3.55E+12

**Рисунок 4.3.23.** Изображение источника, рассчитанное для 3-й гармоники, на расстоянии 52 м при фокусировке короткими КБ зеркалами без учёта (слева) и с учётом ошибки профиля (RMS) 1 нм (справа). Размеры (FWHM, нм): 89x50 и 168x79, соответственно.

Следует отметить, что на расстояниях 42-49 м от точки излучения в оптическом тракте станции теперь имеется свободное пространство, которое мы предлагаем использовать также для размещения оборудования окружения образца и проведения исследований, в которых нет необходимости задействовать оптику финального фокуса. При этом можно выполнять эксперименты на сфокусированном и сходящемся пучке.

С учётом этого в **Таблицу 4.3.11** сведены итоговые параметры потоков излучения для основных режимов работы.

Таблица 4.3.11. Поток излучения на образце (52 и 46 м) в основных режимах работы, ф/с. Учтены фильтры и отражения от соответствующих стрипов DMM. В скобках указаны (FWHM) размеры пятна, мкм x мкм.

52 м								
Энергия, кэВ (номер гармоники)	без оптики	Трансфокатор (коллимация)	Трансфокатор (1:1)	CRL (25:1)	Трансфокатор +CRL	КБ (100:1)	Трансфокатор+КБ	Альт.КБ
9.9 (3)	8.87e+15 (1703x1188)	7.09E+15 (690x490)	6.57E+15 (27x21)	9.76E+14 (1.64x1.4)	3.16E+15 (2.65x2.1)	1.99E+15 (0.25x0.11)	5.39E+15 (1.27x1.27)	5.77E+14 (0.17x0.08)
16.4 (5)	3.19e+15 (1646x1206)	2.57E+15 (660x510)	2.35E+15 (33x27)	3.32E+14 (1.74x1.62)	1.04E+15 (2.89x2.6)	6.03E+14 (0.25x0.11)	1.57E+15 (1.27x1.14)	1.72E+14 (0.16x0.08)
23 (7)	1.10e+15 (1550x1210)	8.57E+14 (710x580)	7.38E+14 (29x26)	8.54E+13 (1.48x1.66)	2.38E+14 (2.38x2.14)	2.09E+14 (0.26x0.11)	4.80E+14 (1.11x0.98)	5.91E+13 (0.17x0.08)
29.6 (9)	3.38e+14 (1454x1242)	2.46E+14 (600x520)	2.03E+14 (23x23)	1.69E+13 (1.31x1.27)	5.62E+13 (2.06x2.06)	3.82E+13 (0.26x0.13)	9.75E+13 (1.19x1.23)	1.05E+13 (0.17x0.08)
16.4 (5y)	1.49e+15 (2330x2330)	1.18E+15 (1086x1086)	1.04E+15 (35x45)	7.73E+13 (1.84x2.24)	2.83E+14 (2.88x3.92)	7.73E+13 (0.34x0.11)	5.22E+14 (1.18x1.29)	3.42E+13 (0.19x0.07)
23 (7y)	2.85e+14 (2330x2330)	2.13E+14 (1112x1113)	1.72E+14 (29x35)	1.11E+13 (2.08x2.48)	3.76E+13 (2.88x3.52)	1.11E+13 (0.32x0.11)	8.97E+13 (1.06x0.97)	3.55E+12 (0.18x0.08)

46 м			
Энергия, кэВ (номер гармоники)	без оптики	Трансфокатор (коллимация)	Трансфокатор (фокусировка)
9.9 (3)	8.87e+15 (1505x1030)	7.09E+15 (713x475)	6.57E+15 (238x178)
16.4 (5)	3.19e+15 (1426x1069)	2.57E+15 (634x475)	2.35E+15 (178x139)
23 (7)	1.10e+15 (1386x1080)	8.57E+14 (713x554)	7.38E+14 (139x119)
29.6 (9)	3.38e+14 (1307x1109)	2.46E+14 (634x475)	2.03E+14 (139x119)
16.4 (5y)	1.49e+15 (2059x2059)	1.18E+15 (1030x1030)	1.04E+15 (277x277)
23 (7y)	2.85e+14 (2059x2059)	2.13E+14 (1109x1109)	1.72E+14 (218x218)

Отметим, что вышеприведённые расчёты сделаны в геометрическом приближении, поскольку поперечная длина когерентности для излучения с длиной волны λ на расстоянии R от источника с RMS размером $\sigma_{x,y}$ определяется как [17, уравнение 3.48]:

$$t_c^{(t)} [\text{мкм}] = 28.21 \frac{\lambda [\text{Å}] R [\text{м}]}{\sigma_{x,y} [\text{мкм}]}$$

для 3-й гармоники на расстоянии 52 м от источника $t_c^{(t)} \approx 260$ мкм, что значительно меньше апертур КБ (825 мкм), альтернативной системы КБ с короткими зеркалами (413 мкм) и CRL финального фокуса (880 мкм). При фокусировке 1:1 или коллимации излучения трансфокатором поперечная длина когерентности на 26 м от источника вдвое меньше - 130 мкм. Для высших гармоник $t_c^{(t)}$ меньше всех упомянутых апертур автоматически. Следовательно, можно пренебречь дифракционными эффектами (**Рисунок 4.3.24**).

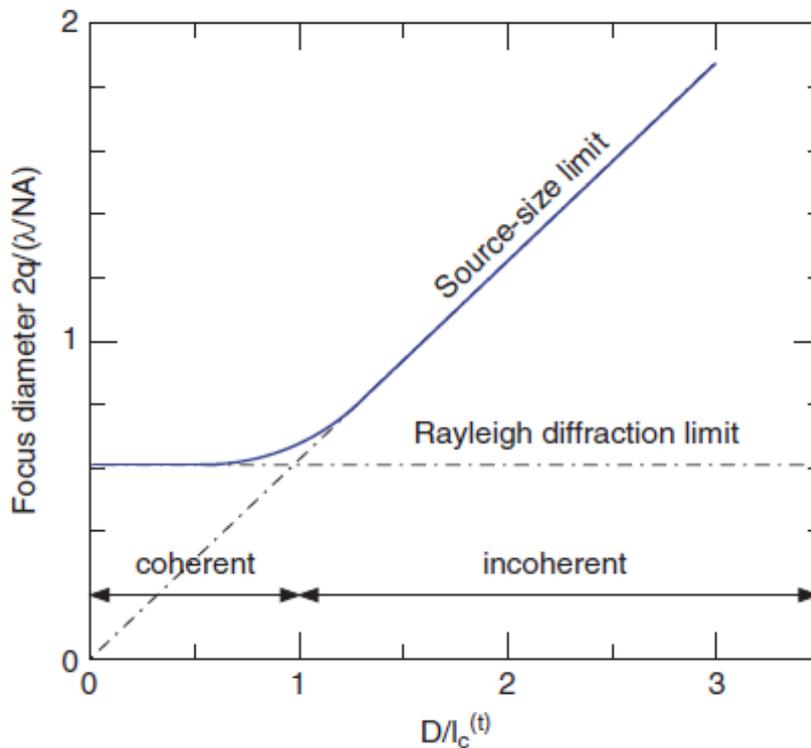


Рисунок 4.3.24. Переход от геометрического приближения к дифракционному пределу [17, раздел 5.3.3.3]

4.4 Мониторирование пучка

В качестве мониторов по положению пучка (по координате и углу) планируется использовать два датчика во фронтэнде: пластинчатый датчик положения, расположенный до фиксированной маски (**Рисунок 4.1**) и алмазный фильтр, люминесценция которого под пучком СИ будет регистрироваться видеокамерой. Ориентировочные расстояния от центра ВУ, на которых могут располагаться датчики: ПДПП на расстоянии 13 м, АФ на расстоянии 18 или 22 м (будет уточнено после технической проработки дизайна фронтэнда).

Далее мониторинг пучка в оптическом хатче будет осуществляться после каждого оптического элемента: трансфокатора, ДММ и QCM. Блоки мониторинга будут включать в себя алмазные пластинки с видеокамерами для определения положения пучка и пин-диоды для контроля интенсивности излучения. Предполагается, что эти блоки будут введены в пучок СИ при необходимости и при периодической юстировке станции, но в режиме эксперимента будут выведены из пучка. Постоянный мониторинг будет осуществляться датчиками во фронтэнде, поэтому предпочтительнее иметь максимальное расстояние между ними.

В экспериментальном хатче предполагается использовать аналогичный блок мониторинга, размещаемый в области образца при подготовке к эксперименту.

4.5 Щели

Максимально возможные геометрические размеры пучка СИ, проходящего в оптический хатч, определяются угловыми размерами фиксированной маски во фронтэнде и составляют 200x200 мкрад (**Рисунки 4.1 и 4.2.1**). В качестве первичной щели планируется использование регулируемой маски во фронтэнде с диапазоном возможных углов от 0 до 200 мкрад по обеим осям. При этом предполагается, что будет два основных режима работы регулируемой маски: угловая апертура 86x61 мкрад, соответствующая 6 σ расходимости 3-й гармоники ондуляторного излучения в обычном режиме, и угловая апертура 45x45 мкрад для пропускания относительно однородной центральной части уширенной гармоники.

В принципе, станция может работать и на энергиях выше 30 кэВ, при этом режим работы ВУ будет приближен к вигглерному. В таком режиме имеет смысл использовать апертуру, шире 86x61 мкрад, что требует дополнительных расчётов ввиду изменения тепловой нагрузки на оптические элементы станции и более активного использования фильтров мягкой компоненты излучения.

Для регулировки геометрических размеров пучков СИ на станции предполагается использование двух блоков четырёхножевых щелей: на выходе из оптического хатча после QCM и в экспериментальном хатче перед системой КБ зеркал.

5 Системы станции

В данном разделе кратко описаны некоторые основные системы станции: вакуумная, окружения образца, автоматизированная система управления, а также комплект детекторов, которым должна быть оснащена станция для реализации экспериментальных методов. Следует отметить, что к моменту принятия решения о создании станции могут быть разработаны новые детекторы (наблюдается выход в серию новых линеек детекторов раз в 2-3 года), в таком случае эта часть концептуального проекта будет актуализирована и доработана.

5.1 Вакуумная система

Предполагается, что канал станции “Материя” будет безоконным от источника излучения до экспериментального хатча. На пути пучка будут находиться только необходимые оптические устройства и кристаллические фильтры (алмазные или металлические). В экспериментальном хатче на расстоянии 41-42 м от пучка (на выходе из оптического хатча) будет расположено тонкое алмазное окно для вывода пучка в атмосферу. Оптика финального фокуса также будет находиться в вакуумированных (или вакуум-плотных) объёмах, при необходимости, её можно будет связать трубой с выходом из оптического хатча, выдвинув шестикружный гониометр и детекторы в сторону.

Во фронтэнде и объёмах всех оптических элементов будет поддерживаться сверхвысокий вакуум ($\sim 10^{-9}$ - 10^{-8} мбар). В длинной пролётной трубе для SAXS и USAXS измерений будет поддерживаться форвакуум ($\sim 10^{-3}$ мбар). При проведении экспериментов, описанных, например, в разделе 2.3, на пути пучка могут быть размещены дополнительные экспериментальные вакуумные объёмы.

5.2 Автоматизированная система управления

Планируется, что автоматизированная система управления (АСУ) экспериментальной станции будет основана на открытых программных пакетах Sardana, TANGO, Taurus. Данное программное обеспечение широко используется на источниках синхротронного излучения, что делает такое программное решение удобным и знакомым для пользователей. Ключевым свойством системы управления на базе TANGO и Sardana является гибкость, обеспечивающая возможность быстрой реконфигурации станции для нужд конкретного эксперимента, а использование Taurus позволяет также быстро создать уникальный графический интерфейс специально для данного эксперимента. Кроме того, мы планируем, что управляющий компьютер станции будет обращаться к связанным с ним системам не напрямую, а с использованием Docker контейнера. Такое решение обеспечит высокую отказоустойчивость автоматизированной системы управления, позволит создавать её резервные копии, а также изолирует пользователя от основной системы и виртуальных систем других пользователей.

Управляющие компьютеры будут находиться в контрольной кабине рядом с экспериментальным хатчем. Стойки управления планируется разместить рядом с оптическим и экспериментальным хатчами в специально отведённых местах. Посредством сетевого кабеля с управляющим компьютером связаны все подсистемы станции (вакуумная, магистральные,

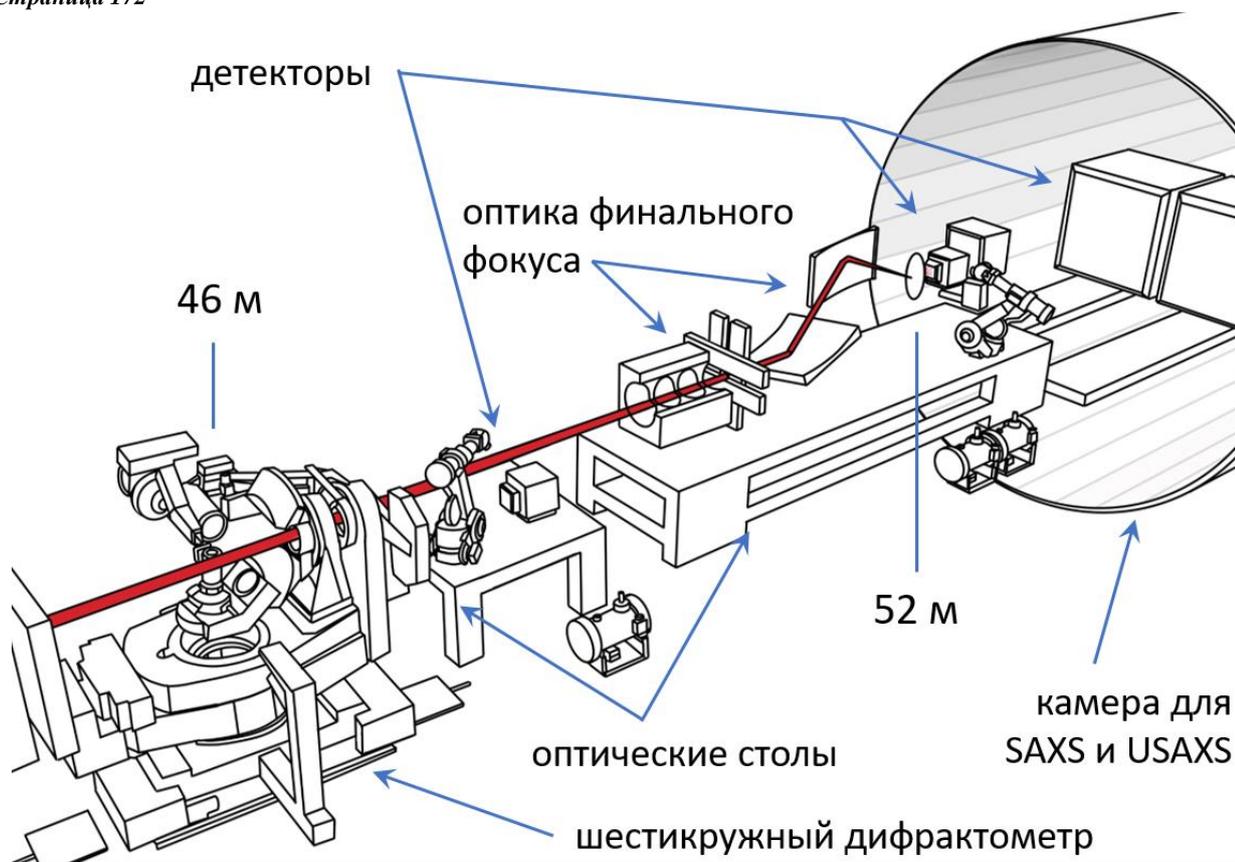


Рисунок 5.3.1. Принципиальная схема размещения оборудования в экспериментальном хатче станции.

Особенности систем размещения образцов описаны ниже.

1. 42-49 м

Оптические элементы, формирующие пучок излучения: Трансфокатор, DMM и QCM.

Формирование пучков излучения на образце:

- излучение с “естественной” расходимостью (трансфокатор выведен из пучка);
- излучение, сколлимированное трансфокатором;
- сходящиеся пучки (трансфокатор на расстоянии 26 м от точки излучения в режиме фокусировки 1:1).

При этом возможна монохроматизация излучения:

- при помощи DMM с $dE/E = 1 \times 10^{-2}$ (рабочий диапазон 10-30 кэВ);
- при помощи DMM с $dE/E = 4.6 \times 10^{-2}$ (рабочий диапазон 15-25 кэВ);
- при помощи DMM и QCM с $dE/E = 1.3 \times 10^{-4}$ (рабочий диапазон 10-30 кэВ).

На расстоянии 42-45 м от источника излучения планируется установить дифрактометр на базе многофункционального, шестикружного каппа-гониометра для кристаллографических

исследований и шестиосевой робот-манипулятор для установки образцов в автоматическом режиме. На расстоянии 45-47 м планируется разместить двухметровый оптический стол, на котором будет возможно устанавливать различные системы окружения образца и детекторы для *in situ* исследований, в том числе, для н-р анализа формирования нанопорошков (см. раздел 2.6), роста тонких слоёв при физическом осаждении из газовой фазы (см. раздел 2.3) или *rimpr-probe* экспериментов, связанных с воздействием лазерных пучков и/или пучков частиц на вещество.

В относительно широких пучках можно будет реализовать дифракцию с использованием монохроматического и “розового” пучков, дифракцию в геометриях скользящего пучка и “на просвет”, энергодисперсионную дифрактометрию, различные виды рентгеновской визуализации, в том числе, когерентной, XRF и XAFS-спектроскопию.

При этом остаётся около 2х метров свободного пространства (47-49 м) для удобной логистики внутри экспериментального хатча.

2. 52 м

Оптические элементы, формирующие пучок излучения: Трансфокатор, DMM и QCM, CRL и КВ зеркала.

Формирование пучков излучения на образце:

- излучение с “естественной” расходимостью (трансфокатор выведен из пучка);
- излучение, сколлимированное трансфокатором;
- пучки, сфокусированные трансфокатором 1:1;
- пучки, сфокусированные CRL 25:1;
- пучки, сколлимированные трансфокатором и сфокусированные CRL;
- пучки, сфокусированные КВ зеркалами 100:1 (возможно 150:1);
- пучки, сколлимированные трансфокатором и сфокусированные КВ зеркалами.

При этом также возможна монохроматизация излучения:

- при помощи DMM с $dE/E = 1 \times 10^{-2}$ (рабочий диапазон 10-30 кэВ);
- при помощи DMM с $dE/E = 4.6 \times 10^{-2}$ (рабочий диапазон 15-25 кэВ);
- при помощи DMM и QCM с $dE/E = 1.3 \times 10^{-4}$ (рабочий диапазон 10-30 кэВ).

По сути, в области размещения образца на расстоянии 52 м от источника излучения реализуется режим работы станции, как “материаловедческого микроскопа”, т.е. будет доступен набор монохроматических и “розовых” пучков с характерными размерами от 100 нм до 1 мм, которые светят в одну точку.

Оптика финального фокуса, щели, образец, детекторы для WAXS, имиджинга, XRF и XAFS-спектроскопии, а также робот-манипулятор для быстрой смены детекторов будут располагаться на одном длинном 4-метровом оптическом столе. На этом оптическом столе предполагается также разместить специализированные приборы для механического (см., например, раздел 2.2) и теплового воздействия на образец, а также другие приборы. За

оптическим столом будет располагаться вакуумированная труба диаметром около 2 метров и длиной до 25 метров, в которую планируется установить два детектора на независимых рельсах, закрывающих по половине пространства за образцом.

Здесь предполагается реализовать те же методы исследования, но в режиме “материаловедческого микроскопа”, а также SAXS и USAXS. При этом будет возможна комбинация широко- и малоугловых методов, в том числе, при помощи перемещения детекторов внутри пролётной SAXS/USAXS камеры, тем самым реализуя возможность варьировать расстояние от образца до детектора (детекторов).

5.4 Детекторы

В комплект детекторов на станцию входят:

- Для реализации дифракционных методов и имиджинга планируется использовать несколько детекторов с различным размером матрицы, скоростью счёта и размером пикселя (например, Merlin Medipix4X, детекторы Dectris серии Eiger2 и PILATUS).
- Для методов SAXS и USAXS в вакуумированной трубе будет установлено два одинаковых детектора на независимых рельсовых подвижках. Мы планируем использовать высокоскоростные детекторы с большими матрицами, типа Dectris Eiger2 X 16M в вакуумном исполнении. Для увеличения площади детектирования (т.е. эффективности регистрации сигнала и скорости набора данных), возможна установка четырёх (двух пар независимо перемещаемых) детекторов.
- Для рентгенофлуоресцентного анализа: одно- и много-элементные кремниевые детекторы (например, из серии Vortex SDD). Эти детекторы также могут использоваться в XAFS-спектроскопических исследованиях (по флуоресцентному отклику).
- Для XAFS-спектроскопии планируется использовать 3 ионизационных камеры с возможностью перезаполнения состава смеси (например, IC Spec). Кроме того на станции предполагается использовать компактные ионизационные камеры (например, IC Plus 10) в местах тесного окружения образца.
- Станцию также планируется оснастить быстрым узкополосным детектором типа Dectris MYTHEN2, плоскопанельным и однокоординатным детекторами, пин-диодами и наборами фотопластин.

Считаем важным отметить, что оснащение широким комплектом детекторов, с одной стороны, обусловлено универсальностью материаловедческой станции, а с другой, обеспечивает возможность быстрой конфигурации под нужды того или иного эксперимента.

6 Оценка стоимости

Оценка стоимости станции “Материя” на ондуляторном источнике излучения приведена в **Таблице 6.1**. При калькуляции использовался курс: 1 евро - 90 рублей.

Таблица 6.1. Оценка стоимости станции.

Наименование системы/изделия/работ	Стоимость, млн. руб.
Технический проект (за исключением ВУ)	200
Вставное устройство	240
Фронтэнд	70
Рентгенооптические устройства	300
Вакуумная система	160
Системы окружения образца (включая оптические столы, механические перемещатели, роботы-манипуляторы, специализированные устройства, нагреватели, лазеры и проч.)	350
Детекторы	310
Хатчи, магистрали (вода, газы), системы защиты, контрольная кабина, вспомогательное оборудование	180
Автоматизированная система управления	240
Итого:	2 050

Список цитируемой литературы

- [1] A. Korsunsky, F. Hofmann, X. Song, et al // A Review of Recent In Situ Deformation Studies Using Synchrotron X-Ray (Micro) Beams // *Micro and Nanosystems* 4 (2012), pp. 97-105 // doi:10.2174/1876402911204020097.
- [2] F. Hofmann, X. Song, B. Abbey, et al // High-energy transmission Laue micro-beam X-ray diffraction: a probe for intra-granular lattice orientation and elastic strain in thicker samples // *Journal of Synchrotron Radiation* 19 (2012), pp. 307-318 // doi:10.1107/S0909049512003044.
- [3] F. Hofmann, X. Song, S. Eve, et al // Synchrotron based reciprocal space mapping and dislocation substructure analysis // *Materials Letters* 63 (2009), pp. 1077-1081 // doi: 10.1016/j.matlet.2009.02.014.
- [4] I.A. Bataev, D.V. Lazurenko, A.A. Bataev, et al // A novel operando approach to analyze the structural evolution of metallic materials during friction with application of synchrotron radiation // *Acta Materialia* 196 (2020), pp. 355-369 // doi: 10.1016/j.actamat.2020.06.049.
- [5] <https://rostec.ru/news/additivnyye-tekhnologii-v-deystvii/> (Рисунок 2.5.1).
- [6] <https://svarkaspec.ru/svarka/vidy-svarki/lazernaya-svarka.html> (Рисунок 2.5.2).
- [7] R. Willumeit-Römer, J. Moosmann, B. Zeller-Plumhoff, et al // Visualization of Implant Failure by Synchrotron Tomography // 147th Annual Meeting & Exhibition Supplemental Proceedings (2018), pp. 275-284.
- [8] S.L. Cann, E. Tudisco, M.J. Turunen, et al // Investigating the Mechanical Characteristics of Bone-Metal Implant Interface Using *in situ* Synchrotron Tomographic Imaging // *Front. Bioeng. Biotechnol.* (2019) // doi: 10.3389/fbioe.2018.00208.

[9] Tanaka, S., Bataev, I., Oda, H., & Hokamoto, K. // Synthesis of metastable cubic tungsten carbides by electrical explosion of tungsten wire in liquid paraffin // *Advanced Powder Technology*, 29 (2018), pp. 2447-2455 // doi: 10.1016/j.appt.2018.06.025.

[10] P. Brumund, J. Reyes-Herrera, C. Morawe, et al // Thermal optimization of a high-heat-load double-multilayer monochromator // *Journal of Synchrotron Radiation* 28 (2021), pp. 1423-1436 // doi: 10.1107/S160057752100758X.

[11] A. Trebushinin, S. Serkez, M. Veremchuk, et al // Spatial-frequency features of radiation produced by a step-wise tapered undulator // *Journal of Synchrotron Radiation* 28 (2021), pp. 769-777 // doi: 10.1107/S1600577521001958.

[12] T. Tanaka // Major upgrade of the synchrotron radiation calculation code *SPECTRA* // *Journal of Synchrotron Radiation* 28 (2021), pp. 1267-1272 // doi: 10.1107/S1600577521004100.

[13] <https://www.rxoptics.de/products/lenses/>.

[14] M. Sanchez del Río, N. Canestrari, F. Jiang, F. Cerrina // SHADOW3: A new version of the synchrotron X-ray optics modelling package // *Journal of Synchrotron Radiation* 18 (2011), pt. 5: 708-16 // doi: 10.1107/S0909049511026306.

[15] M. Svechnikov // Multifitting: software for the reflectometric reconstruction of multilayer nanofilms // *J. Appl. Crystallogr.* 53(1), 244–252 (2020) // doi: 10.1107/S160057671901584X.

[16] M. Sánchez del Río, R. J. Dejus // XOP v2.4: recent developments of the x-ray optics software toolkit // *Proc. SPIE 8141, Advances in Computational Methods for X-Ray Optics II*, 814115 (2011) // doi: 10.1117/12.893911.

[17] P. Willmott // *An Introduction to Synchrotron Radiation. Techniques and Applications* // Wiley (2019).

Проекционная схема станции «Наноскоп» для биологических исследований в «окне прозрачности воды»

И.В. Малышев¹, А.Е. Пестов¹, В.Н. Полковников¹, Д.Г. Реунов¹, Н.Н. Салащенко¹,
М.Н. Торопов¹, Н.И. Чхало¹, Я.В. Ракшун², В.А. Чернов², И.А. Щелоков³

¹*Institute for Physics of Microstructures RAS, GSP-105, 603950 Nizhny Novgorod, Russia*

²*Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS, pr. Akad. Lavrent'eva 11, 630090, Novosibirsk, Russia*

³*Institute for Problems of Microelectronics Technology and High Purity Materials RAS, 6 Institutskaya str., 142432 Chernogolovka, Russia*

Автор для переписки: chkhalo@ipm.sci-nnov.ru

Аннотация. В работе дается краткое описание концепции проекционного мягкого рентгеновского микроскопии (ПМРМ) и станции «Наноскоп», которая планируется для установки на источнике синхротронного излучения ЦКП «СКИФ». Проекционный микроскоп предназначен для изучения внутреннего строения клеток с нанометровым пространственным разрешением. Микроскоп использует уникальный абсорбционный контраст между протеинами и водой, в районе 15, в спектральном диапазоне «окна прозрачности воды», $\lambda = 2.3 - 4.3$ нм, что исключает необходимость использования контрастирования и флуорофоров. В статье приводится рентгенооптическая схема микроскопа, её основные характеристики и моделируется метод z-томографии.

Ключевые слова: мягкая рентгеновская микроскопия, z-томография, синхротронное излучение, многослойное рентгеновское зеркало, окно прозрачности воды

Оглавление

Введение.....	178
1. Выбор типа микроскопа, оптики и длины волны.....	179
2. Описание сканирующей оптической схемы для МРМ на синхротронном источнике ЦКП «СКИФ».....	180
3. Оценка времени экспозиции для восстановления 3D структуры.....	186
4. Реконструкция 3D изображения в предлагаемой высокоапертурной схеме по методу z-томографии.....	187
Заключение.....	190
Благодарности.....	190
Список литературы.....	190

Введение

На сегодняшний день высокую актуальность имеют биологические исследования живых клеток [1-2]. Для их исследования в большой степени используют конфокальную микроскопию [3] и микроскопию на основе подавления спонтанного испускания (STED) [4]. Конфокальная микроскопия имеет латеральное разрешение порядка 200 нм и 500 нм аксиальное [5]. Повысить разрешение можно при использовании STED микроскопии до 10-50 нм в латеральном направлении и порядка 40 нм в аксиальном направлении [6]. Эти два метода хороши в плане разрешения, но являются инвазивными методами исследования биологических объектов. Для повышения разрешения можно использовать электронную микроскопию, которая имеет на порядок лучше разрешение. Однако она не подходит для работы с живыми клетками из-за высокой ионизирующей и, в конечном итоге, разрушающей способности электронов. Для стабилизации образцов используют либо высушивание, либо, для сохранения нативного характера, криофиксацию образцов, а для снятия заряда и увеличения контраста изображений еще и напыляют тонкие слои металла или углерода [7]. В арсенале наноскопии так же присутствует атомно-силовая микроскопия, но она позволяет исследовать только поверхность образцов.

С другой стороны уже более 30 лет развивается мягкая рентгеновская микроскопия (МРМ) в спектральной области «окна прозрачности воды», длины волн 2.3-4.3 нм (280-530 эВ), обладающая рядом существенных преимуществ, по сравнению с рассмотренными выше методами наноскопии.. Во-первых, наблюдается высокий абсорбционный контраст между углеродосодержащими структурами (протеин, белки, жиры, углеводы) и межклеточной жидкостью, а так же водой. Этот контраст обусловлен сильным скачком поглощения углерода в начале окна прозрачности воды и низким поглощением кислорода, вплоть до конца окна прозрачности. Во-вторых, в этом диапазоне практически полностью отсутствует рассеяние, а глубина проникновения излучения в биообразцы достигает 10-20 мкм. Эти свойства позволяют исследовать большое число клеток без их разрушения и без использования контрастирующих веществ. С точки зрения восстановления трехмерного строения по данным МРМ микроскопии можно эффективно использовать так называемую z-томографию образцов [2].

В виду актуальности метода, практически все современные синхротроны имеют станции МРМ. Трансмиссионные МРМ делятся на два типа: на проекционные [8-11] и сканирующие [12-15]. Как сканирующие, так и проекционные микроскопы для построения изображений в основном используют зонные пластины Френеля (ЗПФ), которые обеспечивают высокое латеральное (2D) разрешение. Например, в [13] 2D разрешение составило менее 10 нм. Существенно хуже ситуация с объемным разрешением. В [12] получено 3D разрешение 30 нм в латеральной плоскости и 550 нм – вдоль оптической оси. В лучших проекционных МРМ, в которых изучались криофиксированные образцы, было получено объемное (3D) разрешение на уровне 36-70 нм [8-11].

В сканирующем трансмиссионном микроскопе оптическая схема выглядит следующим образом: система формирования фокусирует рентгеновский пучок на образце в пятно нанометрового размера, образец растрово сканируется и интенсивность на выходе из него регистрируется детектором. В большинстве таких схем используются детекторы без

пространственного разрешения, они интегрируют сигнал из каждой точки образца. Сканирующая мода позволяет проводить детектирование различных сигналов, используя различные детекторы. К примеру, можно получить одновременно абсорбционное и флуоресцентное изображение.

Ключевым преимуществом сканирующей схемы является малая доза, поэтому возможно изучение даже живых клеток. Например, в [16] показано, что допустимая доза около $3 \cdot 10^2$ Грей для клеток животных позволяет получить 80 нм разрешение, и $10^4 - 10^5$ Грей для клеток растений – 10-25 нм разрешение. Основным недостатком сканирующей схемы является высокое время экспозиции из-за необходимости сканирования образца по точкам. Даже высокоскоростному столику с обратной связью для скана $10 \times 10 \times 10$ мкм³ с шагом 20 нм надо более 3 часов [16]. В данной статье мы описываем проект станции «Наноскопии» для синхротрона 4-го поколения СКИФ в Новосибирске, работающий по проекционной схеме, который требует сканирование только по одной z-координате в направлении оси проекционного объектива.

1. Выбор типа микроскопа, оптики и длины волны

Проекционная схема похожа на схему обычного микроскопа белого света и состоит из системы подсветки образца и объектива. Объектив создает в плоскости детектора увеличенное изображение, которое регистрируется ССД матрицей.

Все проекционные мягкие рентгеновские микроскопы (ПМРМ) на синхротронах используют в качестве проекционного объектива зонные пластинки Френеля (ЗПФ). Основным недостатком ЗПФ является их низкие числовые апертуры ($NA < 0.1$), которые приводят к большой (около микрометра) глубине фокуса. Поэтому, для восстановления объемного (3D) строения образцов по данным измерений, используют угловую томографию. Этот тип томографии крайне сложен в реализации из-за децентровки образца при его повороте, поэтому достичь 3D разрешение лучше 36 нм не удаётся. Нам известны две попытки реализации классической для оптической микроскопии z-томографии в МРМ на ЗПФ [12,17], но 3D разрешение составляет около 70-100 нм. Для повышения 3D разрешения мы предлагаем схему на основе многослойных рентгеновских зеркал нормального падения. Благодаря большим рабочим апертурам, $NA = 0.3 - 0.5$, глубина фокуса λ/NA^2 , где λ – длина волны, составляет 10 – 30 нм. Это позволяет реализовать высокоразрешающую z-томографию, когда образец при съемке перемещается только вдоль оптической оси микроскопа. У коллектива авторов из ИФМ РАН имеется большой опыт в изготовлении таких зеркал для «окна прозрачности воды».

Максимальный абсорбционный контраст между протеинами и водой, около 20, а так же минимальное поглощение, глубина проникновения, когда интенсивность прошедшей волны падает в e раз, около 10 мкм, достигается на длине волны, непосредственно прилегающей к краю поглощения кислорода $\lambda_{OK}=2.33$ нм. Для этой спектральной области наибольшим коэффициентом отражения $R \approx 12\%$, при нормальном падении на длине волны $\lambda=2.5$ нм обладают Cr/V МРЗ [18]. Спектральная полоса пропускания одного зеркала составляет около 0.2%, что крайне сложно реализовать на практике, особенно совместить локальные значения брэгговских углов одновременно на нескольких зеркалах.

Проще в реализации являются Ti/V и Cr/Sc МРЗ. В первом случае на длине волны 2.83 нм при нормальном падении получен коэффициент отражения $R \approx 6\%$ при спектральной полосе пропускания 0.25 % [19]. Cr/Sc МРЗ имеют рекордный коэффициент отражения $R \approx 23\%$ на длине волны 3.12 нм при спектральной полосе пропускания 0.3% [20]. Для разрабатываемого микроскопа была выбрана пара материалов Cr/Sc и, соответственно, рабочая длина волны 3.12 нм, которые на настоящее время наиболее проработаны и несут минимальные риски при практической реализации [20-23].

В последней работе авторов [23] на чистых Cr/Sc был получен коэффициент отражения $R \approx 20\%$. Мы полагаем, что применение барьерных покрытий и нитридации слоев, как в [20], позволит заметно увеличить коэффициент отражения, что увеличит интенсивность зондового пучка и, соответственно, уменьшит время проведения эксперимента. Еще одним важным аргументом при выборе рабочей длины волны ПМРМ являются очень жесткие требования к подложкам. Для обеспечения качества изображения, близкого к дифракционному, среднеквадратическая абберрация объектива RMS не должна превышать $\lambda/4$. Для $\lambda=3.12$ нм это соответствует величине $RMS \leq 0.78$ нм. Изготовление таких подложек находится на пределе возможностей современных технологий [24], однако возможно при комбинировании методов автоматизированного механического притира и полировки суспензиями [25] с методом ионной асферизации, коррекции и полировки формы и шероховатости кварцевых подложек [26]. Не смотря на отход от края поглощения кислорода, тем не менее, абсорбционный контраст и глубина проникновения уменьшились не сильно, до 15 и ~ 5 мкм, соответственно.

2. Описание сканирующей оптической схемы для МРМ на синхротронном источнике ЦКП «СКИФ»

При разработке рентгенооптической схемы микроскопа надо учитывать особенности синхротронного источника 4-го поколения. Параметры источника рентгеновского излучения приведены в **Таблице 1**. На **Рисунке 1** приведена интенсивность различных гармоник источника, из которой следует следующее. Во-первых, часть энергии пучка синхротронного излучения лежит в высоких гармониках и должна быть убрана, чтобы не попадать на прецизионные рентгенооптические элементы микроскопа. Во-вторых, на расстоянии 20 м от источника размер рентгеновского пучка на полувысоте интенсивности составит менее 1 мм. Это является серьезнейшей проблемой для применения зеркальной оптики, так как, фактически, требуется использование изображающей микрооптики. С учетом того, что МРЗ – это брэгговские отражатели, то в каждой точке падения излучения на зеркало должно выполняться брэгговское условие. Очевидно, что сильные градиенты толщин пленок на общей длине порядка 1 мм не могут быть выполнены.

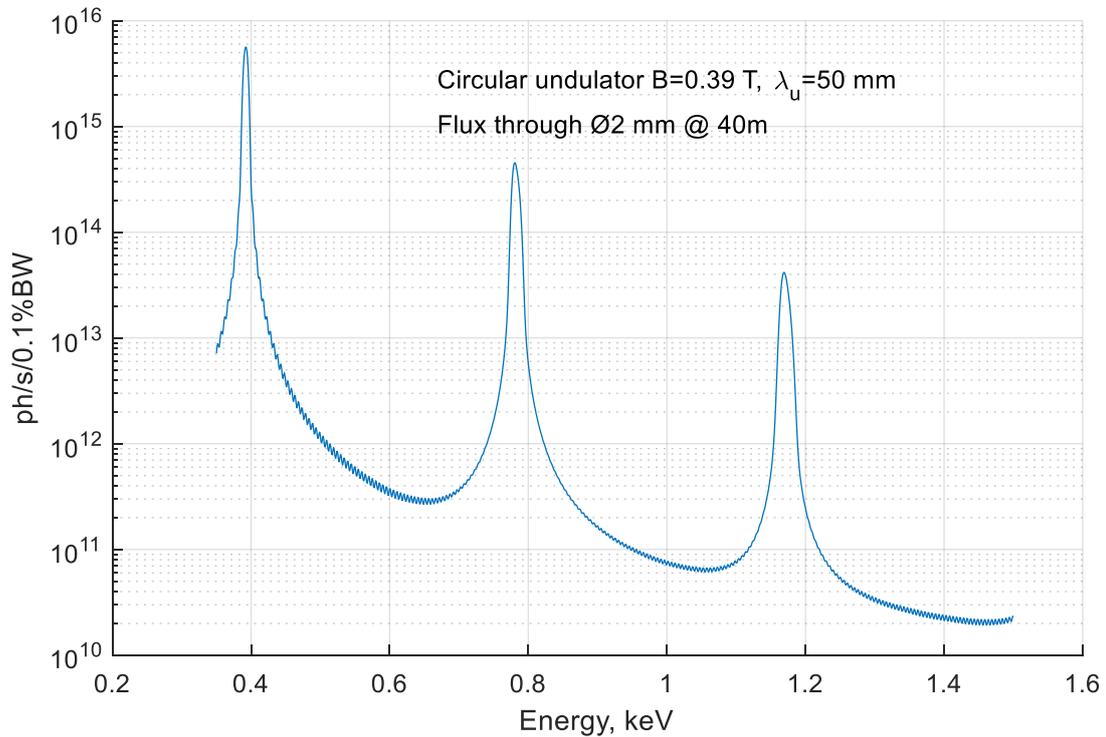


Рисунок 1. Расчётная энергия различных гармоник синхротронного источника в 0.1% полосе энергии.

Таблица 1. Основные параметры источника рентгеновского излучения.

Параметр	Значение
Тип источника - планарный вертикальный ондулятор:	
период	5 см
число периодов	78
Продольная длина	3.9м
Рабочая длина волны /энергия	3.12 нм / 397.4 эВ
Монохроматичность пучка по уровню ширины на половине максима (FWHM)	2 % / 8 эВ
Размер на полувысоте интенсивности (наибольший)	30 мкм
Угловая расходимость	25 мкрад
Средняя интенсивность излучения 1-й гармоники в полосе 0.1%	4.6×10^{15} фот/с
Полная мощность излучения	500 Вт

Другая проблема – это ориентация оптической оси микроскопа. Микроскопы, описанные в упомянутых выше работах, имели горизонтальное расположение оси, в плоскости орбиты синхротрона. С точки зрения эргономики и удобства работы с образцами – это не удобная ориентация. Традиционные микроскопы имеют вертикальную оптическую ось.

В данном проекте мы решили обе эти проблемы за счет гибридной схемы микроскопа, включающей отражательные и дифракционные рентгенооптические элементы.

Рентгенооптическая схема канала приведена на **Рисунке 2**, описание основных элементов и их взаимное расположение – в **Таблице 2**. Излучение из ондулятора распространяясь по каналу падает на систему двух плоских зеркал (поз. 1 на **Рисунке 2**). Система зеркал выполняет функции фильтра высоких гармоник и аттенюатора интенсивности рентгеновского пучка, попадающего в микроскоп. Для примера на **Рисунке 3** приведена спектральная зависимость коэффициента отражения от кремниевого зеркала при угле падения излучения 3° . Как видно из рисунка при коэффициенте отражения 1-й (рабочей) гармоники 55%, подавление 2-й гармоники составит около 16 раз, соответственно при двукратном отражении – около 260. Положение относительно источника и параметры зеркал (угол падения, материал покрытия) будут оптимизированы в дальнейшем, с целью обеспечения близко к 100% отражения. Тем не менее, видно, что такая система обеспечивает практически полное подавление всех гармоник, что, в дальнейшем, не потребует охлаждения зеркал микроскопа. Отсутствие сильных тепловых нагрузок имеет принципиальное значение для предотвращения искажения волновых фронтов.

Проходя далее, излучение падает на первый элемент наноскопа - Брэгг-Френелевскую линзу (БФЛ) (поз. 5 на **Рисунке 2**) [27]. В качестве отражающего, будет использовано Cr/Sc покрытие. БФЛ сразу выполняет несколько функций. Во-первых, осуществляет первую стадию фокусировки рентгеновского излучения, увеличивая числовую апертуру пучка в 226 раз – до $NA=0.00565$. Во-вторых, поворачивает пучок на 90° , тем самым обеспечивая удобную ориентацию оптической оси микроскопа. В-третьих, так как на БФЛ падает квазимонохроматический пучок, то при ее изготовлении не требуется напыления МРЗ с градиентом периода по поверхности.

В плоскости фокусировки устанавливается диафрагма (поз. 6). Диафрагма выполняет функцию фильтра для обрезания «хвостов» зондового пучка. Расходящийся пучок после прохождения многослойного фильтра (поз. 7) падает на конденсорный объектив Шварцшильда (КОШ) (поз. 8-9). Этот объектив увеличивает апертуру пучка ещё в 50 раз – до 0.28. В отличие от сканирующей схемы, где зеркала этого объектива делаются с дифракционным качеством для осуществления нанофокусировки, задача КОШ – равномерная подсветка значительной площади образца, порядка размера клетки $17 \times 17 \text{ мкм}^2$. Это существенно снижает требования к точности изготовления формы поверхности зеркал. Допустимая ошибка формы зеркал может быть оценена как размер поля зрения, деленного на удвоенное расстояние от вогнутого зеркала до образца $\sim 17 \text{ мкм} / (2 \times 130 \text{ мм}) \approx 60 \text{ мкрад}$.

Далее по ходу лучей установлен образец (поз. 10). Для его криофиксации можно использовать либо медный хладопровод, охлаждаемый с наружи парами азота, либо криокювету, в которой пары азота напрямую обдувают образец, как это сделано в [28]. Изображение образца строится трёхзеркальным объективом (поз. 11-13) с увеличением 800 крат на CMOS-матрице обратной засветки (поз. 14). Данная схема рассчитывалась под размер матрицы GPIXEL GSENSE2020BSI PulSar с размером поля 2048×2048 пикселей и размером пикселя 6.5 мкм. Размер пикселя в плоскости образца составляет 8 нм. Матрица охлаждается медным хладопроводом (поз. 15).

Методика проведения измерений и реконструкция 3D структуры аналогичны конфокальной микроскопии, за исключением отсутствия флуорофоров и того, что полезный сигнал формируется по всему объему образца, в то время как в конфокальной микроскопии сигнал дают только области с флуорофором. Образцы для исследований могут быть, как зафиксированы с использованием криозаморозки, так и быть предварительно высушены.

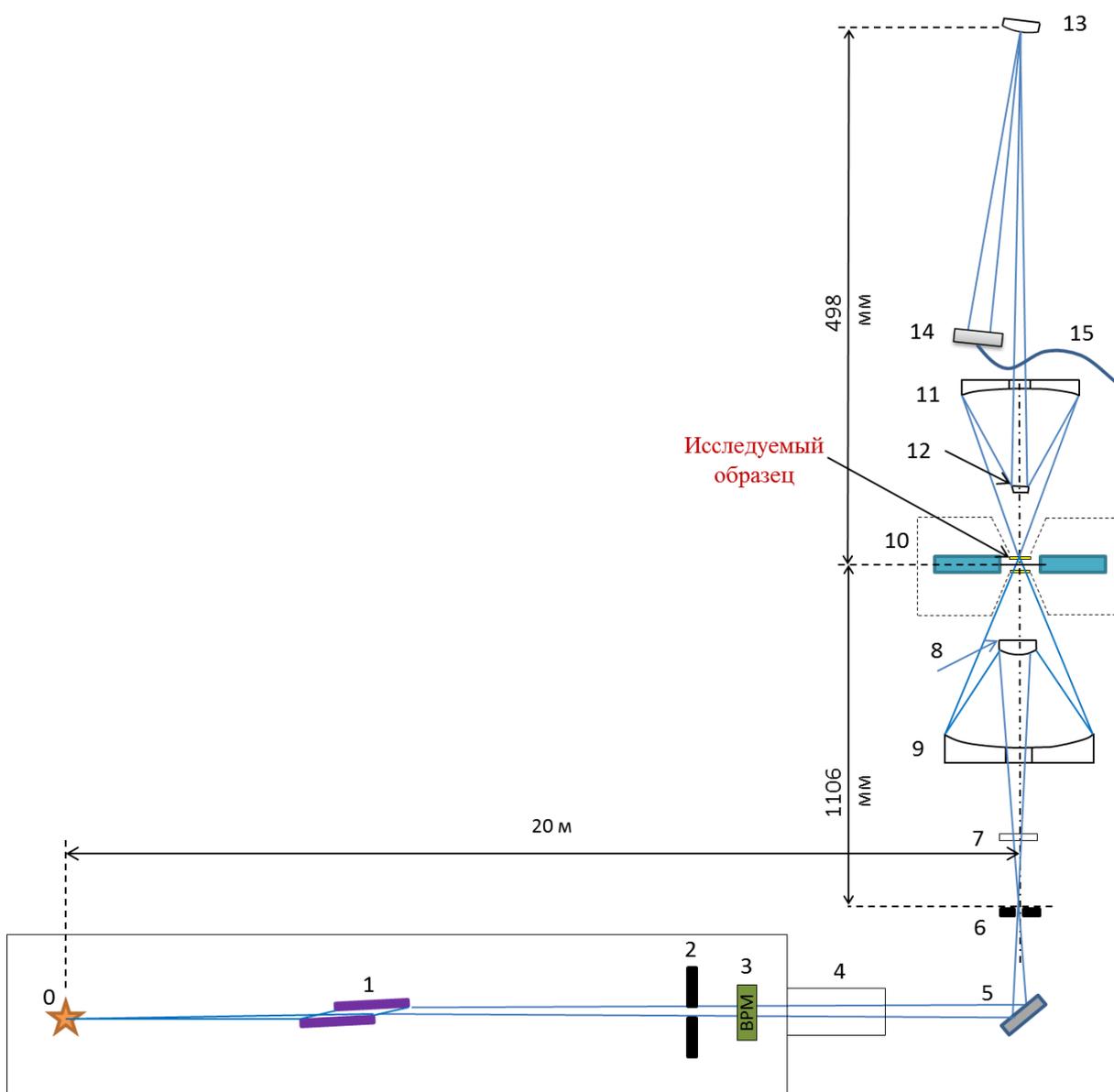


Рисунок 2. Рентгенооптическая проекционная схема канала и станции. Пояснения приведены в Таблице 2.

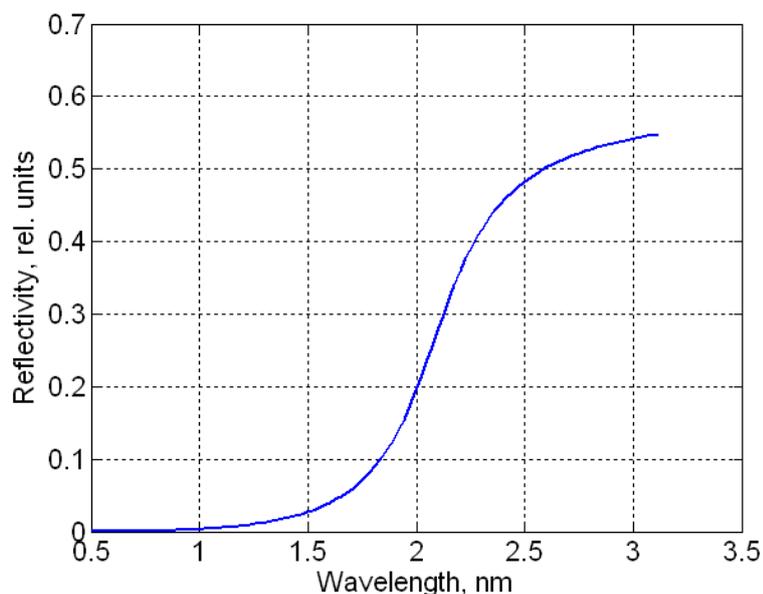


Рисунок 3. Фильтр гармоник. Спектральная зависимость коэффициента отражения кремниевых зеркал при скользящем угле падения 3° . Подавление 2-й гармоники при двукратном отражении достигает 260.

Для уменьшения деформаций волнового фронта и обеспечения размерной стабильности рентгенооптической схемы в условиях мощных рентгеновских потоков первое зеркало двухзеркального фильтра гармоник будут охлаждаться жидким азотом или водой, что будет определено при более детальной проработке, второе зеркало – водой. Последующие элементы, в силу достаточно малой мощности очищенного от гармоник излучения, не требуют принудительного охлаждения и достаточно будет пассивного (радиаторного) охлаждения.

Для сохранения размерной стабильности рентгенооптической схемы при ее разработке будут использованы материалы с низкими, на уровне 10^{-7} K^{-1} , температурными коэффициентами линейного расширения (ULE, астроситалл и титан-ниобиевый сплав ТВ-36). Кроме того, корпус объектива будет термостабилизирован.

Наиболее важной частью оптической схемы является проекционный объектив. Его увеличение было принято равным 800 крат, чтобы с одной стороны размер пикселя в предметной области был мал и равнялся $8 \times 8 \text{ нм}^2$, а с другой поле зрения было достаточно для наблюдения большинства клеток, оно составило $16.6 \times 16.6 \text{ мкм}^2$. Высота объектива составила около 500 мм, ширина 100 мм – достаточно компактные для такого большого увеличения. Диаметр малого выпуклого зеркала – 12.6 мм, доступен для оптического производства, механической и ионной полировки шероховатости поверхности и нанесения отражающего многослойного покрытия. Расчетные aberrации объектива для всех полевых точек субнанометровые. Это обеспечивает близкое к дифракционному пределу (верхняя черная кривая на **Рисунке 4а**) долю энергии пятна фокусировки в одном 6.5 мкм пикселе – от 51% до 62% в зависимости от полевой точки. На **Рисунке 4б** показано, как пятно фокусировки на регистрирующей матрице укладывается в пиксели.

Таблица 2. Оптические элементы станции «Наноскопия в окне прозрачности воды»

№	Элемент	Расстояние от предыдущего элемента, мм	Описание
0	Источник СИ	0	Ондулятор
1	Два плоских зеркала	15 000	Охлаждаемый фильтр гармоник – аттенюатор интенсивности пучка
2	Выходная апертура фронт-энда	3 000	Система охлаждаемых щелей, выделяющих центральный конус излучения с $NA = 25$ мкрад
3	ВРМ	500	Мониторы положения и интенсивности пучка
4	Сильфон с шиберами	500	
5	Линза Брег-Френеля	1000	Многослойное Cr/Sc зеркало с эллиптической зонной пластинкой на поверхности, наклонено на 45° . Рабочая область – эллипс ($2a=1.4$ мм, $2b=1$ мм) Охлаждается H_2O или LN_2
6	Диафрагма	88	Диафрагма, охлаждаемая H_2O
7	Набор фильтров	200	Многослойные фильтры для контроля потока падающего излучения
8	Первичное зеркало КОШ	853	Выпуклое Cr/Sc зеркало конденсорного объектива Шварцшильда, увеличивающего апертуру пучка в 50 раз – до 0.28 и создающего равномерное поле засветки на образце. $R = -28.2$ мм, $D = 12$ мм.
9	Вторичное зеркало КОШ	77	Вогнутое Cr/Sc зеркало конденсорного объектива. $R = -107.6$ мм, $D = 78$ мм
10	Образец	130	Образец на Z-сканере с обратной связью
11	Первичное зеркало объектива x800	166.3	Вогнутое зеркало проекционного объектива $R = 133.3$ мм, $D = 100$ мм, $D_{\text{световой}} = 92$ мм
12	Вторичное зеркало объектива x800	95.9	Выпуклое зеркало проекционного объектива $R = -31.1$ мм, $D = 12.6$ мм
13	Третичное зеркало объектива x800	401.4	Выпуклое зеркало проекционного объектива $R = -16.3$ мм, $D = 20$ мм, $D_{\text{световой}} = 0.6$ мм
14	Регистрирующая матрица	265, угол 4° к горизонтали	GPIXEL GSENSE2020BSI PuISar с размером поля 2048x2048 пикселей и размером пикселя 6.5мкм
15	Охлаждение матрицы		Медный хладопровод, от «холодного пальца» охлаждаемого парами жидкого азота с наружи вакуумной камеры

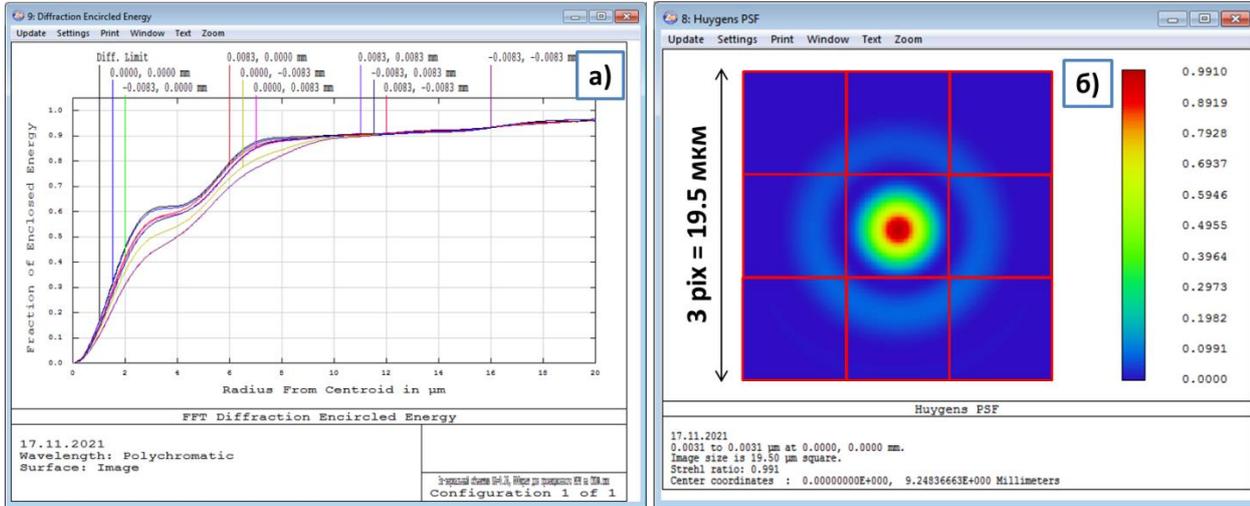


Рисунок 4. а) Распределение энергии в пятне фокусировки для разных полевых точек (центра и краёв матрицы); б) Пятно фокусировки в центре поля зрения, на регистрирующей матрице.

3. Оценка времени экспозиции для восстановления 3D структуры

Время томографии складывается из времени на z-перемещение столика и времени экспозиции всех кадров T_{exp} . Время на z-перемещение столика на 30 мкм составляет 0.15с, т.к. скорость движения столика от компании PI составляет 0.2мм/с [29]. Время на экспозицию всех кадров T_{exp} определяется по формуле:

$$T_{exp} = \frac{C_{pix} \cdot E_e \cdot N_{pix}}{E_p \cdot PBI} \cdot \frac{H}{\Delta h} \cdot k \quad (1),$$

где $C_{pix} = 55 \cdot 10^3 \bar{e}$ – ёмкость пикселя, $E_e = 3.6$ эВ – энергия, затрачиваемая на рождение одной электрон-дырочной пары в полупроводниковом пикселе, $E_p = 397$ эВ – энергия фотона с длиной волны 3.12 нм, $PBI = 1 \cdot 10^{12} \frac{1}{c}$ – интенсивность подсвечивающего образец пучка с учётом отражения от 5-ти зеркал [16], $\frac{H}{\Delta z}$ - число шагов по оси z, $H = 20$ мкм – перемещение столика по оси z для съёмки образца толщиной 10 мкм и его окружения, $\Delta z = 16$ нм – z-шаг; k – коэффициент ослабления интенсивности из-за поглощения в образце. Например, при прохождении излучения с длиной волны 3.12 нм через образец (10 мкм клетку в 20 мкм слое льда) коэффициент $k = \exp(-(\mu_{льда} H_{льда} + \mu_{белка} H_{белка})) \approx \exp(-(1/4) \cdot 20) \approx 150$.

Подставив эти числа в (1), получим, что $T_{exp} = 10$ минут.

Так как это время рассчитывалось из условия, что вся ёмкость пикселей заполняется полностью, то шумы должны быть малы, а это очень важно для деконволюционной реконструкции 3D изображения.

Оценим время на сохранение кадров в память компьютера, для 20 мкм толщины с 16 нм z-шагом. Оно составит 10 минут при скорости сохранения 2 кадра/с. Так как это время равно времени экспозиции всех кадров, то накопление сигнала и сохранение в памяти кадра, полученного на предыдущем z-шаге, могут быть реализованы одновременно, поэтому время томографии не увеличится и составит те же 10 минут. Это время гораздо меньше времени

томографии в сканирующем микроскопе (единицы часов из-за необходимости сканирования образца по всем координатам [16]).

4. Реконструкция 3D изображения в предлагаемой высокоапертурной схеме по методу z-томографии

Полное описание алгоритма реконструкции изображения приводится нами в [30]. Здесь мы приведём только результаты, чтобы продемонстрировать возможность оптической схемы и метода. Образец сдвигается вдоль оптической оси, и снимается серия изображений его срезов $I(x', y')$, где x', y' – координаты на регистрирующей матрице. Далее в стандартных программах, например в ImageJ с плагином Deconv.Lab2 [31], решается уравнение:

$$\mu = \left(-\frac{\ln\left(\frac{I}{I_0}\right)}{\Delta z}\right) \otimes^{-1} h \quad (2),$$

где I_0 – интенсивность поля засветки образца, когда образца нет, Δz – шаг сканирования, h – ФРТ с учётом дифракции, aberrаций и конусного схождения лучей в изображаемую точку и конусного выхода из неё, $\mu(x, y, z)$ – искомый трёхмерный коэффициент поглощения структур клетки.

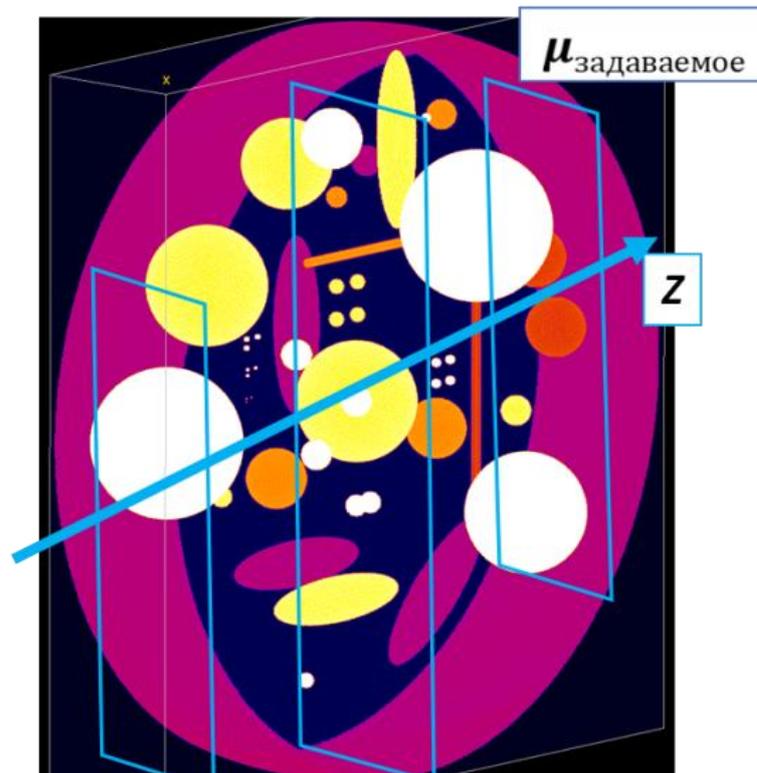


Рисунок 5. Клетка диаметром 3.5мкм и толщиной 0.7мкм. Сдвигая клетку вдоль Z, видим её разные z-сечения. Значения μ от 0 до 4 мкм⁻¹ соответствуют органеллам с разным содержанием поглощающего $\lambda = 3.12$ нм углерода. Модель клетки взята из [32].

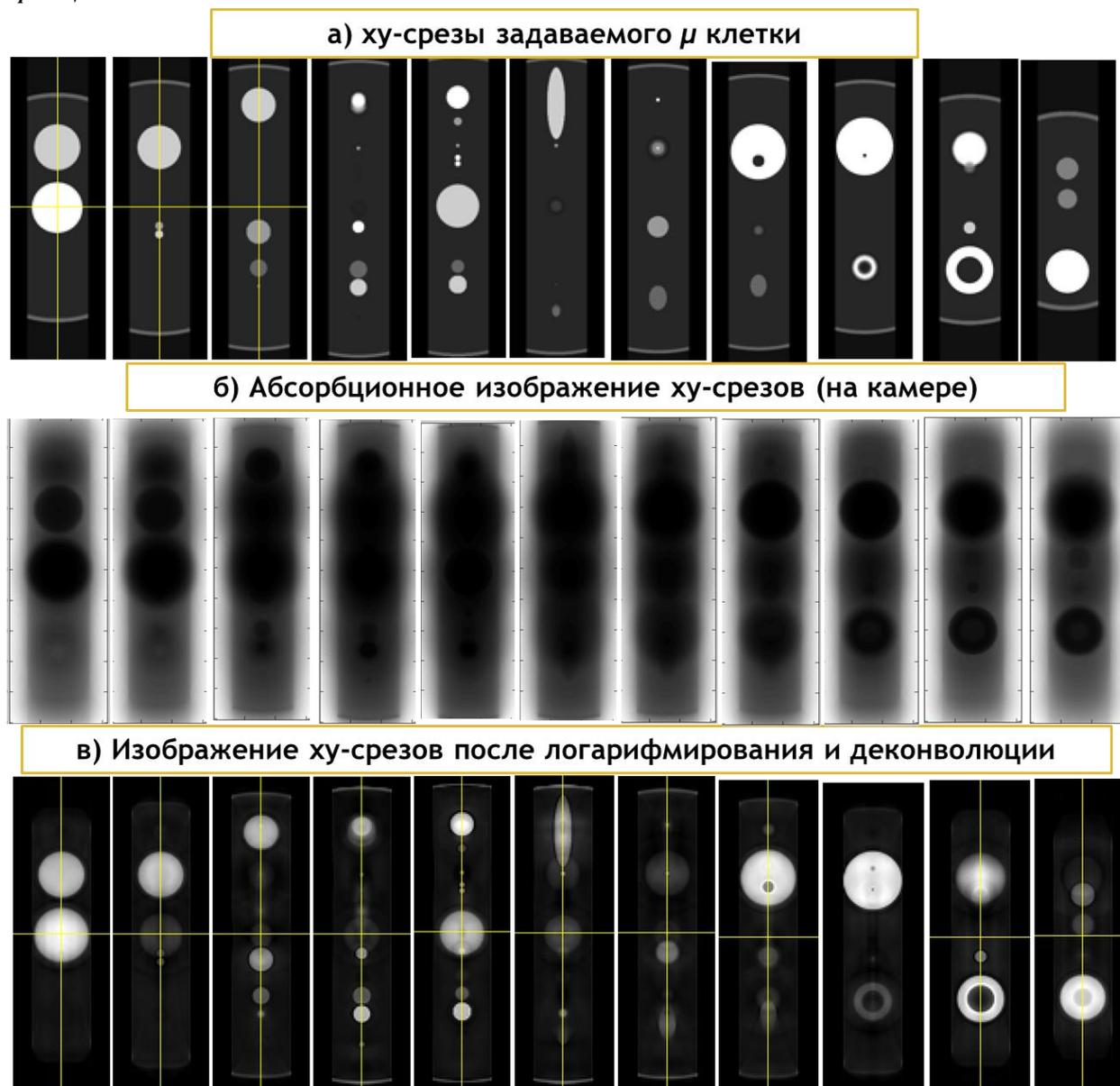


Рисунок 6. XY-срезы моделируемой клетки в зависимости от Z-положения фокальной плоскости в образце.

Трёхмерное изображение после расшифровки

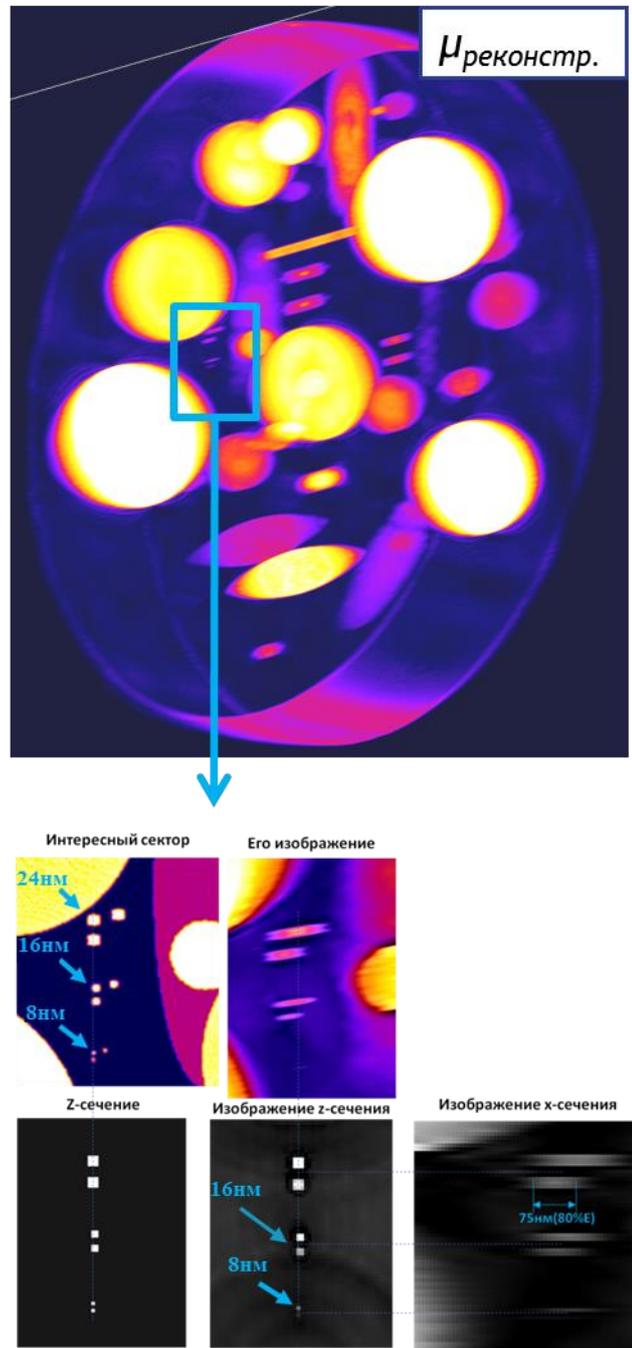


Рисунок 7. Расчётное трёхмерное изображение клетки после деконволюционной реконструкции по смоделированным данным z-томографии в предлагаемой проекционной схеме МРМ.

Для проверки работоспособности метода для данной оптической схемы с $NA=0.28$ и $\lambda=3.12\text{nm}$ в идеальном случае без учёта aberrаций из-за остаточной ошибки формы зеркал и шума мы задали распределение μ (Рисунки 5, 6а) и смоделировали изображение, решив прямую задачу – уравнение Бера-Ламберта:

$$I(x', y', z') = \frac{I_0}{N_R} \sum_{\text{лучи}} \exp(-\int \mu(x, y, z) dl) \otimes h \quad (3),$$

где $I(x',y',z')$ – интенсивность изображения точки (x,y,z) образца. N_R – число лучей, вдоль которых ведется интегрирование, h – функция рассеяния точки микроскопа, \otimes - операция свёртки. Интегрирование и суммирование ведётся вдоль лучей, сходящихся в каждую точку сечения образца, находящегося в данный момент в фокусе. Сечения полученного «прямого» изображения приведено на **Рисунке 6б**.

Далее смоделированные изображения (**Рисунок 6б**) подставлялись в уравнение (2), и оно решалось в стандартной программе DeconvolutionLab2. В итоге были получены изображения сечений клетки после реконструкции (**Рисунок 6в**) и построено 3D изображение клетки (**Рисунок 7**). Синей рамкой в нём выделен сектор с 8, 16 и 24нм кубиками, который приведен ниже крупно. Как можно видеть по методу z-томографии в предложенной проекционной схеме МРМ можно получить 8 нм латеральное разрешение с контрастом $\approx 80\%$. В расчёте не учитывались шумы. Учёт шумов будет предметом дальнейших исследований. В DeconvolutionLab2 есть более 10-ти методов решения обратной задачи с выбираемыми пользователем коэффициентами, которые позволяют делать решение более устойчивым к шумам.

Аксиальное разрешение из-за вытянутости ФРТ вдоль Z составляет $2\text{DoF} = 75\text{нм}$. Его можно улучшить до латерального, если снять z-сканы образца в его номинальном положении и в повернутом на 90° , и обработав z-сканы совместно. Соответствующий алгоритм увеличения 3D разрешающей способности z-томографии находится в стадии разработки авторами.

Заключение

Предложенная проекционная схема станции «Наноскоп» сложнее сканирующей схемы из-за появления дополнительного 3х зеркального объектива, но зато из-за малого времени томографии в этой схеме нет проблем потери разрешающей способности из-за вибраций и тепловых дрейфов положения образца относительно проекционного объектива. Эта схема может применяться для получения 3D изображений высушенных или замороженных клеток объемом до $15 \times 15 \times 15 \text{ мкм}^3$ с латеральным разрешением до 8 нм для одного z-скана и объемным разрешением около 8 нм для двух z-сканов, соответствующих номинальному и повернутому на 90 градусов положению образца. Мы рассматриваем появление этого микроскопа как дополнение или альтернативы к сканирующему микроскопу [16].

Благодарности.

Работа выполнена в рамках гос. задания 0030-2021-0022 и гранта РФФИ № 20-02-00364 А.

Список литературы

[1] Hanssen E., Knoechel C., Dearnley M., Dixon M.W.A., Le Gros M., Larabell C., Tilley L., Soft X-ray microscopy analysis of cell volume and hemoglobin content in erythrocytes infected with asexual and sexual stages of Plasmodium falciparum, Journal of Structural Biology 177, 224-232 (2012). doi.org/10.1016/j.jsb.2011.09.003.

- [2] Kirz J., Soft X-ray microscopes and their biological applications , Q.Rev. Biophys , 28, 33-130 (1995). doi: 10.1017/s0033583500003139.
- [3] Paddock, S. W., Confocal Laser Scanning Microscopy. BioTechniques, 27(5), 992–1004.,1999. doi:10.2144/99275ov01.
- [4] Hell, S. W., Wichmann, J., Breaking the diffraction resolution limit by stimulated emission: stimulated-emission-depletion fluorescence microscopy. Optics Letters, 19(11), 780., 1994. doi:10.1364/ol.19.000780.
- [5] SHAH S. M., CRAWSHAW J. P., BOEK E. S., Three-dimensional imaging of porous media using confocal laser scanning microscopy. Journal of Microscopy, 265(2), 261–271, 2016. doi:10.1111/jmi.12496.
- [6] Barbotin A., Urbančič I., Galiani S., Eggeling C., Booth M., Sezgin E., z-STED imaging and spectroscopy to investigate nanoscale membrane structure and dynamics. Biophysical Journal 118, 2448–2457, May 19, 2020, doi:10.1016/j.bpj.2020.04.006.
- [7] Eltsov M., Grewe D., Lemercier N., Frangakis A., Livolant F., Leforestier A., Nucleosome conformational variability in solution and in interphase nuclei evidenced by cryo-electron microscopy of vitreous sections, Nucleic Acids Res. 46(17), 9189-9200 (2018), doi.org/10.1093/nar/gky670.
- [8] Takman P. A.C., Stollberg H., Johansson G. A., Holmberg A., Lindblom M., Hertz H. M., High-resolution compact X-ray microscopy Journal of Microscopy 226, 175–181 (2007). <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2007.01765.x>.
- [9] Larabell C. A., Le Gros M. A., X-ray tomography generates 3-D reconstructions of the yeast, *Saccharomyces cerevisiae*, at 60-nm resolution. Molecular Biology of the Cell 15, 957–962 (2004). doi:10.1091/mbc.e03-07-0522.
- [10] Weib D., Schneider G., Niemann B., Guttman P., Rudolph D., Schmah G., Computed tomography of cryogenic biological specimens based on X-ray microscopic images. Ultramicroscopy 84, 185-197 (2000). DOI: 10.1016/s0304-3991(00)00034-6.
- [11] Schneider G., Guttman P., Heim S., Rehbein S., Mueller F., Nagashima K., Heymann J. B., Müller W. G., McNally J. G., Three-dimensional cellular ultrastructure resolved by X-ray microscopy. Nat Methods. 7(12), 985–987 (2010). DOI: 10.1038/nmeth.1533.
- [12] Späth A., Schöhl S., Riess C., Schmidtel D., Paradossi G., Raabe J., Hornegger J., Fink R.H., Three-dimensional focal stack imaging in scanning transmission X-ray microscopy with an improved reconstruction algorithm. Ultramicroscopy 144, 19-25 (2014). doi.org/10.1364/OE.27.007787.
- [13] Vila-Comamala J., Jefimovs K., Raabe J., Pilvi T., Fink R. H., Senoner M., Maaßdorf A., Ritala M., David C., Advanced thin film technology for ultrahigh resolution x-ray microscopy. Ultramicroscopy 109(11), 1360-1364, (2009). <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2009.07.005>.
- [14] Späth A., Raabe J., Fink R. H., Confocal soft X-ray scanning transmission microscopy: setup, alignment procedure and limitations. J Synchrotron Radiat. 22(1), 113–118 (2015). <https://doi.org/10.1107/S1600577514022322>.

[15] Kotani Y. Y., Senba Y., Toyoki K., Billington D., Okazaki H., Yasui A., Ueno W., Ohashi H., Hirosawa S., Shiratsuchi Y., Nakamura T., Realization of a scanning soft X-ray microscope for magnetic imaging under high magnetic fields, *J Synchrotron Radiat.* 25(5),1444-1449 (2018).

[16] Chkhalo N. I., Malyshev I. V., Pestov A. E., Polkovnikov V. N., Reunov D. G., Salashchenko N. N., Shchelokov I. A., X-ray optical scheme for station “nanoscope” for biological research in the water window. *Synchrotron and free electron laser radiation: Generation and Application (SFR-2020)*. doi:10.1063/5.0031702.

[17] Kördel M., Dehlinger A., Seim C., Vogt U., Fogelqvist E., Sellberg J.A., Stiel H., Hertz H.M., Laboratory water-window x-ray microscopy, *Optica* Vol. 7, Issue 6, pp. 658-674 (2020) doi.org/10.1364/OPTICA.393014.

[18] Gullikson E.M., Salmassi F., Aquila A.L, Dollar F.. Lawrence Berkeley National Laboratory: Berkeley, CA, USA, 2006; Available online: <http://escholarship.org/uc/item/8hv7q0hj> (accessed on 20 June 2008).

[19] Jingtao Z., Haochuan L., Hongchang W., Mingqi C., Jinwen C., Jiayi Z., PXRNM workshop-2016, 2016; Available online: <https://www.utwente.nl/en/tnw/xuv/workshops/archive/pxrnm-workshop-2016/program/pxrnms-2016-abstracts-poster-presentations.pdf>.

[20] Burcklen C., S. de Rossi, Meltchakov E., Dennetière D., Capitanio B., Polack F., Delmotte F., High-reflectance magnetron-sputtered scandium-based x-ray multilayer mirrors for the water window, *Optics Letters* Vol. 42, Issue 10, pp. 1927-1930 (2017). <https://doi.org/10.1364/OL.42.001927>.

[21] Andreev S.S., Bibishkin M.S., Chkhalo N.I., Klunokov E.B., Prokhorov K.A., Salashchenko N.N., Zorina M.V., Schafers F., Shmaenok L.A., Short-period multilayer X-ray mirrors, *Journal of Synchrotron Radiation.* 10(5), 358-360 (2003). doi.org/10.1107/S0909049503015255.

[20] Bibishkin M.S., Chkhalo N.I., Fraerman A.A., Pestov A.E., Prokhorov K.A., Salashchenko N.N., Vainer Yu.A., Ultra-short period X-ray mirrors: Production and investigation, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. A* 543, 333-339 (2005). <https://doi.org/10.1016/j.nima.2005.01.251>.

[23] Andreev S.S., Bibishkin M.S., Chkhalo N.I., Lopatin A.Ya., Luchin V.I., Pestov A.E., Prokhorov K.A., Salashchenko N.N., Application of free-standing multilayer films as polarizers for X-ray radiation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. A* 543, 340-345 (2005). doi.org/10.1016/j.nima.2005.01.252.

[24] Малышев И.В., Реунов Д.Г., Чхало Н.И., Пестов А.Е., Торопов М.Н., Антюшин Е.С., Дмитриев Д.С., Полковников В.Н., Забродин И.Г., Каськов И.А., Михайленко М.С., Нечай А.Н., Перекалов А.А., Плешков Р.С., Салащенко, Н.Н., Высокоапертурный зеркальный рентгеновский микроскоп на длину волны 13.88 нм, *Материалы XXV Международного симпозиума «Нанофизика и нанoeлектроника», т1,421-422, 2021.*

[25] Chkhalo N.I., Malyshev I.V., Pestov A.E., Polkovnikov V.N., Salashchenko N.N., Toropov M.N., Diffraction limited X-ray optics: technology, metrology, applications, *Physics-Uspekhi* 63(1), 67-82 (2020). DOI: 10.3367/UFNe.2019.05.038601.

[26] Chkhalo N. I., Malyshev I. V., Pestov A. E., Polkovnikov V. N., Salashchenko N. N., Toropov M. N., Soloviev A. A. Problems in the application of a null lens for precise measurements of aspheric mirrors. *Applied Optics*, 55(3), 619. doi:10.1364/ao.55.000619.

[27] Schelokov I. A., Roshchupkin D. V., Kondakov A. S., Irzhak, D. V., Brunel M., Tucoulou R. Second generation of grazing-incidence-phase Fresnel zone plates. *Optics Communications*, 159(4-6), 278–284. doi:10.1016/s0030-4018(98)0059.

[28] Legall H., Blobel G., Stiel H., Sandner W., Seim, C., Takman P., Diete, W. Compact x-ray microscope for the water window based on a high brightness laser plasma source. *Optics Express*, 20(16), 18362. doi:10.1364/oe.20.018362.

[29] <https://www.physikinstrumente.com/en/>.

[30] Малышев И.В., Чхало Н.И. Метод z-томографии в мягкой рентгеновской микроскопии. Материалы XXV Международного симпозиума «Нанопизика и наноэлектроника», т1,425-426, 2021.

[31] Sage D., Donati L., Soulez F., et al. DeconvolutionLab2: an open-source software for deconvolution microscopy. *Methods*, 115, 28–41 (2017).

[32] Malyshev I.V., Chkhalo N.I. Malyshev, I.V. A method of z-tomography using high-aperture soft X-ray microscopy. *Ultramicroscopy*. V.202, P.76-86. (2019).

Проект станции «Люминесцентная спектроскопия с временным разрешением» на канале синхротронного излучения ЦКП «СКИФ»

В.А. Пустоваров, В.Ю. Иванов

Уральский федеральный университет, 620002, Екатеринбург, Россия

Автор для переписки: v.a.pustovarov@urfu.ru

Аннотация. Приведено концептуальное описание проекта станции «Люминесцентная спектроскопия с временным разрешением» на канале синхротронного излучения ЦКП «СКИФ». Дано обоснование предлагаемого варианта станции. Показаны функциональные экспериментальные возможности планируемой станции, реализуемые методики. Описаны требования к каналу транспорта пучка, первичному монохроматору, измерительной камере, тракту регистрации вторичного излучения, детекторам, системе сбора информации.

Ключевые слова: люминесцентная спектроскопия, временное разрешение, кинетика затухания люминесценции, вакуумный ультрафиолет, спектры отражения.

Оглавление

Введение	195
1 Выбор схемы для обеспечения функционала станции	196
1.1 Использование «белого» пучка СИ рентгеновского диапазона.....	196
1.2 Использование монохроматического пучка СИ рентгеновского диапазона ...	199
1.3 Использование монохроматического пучка СИ ВУФ диапазона.....	200
1.4 Использование монохроматического пучка СИ ВУФ и X-ray диапазонов	202
2 Оптимальный вариант обеспечения функционала станции и выбор комплектации...	203
Заключение.....	204
Благодарности	205
Список цитируемой литературы	205

Введение

Для исследования электронных возбуждений (электронов, дырок, экситонов), их эволюции во времени, процессов их транспорта в кристаллической решетке диэлектриков и широкозонных полупроводников, а также изучения электронной структуры твердых тел традиционно привлекают спектроскопические методы и экспериментальное оборудование, обеспечивающие корректные измерения в широких диапазонах времен и температур в ультрафиолетовой (УФ), вакуумной ультрафиолетовой (ВУФ) и рентгеновской (X-ray) областях спектра. Лабораторные источники УФ/ВУФ-излучения немногочисленны, часто обладают линейчатым спектром и относительно слабой интенсивностью. Необходимое качество ВУФ- и X-ray возбуждения может быть достигнуто лишь при использовании синхротронного излучения (СИ) накопителей электронов (позитронов), обладающего известными уникальными свойствами. Поэтому наиболее рациональным, информативным и практически безальтернативным на сегодняшний день путем изучения быстрых радиационно-стимулированных процессов в диэлектрических и широкозонных полупроводниковых кристаллах в широкой области энергий представляется совмещение известных спектрально-люминесцентных методов, доказавших свою эффективность при использовании импульсного излучения лазеров, с уникальными свойствами СИ [1-6].

Основное внимание при изучении указанных процессов должно уделяться проведению экспериментов в дальней УФ и ВУФ областях спектра, которые являются наиболее информативными как для фундаментальных, так и для прикладных исследований. Последние направлены, в частности, на целенаправленное создание эффективных детектирующих сред с повышенной радиационной стойкостью для регистрации разных видов ионизирующих излучений, матриц для оптической записи информации на радиационно-индуцированных дефектах, разработку элементов нелинейной оптики с радиационно-стабилизированными структурами, лазерной техники, а также на создание функциональных материалов оптоэлектроники, катализа, пленочных наноструктур, элементов энергонезависимой памяти и т. д. [7-10].

На рубеже 80-х годов такие исследования с применением СИ велись в нашей стране несколькими экспериментальными группами (ФИАН СССР, МГУ, СПбГТУ, ИФ АН ЭССР) на одной экспериментальной станции ВУФ-спектроскопии на синхротроне С-60 в ФИАН СССР в Москве. Помимо этого, научной группой из УГТУ-УПИ такие работы велись также на станции ВУФ-спектроскопии на накопителе ВЭПП-2М в ИЯФ СО РАН, см. например, [11]. Методика низкотемпературных люминесцентно-оптических измерений также была поставлена в Институте атомной энергии им. И.В. Курчатова на накопителе «Сибирь-1», см. для примера, [12].

В настоящее же время в России работы в этом направлении ведутся лишь на канале СИ №6 накопителя ВЭПП-3 в ИЯФ СО РАН с использованием «белого» пучка СИ рентгеновского диапазона (3-50 кэВ) на станции «Люминесценция с временным разрешением», созданной еще в 1989 г. и периодически модернизируемой [13]. Методики ВУФ-измерений с применением СИ в настоящее время в России отсутствуют. В мировом же сообществе пользователей СИ

явным лидером применения методов время-разрешенной низкотемпературной ВУФ-спектроскопии на протяжении многих лет являлась станция Superlumi на накопителе DORIS III (HASYLAB, DESY, Hamburg) [14]. По публикационной активности она с большим отрывом была первой среди других станций в лаборатории HASYLAB. В 2012 накопитель DORIS III был закрыт, но станция с прежним функционалом в обновленном варианте недавно (в 2021 году) была введена в эксплуатацию для пользователей на накопителе PETRA III (HASYLAB, DESY, Hamburg) [15]. Другая современная установка для люминесцентной XUV-спектроскопии - FINESTLUMI была запущена на финско-эстонской линии на накопителе MAX IV (Lund, Sweden) в 2019 году, используя вывод СИ из ондулятора [16, 17], и сейчас активно используется.

Все сказанное выше подчеркивает актуальность исследований новых перспективных функциональных материалов методами люминесцентной спектроскопии с применением СИ и актуальность создания экспериментальной станции «Люминесцентная спектроскопия с временным разрешением» на канале СИ СКИФ.

В настоящей статье приведено концептуальное описание станции «Люминесцентная спектроскопия с временным разрешением» на канале синхротронного излучения СКИФ. Дано обоснование предлагаемого варианта станции. Показаны функциональные экспериментальные возможности планируемой станции, реализуемые методики. Основная цель представления проекта станции – заинтересовать потенциальных пользователей СИ из самых разных научных областей в использовании предлагаемых экспериментальных методов для решения их научных и технологических задач.

1 Выбор схемы для обеспечения функционала станции

Для обеспечения качества исследований обозначенных выше физических процессов в твердотельных материалах необходимо обосновать выбор основных функциональных возможностей станции. Это рассмотрение будем проводить, начиная с более простого варианта.

1.1 Использование «белого» пучка СИ рентгеновского диапазона

Рассмотрим вариант, когда СИ выводится из дипольного магнита через бериллиевую фольгу, отделяющую канал и сверхвысоковакуумную часть накопительного кольца. Такой вариант реализован на станции «Люминесценция с временным разрешением» на канале СИ №6 накопителя ВЭПП-3 ИЯФ СО РАН с применением немонахроматического СИ, выведенного из виглера с магнитным полем 20 кГс [13]. Для СКИФ спектры СИ при энергии $E_e = 3000$ МэВ в радиальной плоскости показаны на **Рисунке 1**. Стрелкой обозначена условная граница пропускания бериллиевой фольги.

Суммарная толщина Be-фольги от источника СИ до образца может составлять до 800 мкм. На **Рисунке 2** показан рассчитанный спектр СИ на образце с учетом поглощения в Be-фольге толщиной 800 мкм. (Изломы в спектре не следует учитывать – это результат аппроксимации). Таким образом, эффективная энергия составляет 3 – 7 кэВ.

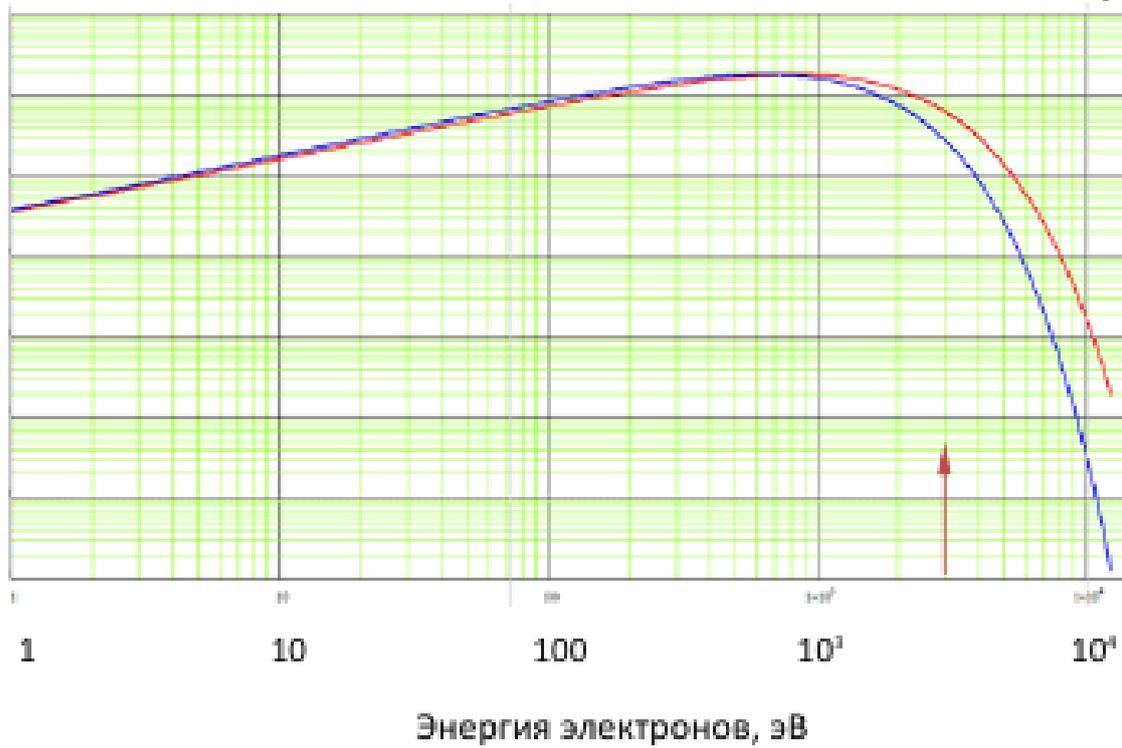


Рисунок 1. Спектр синхротронного излучения из дипольных магнитов суперпериода с $H = 5$ кГц (красный) и 3.5 кГц (синий) для энергии пучка $E_e = 3000$ МэВ

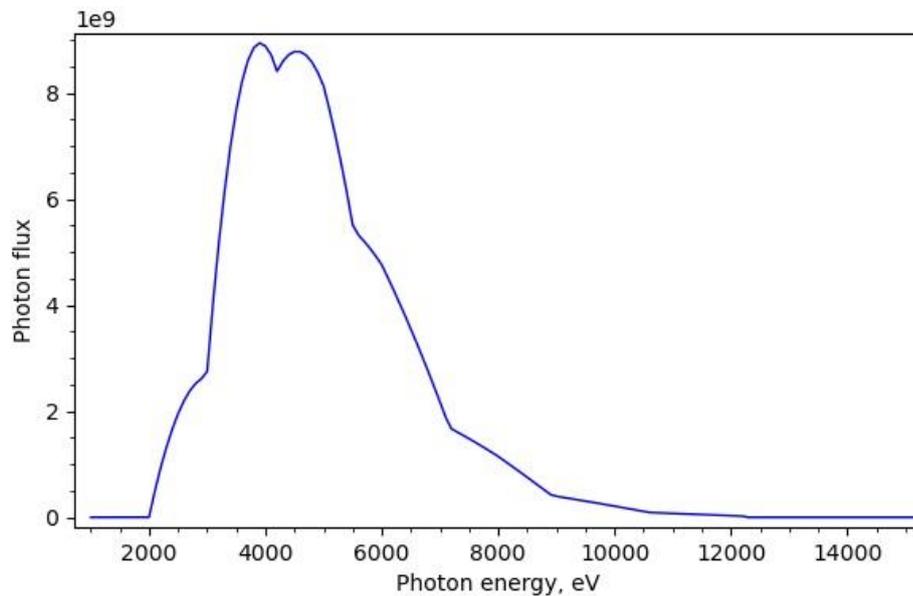


Рисунок 2. Расчетный спектр СИ на образце с учетом поглощения Ве-фольгой толщиной 800 мкм.

Согласно паспорту станции на канале №6 ВЭПП-3, число рентгеновских фотонов, попадающих на образец, составляет до 6×10^{16} фотонов/с при токе 100 мА. Спектральный максимум интенсивности СИ приходится на ~ 10 кэВ. Так как ВЭПП-3 работает в одно- или

двух-сгустковом режиме с частотой 4.04 МГц, число фотонов на один импульс СИ составляет 1.5×10^9 фотон/имп. При выведении СИ из «сильного» отклоняющего магнита СКИФ через бериллиевую фольгу толщиной 800 мкм максимум спектра придется на ~ 5 кэВ и число фотонов будет составлять 1.4×10^{14} фотон/с/мрад/мА. Если на образец будет попадать СИ выведенное в 1 мрад телесного угла, то при токе 400 мА суммарное число фотонов будет примерно соответствовать числу фотонов станции на ВЭПП-3, однако при изучении плотностных эффектов, наблюдаемых на канале №6, решающее значение имеет количество фотонов на один импульс СИ, которое на СКИФ будет составлять 0.3×10^9 фотон/имп, что несколько меньше, чем на существующей станции.

Исходя из требований к источнику СИ, помимо эмиттанса и яркости источника СИ важная характеристика — длительность импульса СИ, которая на СКИФ составляет проектные 15 пс. Эта длительность в ~ 5 раз меньше, чем в современных источниках СИ в Европе. Для регистрации люминесценции в видимом и УФ диапазонах может использоваться диссектор, обладающий сопоставимым временным разрешением. Результаты измерений временного разрешения диссектора [18], который планируется использовать в оптической диагностике пучка на СКИФ, показывают значение $t = 3.8 \pm 0.4$ пс. На **Рисунке 3** представлен результат измерений современным диссектором продольного профиля пучка на установке MLS [19].

При использовании планируемого 255-многобаночного режима период между сгустками СИ на СКИФ будет составлять всего 5.5 нс, что крайне мало для решения большинства поставленных задач. Необходим режим работы накопителя с меньшим числом сгустков, с периодом следования порядка 100 – 300 нс. Однако, это предполагает наличие пользователей СИ, также использующих в своих экспериментах временную структуру СИ.

Таким образом, в этом варианте при использовании для регистрации РЛ вторичного монохроматора UV-Vis спектрального диапазона типа MC2004 (обратная линейная дисперсия $< 10 \text{ \AA/мм}$) и криостата (температурный диапазон 80-500 К) будут реализованы следующие экспериментальные возможности:

1. измерение стационарной рентгенолюминесценции (РЛ) в диапазоне 200-800 нм;
2. измерение кинетики затухания РЛ с характерным временем от 100 пс до 1 мкс (определяется параметрами импульса СИ);
3. измерение спектров РЛ с временными задержками относительно импульса СИ от 0.5 нс до ~ 100 нс;
4. измерение степени линейной поляризации РЛ;
5. измерение спектров термостимулированной люминесценции при облучении материалов СИ рентгеновского диапазона разных энергий;
6. исследование «плотностных» эффектов (изменение плотности потока СИ на образце достигается применением набора из калиброванной металлической фольги различной толщины) [20].

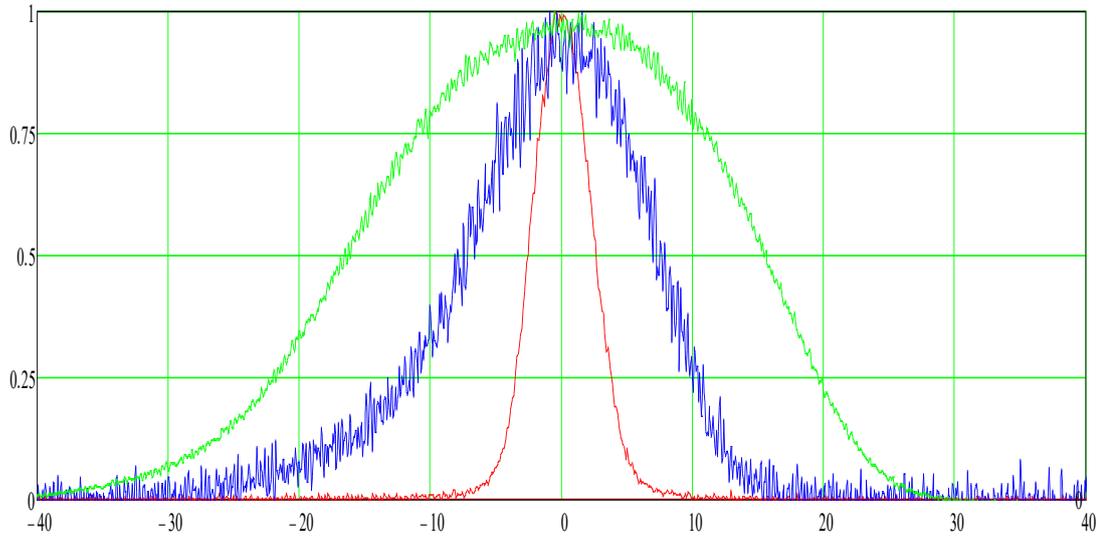


Рисунок 3. Продольные профили пучка на установке MLS, зарегистрированные диссектором [19].

Исходя из вышеизложенного, основным недостатком этого варианта являются отсечка низкоэнергетической части СИ Ве-фольгой (см. **Рисунок 1**), отсутствие возможности варьирования энергии возбуждающего СИ и, наконец, использование СИ только лишь X-гау спектрального диапазона, исключая ВУФ-область. Это не позволяет решать большую часть поставленных задач. И наконец, в этом варианте будет создан только некий аналог уже существующей станции на накопителе ВЭПП-3.

1.2 Использование монохроматического пучка СИ рентгеновского диапазона

Такой вариант станции был реализован на канале BW3 (HASYLAB, DESY) [21]. СИ выводилось из ондулятора, для монохроматизации возбуждающего СИ применялся рентгеновский монохроматор Zeiss SX700, для регистрации люминесценции – вторичный VUV – монохроматор для спектральной области (130-500 нм). Это позволяло регистрировать в диапазоне температур 6 – 400 К стационарные и с временным разрешением спектры люминесценции, кинетику затухания люминесценции при селективном возбуждении, а также спектры возбуждения люминесценции в мягкой рентгеновской области (50 – 700 эВ). Этот вариант станции дороже, но значительно информативнее предыдущего, так как позволяет сканировать основные уровни кристаллообразующих или примесных атомов, а временное разрешение обогащает получаемую информацию. Такая методика очень схожа с фотоэлектронной спектроскопией, но в этом случае регистрируются не фотоэлектроны, а эмиссия фотонов. Демонстрационный пример время-разрешенных спектров и кинетики затухания люминесценции, полученных на этой станции, представлен на **Рисунке 4** [22].

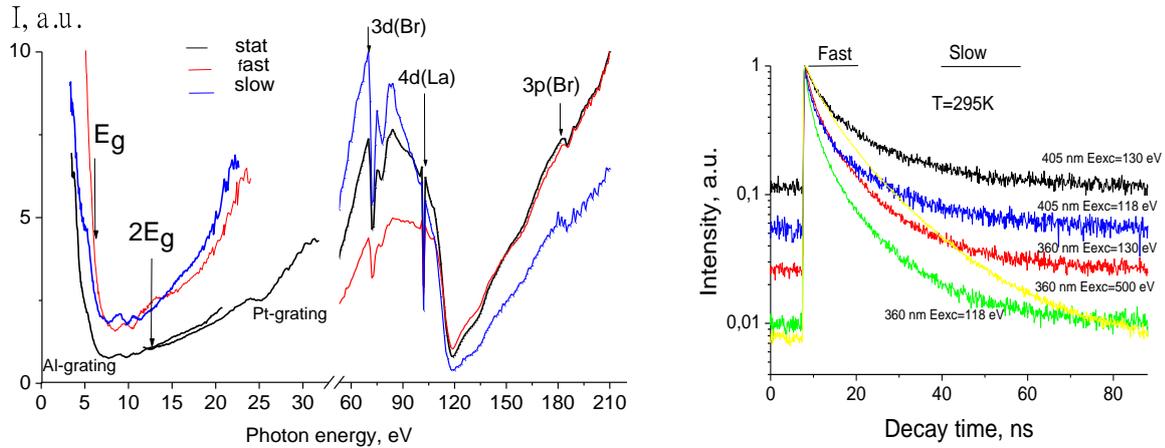


Рисунок 4. Время-разрешенные спектры в области 60-210 эВ (слева) и кинетика затухания люминесценции сцинтилляционных кристаллов $\text{LaBr}_3:\text{Ce}$ (справа) при селективном возбуждении в XUV области [22]. Показаны два временных окна «fast» и «slow».

Наряду с очевидными преимуществами перед первым вариантом, основным недостатком этого варианта станции является использование СИ только лишь ультрамягкого рентгеновского спектрального диапазона. Это не позволяет решать определенную часть поставленных задач, связанную с использованием СИ ВУФ-спектрального диапазона (как показано на **Рисунке 4** слева, спектральная область 3-25 эВ).

1.3 Использование монохроматического пучка СИ ВУФ диапазона

Наилучшим примером такого варианта станции в мировом сообществе пользователей СИ являлась станция Superlumi на канале I накопителя DORIS III (HASYLAB, DESY) [14]. Схематическое изображение станции представлено на **Рисунке 5**.

СИ (FWHM=250 ps) через систему фокусирующих зеркал выводилось из поворотного магнита, для монохроматизации возбуждающего СИ применялся VUV монохроматор на область 3.7 – 32 эВ (Primary 2 m normal incidence monochromator in 15° Mc Pherson mounting), для регистрации люминесценции применялось два монохроматора – либо UV-VIS для спектральной области 200-900 нм, для специальных задач – вторичный VUV монохроматор для спектральной области 130-500 нм. Это позволяло регистрировать в диапазоне температур 6 – 400 К стационарные и с временным разрешением спектры люминесценции, кинетику затухания люминесценции при селективном возбуждении, а также спектры возбуждения люминесценции в UV-VUV области. Для регистрации спектров с временным разрешением использовался известный метод временных окон с применением двух-трех время-амплитудных преобразователей. Детекторы излучения – быстрый PMT (Hamamatsu) или охлаждаемая CCD-камера. Помимо этого одновременно с измерением спектров возбуждения имелась возможность записывать спектры зеркального отражения и при специальных условиях размещения образца - спектры пропускания.

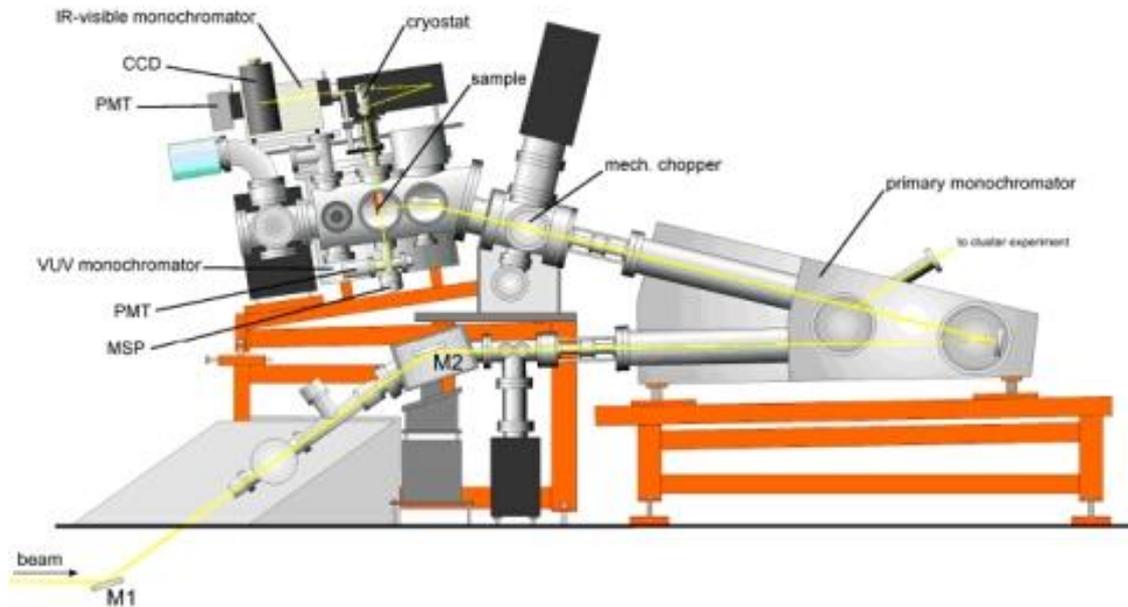


Рисунок 5. Схематическое изображение станции Superlumi [14].

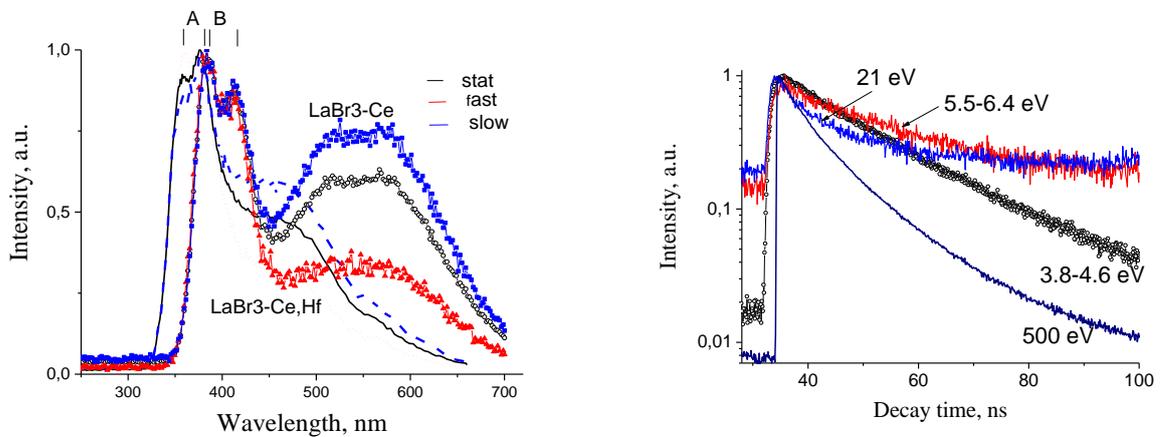


Рисунок 6. Время-разрешенные спектры ФЛ при селективном возбуждении фотонами $E_{\text{exc}}=6.9$ эВ (слева) и кинетика затухания люминесценции синцилляционных кристаллов $\text{LaBr}_3:\text{Ce}$ при селективном УФ/ВУФ возбуждении (справа), $T=6.9$ К. ФЛ иона Ce^{3+} в регулярном узле кристаллической решетки ($\tau = 24$ ns) и рядом с дефектом ($\tau = 20$ ns) [22].

Этот вариант станции во многом информативнее предыдущего, так как позволяет сканировать область поглощения примесных центров и дефектов, область начала фундаментального поглощения вплоть до энергии 32 эВ, позволяет определять минимальную энергию межзонных переходов, а временное разрешение резко увеличивает объем получаемой информации. Демонстрационный пример время-разрешенных спектров и кинетики затухания люминесценции, полученных на этой станции, представлен на **Рисунке 6** [22].

1.4 Использование монохроматического пучка СИ ВУФ и X-ray диапазонов

Современным примером такого варианта является станция FINESTLUMI [16], построенная на финско-эстонском канале СИ на накопителе MAX IV (1.5 GeV, Lund, Sweden) в 2017 году [23]. Схематическое изображение канала ввода пучка СИ представлено на **Рисунке 7** [16, 23]. СИ (FWHM=130 ps) выводится из ондулятора и через систему фокусирующих зеркал и монохроматора со сменными решетками обеспечивает вывод пучка на станцию FINESTLUMI с потоком фотонов 10^{11} - 10^{12} фотонов/с в УФ/ВУФ и мягкой рентгеновской области с энергией 4.5 – 1000 эВ. Конструктив станции FINESTLUMI, принципиально показывающий ее функциональные возможности, представлен на **Рисунке 8** [16]. Обычно с выгодой для большинства пользователей используется многобанчевый режим работы накопителя, поэтому период между импульсами СИ составляет 10 нс. Такой малый период значительно ограничивает применение методов время-разрешенной спектроскопии. Положительный опыт использования прерывателя пучка СИ (“chopper”) на этом канале пока не описан. Другой особенностью станции при работе в таком широком диапазоне с применением монохроматора скользящего падения является вклад высоких порядков дифракции в определенной части ВУФ спектрального диапазона.

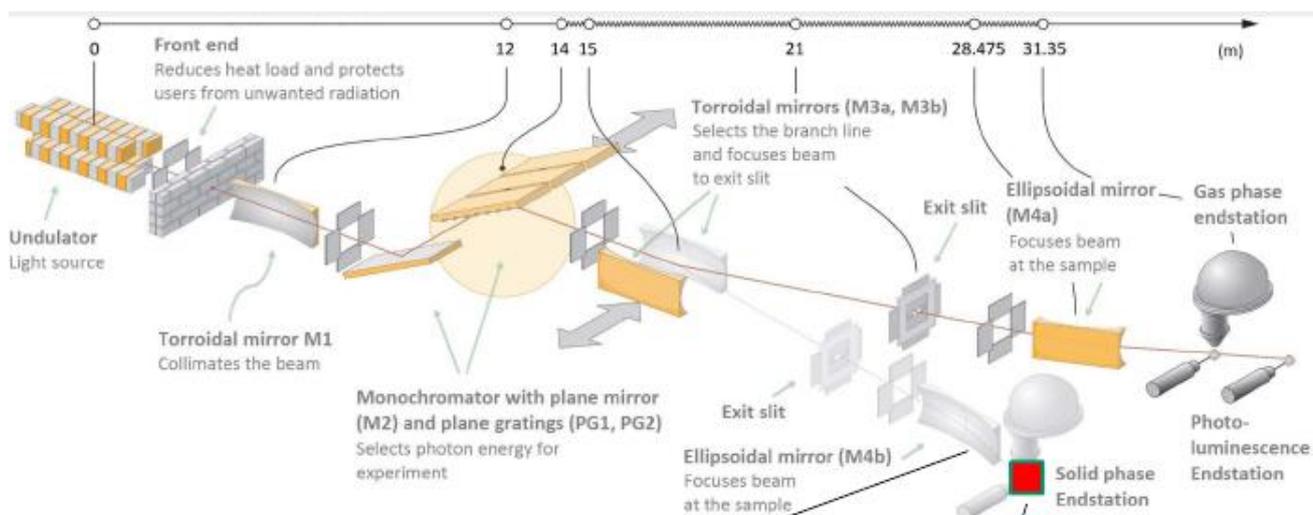


Рисунок 7. Канал вывода и монохроматизации пучка СИ на станции FINESTLUMI [16]

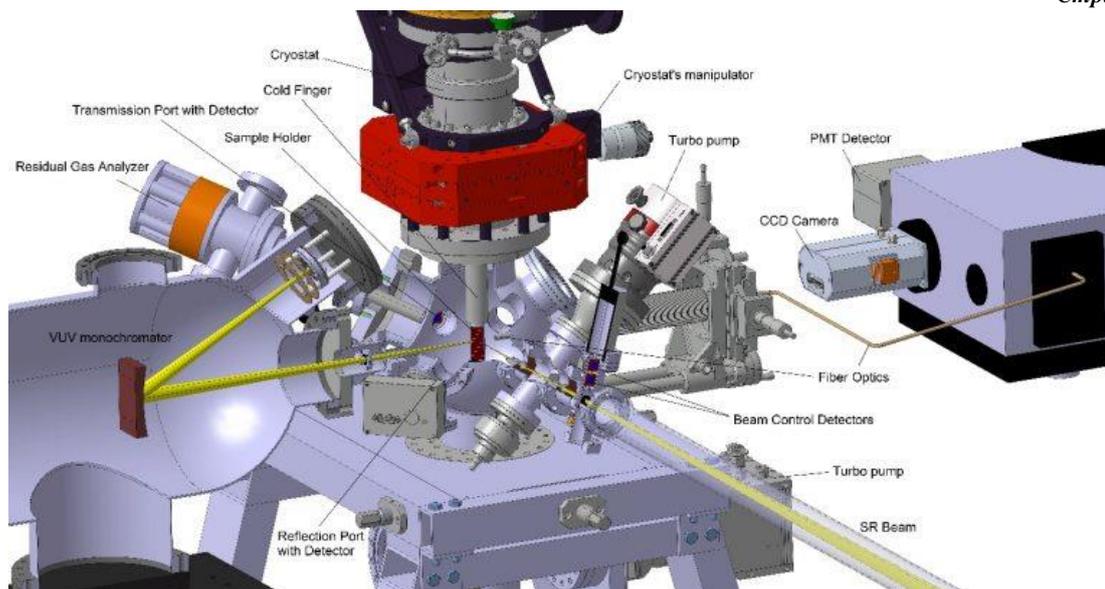


Рисунок 8. Конструктив станции FINESTLUMI, показывающий ее функциональные возможности [16].

2 Оптимальный вариант обеспечения функционала станции и выбор комплектации

Исходя из представленных выше вариантов станции «Люминесценция с временным разрешением», учитывая обеспечение ее необходимых функциональных возможностей и преследуя цель создания станции с лучшими в мире для пользователей СИ параметрами, следует остановиться на варианте 3 – «Использование монохроматического пучка СИ ВУФ диапазона». Несомненно, выбор этот должен детально обсуждаться, исходя из круга задач потенциальных пользователей станции. При выводе СИ из поворотного магнита такой вариант по функциональным возможностям будет по некоторым параметрам соответствовать станции Superlumi-new, введенной в эксплуатацию на накопителе PETRA III (DESY) в 2021 году [15].

Должна быть реализована возможность проведения при $T = 5-500$ К следующих измерений (объекты исследований – твердые тела - монокристаллы, аморфные среды, микро-нано-порошки):

1. спектров стационарной люминесценции (1.0-6.0 эВ) с высоким спектральным разрешением с применением охлаждаемой CCD-камеры при селективном ВУФ-возбуждении;
2. спектров люминесценции, разрешенных во времени (1.5-6.0 эВ), временные задержки временных окон относительно импульса СИ в диапазоне 0.5-50 нс;
3. кинетики затухания люминесценции в диапазоне энергий 1.5 – 6.0 эВ при селективном УФ/ВУФ-возбуждении с характерным временем от единиц (!) пс до сотен нс;
4. спектров возбуждения люминесценции, стационарных и разрешенных во времени (3.5-40 эВ, задержки временных окон относительно импульса СИ от десятков пс до 50 нс;
5. спектров поглощения (3.5-10.5 эВ);

6. спектров отражения (3.5-40 эВ, угол падения СИ близок к нормальному) с возможностью скола кристалла непосредственно в ультравысоком вакууме ($1 \cdot 10^{-10}$ мм.рт.ст.) при низкой температуре.
7. температурных зависимостей указанных спектров, а также их измерение при фиксированной температуре в диапазоне 5-500 К.

Для реализации такой программы измерений должен быть обеспечен транспорт пучка СИ с потоком монохроматических фотонов на образце не менее 10^{11} - 10^{12} фотонов/с в ВУФ области. На **Рисунке 9** для сравнения показаны спектры фотонов на образце на станции FINESTLUMI (вывод СИ из ондулятора) и SUPERLUMI (вывод СИ из поворотного магнита) с использованием решетки с Al и Pt покрытием [16, 17].

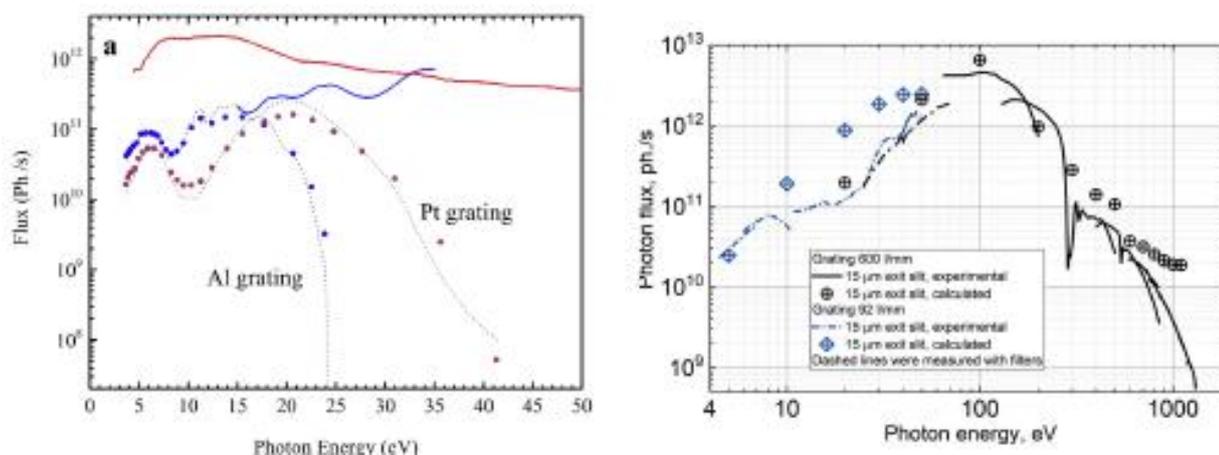


Рисунок 9. Слева - поток фотонов на образце на станции FINESTLUMI (решетка 92 штр./мм – красная кривая и 600 штр./мм – синяя кривая) и станции SUPERLUMI с использованием решетки с Al и Pt покрытием [16]; справа - поток фотонов на образце на станции FINESTLUMI (расчет и эксперимент) [17].

Основными элементами станции будут являться: первичный монохроматор нормального падения, гелиевый сверхвысоковакуумный оптический криостат для одновременного размещения серии исследуемых образцов, система обеспечения и контроля сверхвысокого вакуума, система контроля и управления температурой, криогенная система охлаждения, вторичный монохроматор для регистрации люминесценции, детекторы излучения (включая охлаждаемую CCD камеру, быстрый диссектор или MCP-PMT), система сбора информации и средства автоматизации, ПЭВМ и программно-прикладное обеспечение управления спектрометром.

Заключение

Приведено концептуальное описание проекта станции «Люминесцентная спектроскопия с временным разрешением» на канале синхротронного излучения СКИФ. Проведенное сравнение различных вариантов позволяет выбрать приемлемый оптимальный вариант, исходя из требуемого функционала для широкого круга потенциальных пользователей, унификации оборудования канала транспорта пучка, финансовых средств, перспективы ее дальнейшего развития. Мы полагаем, что основная цель представления

проекта станции – заинтересовать широкий круг потенциальных пользователей СИ из самых разных научных областей в использовании предлагаемых экспериментальных методов для решения их научных и технологических задач. Несомненно, представленный проект функционала станции, технические требования к комплектации требует детального обсуждения.

Благодарности

Авторы благодарят О.И. Мешкова (ИЯФ СО РАН) за обсуждение проекта станции, диагностику современного диссектора и расчеты спектра пучка СИ. Работа частично поддержана Министерством науки и высшего образования РФ (базовая часть гос. задания, проект FEUZ-2020-0060).

Список цитируемой литературы

- [1] Ronda C.C. Luminescence. From Theory to Applications. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. Weinheim, 2008. – 260 p.
- [2] Тернов И.М., Михайлин В.В. Синхротронное излучение. Теория и эксперимент. М.: Энергоатомиздат, 1986. – 296 с.
- [3] Кунц К. Синхротронное излучение. Свойства и применения. М.: Мир, 1981. – 528 с.
- [4] Makhov V.N. Vacuum ultraviolet luminescence of wide band-gap solids studied using time-resolved spectroscopy with synchrotron radiation. Phys. Scripta. 2014. V. 89. 044010-1-6. <https://doi.org/10.1088/0031-8949/89/04/044010>.
- [5] Bel'skii A.N., Vasil'ev A.N., Ivanov, S.N., Kamenskikh I.A., Kolobanov V.N., Makhov V.N., and Spasskii D.A.. Optical and luminescent VUV spectroscopy using synchrotron radiation. Crystallogr. Report. 2016. V.61. P. 886-896. Doi: 10.1134/S1063774516060043.
- [6] Zimmerer G. Luminescence spectroscopy with synchrotron radiation: history, highlights, future. Journal of Luminescence. 2006. V. 119–120. P. 1-7. Doi:10.1016/j.jlumin.2005.12.004.
- [7] Lecoq P., Annenkov A., Gektin A., Korzhik M.A., Pedrini C. Inorganic Scintillators for Detector Systems: Physical Principles and Crystal Engineering. Springer, 2010. - 251 p.
- [8] Ronda C.R., Justel T., Nikol H. Rare earth phosphors and application. Journal of Alloys and Compounds. 1998. V. 275-277. P. 669-676. [https://doi.org/10.1016/S0925-8388\(98\)00416-2](https://doi.org/10.1016/S0925-8388(98)00416-2).
- [9] Jüstel T., Krupa J.C., Wiechert D.U. VUV spectroscopy of luminescent materials for plasma display panels and Xe discharge lamps. Journal of Luminescence. 2001. V. 93. P. 179-189. [https://doi.org/10.1016/S0022-2313\(01\)00199-5](https://doi.org/10.1016/S0022-2313(01)00199-5).
- [10] Islamov D.R., Gritsenko V.A., Perevalov T.V., Pustovarov V.A., Orlov O.M., Chernikova A.G., Markeev A.M., Slesazek S., Schröder U., Mikolajick T., Krasnikov G.Ya. Identification of the nature of traps involved in the field cycling of Hf_{0.5}Zr_{0.5}O₂ - based ferroelectric thin films. Acta Materialia. 2019. V. 166. P. 47-55. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.12.008>.

[11] Иванов В.Ю., Кружалов А.В., Каргин Ю.Ф., Пустоваров В.А., Скориков В.М., Шумилов Ю.А., Шульгин Б.В. Эффективность возбуждения люминесценции и спектры отражения $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ в области 3-40 эВ. Физика твердого тела. 1986. Т. 28. № 5. С. 1479-1483.

[12] Kink R.A., Kink M.F., Soovik T.A., Stankevich V.G., Zabelin A.V., Svechnikov N.Yu., Kolmakov A.A., Cholakh S.O., Pustovarov V.A., Poliyenko A.N. Reflection spectra of lithium hydride crystals in 4-25 eV range at 5 K. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. 1987. V. A261. № 1-2. P. 138-139. [https://doi.org/10.1016/0168-9002\(87\)90581-X](https://doi.org/10.1016/0168-9002(87)90581-X).

[13] Pustovarov V.A., Zinin E.I., Krymov A.L. and Shulgin B.V. Some peculiarities of the luminescence of inorganic scintillators under excitation by high intensity synchrotron radiation. Review of Scientific Instruments. 1992. V. 63. № 6. P. 3521-3523. <https://doi.org/10.1063/1.1143760>.

[14] Zimmerer G. SUPERLUMI: a unique setup for luminescence spectroscopy with synchrotron radiation. Radiation Measurements. 2007. V. 42. P. 859-864. Doi:10.1016/j.radmeas.2007.02.050.

[15] https://photon-science.desy.de/facilities/petra_iii/beamlines/p66_superlumi/index_eng.html.

[16] Pankratov V., Põarna R., Kirm M., Nagirnyi V., Noõmmiste E., Omelkov S., Vielhauer S., Chernenko K., Reisberg L., Turunen P., Kivimäki A., Kukk E., Valden M. & Huttula M. Progress in development of a new luminescence setup at the FinEstBeAMS beamline of the MAX IV laboratory. Radiation Measurements. 2019. V. 121. P. 91–98. <https://doi.org/10.1016/j.radmeas.2018.12.011>.

[17] Chernenko K., Kivimäki A., Pärna R., Wang W., Sankari R., Leandersson M., Tarawne H., Pankratov V., Kook M., Kukk E., Reisberg L., Urpelainen S., Kambre T., Siewert F., Gwalt G., Sokolov A., Lemke S., Alimov S., Knedel J., Kutz O., Seliger T., Valden M., Hirsimaõeki M., Kirm M., and Huttula M. Performance and characterization of the FinEstBeAMS beamline at the MAX IV Laboratory. Journal of Synchrotron Radiation. 2021. V. 28. P. 1620–1630. <https://doi.org/10.1107/S1600577521006032>.

[18] Zinin E.I., Anchugov O.V., Dorokhov V.L., Kurkin G.Ya., Meshkov O.I., Petrozhitsky A.N., Shvedov D.V., Gornostaev P.B., Zarovskii A.I., Shashkov E.V., Smirnov V.A., Schelev M.Ya. Direct temporal-resolution calibration of new-generation dissector. Journal of Instrumentation. 2016. V. 11. T03001-1-7. Doi: 10.1088/1748-0221/11/03/T03001.

[19] Malyutin D., Matveenko A., Ries M., Anchugov O., Dorokhov V., Meshkov O., Krutikhin S. The optical dissector bunch length measurement at the metrology light source. Proceedings of the 6th International Beam Instrumentation Conference, IBIC 2017. 20-24 August 2017, Michigan, USA. TU1AB3.

[20] Pustovarov V.A., Krymov A.L., Zinin E.I. Time-resolved luminescence in scintillation crystals under excitation by high intensity synchrotron radiation. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. 1995. V. A359. P. 336-338. [https://doi.org/10.1016/0168-9002\(94\)01380-2](https://doi.org/10.1016/0168-9002(94)01380-2).

[21] Moller T. First results from the HASYLAB XUV undulator beamline BW3. Synchrotron Radiation News. 1993. V. 6. P. 16-18. Doi: 10.1080/08940889308602750.

[22] Pustovarov V.A., Razumov A.N., and Vyprintsev D.I. Luminescence of LaBr₃:Ce,Hf Crystals under Photon Excitation in the Ultraviolet, Vacuum Ultraviolet, and X-Ray Ranges. *Physics of the Solid State*. 2014. V. 56. P. 347–352. Doi: 10.1134/S1063783414020267.

[23] Pärna R., Sankari R., Kukk E., Nõmmiste E., Valden M., Lastusaari M., Koosera K., Kokko K., Hirsimäki M., Urpelainen S., Turunen P., Kivimäk A., Pankratov V., Reisberg L., Hennies F., Tarawneh H., Nyholm R., Huttul M. FinEstBeaMS – A wide-range Finnish-Estonian Beamline for Materials Science at the 1.5 GeV storage ring at the MAX IV Laboratory. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*. 2017. V. A859. P. 83-89. <http://dx.doi.org/10.1016/j.nima.2017.04.002>.

Станция «ИК-диагностика» синхротронного источника «СКИФ»: концептуальный дизайн и ключевые экспериментальные методики

С.Л. Вебер^{1,2}, А.Р. Мельников^{1,2,3}, А.А. Самсоненко^{1,2}, И.А. Милёхин⁴, Н.В. Суровцев⁵,
Е.Г. Багрянская⁶, В.П. Федин⁷, К.А. Брылев⁷, М.В. Федин¹, А.Г. Милёхин⁸, А.В. Латышев⁸,
В.Л. Кузнецов⁹, К.В. Золотарев¹⁰, Я.В. Зубавичус¹⁰

¹Институт «Международный томографический центр» СО РАН, ул. Институтская, 3а,
630090, Новосибирск

²Новосибирский государственный университет, ул. Пирогова 2, 630090, Новосибирск

³Институт химической кинетики и горения им. В.В. Воеводского СО РАН, ул. Институтская,
3, 630090, Новосибирск

⁴Хемницкий технический университет, Хемниц, D-09107, Германия

⁵Институт автоматики и электрометрии СО РАН, пр. Академика Коптюга, 1, 630090.
Новосибирск

⁶Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН, пр. Академика
Лаврентьева, 9, 630090, Новосибирск

⁷Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, пр. Академика Лаврентьева, 3,
630090, Новосибирск

⁸Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, пр. Академика Лаврентьева,
13, 630090, Новосибирск

⁹Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, пр. Академика Лаврентьева, 5, 630090,
Новосибирск

¹⁰ЦКП "СКИФ", Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Никольский пр., 1, 630559,
Кольцово

Автор для переписки: С.Л. Вебер, sergey.veber@tomo.nsc.ru

Аннотация. В работе описывается экспериментальная станция инфракрасной (ИК) микроскопии/наноскопии, работающая в рекордно мягком для синхротронного источника СКИФ энергетическом диапазоне: от терагерцового до ультрафиолетового (приблизительно 5 мэВ – 5 эВ). Кратко отражен мировой опыт создания синхротронных исследовательских станций аналогичного диапазона фотонных энергий. Описаны ключевые экспериментальные методики, предполагаемые к реализации на станции «ИК-диагностика», принципиальная оптическая схема и, в частности, конфигурация специализированной вакуумной камеры сбора излучения. Обсуждаются перспективные фундаментальные задачи, для решения которых создается данная станция.

Ключевые слова: Синхротронное излучение, ТГц-излучение, ИК-микроскопия, магнитодипольная спектроскопия, ТГц-ЭПР, ближнепольная оптическая спектроскопия, s-SNOM наноскопия

Оглавление

Введение.....	210
1 Общемировой опыт создания синхротронных станций ИК-микроскопии и ИК-наноскопии	211
2 Экспериментальные методики станции ИК-диагностики	214
3 Концептуальный дизайн станции.....	214
4 Фундаментальные задачи, на решение которых нацелена инфраструктура станции.	218
Заключение	221
Благодарности.....	222
Список цитируемой литературы.....	222

Введение

Излучение инфракрасного (ИК) и терагерцового (ТГц) диапазона широко используется в научных исследованиях и промышленности для характеристики различных органических и неорганических веществ, в том числе газов с помощью ИК-Фурье спектроскопии. Совмещение ИК-Фурье спектрометра и ИК-микроскопа обеспечивает фокусировку излучения в пятно с минимальным диаметром порядка длины волны излучения («дифракционный предел»). Спектры отражения или пропускания, записанные при сканировании сфокусированным пучком по образцу, позволяют получать детальные изображения фазового распределения веществ по образцам [1, 2], а также идентифицировать различные области образца, включения и неоднородности, исследуя их колебательную структуру [3]. Использование синхротронных источников (СИ) излучения требуемого диапазона обеспечивает высокую плотность фотонного потока в фокусном пятне, что значительно улучшает пространственное разрешение, вплоть до дифракционного предела. Особенно большой выигрыш источники СИ дают для записи высококачественных (с высоким отношением сигнал/шум) ИК-спектров в дальней инфракрасной области (1 – 25 мэВ) за счет значительной плотности мощности излучения, на несколько порядков превосходящей традиционные источники ИК-излучения [4]. Синхротронное, или магнитно-тормозное излучение, возникает при движении ультрарелятивистских легких заряженных частиц (электронов в случае СКИФ) по криволинейной траектории в магнитном поле. Наиболее распространенными источниками генерации синхротронного излучения являются поворотные магниты, а также многополюсные знакопеременные магнитные структуры – ондуляторы и вигглеры. Для генерации излучения в ИК-диапазоне, благодаря непрерывности спектра, подходят поворотные магниты. Кроме того, высокоинтенсивное низкоэнергетическое излучение генерируется в областях нарастания/спада магнитного поля вблизи входного/выходного торцов поворотного магнита. Это излучение в международной научной литературе получило название краевого излучения (edge radiation) [5]. Перспективным представляется разработка новой в мировой практике специализированной компактной магнитной структуры, состоящей из небольшого количества магнитных полюсов со слабым полем, для установки в прямолинейный промежуток.

Веер излучения ИК-диапазона для накопительных колец с энергией электронов 3 ГэВ характеризуется большой угловой расходимостью (несколько десятков мрад), так что его эффективный сбор с целью последующей фокусировки требует разработки локального участка вакуумной камеры особой уширенной формы (камеры сбора излучения), а также специфической оптической схемы на базе широкоапертурных зеркал полного отражения.

Дискуссия о том, какой энергетический диапазон фотонов, генерируемых синхротронными источниками, наиболее востребован пользовательским сообществом, продолжается не один десяток лет. Многообразны и практически значимы приложения синхротронных методов как в мягком рентгеновском диапазоне (10–2000 эВ), так и в умеренно-жестком (10–30 кэВ) и в сверхжестком (150–200 кэВ) энергетических диапазонах. Тем не менее, тенденция создания или глубокой модернизации, как минимум, одной специализированной станции, работающей в инфракрасном и терагерцовом

диапазонах, на современных синхротронных источниках сохраняется и даже усиливается. Так, за последнее десятилетие в Европе было создано порядка десятка станций длинноволнового излучения в синхротронных центрах KARA (Германия, Карлсруэ) [6, 7], BESSY II (Германия, Берлин) [8, 9], DIAMOND Light Source (Великобритания, Дидкот) [10], ELETTRA (Италия, Триест) [11], MAX IV (Швеция, Лунд) [12], SLS (Швейцария, Виллиген) [13] и SOLEIL (Франция, Париж) [14]. Помимо этого, аналогичные станции стали доступны в США и Канаде, например, в NSLS II (Брукхейвен) [15], CLS (Саскатун) [16], ALS (Беркли) [17], Бразилии [18, 19], а также в Австралии [20], Китае [21, 22], Японии [23, 24], Южной Корее [25] и Сингапуре [26]. Рост количества подобных станций обусловлен, прежде всего, значимостью ИК-микроскопии, особенно в области наук о жизни и, в частности, медицинской диагностики [27-31]. Принимая во внимание важность реализации на СКИФе методов исследования с использованием излучения инфракрасного и терагерцового диапазонов, 18 сентября 2019 года Научно-координационный совет ЦКП «СКИФ» одобрил обращение консорциума новосибирских институтов, включая ИФП СО РАН, НИОХ СО РАН, ИНХ СО РАН, ИХКГ СО РАН и МТЦ СО РАН, приняв решение о включении станции «ИК-диагностика» в предварительный список экспериментальных станций второй очереди ЦКП «СКИФ».

1 Общемировой опыт создания синхротронных станций ИК-микроскопии и ИК-наноскопии

К настоящему моменту в мире создано свыше десяти станций ультрафиолетового, видимого и инфракрасного диапазонов на различных синхротронных источниках. К наиболее близким по характеристикам к синхротронному источнику СКИФ (3 ГэВ, периметр 476 м, поворотный магнит 0.52 Тл) можно отнести (i) австралийский синхротрон ASP (3 ГэВ, 216 м, поворотный магнит 1.3 Тл) [20], (ii) синхротрон DIAMOND в Великобритании (3 ГэВ, 562 м, поворотный магнит 1.4 Тл) [10], (iii) бразильский синхротрон SIRIUS (3 ГэВ, 518 м, поворотный магнит 1.67 Тл) [18], а также синхротрон BESSY II в Германии (1.7 ГэВ, 240 м, поворотный магнит 1.3 Тл) [8, 32], на котором успешно реализованы две станции: магнитодипольной спектроскопии ТГц-диапазона и ИК-микроскопии. Базовые параметры перечисленных синхротронных источников и реализованные на станциях экспериментальные методики приведены в **Таблица 1**.

Низкоэнергетические кванты излучения УФ-, видимого, ИК- и ТГц-диапазонов на синхротронных источниках обычно получают на поворотных магнитах с магнитным полем в диапазоне 1–2 Тл. Излучение данного энергетического диапазона испускается электронным пучком в широкий телесный угол (значительно более широкий в сравнении с рентгеновским излучением). Поэтому, принимая во внимание протяженность источника, для эффективного сбора испускаемых фотонов требуются большие угловые вертикальные и горизонтальные апертуры первых оптических элементов, достигающие нескольких десятков мрад, см. **Таблица 1**.

На **Рисунок 1** приведена типичная конфигурация первых оптических элементов станций ИК- и ТГц-диапазонов, собирающих излучение с поворотного магнита и выводящих его в экспериментальный зал через стену биозащиты. В качестве первого элемента оптической

системы на подавляющем большинстве станций используется плоское зеркало, расположенное на расстоянии 1–5 м от источника и имеющее специальную прорезь (высотой около 5 мм) в центре для прохождения жесткого рентгеновского излучения, также неизбежно испускаемого электронным пучком при прохождении через поворотный магнит.

Таблица 1. Ключевые характеристики станций ультрафиолетового, видимого и инфракрасного диапазонов на международных синхротронных источниках, близких по параметрам к синхротронному источнику СКИФ.

Синхротронный источник	Спектральный диапазон (см ⁻¹)	Апертура источника фотонов (мрад, мрад)	Расстояние до первого зеркала (м)	Основные экспериментальные методики
ASP	25000–100	50 (Г), 17 (В)	1.433	ИК-микроскопия
Diamond	10000–5	50 (Г), 30 (В)	5	s-SNOM спектроскопия, ИК-микроскопия
SIRIUS	3000–700	80 (Г), 30 (В)	2.5	s-SNOM спектроскопия
BESSY II	10000–2	60 (Г), 40 (В)	0.9	магнитодипольная ТГц-спектроскопия, ИК-микроскопия
СКИФ (концепт)	25000–5	60 (Г), 40 (В)/ 50 (Г), 30 (В)	1.5–5	s-SNOM спектроскопия, магнитодипольная спектроскопия, ИК-микро и наноскопия

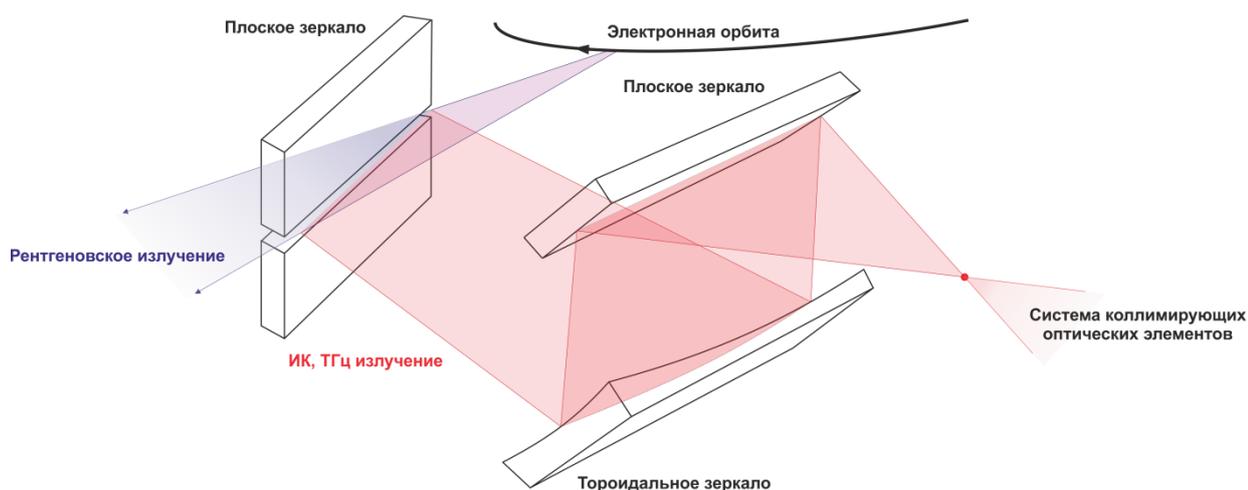


Рисунок 1. Схематическое изображение первых оптических элементов типичной станции инфракрасного и терагерцового диапазонов.

Далее, для фокусировки, как правило, используются тороидальные и/или эллипсоидальные зеркала для одновременной фокусировки излучения как в вертикальной, так и в горизонтальной плоскостях. Данный оптический каскад в простейшем случае может состоять из двух цилиндрических или параболических зеркал в скрещенной конфигурации Киркпатрика-Баеза для независимой фокусировки в горизонтальной и вертикальной плоскостях. Такая оптическая схема дает приемлемые результаты для горизонтального акцептанса менее 40–50 мрад [33]. Альтернативным способом, реализованным, например, на бразильском синхротроне SIRIUS [18], является использование двух зеркал оптимизированной формы, независимо фокусирующих вертикальное и горизонтальное излучение источника и имеющих низкую абберацию для больших горизонтальных апертур (80 мрад в случае станции IMBUA источника SIRIUS).

Основные экспериментальные методики, развиваемые на станциях ИК- и ТГц-диапазонов, включают в себя стандартные методы ИК-спектроскопии и ИК-микроскопии. Инфракрасная микроскопия - это неразрушающий метод, используемый для получения химической и пространственной информации для широкого круга образцов из биологических, биомедицинских, материаловедческих, геологических, пищевых и прочих наук [27-31]. Как уже отмечалось во введении, использование синхротрона в качестве источника низкоэнергетических квантов излучения позволяет добиться значительно большей интенсивности световых потоков и меньшего размера сфокусированного пучка, что повышает достижимое пространственное разрешение и отношение сигнал/шум регистрируемых спектров.

В последнее время также активное применение получили методы сканирующей ближнепольной оптической микроскопии (s-SNOM) [34-43] и ЭПР-спектроскопии в терагерцовом диапазоне [9, 32], комбинированные с синхротронным источником. S-SNOM спектроскопия, в основном, используется для исследования различных наноструктур. При этом ее особенностью является рекордная разрешающая способность (до $\lambda/500$ в ИК-диапазоне), определяемая радиусом сканирующего кантилевера и выходящая за пределы классического дифракционного предела Аббе за счет использования свойств затухающих волн. С помощью s-SNOM спектроскопии могут быть одновременно получены амплитудные и фазовые изображения исследуемых объектов, дающих информацию о преломляющих и поглощающих свойствах. ЭПР-Фурье спектроскопия в терагерцовом диапазоне с использованием синхротрона в качестве мощного источника терагерцового излучения в последнее десятилетие продемонстрировала яркие результаты в задачах спектроскопически точного определения энергии расщепления в нулевом магнитном поле (РНП) в различных высокоспиновых комплексах ионов переходных металлов, представляющих собой мономолекулярные магниты. Данная экспериментальная методика основана на использовании широкополосного источника излучения (например, синхротронного) для одновременного возбуждения резонансных полос во всем спектре поглощения исследуемого объекта. Интерес к величине РНП, в основном, вызван двумя причинами. Во-первых, РНП очень чувствительно к координационному окружению иона металла и его электронной структуре [44], что важно для построения структурных и электронных корреляций. Во-вторых, величина РНП во многом определяет магнитные свойства магнитоактивных молекулярных соединений, среди которых,

например, можно выделить мономолекулярные магниты. Этот класс соединений обладает магнитной анизотропией, демонстрирует магнитную бистабильность на уровне одной молекулы и считается перспективным классом объектов для устройств сверхплотного хранения информации [45-50].

2 Экспериментальные методики станции ИК-диагностики

Как следует из **Таблица 1**, большинство станций, использующих кванты инфракрасного излучения, оснащены относительно стандартным набором нескольких наиболее востребованных экспериментальных методик, в основном относящихся к ИК-микроскопии и ИК-наноскопии. Данные методики позволяют получать важную структурную информация для широкого класса образцов, что обуславливает высокую востребованность станции у пользователей синхротронного центра. Следуя успешным мировым примерам, станцию ИК-диагностики новосибирского синхротрона СКИФ планируется оснастить оборудованием, позволяющим проводить аналогичные исследования, а также заложить дополнительные каналы вывода ИК-излучения под новые исследовательские методы, которые появятся в будущем. Так, синхротронное излучение планируется распределить между тремя ключевыми исследовательскими установками: (i) s-SNOM наноскопия УФ-, видимого и инфракрасного диапазонов; (ii) классическая микроскопия от ультрафиолетового до терагерцового диапазона; (iii) магнитодипольная спектроскопия и микроскопия инфракрасного и терагерцового диапазонов.

3 Концептуальный дизайн станции

Основным источником длинноволновых фотонов на синхротронах являются поворотные магниты. Как было отмечено во введении, интенсивность излучения, генерируемого поворотными магнитами, пропорциональна горизонтальной апертуре, которая часто оказывается достаточно большой в связи со значительными линейными размерами поворотных магнитов (порядка 1 м). Магнитная структура синхротрона СКИФ состоит из 16 суперпериодов, каждый из которых включает два типа поворотных магнитов: слабополюсный (0.52 Тл) и сильнополюсный (2.05 Тл). В качестве источника низкоэнергетических фотонов для станции ИК-диагностики рассматривается поворотный магнит BLA1_1L протяженностью 1.2 м и индукцией магнитного поля равной 0.52 Тл, расположенный в первом суперпериоде основного накопителя СКИФ.

На **Рисунке 2** приведено схематическое изображение фрагмента магнитной системы СКИФ в месте расположения поворотного магнита BLA1_1L. В качестве потенциальных мест установки первого зеркала оптической системы станции ИК-диагностики рассматриваются расстояния 1.15 и 1.46 м (приведены на **Рисунке 2**), а также 5 м (не приведено на **Рисунке 2**) от центра поворотного магнита. Близкое расположение зеркала к источнику излучения позволяет добиться высокой эффективности сбора излучения при небольших размерах зеркала, но при этом соответствует относительно небольшому (порядка 5–10 см) расстоянию между электронной орбитой и направлением распространения длинноволновых фотонов, что накладывает дополнительные требования на специализированную вакуумную камеру. К

наиболее типичным модификациям вакуумной камеры [20] можно отнести: (i) увеличение вертикальной апертуры путем формирования специального паза в верхней и нижней поверхностях ВЧ поглотителей; (ii) усовершенствование ребер жесткости для возможности размещения портов и расширения камеры; (iii) конструирование специального прямоугольного порта для возможности ввода/вывода первого зеркала оптической системы, а также конструирование прямоугольного порта, позволяющего пропускать ИК-излучение, отраженное от первого зеркала; (iv) доработка вакуумной камеры для размещения портов вывода излучения. Такого рода модификации обычно позволяют добиться увеличенной горизонтальной и вертикальной апертуры, сохранив при этом характеристики электронного пучка. Конструктив вакуумной камеры поворотного магнита и первого поворотного зеркала станции ИК-диагностики синхротронного источника СКИФ в данный момент находятся на стадии разработки.

На **Рисунок 3** приведено схематическое изображение начального участка оптической системы станции ИК-диагностики. В настоящий момент прорабатывается возможность сбора как краевого излучения (edge radiation) из области нарастания магнитного поля вблизи входного торца поворотного магнита, так и излучения из центральной части поворотного магнита с гомогенным магнитным полем. Такая гибридная схема реализована, например, на синхротронном источнике DIAMOND Light Source (Великобритания). Оптимизация размеров и расположения оптических элементов производится с помощью численных расчетов в программном пакете SRW (Synchrotron Radiation Workshop) [51]. Один из примеров такого расчета для дальнего ИК диапазона (волновые числа фотонов $500\text{--}50\text{ см}^{-1}$) приведен на **Рисунок 4** для расстояния между центром поворотного магнита и первым зеркалом 1.46 м. Как следует из расчета, требуемые для сбора 40–60% от полного генерируемого потока излучения дальнего ИК-диапазона размеры активной области первого зеркала будут составлять порядка $4\times 5\text{ см}$ без учета центральной прорези для прохождения рентгеновского излучения.

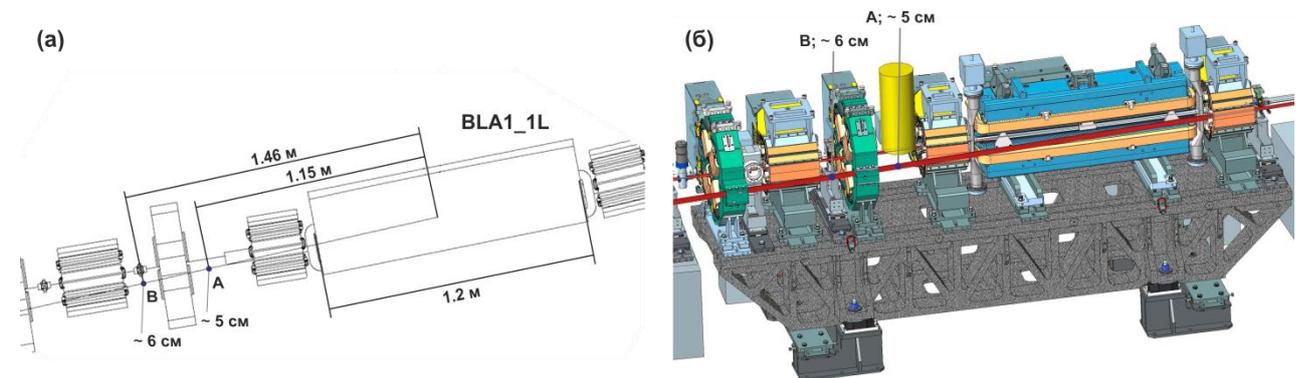


Рисунок 2. (а) Схема участка поворотного магнита BLA1_1L – потенциального источника длинноволновых фотонов для станции ИК-диагностики. Точки А и В показывают два возможных расположения первого зеркала оптической системы на расстоянии, соответственно, 5 и 6 см от электронной орбиты. (б) трехмерная модель соответствующего участка.

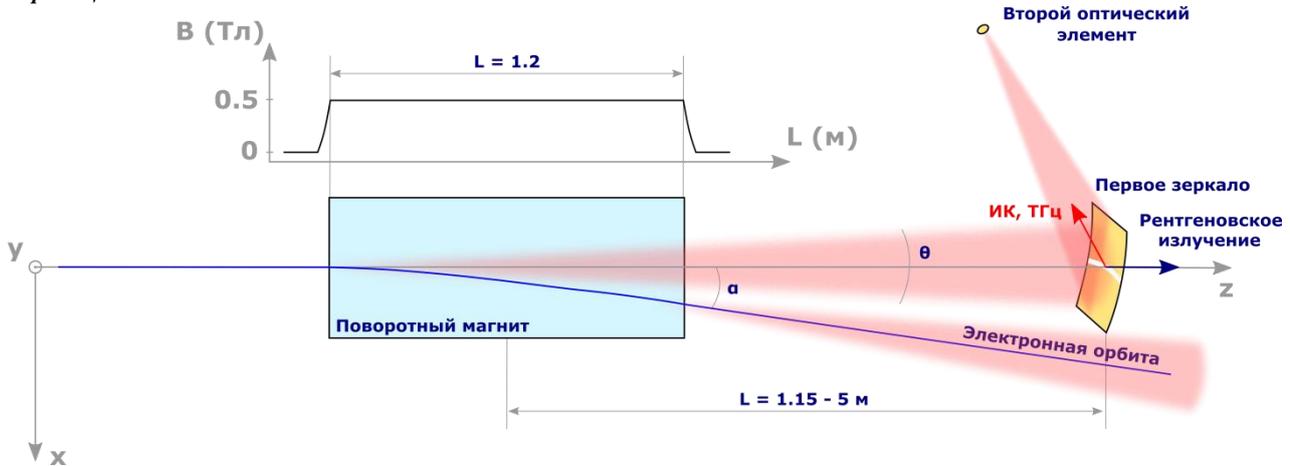


Рисунок 3. Схема начального участка оптической системы и потенциального источника низкоэнергетических фотонов – поворотного магнита BLA_1L – станции ИК-диагностики.

Спектральный поток в диапазоне $50-500 \text{ см}^{-1}$ (фотонов/с/мм²/0.1% полосы пропускания)

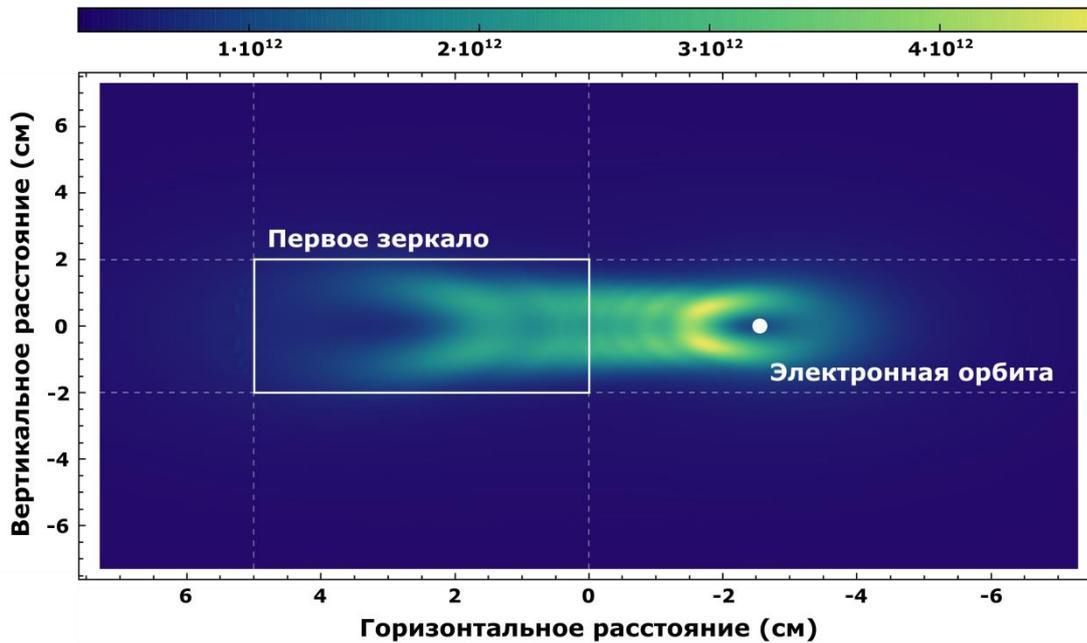


Рисунок 4. SRW расчет спектрального потока фотонов дальнего ИК-диапазона с энергией от 50 до 500 см^{-1} на расстоянии 1.46 м от центра поворотного магнита BLA_1L с линейным размером 1.2 м и индукцией магнитного поля 0.52 Тл. Расчет проводился для электронного пучка с энергией 3 ГэВ и средним током 500 мА. Характерная длина нарастания и спада магнитного поля в магните BLA_1L считалась равной 6 см.

Как было описано выше, станция ИК-диагностики будет оснащена тремя ключевыми исследовательскими установками, что подразумевает наличие системы (оптического канала) доведения излучения до каждой из установок. На **Рисунок 5** приведено схематическое изображение трехмерной модели отдельных экспериментальных установок станции ИК-диагностики и основного оптического канала. Оптический канал будет оснащен системой

зеркал для доведения излучения до каждой из установок. Аналогичный подход успешно реализован на Новосибирском лазере на свободных электронах, где система передачи мощного терагерцового излучения позволяет подавать выходное излучение ЛСЭ на любую из более 10 пользовательских станций [52]. Разрабатываемый оптический канал станции ИК-диагностики позволит использовать предельные мощностные и спектральные характеристики излучения во всех ключевых экспериментах, достигая таким образом оптимальных параметров спектрального разрешения и отношения сигнал/шум.

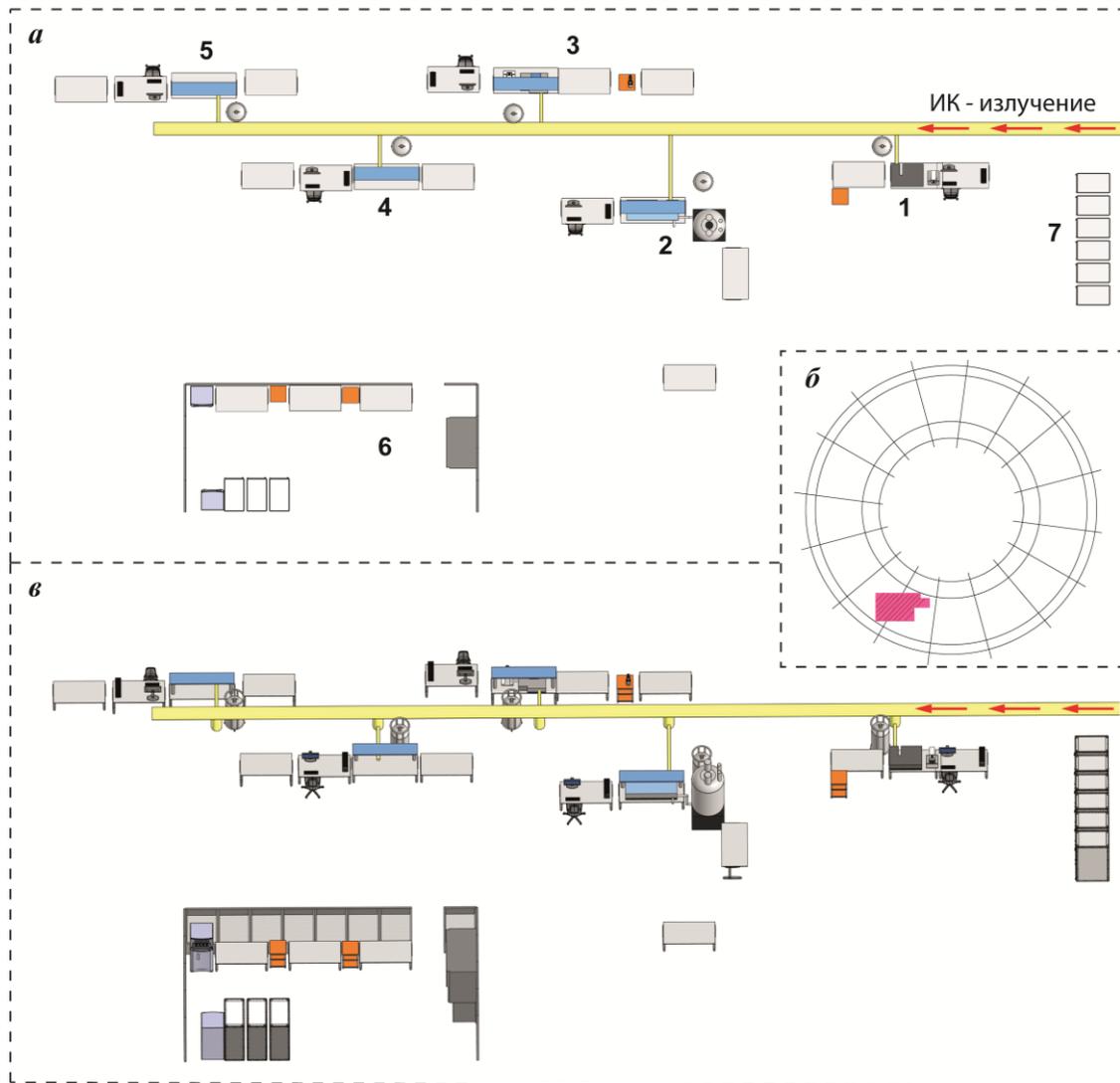


Рисунок 5. (а) Иллюстрация расположения оборудования на станции ИК-диагностики (вид сверху) с указанием схемы распределения излучения между тремя ключевыми исследовательскими установками, а также «установками развития». Цифрами указано: 1 – установка s-SNOM; 2 – установка магнитодипольной спектроскопии/микроскопии; 3 – установка ИК-спектроскопии/микроскопии; 4 и 5 – станции развития; 6 – комната для пробоподготовки; 7 – шкафы хранения образцов и оборудования. (б) Блок-схема расположения станции ИК-диагностики на синхротронном кольце СКИФ. (в) Иллюстрация расположения оборудования на станции ИК-диагностики (вид сбоку).

В **Таблица 2** приведены основные технические характеристики исследовательских установок ближнепольной оптической, магнитодипольной и классической ИК-Фурье микроскопии, запланированных к реализации на станции ИК-диагностики.

Закладываемые технические характеристики ключевых экспериментальных установок станции ИК-диагностики, приведенные в **Таблица 2**, соответствуют мировому уровню, что позволит проводить передовые научные исследования и обеспечит востребованность станции у российских и зарубежных исследователей.

Таблица 2. Целевые значения некоторых технических характеристик ключевых исследовательских установок станции ИК-диагностики источника синхротронного излучения СКИФ.

Исследовательская установка	Спектральный диапазон (см ⁻¹)	Спектральное разрешение (см ⁻¹)	Временное разрешение	Температурный диапазон (К)
s-SNOM спектроскопия	25000–100	6	0.2 пс	4–300
Магнитодипольная спектроскопия	1000–5	0.1	~ 2–10 нс	2–300
ИК-микроскопия	25000–550	0.05	-	4–300 / 80–800

4 Фундаментальные задачи, на решение которых нацелена инфраструктура станции

ИК-спектроскопия является одним из наиболее мощных аналитических методов, доступных ученым в настоящее время. ИК-методы, реализованные с использованием синхротронного излучения, обладают рядом дополнительных преимуществ: (1) многократно увеличенная интенсивность излучения значительно повышает чувствительность методов, (2) импульсный характер синхротронного излучения позволяет реализовывать времяразрешенные эксперименты, и (3) высокая светимость позволяет проводить эксперименты по ИК-микроскопии и ИК-наноскопии с рекордными параметрами пространственного разрешения. Обозначенные преимущества синхротронных источников в сравнении с лабораторными источниками ИК-излучения обеспечивают предельно достижимые параметры исследовательских установок, созданных на базе синхротронных центров. Таким образом, ИК-станции синхротронных центров позволяют проводить эксперименты, невозможные для выполнения в рамках инфраструктуры обычных лабораторий.

Среди многочисленных применений ИК-спектроскопия хорошо зарекомендовала себя для исследования внутренней структуры органических и неорганических веществ, тонких слоев и поверхностей [53, 54]. Анализ колебательных мод, наблюдаемых в ИК-спектрах поглощения, позволяет определить, например, состав материалов, природу дефектов и концентрацию свободных носителей заряда [55, 56]. Являясь разновидностью ИК-спектроскопии, ИК-наноскопия позволяет получать эту информацию, с той лишь

разницей, что анализируемая область имеет характеристические размеры в нанометровом масштабе, что примерно на три порядка меньше, чем длина волны излучения.

Одним из вариантов реализации метода ИК-наноскопии является использование сканирующей ближнепольной оптической микроскопии рассеивающего типа (s-SNOM), которая стала аналогом апертурной SNOM [57]. В основу s-SNOM положено комбинированное использование нескольких методов, включающих, помимо традиционной ИК-спектроскопии, атомно-силовую микроскопию (АСМ) и зондово-усиленную спектроскопию комбинационного рассеяния. Ключевой особенностью s-SNOM является использование металлизированных АСМ-зондов вместо металлизированных волноводов. Зонд АСМ обеспечивает чрезвычайно высокое пространственное разрешение метода s-SNOM, ограниченное радиусом острия АСМ-зонда – около 10-20 нм [58, 59]. Следует отметить, что пространственное разрешение s-SNOM не зависит от длины волны возбуждения ни для видимого [60] или инфракрасного [58], ни для ТГц-излучения [61, 62]. Кроме того, благодаря сочетанию АСМ, s-SNOM и ИК-спектроскопии с преобразованием Фурье, можно составлять топографические карты образца, а также записывать одновременно ИК амплитудные и фазовые изображения и спектры с наноразмерным пространственным разрешением [63-66]. Этот метод уже применялся для исследования усиленного фононами ближнего поля отклика нескольких полярных материалов, включая SiC [57], SiO₂ [67-69] и BN [70]. Авторы настоящей статьи использовали нано-ИК спектроскопию для локальной характеристики состава нанопроволок SiO_x шириной около 300 нм и высотой 2 нм [71]. Несмотря на значительный прогресс в ИК-характеризации органических и неорганических материалов, ИК-исследование структур на наноуровне сталкивается с проблемой низкой интенсивности сигнала из-за чрезвычайно малого поглощающего объема наноструктур и малой интенсивности падающего излучения, особенно в дальнем ИК- и ТГц-спектральных диапазонах.

Проблема малой интенсивности ИК-излучения решается за счет использования синхротрона в качестве источника широкополосного ИК-излучения [35, 72]. Известны примеры успешной реализации нано-ИК станций с использованием ИК-излучения синхротронного источника для изучения химического состава композитных материалов [73], для изучения морфологии солнечных элементов на основе гибридных перовскитов [74], гетерогенных катализаторов с временным разрешением [75] и др.

С точки зрения физики твердого тела и физики полупроводников использование синхротронного источника в дальнем ИК-диапазоне (50–400 см⁻¹) оказывается принципиально важным, поскольку именно в этом спектральном диапазоне лежат моды оптических фононов большинства полупроводниковых кристаллов. В случае понижения размерности полупроводниковых материалов (2D, 1D и 0D наноструктуры) фононный спектр наноструктур претерпевает значительные изменения. Наибольший интерес представляет изучение закономерностей формирования фононного спектра в одиночных наноструктурах, поскольку фононы определяют подвижность и каналы релаксации возбужденных носителей заряда, что принципиально важно для перспективных приборов наноэлектроники и нанофотоники. Вместе с тем, в настоящее время экспериментальная верификация существующих моделей формирования фононного спектра в таких единичных

наноструктурах с помощью ИК-спектроскопии отсутствует. Создание предлагаемой станции ИК-наноскопии позволит эффективно решать задачи установления спектра фоновых состояний наноструктур.

ИК-спектроскопия дальнего диапазона применяется для исследования мономолекулярных магнитов (МММ) [76-80] – перспективных строительных блоков устройств сверхплотного хранения информации и квантовых компьютеров [81-85]. Ключевым функциональным свойством МММ является способность сохранять намагниченность в одном из двух направлений в течение длительного времени [86, 87]. Мономолекулярный магнетизм – суть квантовое явление, и каждый мономолекулярный магнит представляет собой молекулу с несколькими неспаренными электронами, которые характеризуются определенной системой спиновых уровней. Именно спиновая система МММ определяет его магнитные характеристики на молекулярном уровне. Ключевым методом исследования спиновой системы МММ является метод электронного парамагнитного резонанса (ЭПР). Специфика применения ЭПР к исследованию МММ обусловлена тем, что спиновые уровни МММ расщеплены внутримолекулярными взаимодействиями, и энергии расщеплений могут достигать нескольких сотен обратных сантиметров. Таким образом, энергия соответствующих спиновых переходов находится в терагерцовом и дальнем ИК-диапазонах, что потребовало развития специализированного метода исследования – терагерцовой ЭПР-спектроскопии. Использование синхротрона в качестве источника терагерцового излучения позволяет значительно поднять чувствительность метода [9, 32, 88-92] и, в том числе, обеспечить возможность исследования МММ в магниторазбавленных средах [93]. Точное определение параметров спиновой системы методом терагерцовой ЭПР-спектроскопии позволяет определять магнитоструктурные корреляции с целью выработки стратегии направленного синтеза МММ с заданными свойствами. Кроме этого, определение методом терагерцовой ЭПР-спектроскопии энергии спиновых переходов необходимо для развития подходов манипулирования намагниченностью МММ посредством резонансного воздействия на спиновую систему лазерным излучением терагерцового диапазона [94-96]. Создаваемая в рамках станции ИК-диагностики установка терагерцовой ЭПР-спектроскопии/микроскопии позволит решать актуальные задачи в области молекулярного магнетизма.

Еще одним базовым методом исследования, реализуемым на станции ИК-диагностики, является ИК-Фурье микроскопия. Инфракрасная микроскопия относится к неразрушающим методам исследования, позволяя получать химическую и структурную информацию широкого спектра биологических (отдельных клеток и более сложных биологических систем) и биомедицинских материалов, материалов криминалистики, а также объектов культурного наследия, геологии, микроразмерных образцов различных соединений, в том числе тонких пленок. В отличие от традиционной ИК-Фурье спектроскопии, ИК-Фурье микроскопия позволяет выполнять картирование исследуемых образцов по характеристическим спектральным признакам (полосам поглощения, группам полос). Это дает возможность определять пространственное распределение конкретных химических веществ в образце. Преимущество использования синхротронного источника инфракрасного излучения в ИК-микроскопии по сравнению с традиционными лабораторными источниками заключается в его высокой мощности и светимости, что позволяет работать с предельно допустимым

дифракционно-лимитированным пространственным разрешением (3–8 мкм), сохраняя при этом высокое соотношение сигнал-шум результирующих спектров.

Развитые в области ИК-спектроскопии/микроскопии методы пробоподготовки и наличие разнообразных приставок к ИК-спектрометрам позволяют получать спектральную информацию об исследуемом веществе в любом агрегатном состоянии и под действием разнообразных дополнительных внешних факторов: статические электрические и магнитные поля, давление, облучение светом, температурное воздействие и др. На установке ИК-спектроскопии/микроскопии станции ИК-диагностики будут доступны базовые методы пробоподготовки с возможностью их модификации по запросу пользователей. Установка ИК-спектроскопии/микроскопии будет оснащена криостатирующей системой, позволяющей исследовать образцы в интервале температур 4–300 К (ИК-спектроскопия/микроскопия), а также в интервале температур 80–800 К (ИК-микроскопия). Установка магнитодипольной спектроскопии/микроскопии будет оснащена сверхпроводящим магнитом с криостатируемой камерой образца, позволяющим проводить эксперименты в магнитных полях от 0 до 12 Тл в температурном интервале от 2 до 300 К. Стандартная установка s-SNOM работает при обычных условиях при комнатной температуре и может быть адаптирована для времяразрешенных экспериментов (до 0.2 пс) [97]. Для исследований низкотемпературных фазовых переходов и структурных доменов возможна реализация s-SNOM криосистемы для измерения нано-ИК спектров при варьируемых температурах 5–500 К [98] при сильных магнитных полях до 7 Тл [99]. Закладываемое вспомогательное оборудование станции нацелено на обеспечение эффективной пробоподготовки образцов и их последующей утилизации, рутинного проведения криогенных экспериментов, а также осуществления дополнительного воздействия на образец (в том числе лазерным излучением) в ходе экспериментов.

Таким образом, реализуемые на станции ИК-диагностики ключевые экспериментальные установки позволяют проводить исследования передового уровня в обширных областях ИК-наноскопии, ИК-микроскопии, а также магнитодипольной спектроскопии терагерцового диапазона. Наличие на станции оптической схемы из зеркал полного отражения для доведения ИК-излучения до конкретной установки дает возможность реализовывать на станции широкий класс экспериментов с использованием запланированных к реализации методик, а также развивать функционал станции как ответ на научные вызовы в будущем.

Заключение

В работе описан концептуальный дизайн станции ИК-диагностики новосибирского синхротронного источника поколения 4+ СКИФ. Рассмотрена специфика длинноволнового излучения протяженного источника, для эффективного сбора которого требуется специализированная вакуумная камера с увеличенной горизонтальной и вертикальной апертурами. Описан наиболее оптимальный источник излучения для станции – слабопольный поворотный магнит первого суперпериода VLA_1L. Рассмотрены варианты расположения первого зеркала оптической системы станции. Приведены технические характеристики трех

ключевых экспериментальных методик станции: ближнепольной оптической ИК-наноскопии, классической ИК-микроскопии, а также магнитодипольной спектроскопии терагерцового диапазона. Описаны фундаментальные задачи, на решение которых будет направлен функционал станции. Обозначена заложенная в концепцию станции возможность расширения инструментальных возможностей путем создания новых установок с целью оперативного ответа на научно-технологические вызовы в будущем.

Благодарности

Разработка концепции станции ИК-диагностика в части магнитодипольной спектроскопии была поддержана грантом РФФИ № 22-13-00376. Авторы выражают благодарность Требушину А.Е. за помощь с SRW расчетами.

Список цитируемой литературы

- [1] Barth A. Infrared spectroscopy of proteins // *Biochim. Biophys. Acta Bioenerg.* 2007. V. 1767. №. 9. P. 1073-1101. 10.1016/j.bbabi.2007.06.004.
- [2] Kratz C., Furchner A., Sun G., Rappich J., Hinrichs K. Sensing and structure analysis by in situ IR spectroscopy: from mL flow cells to microfluidic applications // *J. Condens. Matter Phys.* 2020. V. 32. №. 39. Art. Num. 393002. P. 1-17. 10.1088/1361-648x/ab8523.
- [3] Jackson M., Mantsch H.H. The Use and Misuse of FTIR Spectroscopy in the Determination of Protein Structure // *Crit. Rev. Biochem. Mol. Biol.* 1995. V. 30. №. 2. P. 95-120. 10.3109/10409239509085140.
- [4] Dumas P., Martin M.C., Carr G.L. IR Spectroscopy and Spectromicroscopy with Synchrotron Radiation in Synchrotron Light Sources and Free-Electron Lasers: Accelerator Physics, Instrumentation and Science Applications, 2020. P. 2059-2113.
- [5] Bosch R.A. Long-wavelength radiation along a straight-section axis in an electron storage ring // *Nucl. Instrum. Meth. A.* 1997. V. 386. №. 2. P. 525-530. 10.1016/S0168-9002(97)85189-3.
- [6] Mathis Y.L., Gasharova B., Moss D. Terahertz Radiation at ANKA, the New Synchrotron Light Source in Karlsruhe // *J. Biol. Phys.* 2003. V. 29. №. 2. P. 313-318. 10.1023/A:1024429801191.
- [7] Muller A.S., Birkel I., Gasharova B., Huttel E., Kubat R., Mathis Y.L., Moss D.A., Mexner W., Rossmann R., Wuensch M., Wesolowski P., Perez F., Pont M., Hirschmugl C.J. Far Infrared Coherent Synchrotron Edge Radiation at ANKA // *Proceedings of the 2005 Particle Accelerator Conference.* 2005. P. 2518-2520. 10.1109/PAC.2005.1591164.
- [8] Peatman W.B., Schade U. A brilliant infrared light source at BESSY // *Rev. Sci. Instrum.* 2001. V. 72. №. 3. P. 1620-1624. 10.1063/1.1347976.
- [9] Schnegg A., Behrends J., Lips K., Bittl R., Holldack K. Frequency domain Fourier transform THz-EPR on single molecule magnets using coherent synchrotron radiation // *Phys. Chem. Chem. Phys.* 2009. V. 11. №. 31. P. 6820-6825. 10.1039/B905745E.
- [10] Cinque G., Frogley M.D., Bartolini R. Far-IR/THz spectral characterization of the coherent synchrotron radiation emission at diamond IR beamline B22 // *Rend. Lincei Sci. Fis. Nat.* 2011. V. 22. P. 33-47. 10.1007/s12210-011-0149-x.

- [11] Lupi S., Nucara A., Perucchi A., Calvani P., Ortolani M., Quaroni L., Kiskinova M. Performance of SISSI, the infrared beamline of the ELETTRA storage ring // J. Opt. Soc. Am. B. 2007. V. 24. №. 4. P. 959-964. 10.1364/JOSAB.24.000959.
- [12] Microscopy for InfraRed And Rapid Imaging (MIRARI) // www.maxiv.lu.se/accelerators-beamlines/beamlines/projects/ir-beamline/. Accessed 17.01.2022.
- [13] Lerch P., Quaroni L., Wambach J., Schneider J., Armstrong D.B., Rossetti D., Mueller F.L., Peier P., Schlott V., Carroll L., Friedli P., Sigg H., Stutz S., Tran M. IR beamline at the Swiss Light Source // J. Phys. Conf. Ser. 2012. V. 359. №. 1. Art. Num. 012003. P. 1-8. 10.1088/1742-6596/359/1/012003.
- [14] Roy P., Rouzières M., Qi Z., Chubar O. The AILES Infrared Beamline on the third generation Synchrotron Radiation Facility SOLEIL // Infrared Phys. Technol. 2006. V. 49. №. 1. P. 139-146. 10.1016/j.infrared.2006.01.015.
- [15] Carr G.L., Dumas P., Hirschmug C.J., Williams G.P. Infrared synchrotron radiation programs at the National Synchrotron Light Source // Nouv. Cim. D. 1998. V. 20. №. 4. P. 375-395. 10.1007/BF03185537.
- [16] May T., Appadoo D., Ellis T., Reininger R. Infrared Beamlines at the Canadian Light Source // AIP Conf. Proc. 2007. V. 879. №. 1. P. 579-582. 10.1063/1.2436127.
- [17] Barry W., Biocca A., Byrd J.M., Byrne W., Kwiatkowski S., Martin M.C., Steier C., Rex K., Robin D., Stover G., Thur W., Wu Y. Dedicated infrared synchrotron radiation source at the ALS // Proceedings of the 2001 Particle Accelerator Conference. 2001. V. 4. P. 2623-2625. 10.1109/PAC.2001.987852.
- [18] Moreno T., Westfahl H., Freitas R.d.O., Petroff Y., Dumas P. Optical layouts for large infrared beamline opening angles // J. Phys. Conf. Ser. 2013. V. 425. №. 14. Art. Num. 142003. P. 1-4. 10.1088/1742-6596/425/14/142003.
- [19] Freitas R.O., Deneke C., Maia F.C.B., Medeiros H.G., Moreno T., Dumas P., Petroff Y., Westfahl H. Low-aberration beamline optics for synchrotron infrared nanospectroscopy // Opt. Express. 2018. V. 26. №. 9. P. 11238-11249. 10.1364/OE.26.011238.
- [20] Creagh D., McKinlay J., Dumas P. The design of the infrared beamline at the Australian synchrotron // Vib. Spectrosc. 2006. V. 41. №. 2. P. 213-220. 10.1016/j.vibspec.2006.02.009.
- [21] Zhou X., Zhong J., Dong J., Kong L., Liu G., Tang Y. The BL01B1 infrared beamline at Shanghai Synchrotron Radiation Facility // Infrared Phys. Technol. 2018. V. 94. P. 250-254. 10.1016/j.infrared.2018.09.013.
- [22] Zhou X.-J., Zhu H.-C., Zhong J.-J., Peng W.-W., Ji T., Lin Y.-C., Tang Y.-Z., Chen M. New status of the infrared beamlines at SSRF // Nucl. Sci. Tech. 2019. V. 30. №. 12. Art. Num. 182. P. 1-11. 10.1007/s41365-019-0696-x.
- [23] Ikemoto Y., Moriwaki T., Hirono T., Kimura S., Shinoda K., Matsunami M., Nagai N., Nanba T., Kobayashi K., Kimura H. Infrared microspectroscopy station at BL43IR of SPring-8 // Infrared Phys. Technol. 2004. V. 45. №. 5. P. 369-373. 10.1016/j.infrared.2004.01.004.
- [24] Moriwaki T., Ikemoto Y. BL43IR at SPring-8 redirected // Infrared Phys. Technol. 2008. V. 51. №. 5. P. 400-403. 10.1016/j.infrared.2007.12.031.
- [25] Chae B., Yun Y.D., Kim H.-Y., Ryu C.K., Lefrançois S., Dumas P. 12D IRS: The Infrared Synchrotron Radiation Beamline at PAL // Synchrotron Radiat. News. 2017. V. 30. №. 4. P. 6-8. 10.1080/08940886.2017.1338413.

[26] Bahou M., Wen L., Ding J., Casse B.D.F., Heussler S.P., Gu P., Diao C., Moser H.O., Sim W.S., Gu J., Mathis Y.L. Infrared Spectro/Microscopy at SSSL — Edge Effect Source in a Compact Superconducting Storage Ring // AIP Conf. Proc. 2007. V. 879. №. 1. P. 603-606. 10.1063/1.2436133.

[27] Petibois C., Déléris G., Piccinini M., Cestelli-Guidi M., Marcelli A. A bright future for synchrotron imaging // Nat. Photonics. 2009. V. 3. №. 4. P. 179-179. 10.1038/nphoton.2009.31.

[28] Nasse M.J., Walsh M.J., Mattson E.C., Reininger R., Kajdacsy-Balla A., Macias V., Bhargava R., Hirschmugl C.J. High-resolution Fourier-transform infrared chemical imaging with multiple synchrotron beams // Nat. Methods. 2011. V. 8. №. 5. P. 413-416. 10.1038/nmeth.1585.

[29] Araki K., Yagi N., Ikemoto Y., Yagi H., Choong C.-J., Hayakawa H., Beck G., Sumi H., Fujimura H., Moriwaki T., Nagai Y., Goto Y., Mochizuki H. Synchrotron FTIR micro-spectroscopy for structural analysis of Lewy bodies in the brain of Parkinson's disease patients // Sci. Rep. 2015. V. 5. №. 1. Art. Num. 17625. P. 1-8. 10.1038/srep17625.

[30] Ellis G.J., Martin M.C. Opportunities and challenges for polymer science using synchrotron-based infrared spectroscopy // Eur. Polym. J. 2016. V. 81. №. P. 505-531. 10.1016/j.eurpolymj.2016.02.013.

[31] Nunna S., Creighton C., Fox B.L., Naebe M., Maghe M., Tobin M.J., Bambery K., Vongsvivut J., Hameed N. The effect of thermally induced chemical transformations on the structure and properties of carbon fibre precursors // J. Mater. Chem. A. 2017. V. 5. №. 16. P. 7372-7382. 10.1039/C7TA01022B.

[32] Nehr Korn J., Holldack K., Bittl R., Schnegg A. Recent progress in synchrotron-based frequency-domain Fourier-transform THz-EPR // J. Magn. Reson. 2017. V. 280. №. P. 10-19. 10.1016/j.jmr.2017.04.001.

[33] Yousef I., Lefrançois S., Moreno T., Hoorani H., Makahleh F., Nadji A., Dumas P. Simulation and design of an infrared beamline for SESAME (Synchrotron-Light for Experimental Science and Applications in the Middle East) // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A: Accel. Spectrom. Detect. Assoc. Equip. 2012. V. 673. P. 73-81. 10.1016/j.nima.2011.12.012.

[34] Muller E.A., Pollard B., Bechtel H.A., van Blerkom P., Raschke M.B. Infrared vibrational nanocrystallography and nanoimaging // Sci. Adv. 2016. V. 2. №. 10. Art. Num. e1601006. P. 1-6. 10.1126/sciadv.1601006.

[35] Khatib O., Bechtel H.A., Martin M.C., Raschke M.B., Carr G.L. Far Infrared Synchrotron Near-Field Nanoimaging and Nanospectroscopy // ACS Photonics. 2018. V. 5. №. 7. P. 2773-2779. 10.1021/acsp Photonics.8b00565.

[36] Meireles L.M., Barcelos I.D., Ferrari G.A., de A. Neves P.A.A., Freitas R.O., Lacerda R.G. Synchrotron infrared nanospectroscopy on a graphene chip // Lab. Chip. 2019. V. 19. №. 21. P. 3678-3684. 10.1039/C9LC00686A.

[37] Barcelos I.D., Bechtel H.A., de Matos C.J.S., Bahamon D.A., Kaestner B., Maia F.C.B., Freitas R.O. Probing Polaritons in 2D Materials with Synchrotron Infrared Nanospectroscopy // Adv. Opt. Mater. 2020. V. 8. №. 5. Art. Num. 1901091. P. 1-16. 10.1002/adom.201901091.

[38] Bechtel H.A., Johnson S.C., Khatib O., Muller E.A., Raschke M.B. Synchrotron infrared nanospectroscopy and -imaging // Surf. Sci. Rep. 2020. V. 75. №. 3. Art. Num. 100493. P. 1-24. 10.1016/j.surfrep.2020.100493.

- [39] O'Callahan B.T., Park K.-D., Novikova I.V., Jian T., Chen C.-L., Muller E.A., El-Khoury P.Z., Raschke M.B., Lea A.S. In Liquid Infrared Scattering Scanning Near-Field Optical Microscopy for Chemical and Biological Nanoimaging // Nano Lett. 2020. V. 20. №. 6. P. 4497-4504. 10.1021/acs.nanolett.0c01291.
- [40] Umakoshi T., Fukuda S., Iino R., Uchihashi T., Ando T. High-speed near-field fluorescence microscopy combined with high-speed atomic force microscopy for biological studies // Biochim. Biophys. Acta Gen. Subj. 2020. V. 1864. №. 2. Art. Num. 129325. P. 1-10. 10.1016/j.bbagen.2019.03.011.
- [41] Kaltenecker K.J., Götz T., Bau E., Keilmann F. Infrared-spectroscopic, dynamic near-field microscopy of living cells and nanoparticles in water // Sci. Rep. 2021. V. 11. №. 1. P. 21860. 10.1038/s41598-021-01425-w.
- [42] Mayer R.A., Feres F.H., Freitas R.O. Synchrotron infrared nanospectroscopy as a game changer in nanophotonics // SBFoton International Optics and Photonics Conference (SBFoton IOPC). 2021. P. 1-6. 10.1109/SBFotonIOPC50774.2021.9461984.
- [43] Piccirilli F., Tardani F., D'Arco A., Birarda G., Vaccari L., Sennato S., Casciardi S., Lupi S. Infrared Nanospectroscopy Reveals DNA Structural Modifications upon Immobilization onto Clay Nanotubes // Nanomaterials. 2021. V. 11. №. 5. Art. Num. 1103. P. 1-11. 10.3390/nano11051103.
- [44] Neese F. Zero-Field Splitting in Calculation of NMR and EPR Parameters, 2004. P. 541-564.
- [45] Sessoli R., Gatteschi D., Caneschi A., Novak M.A. Magnetic bistability in a metal-ion cluster // Nature. 1993. V. 365. №. 6442. P. 141-143. 10.1038/365141a0.
- [46] Zadrozny J.M., Niklas J., Poluektov O.G., Freedman D.E. Millisecond Coherence Time in a Tunable Molecular Electronic Spin Qubit // ACS Cent. Sci. 2015. V. 1. №. 9. P. 488-492. 10.1021/acscentsci.5b00338.
- [47] Atzori M., Morra E., Tesi L., Albino A., Chiesa M., Sorace L., Sessoli R. Quantum Coherence Times Enhancement in Vanadium(IV)-based Potential Molecular Qubits: the Key Role of the Vanadyl Moiety // J. Am. Chem. Soc. 2016. V. 138. №. 35. P. 11234-11244. 10.1021/jacs.6b05574.
- [48] Bader K., Winkler M., van Slageren J. Tuning of molecular qubits: very long coherence and spin-lattice relaxation times // Chem. Commun. 2016. V. 52. №. 18. P. 3623-3626. 10.1039/C6CC00300A.
- [49] Goodwin C.A.P., Ortu F., Reta D., Chilton N.F., Mills D.P. Molecular magnetic hysteresis at 60 kelvin in dysprosocenium // Nature. 2017. V. 548. №. 7668. P. 439-442. 10.1038/nature23447.
- [50] Aravena D., Ruiz E. Spin dynamics in single-molecule magnets and molecular qubits // Dalton Trans. 2020. V. 49. №. 29. P. 9916-9928. 10.1039/D0DT01414A.
- [51] Synchrotron Radiation Workshop // <https://github.com/ochubar/SRW>. Accessed 08.11.2021.
- [52] Kubarev V.V., Sozinov G.I., Scheglov M.A., Vodopyanov A.V., Sidorov A.V., Melnikov A.R., Veber S.L. The Radiation Beamline of Novosibirsk Free-Electron Laser Facility Operating in Terahertz, Far-Infrared, and Mid-Infrared Ranges // IEEE T. THz Sci. Techn. 2020. V. 10. №. 6. P. 634-646. 10.1109/TTHZ.2020.3010046.
- [53] Chabal Y.J. Surface infrared spectroscopy // Surf. Sci. Rep. 1988. V. 8. №. 5. P. 211-357. 10.1016/0167-5729(88)90011-8.
- [54] Infrared and Raman Spectroscopy: Principles and Spectral Interpretation // ed. Larkin P., Elsevier, Oxford 2011. 228 P.

[55] Optical Characterization of epitaxial Semiconductor Layers // ed. Bauer-G., W. R., Springer, Berlin, Germany 1996. 423 P.

[56] Tolstoy V.P., Chernyshova I.V., Skryshevsky V.A., Handbook of Infrared Spectroscopy of Ultrathin Films // John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey. 2003. 732 P.

[57] Hillenbrand R., Taubner T., Keilmann F. Phonon-enhanced light-matter interaction at the nanometre scale // Nature. 2002. V. 418. №. 6894. P. 159-162. 10.1038/nature00899.

[58] Richards D., Zayats A., Keilmann F., Hillenbrand R. Near-field microscopy by elastic light scattering from a tip // Philos. Trans. A Math. Phys. Eng. Sci. 2004. V. 362. №. 1817. P. 787-805. 10.1098/rsta.2003.1347.

[59] Novotny L., Hecht B., Principles of Nano-Optics // Cambridge University Press, Cambridge, UK. 2006. 539 P.

[60] Taubner T., Hillenbrand R., Keilmann F. Performance of visible and mid-infrared scattering-type near-field optical microscopes // J. Microsc. 2003. V. 210. №. 3. P. 311-314. 10.1046/j.1365-2818.2003.01164.x.

[61] Huber A.J., Keilmann F., Wittborn J., Aizpurua J., Hillenbrand R. Terahertz Near-Field Nanoscopy of Mobile Carriers in Single Semiconductor Nanodevices // Nano Lett. 2008. V. 8. №. 11. P. 3766-3770. 10.1021/nl802086x.

[62] Keilmann F., Huber A.J., Hillenbrand R. Nanoscale Conductivity Contrast by Scattering-Type Near-Field Optical Microscopy in the Visible, Infrared and THz Domains // J. Infrared Milli. Terahz. Waves. 2009. V. 30. №. 12. P. 1255-1268. 10.1007/s10762-009-9525-3.

[63] Mastel S., Govyadinov A.A., de Oliveira T.V.A.G., Amenabar I., Hillenbrand R. Nanoscale-resolved chemical identification of thin organic films using infrared near-field spectroscopy and standard Fourier transform infrared references // Appl. Phys. Lett. 2015. V. 106. №. 2. Art. Num. 023113. P. 1-6. 10.1063/1.4905507.

[64] Stiegler J.M., Abate Y., Cvitkovic A., Romanyuk Y.E., Huber A.J., Leone S.R., Hillenbrand R. Nanoscale Infrared Absorption Spectroscopy of Individual Nanoparticles Enabled by Scattering-Type Near-Field Microscopy // ACS Nano. 2011. V. 5. №. 8. P. 6494-6499. 10.1021/nn2017638.

[65] Mester L., Govyadinov A.A., Chen S., Goikoetxea M., Hillenbrand R. Subsurface chemical nanoidentification by nano-FTIR spectroscopy // Nat. Commun. 2020. V. 11. №. 1. Art. Num. 3359. P. 1-10. 10.1038/s41467-020-17034-6.

[66] Schnell M., Goikoetxea M., Amenabar I., Carney P.S., Hillenbrand R. Rapid Infrared Spectroscopic Nanoimaging with nano-FTIR Holography // ACS Photonics. 2020. V. 7. №. 10. P. 2878-2885. 10.1021/acsp Photonics.0c01164.

[67] Zhang L.M., Andreev G.O., Fei Z., McLeod A.S., Dominguez G., Thiemens M., Castro-Neto A.H., Basov D.N., Fogler M.M. Near-field spectroscopy of silicon dioxide thin films // Phys. Rev. B. 2012. V. 85. №. 7. Art. Num. 075419. P. 1-8. 10.1103/PhysRevB.85.075419.

[68] Hermann P., Hoehl A., Ulrich G., Fleischmann C., Hermelink A., Kästner B., Patoka P., Hornemann A., Beckhoff B., Rühl E., Ulm G. Characterization of semiconductor materials using synchrotron radiation-based near-field infrared microscopy and nano-FTIR spectroscopy // Opt. Express. 2014. V. 22. №. 15. P. 17948-17958. 10.1364/OE.22.017948.

[69] Wagner M., Fei Z., McLeod A.S., Rodin A.S., Bao W., Iwinski E.G., Zhao Z., Goldflam M., Liu M., Dominguez G., Thiemens M., Fogler M.M., Castro Neto A.H., Lau C.N., Amarie S., Keilmann

- F., Basov D.N. Ultrafast and Nanoscale Plasmonic Phenomena in Exfoliated Graphene Revealed by Infrared Pump–Probe Nanoscopy // *Nano Lett.* 2014. V. 14. №. 2. P. 894-900. 10.1021/nl4042577.
- [70] Xu X.G., Ghamsari B.G., Jiang J.-H., Gilburd L., Andreev G.O., Zhi C., Bando Y., Golberg D., Berini P., Walker G.C. One-dimensional surface phonon polaritons in boron nitride nanotubes // *Nat. Commun.* 2014. V. 5. №. 1. Art. Num. 4782. P. 1-6. 10.1038/ncomms5782.
- [71] Milekhin I.A., Kozhukhov A.S., Sheglov D.V., Fedina L.I., Milekhin A.G., Latyshev A.V., Zahn D.R.T. Near-field infrared spectroscopy of SiO_x nanowires // *Appl. Surf. Sci.* 2022. V. 584. P. 152583. 10.1016/j.apsusc.2022.152583.
- [72] Bechtel H.A., Muller E.A., Olmon R.L., Martin M.C., Raschke M.B. Ultrabroadband infrared nanospectroscopic imaging // *Proc. Nat. Acad. Sci. USA.* 2014. V. 111. №. 20. P. 7191-7196. 10.1073/pnas.1400502111.
- [73] Knoll B., Keilmann F. Near-field probing of vibrational absorption for chemical microscopy // *Nature.* 1999. V. 399. №. 6732. P. 134-137. 10.1038/20154.
- [74] Szostak R., Silva J.C., Turren-Cruz S.-H., Soares M.M., Freitas R.O., Hagfeldt A., Tolentino H.C.N., Nogueira A.F. Nanoscale mapping of chemical composition in organic-inorganic hybrid perovskite films // *Sci. Adv.* 2019. V. 5. №. 10. Art. Num. eaaw6619. P. 1-7. 10.1126/sciadv.aaw6619.
- [75] Meirer F., Weckhuysen B.M. Spatial and temporal exploration of heterogeneous catalysts with synchrotron radiation // *Nat. Rev. Mater.* 2018. V. 3. №. 9. P. 324-340. 10.1038/s41578-018-0044-5.
- [76] Richards P.L., Caughey W.S., Eberspaecher H., Feher G., Malley M. Determination of the Zero-Field Splitting of Fe³⁺ in Several Hemin Compounds // *J. Chem. Phys.* 1967. V. 47. №. 3. P. 1187-1188. 10.1063/1.1712038.
- [77] Joyce R.R., Richards P.L. Far-Infrared Spectra of Al₂O₃ Doped with Ti, V, and Cr // *Phys. Rev.* 1969. V. 179. №. 2. P. 375-380. 10.1103/PhysRev.179.375.
- [78] Brackett G.C., Richards P.L., Wickman H.H. Far infrared spectra of several Fe(III) complexes with spin S = 3/2 // *Chem. Phys. Lett.* 1970. V. 6. №. 2. P. 75-78. 10.1016/0009-2614(70)80135-X.
- [79] Brackett G.C., Richards P.L., Caughey W.S. Far-Infrared Magnetic Resonance in Fe(III) and Mn(III) Porphyrins, Myoglobin, Hemoglobin, Ferrichrome A, and Fe(III) Dithiocarbamates // *J. Chem. Phys.* 1971. V. 54. №. 10. P. 4383-4401. 10.1063/1.1674688.
- [80] Champion P.M., Sievers A.J. Far infrared magnetic resonance of deoxyhemoglobin and deoxymyoglobin // *J. Chem. Phys.* 1980. V. 72. №. 3. P. 1569-1582. 10.1063/1.439356.
- [81] Leuenberger M.N., Loss D. Quantum computing in molecular magnets // *Nature.* 2001. V. 410. №. 6830. P. 789-793. 10.1038/35071024.
- [82] Bogani L., Wernsdorfer W. Molecular spintronics using single-molecule magnets // *Nature Mater.* 2008. V. 7. №. 3. P. 179-186. 10.1038/nmat2133.
- [83] Mannini M., Pineider F., Sainctavit P., Danieli C., Otero E., Sciancalepore C., Talarico A.M., Arrio M.-A., Cornia A., Gatteschi D., Sessoli R. Magnetic memory of a single-molecule quantum magnet wired to a gold surface // *Nature Mater.* 2009. V. 8. №. 3. P. 194-197. 10.1038/nmat2374.
- [84] Aromí G., Aguilà D., Gamez P., Luis F., Roubeau O. Design of magnetic coordination complexes for quantum computing // *Chem. Soc. Rev.* 2012. V. 41. №. 2. P. 537-546. 10.1039/C1CS15115K.

[85] Gaita-Ariño A., Luis F., Hill S., Coronado E. Molecular spins for quantum computation // Nat. Chem. 2019. V. 11. №. 4. P. 301-309. 10.1038/s41557-019-0232-y.

[86] Neese F., Pantazis D.A. What is not required to make a single molecule magnet // Faraday Discuss. 2011. V. 148. P. 229-238. 10.1039/C005256F.

[87] Atanasov M., Zadrozny J.M., Long J.R., Neese F. A theoretical analysis of chemical bonding, vibronic coupling, and magnetic anisotropy in linear iron(ii) complexes with single-molecule magnet behavior // Chem. Sci. 2013. V. 4. №. 1. P. 139-156. 10.1039/C2SC21394J.

[88] Mihály L., Talbayev D., Kiss L.F., Zhou J., Fehér T., Jánossy A. Field-frequency mapping of the electron spin resonance in the paramagnetic and antiferromagnetic states of LaMnO₃ // Phys. Rev. B. 2004. V. 69. №. 2. Art. Num. 024414. P. 1-12. 10.1103/PhysRevB.69.024414.

[89] Talbayev D., Mihály L., Zhou J. Antiferromagnetic Resonance in LaMnO₃ at Low Temperature // Phys. Rev. Lett. 2004. V. 93. №. 1. Art. Num. 017202. P. 1-4. 10.1103/PhysRevLett.93.017202.

[90] de Brion S., Darie C., Holzapfel M., Talbayev D., Mihály L., Simon F., Jánossy A., Chouteau G. Spin excitations in the antiferromagnet NaNiO₂ // Phys. Rev. B. 2007. V. 75. №. 9. Art. Num. 094402. P. 1-10. 10.1103/PhysRevB.75.094402.

[91] Dreiser J., Schnegg A., Holldack K., Pedersen K.S., Schau-Magnussen M., Nehr Korn J., Tregenna-Piggott P., Mutka H., Weihe H., Bendix J., Waldmann O. Frequency-Domain Fourier-Transform Terahertz Spectroscopy of the Single-Molecule Magnet (NEt₄)[Mn₂(5-Brsalen)₂(MeOH)₂Cr(CN)₆] // Chem. Eur. J. 2011. V. 17. №. 27. P. 7492-7498. 10.1002/chem.201100581.

[92] Holldack K., Schnegg A. THz Electron Paramagnetic Resonance / THz Spectroscopy at BESSY II // JLSRF. 2016. V. 2. Art. Num. A51. P. 1-5. 10.17815/jlsrf-2-74.

[93] Nehr Korn J., Valuev I.A., Kiskin M.A., Bogomyakov A.S., Suturina E.A., Sheveleva A.M., Ovcharenko V.I., Holldack K., Herrmann C., Fedin M.V., Schnegg A., Veber S.L. Easy-plane to easy-axis anisotropy switching in a Co(ii) single-ion magnet triggered by the diamagnetic lattice // J. Mater. Chem. C. 2021. V. 9. №. 30. P. 9446-9452. 10.1039/D1TC01105G.

[94] Veber S.L., Tumanov S.V., Fursova E.Y., Shevchenko O.A., Getmanov Y.V., Scheglov M.A., Kubarev V.V., Shevchenko D.A., Gorbachev I.I., Salikova T.V., Kulipanov G.N., Ovcharenko V.I., Fedin M.V. X-band EPR setup with THz light excitation of Novosibirsk Free Electron Laser: Goals, means, useful extras // J. Magn. Reson. 2018. V. 288. P. 11-22. 10.1016/j.jmr.2018.01.009.

[95] Maryasov A.G., Bowman M.K., Fedin M.V., Veber S.L. Theoretical Basis for Switching a Kramers Single Molecular Magnet by Circularly-Polarized Radiation // Materials. 2019. V. 12. №. 23. Art. Num. 3865. P. 1-10. 10.3390/ma12233865.

[96] Melnikov A.R., Kiskin M.A., Getmanov Y.V., Shevchenko O.A., Fedin M.V., Veber S.L. Technical and software improvements of the EPR spectroscopy endstation at the NovoFEL facility: Status 2020 // AIP Conf. Proc. 2020. V. 2299. №. 1. Art. Num. 030010. P. 1-6. 10.1063/5.0030338.

[97] Wagner M., McLeod A.S., Maddox S.J., Fei Z., Liu M., Averitt R.D., Fogler M.M., Bank S.R., Keilmann F., Basov D.N. Ultrafast Dynamics of Surface Plasmons in InAs by Time-Resolved Infrared Nanospectroscopy // Nano Lett. 2014. V. 14. №. 8. P. 4529-4534. 10.1021/nl501558t.

[98] Lang D., Döring J., Nörenberg T., Butykai Á., Kézsmárki I., Schneider H., Winnerl S., Helm M., Kehr S.C., Eng L.M. Infrared nanoscopy down to liquid helium temperatures // Rev. Sci. Instrum. 2018. V. 89. №. 3. Art. Num. 033702. P. 1-6. 10.1063/1.5016281.

[99] Yang H.U., Hebestreit E., Josberger E.E., Raschke M.B. A cryogenic scattering-type scanning near-field optical microscope // Rev. Sci. Instrum. 2013. V. 84. №. 2. Art. Num. 023701. P. 1-6. 10.1063/1.4789428.

Современные методы мёссбауэровской спектроскопии с использованием СИ

А.П. Чернышев^{1,2}, Н.Ф. Уваров^{1,2,3}, С.А. Петров¹, П.Ю. Тяпкин^{1,3}

¹Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, ул. Кутателадзе, 18, 630090, Новосибирск

²Новосибирский государственный технический университет, пр-т Карла Маркса, 20, 630073, Новосибирск

³Новосибирский государственный университет, ул. Пирогова, 2, 630090, Новосибирск

Автор для переписки: alfred.chernyshev@solid.nsc.ru

Аннотация. В центре коллективного пользования «Сибирский кольцевой источник фотонов» планируется создать станцию «Гамма-2», на которой будут применяться современные методы исследования кристаллических, поликристаллических, нанокристаллических и аморфных веществ, основанные на применении ядерного гамма-резонанса (эффекта Мёссбауэра). Наряду с использованием ядер ^{57}Fe , планируется проводить исследования на ядрах ^{40}K , ^{83}Kr , ^{119}Sn , ^{121}Sb , ^{125}Te , ^{129}Xe , ^{149}Sm , ^{151}Eu , ^{161}Dy , ^{169}Tm , ^{181}Ta , ^{183}W , ^{189}Os , ^{201}Hg и ^{238}U .

Ключевые слова: синхротронный мёссбауэровский источник, мёссбауэровская абсорбционная спектроскопия, ядерное фронтальное рассеяние, ядерное неупругое рассеяние, конверсионные электроны, резонансная флуоресценция, мёссбауэровские ядра

Оглавление

Введение	231
1 Эффект Мёссбауэра и синхротронное излучение	232
1.1 NRS.....	232
1.2 Мёссбауэровский источник	233
2 Секция 1-1-4.....	234
2.1 Схема экспериментальной установки.....	234
2.2 Мёссбауэровская абсорбционная спектроскопия «экзотических» ядер, отличных от ^{57}Fe 237	
Заключение.....	238
Список цитируемой литературы	239

Введение

Пусть ядро свободного атома, находящееся в возбужденном состоянии, переходит в основное состояние, испуская фотон. В этом случае энергия фотона меньше энергии перехода из возбужденного в основное состояние из-за того, что ядро испытывает отдачу (часть энергии переходит в кинетическую энергию ядра, а остальная часть переходит в энергию фотона). Эффект Мёссбауэра или ядерный гамма-резонанс состоит в том, что если возбужденное ядро находится в твердом теле (аморфном, нанокристаллическом, поликристаллическом или кристаллическом), то существует конечная вероятность того, что оно излучит фотон с энергией в точности равной энергии возбуждения. Аналогично при поглощении фотона атомом, входящим в состав твердого тела, существует конечная вероятность того, что этот фотон будет поглощен без потери энергии на отдачу [1, 2]. Это физическое явление было открыто в 1957 или 1958 году Рудольфом Мёссбауэром. Открытие было оценено нобелевской премией в 1961 году. Естественная ширина ядерного гамма-резонанса чрезвычайно мала (например, в случае ^{57}Fe она составляет менее 5 нэВ), что делает его универсальным высокочувствительным инструментом для исследования магнетизма, валентного состояния, а также плотности фононных состояний.

Мёссбауэровская спектроскопия (МС) или метод ядерной гамма-резонансной спектроскопии (ЯГРС) является мощным и устоявшимся методом в различных областях, от фундаментальных исследований до промышленного применения. В настоящее время радиоактивные изотопы являются основными источниками резонансного гамма-излучения. В частности, МС на ядрах ^{57}Fe , где источником гамма-излучения являются радиоактивные ядра ^{57}Co , широко используется в физическом материаловедении, химии, минералогии (главным образом для определения структурного положения ионов железа и определения его степени окисления) и биологии (например, при анализе свойств Fe-содержащих групп в белках). Портативный мёссбауэровский спектрометр был установлен на марсоходах “Spirit” и “Opportunity” [3]. В 2004 году образцы, собранные марсоходом “Opportunity”, были проанализированы с помощью МС. Анализ мёссбауэровских спектров показал, что когда-то на Марсе присутствовала вода.

Несмотря на очевидные достижения, использование радиоактивных источников резонансного гамма-излучения в лабораторной мёссбауэровской спектроскопии имеет существенные ограничения. За исключением нескольких элементов, таких как ^{57}Fe и ^{119}Sn , подготовка источника радиоизотопного излучения, подходящего для измерения на других мёссбауэровских ядрах, является сложной задачей. Источники ^{57}Fe и ^{119}Sn имеются в продаже, поэтому большинство исследований методом МС были проведены с использованием ^{57}Fe и ^{119}Sn , хотя эффект Мёссбауэра наблюдался для 86 изотопов 45 элементов [4]. Одна из проблем использования в МС остальных изотопов заключается в подготовке подходящих источников гамма-излучения, поскольку их необходимо синтезировать самостоятельно с помощью сложной технологии, использующей, например, ядерный реактор. Более того, в некоторых случаях, таких как ^{40}K , нет подходящих радиоактивных источников (РИ) резонансного гамма-излучения. К этому следует добавить, что известные РИ для некоторых мёссбауэровских

изотопов являются короткоживущими, что значительно усложняет получение ЯГР спектров с их помощью. Очевидным недостатком использования РИ является также то, что через определенное время, равное приблизительно трём периодам полураспада радиоактивного изотопа, их надо утилизировать.

Синхротронное излучение (СИ) можно рассматривать как эффективный источник резонансных фотонов с изменяемой энергией. Энергетическая селективность синхротронного излучения позволяет, в принципе, измерять мёссбауэровские спектры практически всех мёссбауэровских изотопов. При этом в отличие от РИ, используемых в лабораторной мёссбауэровской 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.

1 Эффект Мёссбауэра и синхротронное излучение

1.1 NRS

Традиционно МС с использованием СИ использует ядерное резонансное рассеяние (NRS). Этот метод имеет несколько модификаций, которые отличаются способом регистрации рассеянного излучения и направлением (геометрией) падающего на образец потока гамма-квантов. Это прежде всего метод ядерного резонансного фронтального рассеяния (NFS) и метод ядерного неупругого рассеяния (NIS). Метод NFS регистрирует квантовые биения, т. е. изменения интенсивности рассеяния с течением времени, обусловленные взаимной интерференцией рассеянного излучения на подуровнях сверхтонкой структуры ядерных переходов. Однако в этом методе трудно использовать высокоэнергетическое СИ, поскольку в этом случае мала вероятность эффекта Мёссбауэра (мала величина фактора Лэмба-Мёссбауэра). Другой вид NRS, метод возмущенных угловых корреляций на основе синхротронного излучения SRPAC [5, 6], не зависит от фактора Лэмба-Мёссбауэра и позволяет расширить исследования до области высоких энергий, где метод NFS имеет низкую эффективность. Метод NIS не позволяет определить дисперсионные соотношения для фононов, но с его помощью можно получить плотность фононных состояний (VDO).

В настоящее время эффект Мёссбауэра используется для исследования материалов практически во всех центрах коллективного пользования синхротронным излучением. Это European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) во Франции, Deutsches Elektronen-Synchrotron (DESY) в Германии, Super Photon ring – 8 GeV (SPring-8) в Японии и Advanced Photon Source (APS) в США. Исследования методом ядерного резонансного рассеяния (NRS) проводятся на станции ID18 (ESRF) и станции P01 (DESY). На станции P01 проводятся эксперименты с NRS при энергиях фотонов от 2,5 кэВ до 90 кэВ. Станция оборудована монохроматорами с высоким энергетическим разрешением, рассчитанными на диапазон энергии от 1 МэВ до примерно 1эВ, и с высоким пространственным разрешением в (суб)микронном режиме. Проведены исследования NRS на мёссбауэровских изотопах ^{57}Fe , ^{119}Sn , ^{121}Sb , ^{125}Te и ^{193}Ir , также существует возможность использования других мёссбауэровских изотопов. Исследования по

неупругому рассеянию рентгеновских лучей (NIS) проводятся на ускорителе PETRA III (DESY) с июня 2014 года. Исследования и разработки по NRS осуществляются на APS с 1996 года. В настоящее время эксперименты с NRS регулярно проводятся на 3 станциях APS, где используются мёссбауэровские изотопы ^{57}Fe , ^{119}Sn , ^{151}Eu , ^{161}Dy и ^{83}Kr . На Spring-8 проводятся эксперименты с изотопами ^{40}K , ^{57}Fe , ^{61}Ni , ^{73}Ge , ^{119}Sn , ^{125}Te , ^{127}I , ^{149}Sm , ^{151}Eu , ^{174}Yb , и ^{189}Os .

1.2 Мёссбауэровский источник

В конце прошлого века появились разработки в области ЯГРС, которые сделали возможной МС на СИ в энергетической области. В частности, ядерный монохроматор $^{57}\text{FeBO}_3$ (синхротронный мессбауэровский источник—SMS) был установлен на секции ID18 европейского синхротрона (ESRF) и на секции BL11XU Spring-8 [7, 8]. SMS установлен и на ускорителе PETRA III. Основным элементом SMS, который обеспечивает высокое разрешение (около 5 нэВ), является монокристалл бората железа $^{57}\text{FeBO}_3$, обогащенный изотопом ^{57}Fe до 95% (Рисунок 1). Монокристалла, используемый на ESRF имеет размеры $\sim 5 \text{ мм} \times 3 \text{ мм}$ при толщине $\sim 35 \text{ мкм}$ [9]. Борат железа представляет собой антиферромагнетик со слабым ферромагнетизмом и температурой Нееля 348,35 К. В этом кристалле все отражения от кристаллографических плоскостей (NNN) с нечетным N (например, (111), (333) и т. д.) запрещены для электронной дифракции и разрешены для ядерной дифракции. Это так называемые чистые ядерные отражения. Они обеспечивают поляризованное отраженное гамма-излучение с энергией фотонов 14,4 кэВ и шириной резонансной линии (FWHM) около 5 нэВ. Для получения узкой резонансной линии кристалл $^{57}\text{FeBO}_3$ должен быть помещен в постоянное магнитное поле и нагрет до температуры близкой к точке Нееля 348,35 К [7, 9].

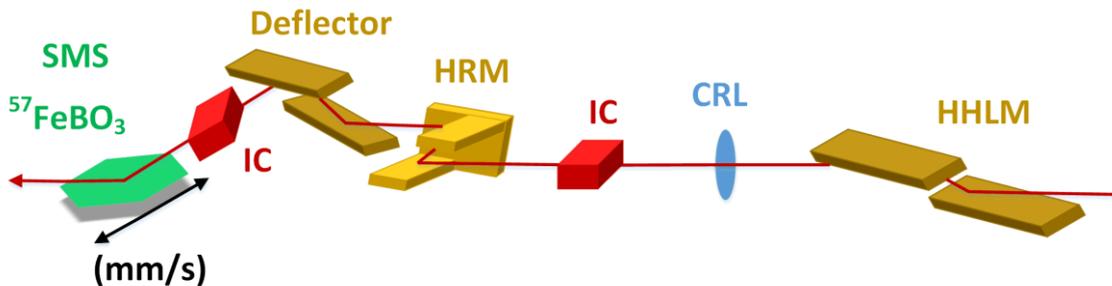


Рисунок 1. Схема ЯГР спектрометра с синхротронным мёссбауэровским источником (SMS). Здесь IC – ионизационная камера для мониторинга пучка гамма-квантов, HRM – монохроматор высокого разрешения, CRL – составная преломляющая линза, HHLM – монохроматор с высокой тепловой нагрузкой.

Применение поляризованного пучка приводит к новым особенностям мессбауэровских спектров, измеренных с помощью SMS, в геометрии поглощения или отражения [10] (Рисунок 2). Использование алмазной фазовой пластины в дополнение к монохроматору $^{57}\text{FeBO}_3$ на секции BL11XU позволило получить спектры ЯГР в прямой и скользящей

геометрии с различными (линейными, круговыми, эллиптическими) поляризационными состояниями излучения [11].

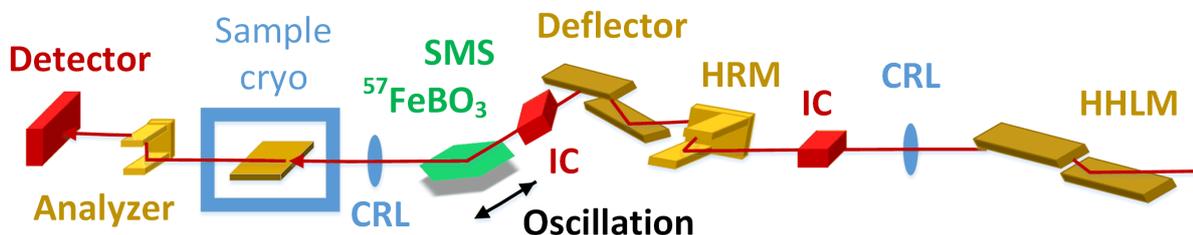


Рисунок 2. Экспериментальная установка для получения ЯГР спектров в геометрии отражения с выделением излучения с повернутой ($\pi \rightarrow \sigma$) поляризацией. HHLM – монохроматор с высокой тепловой нагрузкой, CRL – составная преломляющая линза, HRM — монохроматор высокого разрешения, образец находится в криостате.

2. Секция 1-1-4

2.1 Схема экспериментальной установки

В ЦКП «СКИФ» будут использоваться короткопериодные сверхпроводящие ондуляторы, что даст уникальную возможность получить спектральную плотность потока фотонов на энергии гамма-резонанса изотопа ^{57}Fe , сопоставимую с источниками специализированных станций ЦКП ESRF, PETRA III, APS и SPring-8 [12]. В состав станции 1–1 «Микрофокус» будет включена боковая секция 1-1-4, оптимизированная для получения ультрамонохроматических пучков гамма-квантов, имеющих энергию вблизи энергии гамма-резонанса ^{57}Fe (14.4 кэВ). Для реализации методов NFS и NIS ядерного рассеяния необходимы интервалы между импульсами СИ длительностью не менее времени жизни возбужденного ядерного состояния (Таблица 1), поэтому для работы секции 1-1-4 в режиме NFS/NIS планируется задействовать 12-сгустковый и гибридный режимы заполнения накопителя [12]. Период полураспада нуклида $T_{1/2}$ связан со временем жизни возбужденного состояния τ посредством формулы $\tau = T_{1/2} / \ln 2$. Величина τ обычно находится в интервале $10^{-1} - 10^3$ нс.

Таблица 1. Энергия (E_γ) и время жизни (τ) возбужденных состояний некоторых мёссбауэровских ядер [13]

Изотоп	E_γ , кэВ	τ , нс
^{40}K	29.8299	6.1
^{57}Fe	14.412497	141
^{83}Kr	9.4035	212
^{119}Sn	23.8795	26
^{121}Sb	37.133	5.0
^{125}Te	35.4922	2.1
^{129}Xe	39.578	1.4
^{149}Sm	22.507	10.3
^{151}Eu	21.54149	13.8

^{161}Dy	25.6515	42.0
^{169}Tm	8.4103	5.9
^{181}Ta	6.214	8728
^{183}W	46.4839	0.271
^{189}Os	36.202	2.34
^{201}Hg	32.138	0.14
^{238}U	44.91	0.293

Схема экспериментальной установки для NFS/NIS показана на **Рисунке 3**. Синхротронное излучение, генерируемое потоком электронов в синхротроне, характеризуется широким распределением энергии от 0 до 3 ГэВ. Для NIS на соединениях железа синхротронное излучение от ондулятора настраивается на его специфические гармоники таким образом, чтобы создавался пик излучения с центром около 14,4 кэВ.



Рисунок 3. Схема экспериментальной установки для регистрации спектров NFS и NIS. Здесь IC – ионизационная камера для мониторинга пучка гамма-квантов, HRM – монохроматор высокого разрешения, CRL – составные преломляющие линзы или короткофокусные многослойные зеркала в геометрии Киркпатрика-Баеза, HHLM – монохроматор с высокой тепловой нагрузкой. Detector-1 – детектор для NFS, Detector-2 – для NIS.

Гамма-излучение, выходящее из ондуляторов, имеет полосу пропускания энергии шириной приблизительно 100 эВ, что непосредственно не подходит для экспериментов NIS из-за большой доли фотонов (имеющих энергии за пределами узкой резонансной полосы пропускания), которые перегружают детектор. Поэтому спектральная ширина должна быть сильно уменьшена, что делается в два этапа. На первом этапе спектральная ширина уменьшается до нескольких электронвольт монохроматором с высокой тепловой нагрузкой (HHLM), который состоит из двух независимых кристаллов кремния с отражениями (1 1 1). На втором этапе происходит дальнейшее уменьшение спектральной ширины примерно до 2.5 мэВ с помощью монохроматора высокого разрешения (HRM). Основным элементом секции 1-1-4 является гнездовой монохроматор высокого разрешения, установленный на расстоянии 10 м от монохроматора-сплиттера. Гнездовой монохроматор позволит получить спектральную ширину, равную ~2.5 мэВ при условии предварительной коллимации [12]. Поток излучения контролируется в ионизационных камерах, которые размещаются до и после HRM. Сечение

пучка на выходе из гнездового монохроматора высокого разрешения не оптимально для экспериментов с высоким пространственным разрешением или использованием ячеек высокого давления, поэтому перед блоком размещения образца предусмотрена установка короткофокусных ($f \approx 0.9$ м) многослойных зеркал в геометрии Киркпатрика-Баеза. Зеркала обладают большим пропусканием ($\sim 50\%$) в сравнении с аналогичной конфигурацией бериллиевых линз ($\sim 20\%$). После прохождения через все секции луч, наконец, облучает образец. Для измерения фотонов, рассеянных от образца, используются детекторы на лавинных фотодиодах (APD) на основе кремния. Детекторы APD являются высокоэффективными детекторами, используемыми практически во всех видах экспериментов по ядерному резонансному рассеянию. После облучения образца гамма-кванты рассеиваются как когерентно, так и некогерентно. Рассеянные фотоны регистрируются двумя детекторами APD. Первый детектор APD (обычно четыре детектора, расположенных один за другим, каждый с площадью поверхности приблизительно 5×5 мм²), расположенный на расстоянии ~ 2 м от образца в прямом направлении падающего луча, подсчитывает интенсивность когерентных и упруго рассеянных фотонов (NFS). Второй детектор APD, расположенный на расстоянии 0.01–0.4 м от образца перпендикулярно направлению первичного пучка гамма-квантов, регистрирует некогерентно рассеянные фотоны. Этот детектор имеет площадь активного окна около 10×10 мм² и измеряет спектр NIS.

Чтобы получить спектры NFS и NIS, рассеяние на электронных оболочках атомов и резонансное рассеяние на ядерных переходах (резонансная флуоресценция) должны быть отделены друг от друга путем использования подходящей электроники. Рассеяние на электронных оболочках приводит к излучению нерезонансных фотонов и оже-электронов. Оно происходит в течение нескольких пикосекунд после того, как ядро мишени получило энергию от синхротронного излучения. Таким образом, первичный синхротронный импульс гамма-квантов переводит резонансные ядра мишени в возбужденное состояние. Этот импульс имеет значительно большую интенсивность, чем последующая замедленная флуоресценция, в ходе которой возбужденные резонансные ядра переходят в основное состояние испуская гамма-кванты и конверсионные электроны. Рассеяние гамма-квантов на электронных оболочках атомов и ядерную резонансную флуоресценцию разделяют с помощью быстрой электроники, синхронизированной с оборотами электронных сгустков (bunches), движущихся по накопительному кольцу. Благодаря этой электронике, детектор регистрирует только ядерную резонансную флуоресценцию, которая происходит между последовательными импульсами синхротронного излучения. Регистрацию спектров NFS и NIS можно начинать через ~ 4 нс после первичного импульса гамма-квантов. Обработка спектров NFS и NIS может проводиться с помощью бесплатного программного обеспечения CONUSS, PHOENIX и MOTIF [14, 15]. Кроме того, 12 ноября 2021 года представителями ЦКП «СКИФ», ИВМ и МГ СО РАН и НГУ было подписано трехстороннее соглашение о взаимном научно-техническом сотрудничестве в области обработки и хранения крупных массивов данных, которые будут поступать с тридцати экспериментальных научных станций.

На секции 1-1-4 планируется установка синхротронного мёссбауэровского источника (SMS) на ядрах ⁵⁷Fe. Его характеристики подробно изложены в [12] и частично были изложены выше. SMS является ключевым элементом метода мёссбауэровской спектроскопии ⁵⁷Fe с

разрешением по энергии. Он представляет собой мёссбауэровский монохроматор на основе кристалла $^{57}\text{FeVO}_3$, установленный между монохроматором высокого разрешения и образцом [7]. Одним из преимуществ мёссбауэровской спектроскопии с разрешением по энергии является независимость от временной структуры электронных сгустков в накопителе, в том числе возможность работы на максимальном токе.

2.2 Мёссбауэровская абсорбционная спектроскопия «экзотических» ядер, отличных от ^{57}Fe

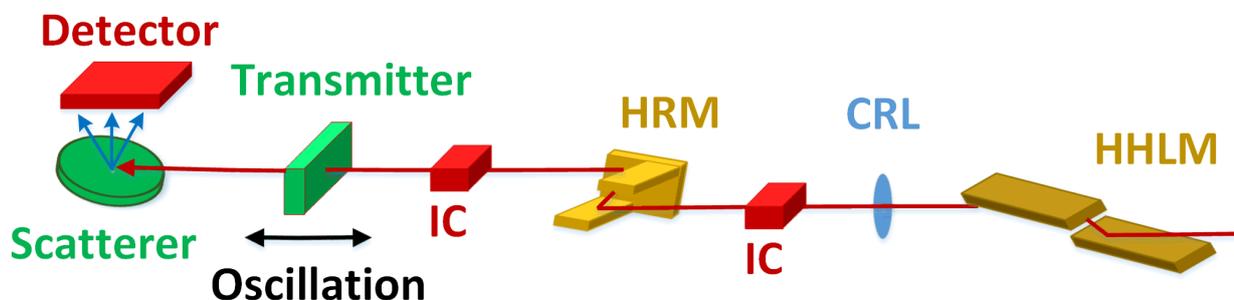
Даже при энергии синхротронного излучения меньше 50 кэВ, имеется достаточное количество мёссбауэровских ядер (Таблица 1), представляющих большой интерес для материаловедения, химии, биологии и развития новых технологий. С помощью мёссбауэровской абсорбционной спектроскопии, использующей РИ, получают спектры большого числа «экзотических» мёссбауэровских ядер в энергетическом диапазоне. Эти спектры имеют наибольшее практическое значение, поскольку относительно просто позволяют определить параметры сверхтонкой структуры мёссбауэровских ядер. Однако для использования синхротронного излучения необходимо создать SMS для каждого мёссбауэровского ядра, как это уже сделано для ^{57}Fe [7, 9]. Эта задача является сложной научной и технологической задачей, и, что немаловажно, требует огромных финансовых затрат вследствие высокой стоимости изотопов.

Альтернативный способ получения абсорбционных мёссбауэровских спектров был разработан на кольцевом ускорителе Spring-8 [13, 16] группой под руководством Makoto Seto.

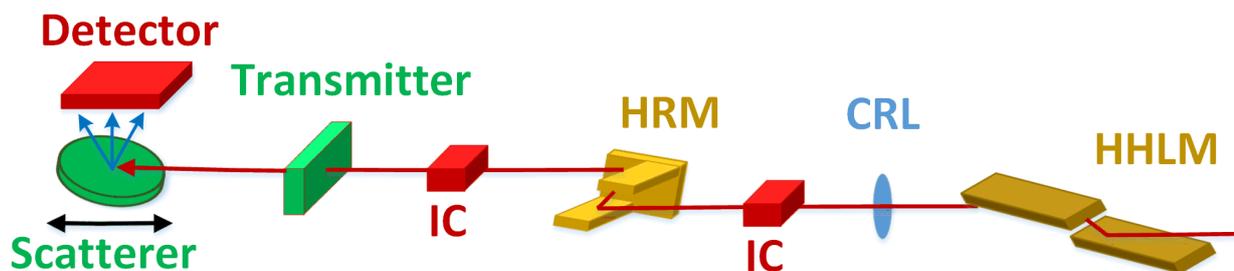
Разработанный метод получения мёссбауэровских абсорбционных спектров основан на использовании эталонного образца с известной достаточно узкой мёссбауэровской резонансной линией. Как и в лабораторной мессбауэровской спектроскопии с использованием радиоактивных источников, в этом методе эталонный образец приводится в колебательное движение (см. Рисунок 4 и пояснение к нему). Это приводит вследствие эффекта Доплера к смещению резонансной линии поглощения эталонного образца в энергетическом диапазоне. При совпадении энергии резонансной линии эталонного образца с резонансной энергией исследуемого образца интенсивность ядерного резонансного рассеяния от рассеивателя уменьшается. Когда резонансная энергия движущегося эталонного образца отличается от резонансной энергии исследуемого образца, уменьшение интенсивности рассеяния не происходит. Зависимость интенсивности рассеяния от скорости движения эталонного образца дает ЯГР спектр в энергетической области.

Были проведены эксперименты с использованием образца гематита ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) для того, чтобы выяснить, можно ли использовать этот метод для МС. Этот демонстрационный эксперимент показал, что полученные спектры согласуются с известными спектрами, полученными с использованием радиоактивных изотопов в качестве источников гамма-излучения. Тем не менее, эффективность регистрации резонансных гамма-квантов этим методом была довольно низкой. Повысить эффективность метода удалось путем регистрации, помимо гамма-квантов, конверсионных электронов и флуоресцентного рентгеновского

излучения [13]. К настоящему времени методом абсорбционной мёссбауэровской спектроскопии получены спектры на ядрах ^{40}K , ^{61}Ni , ^{73}Ge , ^{99}Ru , ^{119}Sn , ^{125}Te , ^{127}I , ^{149}Sm , ^{151}Eu , ^{158}Gd , ^{174}Yb и ^{189}Os . Этот метод планируется использовать на станции Гамма-2.



a



б

Рисунок 4. Установка для мёссбауэровской абсорбционной спектроскопии. Здесь исследуемый образец может быть как рассеивателем (Scatterer на рисунке *a*), так и поглотителем резонансных гамма-квантов (Transmitter на рисунке *б*). Соответственно эталонный образец всегда играет противоположную роль (Transmitter на рисунке *a* и Scatterer на рисунке *б*).

Заключение

Сочетание современного источника синхротронного источника с методами мёссбауэровской спектроскопии, обладающими высочайшей разрешающей способностью на уровне нанозэлектронвольт (нэВ), позволит перейти на новый, более высокий, уровень исследований в области физики, химии твёрдого тела и материаловедения, включающих изучение различных кристаллических, поликристаллических, нанокристаллических и аморфных материалов и процессов с их участием, которые являются основой современных и новых технологий.

Список цитируемой литературы

- [1] Вертхейм Г. Эффект Мёссбауэра. Принципы и применения. М.: Мир, 1966. 172 с.
- [2] Гольданский В. И. Эффект Мёссбауэра и его применение в химии. — М.: Издательство АН СССР, 1963.
- [3] Klingelhöfer G., Bernhardt B., Foh J., Bonnes U., Rodionov D., De Souza P. A., Schroder C., Gellert R., Kane S., Gutlich P., Kankeleit E. The miniaturized Mössbauer spectrometer MIMOS II for extraterrestrial and outdoor terrestrial applications: A status report. *Hyperfine Interact.* (2002). V. 144. № 1. P. 371–379. Doi:10.1023/A:1025444209059.
- [4] Website of the Mössbauer Effect Data Center: <http://www.medc.dicp.ac.cn/Resources.php>. Accessed 09 November 2021.
- [5] Sergueev I., Chumakov, A.I., Deschaux Beaume-Dang, T.H., Ruffer, R., Strohm, C., van Bürck, U.: Nuclear forward scattering for high energy Mössbauer transitions. *Phys. Rev. Lett.* (2007) V. 99. P. 097601-1-4 Doi: 10.1103/PhysRevLett.99.097601.
- [6] Sergueev I., Leupold O., Wille H.-C., Roth T., Chumakov A.I., Ruffer R. Hyperfine interactions in ^{61}Ni with synchrotron-radiation-based perturbed angular correlations. *Phys. Rev. B* (2008) V. 78. P. 214436-1-6. Doi: 10.1103/PhysRevB.78.214436.
- [7] Smirnov G.V., van Bürck U., Chumakov A.I., Baron A.Q.R., Ruffer R. Synchrotron Mössbauer source. *Phys. Rev. B* (1997) V. 55. P. 5811–5815. Doi: 10.1103/PhysRevB.55.5811.
- [8] Mitsui T., Seto M., Kikuta S., Hirao N., Ooishi Y., Takei H., Kobayashi Y., Kitao S., Higashitaniguchi S., Masuda R. Generation and application of ultrahigh monochromatic X-ray using high-quality $^{57}\text{FeBO}_3$ single crystal. *Jpn. J. Appl. Phys.* (2007) V. 46. P. 821–825.
- [9] Potapkin V., Chumakov A. I., Smirnov G. V., Celse J.-P., Ruffer R., McCammon C., Dubrovinsky L. J. The ^{57}Fe synchrotron Mössbauer source at the ESRF. *Synchrotron Rad.* (2012) V. 19. P. 559–569. Doi:10.1107/S0909049512015579.
- [10] Andreeva M.A., Baulin R.B., Chumakov A.I., Ruffer R., Smirnov G.V., Babanov Y.A., Devyaterikov D.I., Milyaev M.A., Ponomarev D.A., Romashev L.N. Ustinov V.V. Nuclear resonance reflectivity from $[\text{}^{57}\text{Fe}/\text{Cr}]_{30}$ multilayer with Synchrotron Mössbauer Source. *J. Synchrotron Radiat.* (2018) V. 25. P. 473–483. Doi: 10.1107/S1600577517017192.
- [11] Mitsui T., Imai Y., Masuda R.M., Seto M., Mibu K. ^{57}Fe polarization-dependent synchrotron Mössbauer spectroscopy using a diamond phase plate and an iron borate nuclear Bragg monochromator. *J. Synchrotron Radiat.* (2015) V. 22. P. 427–435. Doi: 10.1107/S1600577514028306.
- [12] Ращенко С.В., Дарьин Ф.А., Романенко А.В., Шарафутдинов М.Р., Архипов С.А., Семерикова А.С. Станция 1-1 «Микрофокус». Концептуальный дизайн. Центр коллективного пользования «Сибирский кольцевой источник фотонов». Новосибирск, 2020 г., С. 1-90.

[13] Seto M., Masuda R., Kobayashi Y., Kitao S., Kurokuzu M., Saito M., Hosokawa S., Ishibashi H., Mitsui T., Yoda Y., Mibu K. Evolution of synchrotron-radiation-based Mössbauer absorption spectroscopy for various isotopes. *Hyperfine Interact.* (2017) V. 238. P. 78-1-9 Doi: 10.1007/s10751-017-1446-2.

[14] Sturhahn W. CONUSS and PHOENIX: Evaluation of nuclear resonant scattering data. *Hyperfine Interact.* (2000) V. 125. P. 149–172. Doi: 10.1023/A:1012681503686.

[15] Shvyd'ko Y.V. MOTIF: Evaluation of time spectra for nuclear forward scattering. *Hyperfine Interact.* (2000) V. 125. P. 173–188. Doi: 10.1023/A:1012633620524.

[16] Masuda R., Kobayashi Y., Kitao S., Kurokuzu M., Saito M., Yoda Y., Mitsui T., Seto M. Synchrotron radiation based Mössbauer absorption spectroscopy of various nuclides. *Hyperfine Interact.* (2016) V. 237. P. 43-1-11. Doi: 10.1007/s10751-016-1281-x.

Концепция станции второй очереди «Поверхность» ЦКП «СКИФ» для определения механизмов синтеза функциональных покрытий и структур с уникальными параметрами и свойствами, созданных методами пучково-плазменной инженерии

В.В. Денисов¹, Н.Н. Коваль¹, О.В. Крысина¹, Н.А. Ратахин¹, А.Д. Тересов¹, А.Н. Шмаков^{2,3}

¹ ИСЭ СО РАН, Россия, пр. Академический, 2/3, 634055, Томск

² ЦКП "СКИФ", Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Никольский пр., 1, 630559, Кольцово

³ Институт ядерной физики имени Г.И.Будкера СО РАН, пр. Академика Лаврентьева, 11, 630090, Новосибирск

Авторы для переписки: denisov@opee.hcei.tsc.ru (В.В.Д.); shurka@catalysis.ru (А.Н.Ш.)

Аннотация. Представлено краткое описание концепции предлагаемой к созданию станции «Поверхность» второй очереди ЦКП "СКИФ". Очерчен круг научно-технических и прикладных задач, которые будут решаться сообществом пользователей станции. Приведены основные методики Ex-Situ и In Situ диагностики процессов при синтезе и разрушении материалов. Описана схема универсального вакуумного электронно-ионно-плазменного стенда, образцы которого предполагается создать и установить на станции, а также реализуемые на их базе методы пучково-плазменной инженерии и рентгеновского дифракционного контроля состояния поверхности материалов.

Ключевые слова: пучково-плазменная инженерия, синтез, многослойные покрытия, ионно-плазменное напыление, In Situ диагностика

Оглавление

Введение.....	242
1 Современное состояние разработки и создания специализированного оборудования для In Situ исследований процессов при синтезе структур на поверхности материалов.....	242
2 Задачи, решаемые на станции «Поверхность».....	244
3 Методы пучково-плазменной инженерии поверхности, реализуемые на станции.....	246
4 Методики Ex-Situ и In Situ диагностики процессов при синтезе и разрушении материалов, реализуемые на станции «Поверхность».....	249
Заключение	249
Список цитируемой литературы.....	250

Введение

Стремительное развитие человечества, рост народонаселения Земли и его потребностей заставляют двигаться в направлении освоения новых океанического глубоководного, арктического и космического пространств. Наша страна, как наиболее протяженная на планете, и лежащая от арктического до субтропического поясов, активно движется по пути освоения своих богатств. На сегодняшний день Россия имеет выход к трем океанам и играет ключевую роль в обеспечении эффективного и экологичного освоения Арктики, а также Антарктиды, имея наибольший научный и технологический потенциал для этого. Приоритетами для Российской Федерации на сегодняшний день являются также опережающее развитие атомной отрасли, космического приборостроения и создание авиационной техники с лучшими тактико-техническими характеристиками. Важнейшим для поступательного движения во всех перечисленные сферах является создание конструкционных и функциональных материалов, способных длительно работать под комплексным влиянием абразивных сред, агрессивном химическом и радиационном воздействиях, в экстремальных условиях сверхвысоких, более 1200 °С, и ультранизких, (- 269÷- 70) °С, температур. Ускорение процессов создания новых уникальных по свойствам материалов возможно только при объединении усилий научных, образовательных и производственных организаций, а также использовании инструментов, способствующих решению фундаментальных задач, стоящих как перед ученым сообществом России, так и всего мира. Известно, что в большинстве случаев использования материалов в экстремальных условиях именно поверхность определяет их функциональные свойства и, как следствие, срок службы изделий в целом. Предполагается, что создание станции второй очереди «Поверхность» в составе ЦКП «СКИФ» позволит кратко, с 5-10 лет до одного года, снизить срок разработки и внедрения технологий получения новых материалов и структур с требуемым комплексом свойств, которые будут использоваться, в том числе, для работы в экстремальных условиях комплексного воздействия разрушающих факторов.

1 Современное состояние разработки и создания специализированного оборудования для In Situ исследований процессов при синтезе структур на поверхности материалов

Среди методов создания функциональных покрытий на поверхности материалов наиболее интенсивно развиваются методы электродугового осаждения [1] и магнетронного распыления [2], которые взаимодополняют друг друга. Исследования модифицированных материалов и покрытий рентгеновскими дифракционными методами являются одним из самых распространенных и относительно простых способов в отношении пробоподготовки и получении результатов для определения качественного и количественного фазового состава, напряжений первого порядка и размера областей когерентного рассеяния (ОКР) объемных материалов, тонких слоев и покрытий. Такие исследования обычно выполняются на готовых образцах и изделиях, причем толщина покрытия или модифицированного слоя в зависимости от выбранного угла падения рентгеновского пучка должна составлять ≥ 1 мкм для получения

хорошо интерпретируемой и адекватной информации по составу и структуре материала без существенного влияния на получаемый результат материала подложки. Все исследования проводятся, как правило, Ex-Situ на образцах при комнатной температуре, когда все процессы фазообразования завершены. Для процессов формирования поликристаллических покрытий относительно простых нитридных систем, таких как ZrN, CrN и др., более сложных TiAlN CrAlN ZrAlN и т.д. и, тем более, высокоэнтропийных, либо нет прямых наблюдений того, как происходит формирование фаз, протекают фазовые превращения непосредственно во время роста покрытия, либо данные крайне скудные. При рентгеноструктурном анализе материала на каждой стадии роста покрытия разработан послойный метод, т.е. нанесение слоя толщиной X, который необходимо исследовать, его охлаждение вне камеры напыления; повторное нанесение слоя, но уже толщиной 2X, его охлаждение и исследование; повтор данных операций до некоторого слоя толщиной NX. Очевидно, что все Ex-Situ исследования имеют один недостаток – они проводятся после завершения всех процессов и термических превращений, которые возможны и наиболее вероятны непосредственно в процессе осаждения покрытий в объеме вакуумной камеры. Кроме того, нет прямых доказательств, какое влияние оказывает изменение основных параметров на структуру и фазовый состав покрытий во время их роста. Процессы роста покрытий, контролирующие эволюцию микроструктуры, включают центрообразование, островковый рост, столкновение и слияние островков, формирование поликристаллических островков и каналов, развитие непрерывной структуры и рост пленки [3]. Таким образом эволюция структуры тонких поликристаллических покрытий – достаточно сложное и комплексное явление, которое зависит от целого ряда внешних факторов, которые следует исследовать и учитывать при разработке новых технологических процессов.

Одним из перспективных методов выявления фазового состава и структуры покрытия во время роста является рентгенофазовый анализ (РФА) с использованием синхротронного излучения (СИ). Его высокая яркость и интенсивность позволяют за единицы секунд получать информацию, достаточную для интерпретации фазового состава покрытий [4]. В то же время данный метод может быть применим именно для быстропротекающих процессов, таких как высокотемпературное окисление [5-7], трансформация фаз для материалов с памятью формы [8-9], азотирование [10] и др. В зарубежной литературе приводится небольшое количество статей, посвященных созданию и использованию оборудования для In Situ исследований рентгеноструктурными методами (PCM) с использованием синхротронного излучения [4, 8-18] и описанию результатов PCM-исследований синтеза покрытий из чистых металлов (Au, Pt) [13, 17], нитридных покрытий (TiN, AlN, Ti₂AlN) [14-16], TiNi покрытий с памятью формы [17], формированию азотированных слоев в сталях разного состава [10]. Большинство имеющихся статей из-за сложности, комплексности, прецизионности In Situ методик с использованием СИ посвящено именно разработке и созданию оборудования на исследовательских каналах с выводом СИ. Они располагаются на таких синхротронах, как DESY (Hamburg, Germany), ANKA в Технологическом институте Карлсруэ (Karlsruhe, Germany), PETRA III (Aarhus, Denmark) и SAXS beamline (National Synchrotron Light

Laboratory, Campinas, Brazil), ESRF (The Rossendorf Beamline, Grenoble, France) и других. В большинстве случаев для получения покрытий используются DC-магнетроны. Катодно – дуговой метод напыления, несмотря на огромное промышленное значение, практически не используется в составе исследовательских установок приведенных синхротронов, и представлен среди них только на гибридной установке PETRA III [14]. Анализ литературы показывает, что в мире на источниках СИ 2-го и 3-го поколения существует несколько установок для синтеза покрытий PVD-методами. Их географическое расположение – Западная Европа и Южная Америка. Количество исследований формирования упрочняющих слоев и покрытий в плазме разрядов низкого давления In Situ методами с использованием СИ возрастает, но все еще очень мало. На основе имеющейся литературы можно заключить, что подобные исследования представляют интерес с точки зрения понимания происходящих во время конденсации покрытий процессов зарождения и роста зерен, фазообразования и трансформации фаз во время изменения условий осаждения. Это позволит оптимизировать процессы синтеза покрытий с заранее заданными свойствами. Поэтому представляется актуальным и важным создание на территории Российской Федерации станции с группой установок для исследований и неразрушающего контроля методами In Situ процессов при синтезе фазового состава и формировании структуры слоев и покрытий, создаваемых передовыми методами пучково-плазменной инженерии, с использованием источника СИ ЦКП «СКИФ». Это позволит проводить в режиме реального времени исследования полного цикла формирования и модифицирования слоев и покрытий в плазме тлеющих, дуговых и специфических форм разрядов низкого давления, а также под воздействием пучков электронов и ионов (ионно-плазменные травление, азотирование, синтез и модифицирование покрытий и слоев на поверхности материалов толщиной от долей до нескольких сотен микрон, и др.).

2 Задачи, решаемые на станции «Поверхность»

Возможности станции «Поверхность», оснащенной современным аналитическим, уникальным экспериментальным оборудованием и методиками Ex-Situ и In Situ диагностики процессов при синтезе и разрушении материалов, позволят решать широкий круг фундаментальных научных и прикладных задач. К основным фундаментальным и научно-техническим задачам, которые планируется решать с использованием инфраструктуры станции «Поверхность», относятся:

1. определение механизмов формирования структурно-фазового состояния уникальных структур, синтезируемых на поверхности конструкционных и функциональных материалов, создаваемых интенсивными потоками ионов, электронов и плазмы при существенно неравновесных условиях, и механизмов их разрушения, определяемых абразивным, тепловым, химическим и другими типами воздействия, имитирующими комплексные воздействия среды;
2. совершенствование способов, методик и комплексного оборудования, используемых для мониторинга с высоким пространственным и временным разрешением процессов, происходящих при формировании методами пучково-плазменной инженерии

поверхности многофазных, многослойных, градиентных структур на поверхности материалов.

Планируется создание организационной и научной инфраструктуры для решения следующих крупных прикладных задач, в том числе по научному направлению «синхротронные и нейтронные исследования (разработки) в области материаловедения для развития наукоемких производственных технологий» в рамках реализации Федеральной научно-технической программы развития синхротронных и нейтронных исследований и исследовательской инфраструктуры на 2019-2027 годы:

- разработка износостойких, жаростойких наноструктурированных покрытий на основе МАХ-фаз, интерметаллидов и сложных нитридов, оксидов, карбидов, боридов систем с включением Al, Cr, Ti, Zr, Y и др. элементов, а также высокоэнтропийных систем, на конструкционных и функциональных материалах, испытывающих комплексное воздействие разрушающих факторов, с использованием новых и усовершенствованных методик Ex-Situ и In Situ диагностики и исследования фазового состава, микроструктуры и напряжений в синтезируемых покрытиях для достижения их оптимальных эксплуатационных свойств при использовании в судостроении, самолетостроении, космической технике, техники для Арктической зоны, атомной, инструментальной и других отраслей;
- разработка тонкопленочных структур твердооксидных топливных элементов с повышенной удельной мощностью и ресурсом работы;
- разработка покрытий из Li-ионных проводников с повышенными удельными характеристиками и ресурсом работы;
- разработка перспективных структур и сплавов для создания поверхностных и объемных конструкционных и функциональных материалов методом аддитивной электронно-лучевой инженерии;
- совершенствование вакуумного электронно-ионно-плазменного оборудования работающего в составе каналов станции, реализующего традиционные и уникальные, в том числе комбинированные, методы пучково-плазменной инженерии, и методики Ex-Situ и In Situ диагностики структурно-фазового состояния и параметров поверхностных слоев и структур новых и усовершенствованных конструкционных и функциональных материалов, в том числе в режиме реального времени.

Разработанные покрытия будут использоваться для решения прикладных задач ряда крупных, средних и малых предприятий, среди которых следующие организации: ООО «Проект-Р» (г. Новосибирск), НПА «Технопарк АТ» (г. Уфа), АО «ИСС» имени академика М. Ф. Решетнёва» (г. Железногорск), ПАО «ОДК-УМПО» (г. Уфа), ООО «НЛК» и ООО «НПЗ» (г. Новосибирск), ООО «Экспертнефтегаз» (г. Новосибирск), ООО «Вульф Технолоджи» (г. Новосибирск), НТЦ Автономной энергетики Института арктических технологий МФТИ и другие. Предполагается организация указанными предприятиями производственных испытаний покрытий и структур на ответственных узлах и изделиях в реальных условиях эксплуатации, а по результатам оптимизации внедрение или усовершенствование с использованием СИ технологий производства конечных изделий.

3 Методы пучково-плазменной инженерии поверхности, реализуемые на станции

Методики диагностики на основе использования синхротронного излучения благодаря их высокому временному и пространственному разрешению являются наиболее перспективным среди других подходов для определения механизмов формирования структурно-фазового состояния металлических, металлокерамических и керамических многофазных, многоэлементных, многослойных структур.

Отличительной особенностью электронно-ионно-плазменных методов синтеза и модификации поверхности материалов является преимущественно неравновесные условия формирования структурно-фазового состояния поверхности материала, на который осуществляется воздействие [19]. Благодаря этому обеспечивается комплекс неповторимых другими способами условий синтеза и широкий диапазон изменения параметров воздействия на поверхность, что приводит к формированию уникальных структур со сложным фазовым составом, микроструктурой и функциональными свойствами. Улучшенные свойства композиционных многослойных многоэлементных структур являются результатом образования значительного количества стабильных и метастабильных фаз. Сложность определения механизмов формирования требуемых структурно-фазовых состояний систем при электронно-ионно-плазменном воздействии заключается в высокой скорости и большом количестве превращений. Использование только методик Ex-Situ диагностики не позволяет достоверно определить цепочку фазовых превращений и дает лишь косвенную, зачастую неполную, информацию. Время формирования слоев составляет от долей секунд до нескольких десятков секунд, а толщина слоев составляет от десятков нанометров до десятков микрометров.

Мониторинг процессов фазовых и структурных превращений в ходе синтеза покрытий с достаточным как временным, так и пространственным разрешением, на сегодняшний день могут обеспечить только методики In Situ диагностики. Поскольку условия воздействия на поверхность перспективных видов конструкционных и функциональных материалов, необходимых для судо- и самолетостроения, космической и атомной отраслей, создания техники для Арктической зоны, можно смоделировать, то исследовательские методы In Situ мониторинга влияния таких разрушающих созданную поверхность материалов факторов как температура, окисление, абразивное и химическое воздействие, радиационное воздействие, циклические нагрузки на поверхность, становятся серьезным научным инструментом, позволяя значительно, в несколько раз, снизить затраты и время получения информации и провести корректный анализ процессов разрушения функциональных слоев и покрытий.

На станции поверхность планируется создать инфраструктуру, обеспечивающую реализацию следующих методов пучково-плазменной инженерии поверхности материалов:

- плазменно-ассистированное катодно-дуговое напыление для создания износостойких, жаростойких наноструктурированных покрытий нитридов, оксидов, карбидов, боридов на основе Al, Cr, Ti, Zr, Y и др. элементов, а также высокоэнтропийных систем, на конструкционных и функциональных материалах [20];

- магнетронное, включая сильноточное, напыление сверхтвердых многослойных термо- и износостойких керамических покрытий, включая многофункциональные композиционные борсодержащие покрытия с уникальными трибологическими параметрами и характеристиками, а также синтез многослойных тонкопленочных гетероструктур высокотемпературных топливных элементов;
- метод электронно-лучевого испарения и осаждения борсодержащих и других типов композиционных покрытий;
- метод реакционного анодного испарения в дуге низкого давления твердотельных литий-ионных электролитов и других структур с повышенными удельными характеристиками;
- методы модификации поверхности металлических, металлокерамических, керамических и порошковых материалов интенсивными и сильноточными широкоапертурными импульсными электронными пучками [21];
- метод имплантации ионами металлов и газов;
- методы аддитивной электронно-лучевой инженерии объемных конструкционных и функциональных материалов и их поверхности.

Рассматривается также использование на станции «Поверхность» комбинированных методов инженерии и модификации поверхности в едином вакуумном пространстве.

Для реализации приведенных методов синтеза слоев и покрытий каналы станции будут оснащены как специализированными вакуумными электронно-ионно-плазменными стендами (ВЭИПС), так и дополнительным уникальным оборудованием для In Situ диагностики процессов разрушения материалов с использованием СИ.

Принципиальная схема универсальной установки ВЭИПС, которая будет входить в состав оборудования станции «Поверхность», представлена на **Рисунке 1**. В состав установки для реализации, например, плазменно-ассистированного катодно-дугового напыления входят:

3. Вакуумная камера с системой откачки на основе турбомолекулярного или криогенного насоса.
4. Столик с модифицируемыми образцами, который имеет возможность вращения в нескольких плоскостях.
5. Окна для ввода и вывода синхротронного излучения.
6. Плазменный источник для генерации газовой плазмы.
7. Электродуговые испарители с системами фильтрации потока металлической плазмы от капельной фракции.
8. Оптический спектрометр для определения качественного состава плазмы по эмиссионным спектрам.
9. Квадрупольный масс-спектрометр для измерения масс-зарядового состава генерируемой плазмы.
10. Зонд для диагностики параметров газо-металлической плазмы с автоматизированной системой зондовых измерений.
11. Системы электропитания и управления источниками плазмы, потенциального смещения на обрабатываемые образцы, ряда узлов установки.
12. Система автоматизации установки на основе промышленного контроллера и персонального компьютера.

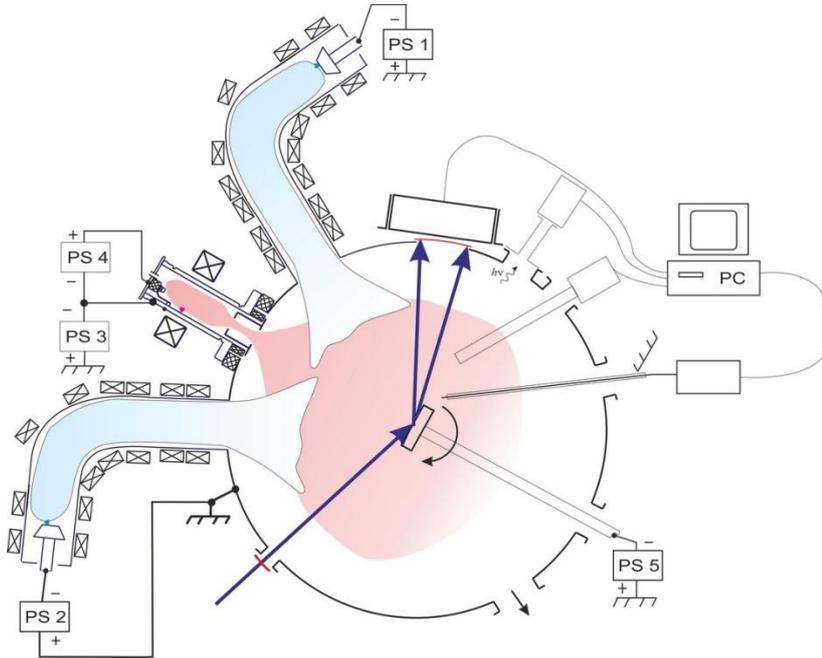


Рисунок 1. Приблизительная обобщенная схема вакуумного электронно-ионно-плазменного стенда для реализации методов In Situ диагностики процессов формирования слоев на поверхности материалов пучковыми и плазменными методами (к развитию концепции станции "Поверхность").

Вакуумный электронно-ионно-плазменный стенд, реализующий метод катодно-дугового плазменно-ассистированного напыления, будет обладать следующими уникальными по своей совокупности возможностями:

- очистка, активация поверхности металлических образцов, их нагрев до требуемой (сотни градусов °C) температуры;
- ионно-плазменное азотирование в азотсодержащей плазме дугового разряда низкого давления;
- плазменно-ассистированное напыление электродуговым методом с фильтрацией от капельной фракции покрытий на основе нитридов различных металлов, в том числе наноструктурных и градиентных покрытий;
- исследование основных параметров плазмы зондовым методом с использованием одиночного цилиндрического зонда Ленгмюра и автоматизированной системы измерения зондовых характеристик;
- исследование качественного состава плазмы по эмиссионным спектрам спектрометрическим методом;
- исследование масс-зарядового состава генерируемой плазмы (количественный состав плазмы);
- порты введения в вакуумный объем и вывода на детектор пучка СИ;
- контроль состояния установки и сбор экспериментальных данных с использованием системы автоматизации на базе персонального компьютера (ПК).

Для реализации других методов пучково-плазменной инженерии будут использоваться соответствующие генераторы электронных, ионных пучков и плазмы.

4 Методики Ex-Situ и In Situ диагностики процессов при синтезе и разрушении материалов, реализуемые на станции «Поверхность»

Для контроля состояния поверхности и наносимого покрытия в процессе синтеза методами электронно-ионно-плазменной инженерии предполагается использовать дифракцию рентгеновского синхротронного излучения среднего энергетического диапазона (10÷30 кэВ) при падении излучения на образец под небольшими скользящими углами ($1\div 5^\circ$). Высокая интенсивность и естественная коллимация пучка СИ позволят за времена, сопоставимые с характерными временами процессов нанесения покрытий, получать детальную информацию о структурно-фазовом составе синтезируемого покрытия непосредственно в реальном времени. В отдельных случаях будут привлечены методы Ex-Situ рентгеновской дифракционной диагностики покрытия с высоким угловым и пространственным разрешением. Предполагается также создание системы автоматизированной первичной обработки экспериментальных данных и определения фазового состава покрытия.

Заключение

Закладываемый потенциал станции «Поверхность» позволит решать фундаментальные и прикладные задачи, стоящие перед ученым сообществом всего мира. С использованием методик наблюдения в режиме реального времени должны быть раскрыты, а в некоторых случаях предсказаны, цепочки ультракоротких по времени событий, происходящих на наноразмерном и субмикронном уровнях при формировании и разрушении износостойких многокомпонентных многофазных многослойных структур на поверхности конструкционных и функциональных материалов, создаваемых методами пучково-плазменной инженерии. С использованием передовых методик будут определяться механизмы и условия синтеза и деградации структур и многоэлементных фаз в условиях контролируемого экстремального воздействия потоков энергии и вещества.

Станция «Поверхность» должна обеспечить научный и технологический приоритет отечественной фундаментальной и прикладной науки по созданию многослойных функциональных и конструкционных материалов с использованием методик Ex-Situ и In Situ диагностики с использованием СИ и стать опорой для динамичного развития высокотехнологичного сектора отечественной промышленности.

Многочисленные обсуждения актуальных вопросов с коллегами в России и за рубежом, дают право авторам полагать, что потенциал станции второй очереди «Поверхность» ЦКП «СКИФ» позволит реализовать научные планы в области фундаментальных и прикладных исследований как широкому сообществу ученых из Сибири, Дальнего Востока, Урала,

Башкирии, Татарстана и других регионов России, так и ведущим ученым из ближнего зарубежья, Европы, Китая, Японии и других стран.

Список цитируемой литературы

- [1] Андреев А.А., Саблев Л.П., В.М. Шулаев, С.Н. Григорьев Вакуумно-дуговые устройства и покрытия: Монография / Харьков: ННЦ «ХФТИ», 2005.– 236 с.
- [2] Кузьмичёв А.И. Магнетронные распылительные системы. Кн. 1. Введение в физику и технику магнетронного распыления / К.: Аверс, 2008. – 244 с.
- [3] Petrov I., Barna P.B., Hultman L., Greene J.E. Microstructural evolution during film growth // J. Vac. Sci. Technol. A. 2003. V. 21. №. 5. P. S117-S128. DOI: 10.1116/1.1601610.
- [4] Kaufholz M., Krause B., Kotapati S., Kohl M., Mantilla M.F., Stuber M., Ulrich S., Schneider R., Gerthsen D., Baumbach T. Monitoring the thin film formation during sputter deposition of vanadium carbide // Journal of Synchrotron Radiation. 2015. V. 22. P. 76-85. DOI: 10.1107/S1600577514024412.
- [5] Krysin O.V., Koval N.N., Shmakov A.N., Vinokurov Z.S. In situ X-ray Investigation of Coatings Based on Titanium Nitride Upon High-Temperature Oxidation in Air // Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. 2016. V. 10. №. 5. P. 1067–1071. DOI: 10.1134/S1027451016050323.
- [6]. Saringer C., Tkadletz M., Stark A., Schell N., Czettel C., Schalk N. In-situ investigation of the oxidation behavior of metastable CVD-Ti_{1-x}Al_xN using a novel combination of synchrotron radiation XRD and DSC // Surface & Coatings Technology. 2019. V. 374. P. 617–624. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2019.05.072.
- [7] Shyam Bharatkumar Patel, Mohammadpour E., Mondinos N., Xiaoli Zhao, Veder J., Zhou Z., Moh T., Willey Yun Hsien Liew, Sunghwan Lee, Zhong-Tao Jiang. High temperature in-situ phase stability of sputtered TiAl_xN coatings // Journal of Alloys and Compounds. 2019. V. 786. P. 507-514. DOI: 10.1016/j.jallcom.2019.01.379.
- [8] Schell N., Martins R.M.S., Braz Fernandez F.M. Real-time and in-situ structural design of functional NiTi SMA thin films // Appl. Phys. A. 2005. V. 81. P. 1441-1445. DOI: 10.1007/s00339-004-3201-1.
- [9] Martins R.M.S., Schell N., Mücklich A., Reuther H., Beckers M., Silva R.J., Pereira L., Fernandes F. Study of graded Ni-Ti shape memory alloy film growth on Si(100) substrate // Appl. Phys. A. 2008. V. 91. P. 291–299. DOI: 10.1007/s00339-008-4397-2.
- [10] Feugeas J., Gómez B., Craievich A. Ion nitriding of stainless steels. Real time surface characterization by synchrotron X-ray diffraction // Surf. Coat. Technol. 2002. V. 154. P. 167–175. DOI: 10.1016/S0257-8972(02)00017-8.
- [11] Schell N., Borany J., Hauser J. A Two Magnetron Sputter Deposition Chamber Equipped with an Additional Ion Gun for in situ Observation of Thin Film Growth and Surface Modification by

Synchrotron Radiation Scattering // AIP Conference Proceedings. 2007. V. 879. P. 1813-1816. DOI: 10.1063/1.2436422.

[12] Bürgi J., Neuenschwander R., Kellermann G., García Molleja J., Craievich A.F., Feugeas J. Reactive sputter magnetron reactor for preparation of thin films and simultaneous in situ structural study by X-ray diffraction // Rev. Sci. Instrum. 2013. V. 84. P. 015102-1-5. DOI: 10.1063/1.4773002.

[13] Döhrmann R., Botta S., Buffet A., Santoro G., Schlage K., Schwartzkopf M., Bommel S., Risch J., Mannweiler R., Simon Brunner, Metwalli E., Müller-Buschbaum P., Roth S. A new highly automated sputter equipment for in situ investigation of deposition processes with synchrotron radiation // Rev. Sci. Instrum. 2013. V. 84. P. 043901-1-8. DOI: 10.1063/1.4798544.

[14] Schroeder J.L., Thomson W., Howard B., Schell N., Näslund L.-Å., Rogström L., Johansson-Jöesaar M.P., Ghafoor N., Odén M., Nothnagel E., Shepard A., Greer J., Birch J. Industry-relevant magnetron sputtering and cathodic arc ultra-high vacuum deposition system for in situ x-ray diffraction studies of thin film growth using high energy synchrotron radiation // Rev. Sci. Instrum. 2015. V. 86. P. 095113-1-11. DOI: 10.1063/1.4930243.

[15] Schell N., Matz W., Böttiger J., Chevallier J., Kringhøj P. Development of texture in TiN films by use of in situ synchrotron x-ray scattering // Journal of Applied Physics. 2002. V. 91. P. 2037-2044. DOI: 10.1063/1.1436558.

[16] Matz W., Schell N., Neumann W., Böttiger J., Chevallier J. A two magnetron sputter deposition chamber for in situ observation of thin film growth by synchrotron radiation scattering // Review of Scientific Instruments. 2001. V. 72. P. 3344-3348. DOI: 10.1063/1.1384432.

[17] Roelsgaard M., Dippel A.-C., Andersen Borup K., Nielsen G., Nils Lau Nyborg Broge, Jan Torben Roh, Olof Gutowskib, Bo Brummerstedt Iversen. Time-resolved grazing-incidence pair distribution functions during deposition by radio-frequency magnetron sputtering // IUCrJ. 2019. V. 6. P. 299–304. DOI: 10.1107/S2052252519001192.

[18] Norbert Schell. Synchrotron-Based Capabilities for Studying Engineering Materials at PETRA-III // Synchrotron Radiation News. 2017. V. 30. №. 3. P. 29-34. DOI: 10.1080/08940886.2017.1316129.

[19] Наноинженерия поверхности. Формирование неравновесных состояний в поверхностных слоях материалов методами электронно-ионно-плазменных технологий / под общ. ред. Ляхова Н.З. и Псахье С.Г. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2008. – 276 с.

[20] Электронно-ионно-плазменная модификация поверхности цветных металлов и сплавов / под общ. ред. Коваля Н.Н. и Иванова Ю.Ф. Томск: Изд-во НТЛ, 2016. – 312 с.

[21] Эволюция структуры поверхностного слоя стали, подвергнутой электронно-ионно-плазменным методам обработки / под общ. ред. Коваля Н.Н. и Иванова Ю.Ф. Томск: Изд-во НТЛ, 2016. – 304 с.

Станция рентгено-лучевых технологий (X-Techno)

В.П. Назьмов¹, Б.Г. Гольденберг^{1,2}

¹ ИЯФ СО РАН им. Г.И. Будкера СО РАН, пр. Лаврентьева, 11, 630090, Новосибирск

² ЦКП "СКИФ" ИК СО РАН им. Г.К. Борескова, Никольский пр., 1, 630559, Кольцово

Автор для переписки: yovochkaprim@mail.ru

***Аннотация.** Описывается станция для проведения исследований физико-химических свойств материалов под действием рентгеновского излучения в спектральном диапазоне от 2 до 70 кэВ в пучке шириной до 100 мм, что является фундаментом разработки и изготовления с использованием станции микроизделий с пространственным субмикронным разрешением малыми партиями. Для более полной реализации возможностей станции разрабатывается набор дополнительных технологических операций.*

***Ключевые слова:** радиационная химия, рентгенолитография, радиационная модификация материалов, LIGA - технология, MEMS- структуры*

Оглавление

Введение	253
1 Концепция построения станции «X-Techno»	253
1.1 Назначение станции «X-Techno»	253
1.2 Спектральные характеристики станции	254
1.3 Дизайн станции	255
2 Инфраструктура поддержки станции «X-Techno»	257
3 Задачи, решаемые на станции	259
3.1 Участок станции под 0 градусов	259
3.2 Участок станции под углом 0,5 градуса	259
3.3 Участок станции под углом 1 градус	259
4 Выводы и заключение	260
Список цитируемой литературы	260

Введение

Синхротронное излучение рентгеновского диапазона используется для исследований как правило в форме узких пучков чтобы получить высокое пространственное разрешение или высокую степень монохроматизации, однако - на относительно маленькой поверхности или в относительно малом объёме объекта [1-2]. В то же время, в силу низкой поверхностной плотности или для исследований объектов, находящихся в паро-газовой фазе, а также обеспечения более высокой производительности при исследовании или модификации поверхности (или объёма) объекта требуются широкие пучки излучения. Так, пучки величиной до 100 мм в горизонтальной плоскости предполагается получать на разрабатываемой для источника СИ СКИФ и носящей наименование X-Techno станции рентгеновской литографии [3], которые будут применяться поочерёдно в одном из трёх экспериментальных объёмов станции для исследования материалов и формирования структур в диапазоне микро- и нано-размеров.

1 Концепция построения станции «X-Techno»

1.1 Назначение станции «X-Techno»

Станция предназначена для проведения экспериментов в области материаловедения и фотохимии, направленных на исследование, модификацию свойств поверхности (объёма) под действием интенсивного синхротронного излучения в диапазоне рентгеновского излучения 2 кэВ – 70 кэВ с целью создания новых материалов, изучения их свойств и формирования 3D-форм с высоким пространственным разрешением и высоким и сверхвысоким аспектным отношением.

К таким задачам можно отнести:

- изучение условий радиационной модификации материалов;
- исследование физико-химических свойств материалов под действием радиации высокой мощности и температуры;
- исследование фотогальванического эффекта на поверхности и в объёме в различных процессах и на различных материалах;
- исследование десорбции и абсорбции газов различными материалами под действием радиации;
- инициация активных центров в материалах в целях дальнейшего исследования его физико-химических свойств методом электронного парамагнитного резонанса, ядерного магнитного резонанса, люминесценции и т.п.;
- исследование условий формирования и формирование функциональных микрокомпонентов.

1.2 Спектральные характеристики станции

Процессы, изучаемые методами радиационной химии, не являются высокоселективными в отношении длины волны, поэтому на станции не планируется использование монохроматора, однако сужение спектральной полосы планируется осуществлять с помощью зеркала скользящего падения и набора селективных фильтров. Это позволяет сохранять исходные габаритные размеры пучка. Углы наклона зеркала 0,5 и 1 град с возможным отклонением ± 0.1 град. Основные параметры источника излучения и канала транспортировки излучения приведены в **Таблице 1**.

Таблица 1. Основные параметры источника излучения и канала транспортировки излучения.

	Излучения из «жесткого» поворотного магнита
Магнитное поле, кГс	20
λ_c , А	1.03
Е, кэВ	12
Мок в накопителе, мА	400
Суммарная толщина разделительных вакуумных бериллиевых окон, мкм	2 × 100
Спектральные фильтры: материал и ориентировочная толщина, мкм	Стеклоуглерод 25, 50, 100, 200, 400 Сапфир 500 Алюминий 15, 50 Титан 10, 20, 50 Никель 10, 50 Платина 10, 50 и другие
Расстояние от точки излучения до станции	55 м (до зеркала ~15м, от зеркала до станции ~40 м)
Зеркало	Плоское, на базе кристалла кремния, покрытого слоем платины
Ширина пучка СИ на объекте в прямой линии	100 мм

Прямой пучок синхротронного излучения, попадающий на большую площадь объекта, характеризуется высокой интенсивностью в широком диапазоне спектра (2 кэВ ÷ 70 кэВ, **Рисунок 1**) достаточной для того, чтобы обеспечить нагрев объектов до нескольких сотен градусов при проведении исследований в диапазоне жёсткого спектра излучения. Монохроматизация излучения (при необходимости) до $\Delta E/E \sim 0.01$ обеспечивается набором селективных фильтров пропускания и дифракционными решётками пропускания. Широкий диапазон спектра подходит как для исследований в тонких слоях (при низких энергиях), так и при высоких энергиях для обеспечения однородности дозы в толстом слое при низком уровне мощности. Формирование микроструктур с ультравысоким аспектным отношением возможно на прямом участке станции при энергиях квантов свыше 10 кэВ.

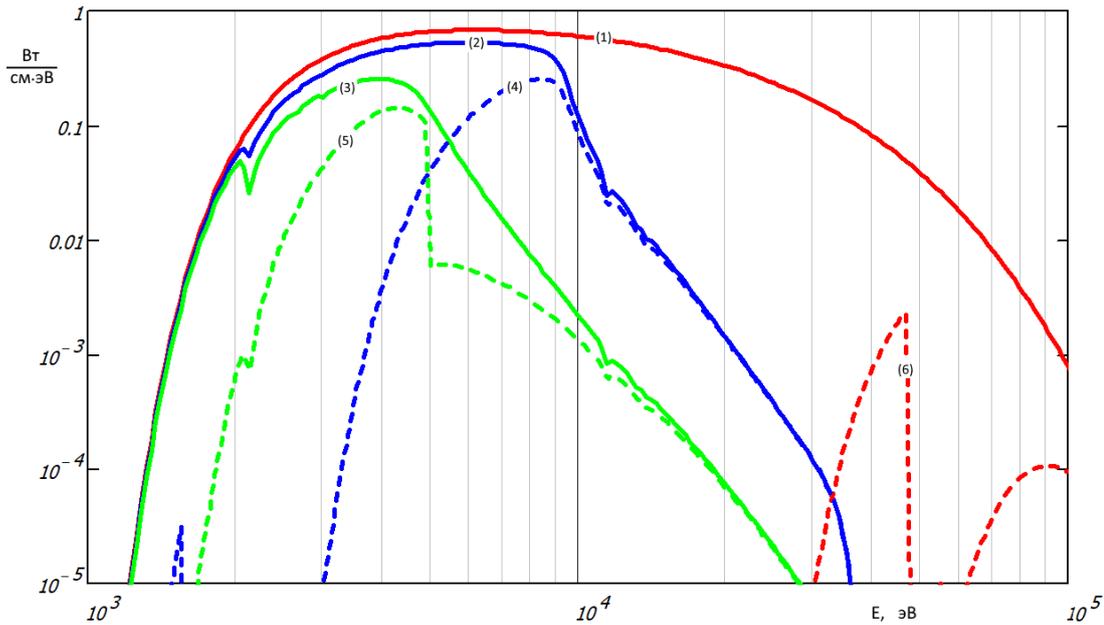


Рисунок 1. Расчетная спектральная мощность СИ на расстоянии 55 м от точки излучения с учетом установленных на пути излучения бериллиевых окон и фильтров, проинтегрированная по вертикали, «жесткий» поворотный магнит с напряжённостью поля $H=20$ кГс. 1 - бериллиевое окно толщиной 200 мкм; 2 – Ве-окно 200 мкм и платиновое зеркало под углом 0.5° ; 3 – Ве – окно 200 мкм и платиновое зеркало под углом 1° ; 4 – Ве-окно 200 мкм + Al-50 мкм и платиновое зеркало под углом 0.5° , 5 – Ве-окно 200 мкм + Ti-10 мкм и платиновое зеркало под углом 1° , 6 – Ве-окно 200 мкм и селективный фильтр Sm/Eu толщиной 700/200 мкм.

В отражённых пучках, варьируя угол наклона зеркала (от 0.5° до 1°) и используя спектральный фильтр, планируется создать условия оптимальные как для воспроизведения топологии микроструктур методом рентгеновской литографии субмикронного разрешения в «мягком» спектре СИ от 2 кэВ до 5 кэВ (при толщине обрабатываемых слоёв до 100 мкм), так и в области глубокой рентгеновской литографии в толстых слоях материалов в «жестком» спектре СИ от 5 кэВ до 10 кэВ (при толщине обрабатываемых слоёв до 5000 мкм). Для обеспечения квазиплоского квазикогерентного фронта при передаче изображения в режиме интерференции возможно применение дифракционных решёток пропускания. Оптимизация спектрального потока необходима для достижения максимума функции, выражающейся, в первом приближении, произведением поглощения резистивного слоя, умноженного на пропускание рентгеновской маски, обеспечивающей наивысшую производительность, а также для минимизации дозы от рассеянного излучения и поперечных фотоэлектронов.

1.3 Дизайн станции

Станция (**Рисунок 2**) состоит из канала транспортировки рентгеновского излучения, вакуумных камер для размещения образцов, системы сканирования, системы контроля давления, блоков фильтров, стоек электронного управления элементами станции и комплекса измерительной аппаратуры.

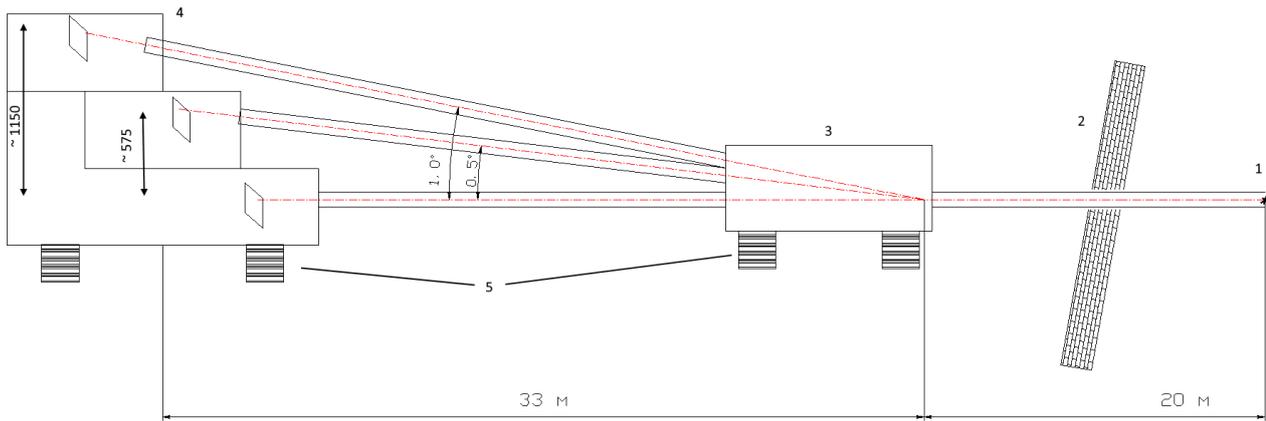


Рисунок 2. Схема канала станции «X-Techno». 1) источник СИ - поворотный магнит, 2) стена биозащиты, 3) блок зеркала, 4) тройная камера для образцов, 5) виброопоры.

Отраженный от зеркала скользящего падения луч отклоняется в вертикальной плоскости. На расстоянии 33 метра от зеркала луч переместится приблизительно на 575 мм при наклоне зеркала на 0.5° и на 1150 мм при наклоне зеркала на 1° , соответственно, поэтому луч после зеркала транспортируется по одному из трёх каналов излучения.

На прямолинейном канале станции камера облучения оснащается следующим измерительным оборудованием:

- масс-спектрометр;
- детектор полного поглощения рентгеновского излучения;
- 2-х координатный детектор рассеянного излучения;
- измеритель теплоёмкости объекта;
- датчик электропроводности объекта;
- СКВИД;
- детектор отражённого рентгеновского излучения;
- детектор фотоэмиссионного тока;
- детектор тока ионизации на базе ВЭУ и полосковый;
- болометр для измерения температуры объекта;
- ФЭУ – для детектирования люминесцентного излучения объекта;
- линия лазер – детектор лазерного излучения – для измерения коэффициента отражения объекта;
- спектрофотометр в ИК – диапазоне для измерения рамановских спектров и спектров отражения;
- оптический микроскоп,
- контур охлаждения объекта до низких температур;
- лазерный подогрев объекта.

Часть вышеназванного инструментария может быть состыкована с одним из трёх экспериментальных объёмов станции.

Экспериментальный объём станции микроструктурирования в «жестком» спектре (линия под углом 0.5° к горизонтали) оборудован держателем кассеты с подложкой и рентгеновской маской и обеспечивает трансляцию, наклон и поворот кассеты с маской и подложкой в вакуумной камере, сканирование в вертикальной плоскости.

Экспериментальный объём станции микроструктурирования в «мягком» спектре (линия 1°) оборудован держателем кассеты с подложкой и рентгеновской маской. Трансляция и поворот кассеты с маской и объектом в вакуумной камере, вертикальное сканирование. Камера экспонирования должна стоять на виброизоляционной платформе (пассивная).

В хатче экспонирования необходимо обеспечить возможность работы при дневном, так и при красном освещении, исключая попадание на объекты белого света. Для минимизации попадания на поверхность исследуемых объектов пыли в хатче необходимо обеспечить технологически чистую атмосферу, соответствующую классу ISO8. Помещение класса чистоты ISO 8, внутри должно быть отделано не создающими пыль материалами, ламинарный поток воздуха, направленный от потолка к полу со скоростью и избыточным давлением в соответствии с нормами вентиляции радиационно-защищённых помещений.

В пределах площади станции предполагается размещение: каналов вывода излучения, экспериментальных объёмов, 2-х рабочих мест, двух шкафов для хранения документации и соединительной арматуры и запасных частей, пяти радиостоек управления каналами и измерительной аппаратурой, насосов форвакуумных, турбомолекулярных и магниторазрядных.

Облучение при микроструктурировании проводится в вакуумной камере при давлении ниже атмосферного в среде гелия, аргона и других благородных газов при давлении $10^1 \text{ Па} \div 10^4 \text{ Па}$.

Блоки фильтров рентгеновского излучения обеспечивают дистанционное введение-выведение независимо друг от друга до 10 фильтров (металлических фольг или полимерных плёнок определенного материала и толщины). Станция обеспечивается системами управления зеркалом скользящего падения и дифракционной решётки.

В ряде литографических приложений необходимо иметь возможность снижать интенсивность потока СИ без искажения спектральных характеристик пучка. Для этого в канале предполагается установка обтюлятора, обеспечивающего кратное подавление освещённости за счет периодического перекрытия пучка СИ рентгенопрозрачным поглотителем, например, два навстречу друг другу вращающихся барабана со щелевой формы прорезями.

В канале вывода СИ постоянно поддерживаемый высокий вакуум с минимальным количеством разделительных окон (например, двух).

2 Инфраструктура поддержки станции «X-Techno»

В обеспечение бесперебойного проведения исследований физико-химических свойств материалов с использованием уникального источника синхротронного излучения будут

использоваться химические лаборатории, расположенные в Лабораторном корпусе ЦКП «СКИФ». Также, непосредственно при станции, оснащается лабораторное помещение площадью ок. 4 x 6 м для манипуляций с объектами в непосредственной близости от станции «X-techno». В лабораторном помещении класса чистоты ISO 7-8 находятся:

- химическая посуда, сушилка для посуды.
- шкаф для хранения резистов, растворителей для мойки, проявителей для резистов, хранения химического слива;
- шкаф для хранения объектов, оснастки и инструментов;
- столы, стулья;
- вытяжные химические шкафы шириной 1800 мм, 2 шт. с локальной чистой зоной;
- раковины с холодной и деионизованной водой;

В лабораторном помещении класса чистоты ISO 5 находятся оборудованные шкафы:

один шкаф для нанесения резистов, второй для проявления;

а именно - 1 й шкаф:

- центрифуга для нанесения резиста, 2 шт;
- плитки с термоконтролем – 2шт
- весы 0-220 гр +/- 0.0001 гр

2 –й шкаф:

- плитки с термоконтролем – 2шт
- магнитные мешалки – 2 шт
- УЗ и МЗ ванночки – 2 шт -
- профилометр – 1 шт

Для дальнейшей поддержки в Лабораторном корпусе ЦКП «СКИФ» оборудована специализированная «чистая комната» для обработки рентгенолитографических объектов, включая подготовку подложек, нанесение и проявление резистивных слоев.

Реализация полного цикла рентгенолитографических технологий будет происходить при поддержке специализированной лаборатории для решения следующих задач:

- изготовление рентгеновских масок, как для «мягкой» рентгенолитографии субмикронного разрешения, так и для глубокой рентгенолитографии в «жестком» спектре;
- подготовка подложек для шаблонов, включая получение тонких мембран (полимеры, Ti, Si и другие материалы), плазменная чистка подложек;
- плазменное удаление толстых слоев резиста;
- нанесение слоев рентгенорезистов толщиной от 1 мкм до нескольких миллиметров, включая термообработку;
- проявление слоев резиста с применением ультра- и мегазвука;
- микрогальваника рентгеноконтрастных покрытий;
- оптический микроскоп;

- электронный микроскоп;
- ИК- спектрофотометр;
- эллипсометр;
- напыление тонких слоёв металлов.

А также другое технологическое оборудование. Оценочная стоимость оборудования участка в ценах 2018 г составляет около 300 млн.руб.

3 Задачи, решаемые на станции

3.1 Участок станции под 0 градусов

На прямом участке станции планируется решать следующие задачи: исследование процессов фотодесорбции, фотоабляции, радиационной стойкости, радиационного отжига, внесение радиационных дефектов и т.п. Станция представляет интерес при разработке новых радиационно-стойких материалов в атомной промышленности, химических отраслях, космических исследованиях. Сосредоточение измерительной аппаратуры на станции позволит эффективно реализовывать исследовательские задачи в рамках дипломных и аспирантских работ.

3.2 Участок станции под углом 0,5 градуса

Для успешной реализации возможностей станции предполагается создание технологической линейки изготовления микроструктур от начального этапа проектирования до этапа исследования их функциональных характеристик.

Участок канала, расположенный под углом $\sim 0,5$ град. Назначение: для формирования функциональных микроструктур и массивов микроструктур с ультравысоким аспектным отношением: рентгеновские линзы [4], дифракционные решётки для исследований слабоконтрастных объектов на базе эффекта фазового контраста, антирассеивающие сетки, калиброванные сетки сепарации частиц по размерам, электролитные перфорированные мембраны, структурированные рентгеновские экраны, коллиматоры, хроматические оптические элементы для ИК-ТГц области спектра.

3.3 Участок станции под углом 1 градус

Участок, расположенный под углом ~ 1 град. Назначение: для формирования наноструктур методами интерференционной голографии или прямого переноса изображения в слои резистов и других органических материалов (тестовые структуры БИС, искусственные дендриты литиевых батарей, хроматические нано-оптические элементы, регулярные фильтры, матрицы для самоорганизующихся наноструктур, массивы магнитных нано-точек). Методом микроструктурирования с использованием рентгеновского излучения могут быть изготовлены штыревые микроструктуры, большой массив которых при излучении или поглощении радиоволн обладает свойством фазированной антенной решётки, представляющей интерес для радиолокации.

С помощью измерений, проведённых на станции прямого участка, предполагается разрабатывать и изготавливать компактные микроизделия для различных отраслей экономики: датчики расстояний могут быть применены в автомобилестроении, спектрофотометры - для селекции зрелых плодов и овощей при сборе урожая или отсортировке перезрелых плодов в сельском хозяйстве, определения температуры зерна в локальных зонах в зернохранилищах.

Высокоаспектные преломляющие линзы рентгеновского диапазона, датчики положения пучка, апертурные диафрагмы, создаваемые методами глубокой рентгеновской литографии, смогут найти применение на каналах СИ СКИФ.

4 Выводы и заключение

Настоящая станция – уникальна тем, что предполагает возможность проведения разработки в области микроструктурирования от её начального этапа до реализации и будет представлять интерес для выпускающих кафедр университетов.

Станция является уникальной в своём классе: ближайшие станции микролитографии на синхротронном излучении находятся в Нью-Дели, Шанхае и Карлсруэ.

На **Рисунке 3** изображен предварительный вариант логотипа станции.



Рисунок 3. Вариант логотипа станции рентгено-лучевых технологий X-Techno).

Список цитируемой литературы

- [1] Кодлинг К., Гудат В., Кох Э., Котани А., Кунц К., Линч Д., Роу Э., Зоннтаг Б., Тойозава И. Синхротронное излучение. Свойства и применения. Мир, 1981. 528с.
- [2] Кулипанов Г.Н., Скринский А.Н. Использование синхротронного излучения: состояние и перспективы. Успехи физических наук. 1977. Т. 122. № 7. С. 369-418.
- [3] Wallrabe U. and Saile V. (2006) LIGA technology for R & D and industrial applications , in MEMS: a Practical Guide to Design, Analysis and Applications (ed. J.G.Korvink), William Andrew Publications , Norwich, NY , pp. 853 – 899, DOI:10.1007/978-3-540-33655-6_16.
- [4] Snigirev A., Snigireva I., Drakopoulos M., Nazmov V., Reznikova E., Mohr J., Saile V., Kuznetsov S., Grigoriev M. FOCUSING PROPERTIES OF X-RAY POLYMER REFRACTIVE LENSES FROM SU-8 RESIST LAYER. Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering. Crystals, Multilayers, and Other Synchrotron Optics. sponsors: SPIE - The International Society for Optical Engineering; editors: T. Ishikawa, A.T. Macrander, J.L. Wood. San Diego, CA, 2003. С. 21-31. DOI: 10.1117/12.507111.

Концепция экспериментальной станции «Метрология и рефлектометрия» в рамках второй очереди ЦКП «СКИФ»

А.Д. Николенко^{1,2}, А.Д. Федоренко³, Н.И. Чхало⁴

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

²Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, пр. Акад. Лаврентьева, 11, 630090 Новосибирск, Россия

³Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, пр. Акад. Лаврентьева, 11, 630090 Новосибирск, Россия

⁴Институт физики микроструктур РАН, ГСП-105, Нижний Новгород, 603950, Россия
Автор для переписки: A.D.Nikolenko@inp.nsk.su

Аннотация. В статье представлен проект экспериментальной станции «Метрология и рефлектометрия», которую предполагается включить в число станций второй очереди источника синхротронного излучения ЦКП «СКИФ». Станция будет функционировать в мягком рентгеновском диапазоне 20 – 9 000 эВ. В составе станции будет использован монохроматор на основе сменных многослойных зеркал и кристаллов. В качестве источника излучения предлагается использовать поворотный магнит накопителя СКИФ. Дано краткое описание параметров станции и методик, которые будут на ней реализованы. В настоящее время на накопителе ВЭПП-4 в Сибирском центре синхротронного излучения функционирует метрологическая станция «Космос» которая рассматривается как прототип для предложенной станции. Методики, некоторая аппаратура, функционирующие на станции «Космос», будут принесены на станцию Метрологии и рефлектометрии без существенных доработок. Расчет показывает, что поток фонов на новой станции более чем на порядок будет превосходить поток фотонов на станции «Космос».

Ключевые слова: синхротронное излучение, мягкий рентген, метрология, монохроматор, рентгеновская спектроскопия

Оглавление

Введение	263
1 Научные задачи станции «Метрология и рефлектометрия»	263
1.1 Аттестация спектральных оптических элементов.....	264
1.2 Аттестация фокусирующих элементов	265
1.3 Аттестация детекторов рентгеновского излучения.....	265
2 Подходы к разработке оптической схемы станции «Метрология и рефлектометрия»	265
3 Предварительный состав оборудования станции «Метрология и рефлектометрия»..	267
4 Существующий задел. Метрологическая станция «Космос» на накопителе ВЭПП-4.	271
5 Источник излучения для станции и потоки фотонов.....	275
Заключение.....	277
Список цитируемой литературы	277

Введение

В настоящее время источники синхротронного излучения широко используются для проведения метрологических работ в ряде институтов и в национальных метрологических центрах. Основные свойства СИ (малый размер источника, узкая направленность, высокая интенсивность, высокие стабильность и повторяемость параметров) делают источники СИ удобным инструментом для проведения таких работ. Так, в метрологическом центре Японии AIST (National Institute of Advanced Industrial Science and Technology) в качестве эталонного источника используется накопитель TERAS [1]. В Германии метрологические работы ведутся в рамках национального метрологического бюро PTB на накопителе BESSY II [2] накопитель MLS, причем MLS специально построен для радиометрических целей [3]. В США национальный институт стандартов и технологий (National Institute of Standards and Technology, NIST) развивает линию накопителей SURF. В настоящее время в NIST, специально для нужд радиометрии, функционирует накопитель SURF-III [4]. В СЦСТИ метрологические работы в мягком рентгеновском диапазоне ведутся с 2007 года на станции «Космос» с использованием излучения из поворотного магнита накопителе ВЭПП-4 [5]. За прошедшее время на базе канала реализована обширная аппаратно-методическая база, которая без особенных изменений может быть перенесена на накопитель СКИФ. Поскольку потоки фотонов из нового источника существенно превосходят потоки фотонов ВЭПП-4, появится возможность для расширения применимости уже существующих методик и разработки новых. Несмотря на то, что потребность в проведении подобных работ достаточно высока, в России не существует других специализированных метрологических каналов СИ, работающих в ВУФ и мягком рентгеновском диапазонах.

1 Научные задачи станции «Метрология и рефлектометрия»

Спектральная метрология на больших образцах включает аттестацию и калибровку отражающих решеток, разработку и технологическое тестирование оптических элементов; измерение отражательной способности, эффективности, пропускания, дифракцию как функция угла падения, азимутального угла или энергии фотонов; характеризацию оптических поверхностей; тип рассеяния; шероховатость поверхности и энергетическое разрешение.

Предполагается выполнение работ в интересах широкого круга исследовательских организаций, высших учебных заведений и промышленных предприятий в рамках таких приоритетных направлений научных исследований, как индустрия наносистем и материалы, энергоэффективность и энергосбережение.

Отрасли науки и технологии, в которых будут востребованы результаты работы станции:

Физика плазмы. Высокотемпературная термоядерная плазма имеет максимум излучения именно в МР и ВУФ диапазонах, причем в этой области лежит не только максимум излучения плазмы как абсолютно черного тела, но и основные, наиболее информативные характеристические линии многократно ионизованных химических элементов. Для

регистрации, перенаправления, фокусировки и разложения в спектр этого излучения необходим весь перечень вышеперечисленных объектов калибровки. В частности, при создании метрологической базы для установки класса «мегасайенс» УФЛ-2М, создаваемой в РФЯЦ ВНИИЭФ (г. Саров) в настоящее время существует острая потребность в разработке и аттестации низкочувствительных быстродействующих детекторов. Хорошими кандидатами на эту роль являются коаксиальные алмазные детекторы типа ЭТДРИ, разрабатываемые ВНИИА им. Духова. Низкая чувствительность и малое время отклика этих детекторов создают существенные сложности для их временной и спектральной калибровки, и эта задача может быть качественно решена только с использованием мощного источника синхротронного излучения.

Астрофизические исследования с использованием аппаратуры космического базирования. Электромагнитное излучение МР и ВУФ диапазонов несет наиболее важную и подробную информацию для исследования процессов, протекающих не только на Солнце, но и на других наблюдаемых звездах. Кроме того, наблюдение активности Солнца на линии Лайман- α водорода (121.5 нм) дает важную информацию, необходимую для предсказания и анализа "космической погоды", которая оказывает сильное влияние на многие аспекты человеческой деятельности. Сложность наблюдения заключается в том, что излучение этого диапазона не проходит сквозь земную атмосферу и появляется необходимость выносить рабочие инструменты (спектрометры, телескопы, радиометры, коронографы и другое оборудование) на космические аппараты. Этот факт заставляет придавать метрологическому обеспечению всей перечисленной аппаратуры особое значение. Тщательная и надежная калибровка такого оборудования в настоящее время является обязательным требованием при его предполетной подготовке.

ЭУФ нанолитография. Это направление считается одним из наиболее перспективных для дальнейшего развития наноэлектроники и наномеханики следующих поколений. Развитие этого направления требует метрологической поддержки для создания оптических элементов как важнейшей части нанолитографических установок, формирующей изображение наноструктур на рабочей подложке. Требуется измерение абсолютных коэффициентов отражения, аттестация шероховатости используемых поверхностей, качества их фокусирующих свойств.

1.1 Аттестация спектральных оптических элементов

Будут измерены следующие спектральные характеристики для дифракционных решеток, многослойных зеркал, кристаллов-анализаторов: спектральное разрешение, пиковый и интегральный коэффициенты отражения, однородность характеристик по поверхности. Для зеркал полного внешнего отражения измеряется спектральный коэффициент отражения, однородность характеристик по поверхности. Для пленочных рентгеновских фильтров будут измерены спектральный коэффициент пропускания, однородность характеристик по поверхности и наличие проколов.

1.2 Аттестация фокусирующих элементов

Для фокусирующих оптических элементов, включающие вогнутые зеркала, рефракционные линзы и капиллярную оптику, будут измеряться размер фокусного пятна, эффективность пропускания, коэффициент усиления яркости.

1.3 Аттестация детекторов рентгеновского излучения

Перечень калибруемых детекторов рентгеновского излучения включает в себя сцинтилляционные счетчики, полупроводниковые детекторы, вторично-электронные умножители, ионизационные камеры (газовые и твердотельные), лавинные детекторы, болометры и радиометры. Станция позволит измерять следующие характеристики: спектральная чувствительность, насыщение детектора при больших нагрузках, линейность отклика детектора, однородность чувствительности по поверхности, предел обнаружения, радиационная стойкость, временные характеристики, стабильность характеристик во времени.

2 Подходы к разработке оптической схемы станции «Метрология и рефлектометрия»

Станция позволит реализовать методику рефлектометрического анализа. Одно из приложений методики - анализ тонких пленок на поверхности различных материалов для определения их толщины, плотности и шероховатости. Метод подходит как для однослойных, так и для многослойных структур, а также для исследования геометрических и физических свойств поверхности без покрытий. Метод основан на измерении отражательной способности поверхности вблизи критического угла полного внешнего отражения. При увеличении угла θ между падающим пучком и исследуемой поверхностью возрастает глубина проникновения рентгеновского излучения в материал и появляется возможность анализа более глубоких слоев материала. В случае идеально гладкой поверхности, по мере нарастания угла θ , коэффициент отражения поверхности претерпевает резкий спад, форма которого приблизительно описывается законом θ^{-4} . Наличие шероховатостей на поверхности приводит к более резкому спаданию коэффициента отражения. Таким образом, рефлектометрия может быть использована для тестирования сверхгладких подложек. В случае, если подложка покрыта однородным тонким слоем исследуемого материала, наблюдается интерференция излучения, отраженного от поверхности материала и от его интерфейса с подложкой. Полученные осциллирующие зависимости позволяют определять свойства нанесенного материала. В частности, толщина пленки может быть определена из периодичности колебаний, а информация о состоянии поверхности и границ пленок - по угловой зависимости амплитуд колебаний. Также метод пригоден для исследования многослойных структур. В первом приближении, интенсивность рассеянная образцом пропорциональна квадрату модуля Фурье преобразования электронной плотности. Таким образом, профиль плотности электронов выводится из измеренной интенсивности, затем определяются толщины слоев, а также латеральные характеристики (шероховатость и корреляционные свойства на границах пленок), характеризующие многослойные структуры. Подобные измерения успешно

проводятся на накопителе BESSY-II, на Российско-германском канале вывода СИ RGBL [6]. Другая разновидность метода – изучение структуры спектрального коэффициента отражения вблизи краев поглощения исследуемого материала. Наличие дополнительных особенностей говорит о присутствии в образце тех или иных химических связей.

Также секция будет использоваться для реализации метрологических методик с целью аттестации эффективности различного рода отражающих оптических элементов для ВУФ и мягкого рентгеновского диапазонов.

Аппаратура станции позволит также проводить спектроскопические измерения XAFS в мягком рентгеновском диапазоне (500 эВ – 8 кэВ). Измерения могут проводиться как в режиме пропускания, так и в режиме флуоресценции.

Краткое описание планируемых экспериментов:

Работа станции метрологии и рефлектометрии предполагает работу в трех различных режимах, определяющих ее конфигурацию:

- Калибровка детекторов
- Рефлектометрические измерения
- Аттестация рентгеновских фильтров
- Калибровка модулей

В конфигурации калибровки детекторов проводятся измерения спектральной чувствительности вторичных эталонных детекторов, загруженных в камеру калибруемых детекторов относительно эталонного детектора - сверхпроводящего болометра, работающего по принципу электрического замещения падающей на него лучистой мощности. Обе камеры по продольной координате находятся вблизи точки фокусировки, поэтому размер пучка на эталонном и на калибруемых детекторах практически не отличаются друг от друга. Двухкоординатный манипулятор позволяет измерять карту чувствительности калибруемых детекторов по поверхности с точностью до размеров пучка (как ожидается, порядка 100 мкм). Вращательная степень свободы позволяет измерять угловую зависимость чувствительности. В случае полной и подробной калибровки (спектральная, пространственная и угловая чувствительность) на каждый калибруемый детектор может потребоваться до нескольких часов работы станции.

В конфигурации рефлектометрических измерений монохроматический пучок СИ падает на исследуемый объект, после чего измеряется доля лучистой мощности, отраженная от поверхности. Независимость положения детектора позволит снимать двумерные (по углу) спектральные индикатрисы отражения, линейный манипулятор образцом даст возможность построения карты отражения образца по поверхности, а азимутальное вращение образца даст возможность измерять угловую анизотропию отражения. Таким образом, полное измерение свойств образца может занимать, в зависимости от задачи от 15 минут до 20 часов.

В конфигурации калибровки модулей станция может давать повышенную газовую нагрузку на канал СИ, поскольку ряд оборудования космического базирования выполняется для характерных давлений 10^{-6} мбар, как правило, не предполагают возможности отжига и

некоторые компоненты этих модулей могут иметь высокое, по меркам вакуумных условий станции, газоотделение. Это вызывает необходимость усиления откачных мощностей экспериментального объема и, при возможности, наличия прозрачных для рабочего излучения вакуумно-плотных окон, отсекающих рабочий вакуум экспериментальной камеры и вакуум канала.

Мощность монохроматического излучения, поступающего в камеру, измеряется вторичным эталонным детектором (как правило, это – ранее прокалиброванный кремниевый фотодиод). После этого на пучок устанавливается калибруемый модуль. И эталонный детектор, и приемная поверхность калибруемого модуля по продольной координате находятся вблизи точки фокусировки, поэтому размер пучка на них практически не отличаются друг от друга. Двухкоординатный манипулятор позволяет измерять карту чувствительности калибруемых модулей по поверхности с точностью до размеров пучка (как ожидается, порядка 100 мкм). Вращательные степени свободы позволяет измерять угловую зависимость чувствительности. В случае полной и подробной калибровки (спектральная, пространственная и угловая чувствительность) на каждый калибруемый модуль может потребоваться до нескольких часов работы станции.

3 Предварительный состав оборудования станции «Метрология и рефлектометрия»

Работа станции метрологии и рефлектометрии предполагает работу в трех различных режимах, определяющих ее конфигурацию:

- Калибровка детекторов
- Рефлектометрические измерения
- Калибровка модулей
- Аттестация рентгеновских фильтров

В конфигурации калибровки детекторов к выходному шиберу станции присоединяется малогабаритная камера калибруемых детекторов, а за ней – модуль эталонного детектора сверхпроводящего болометра, работающего по принципу электрического замещения падающей на него лучистой мощности.

Камера калибруемых детекторов имеет форму установленного вертикально цилиндра из нержавеющей стали, оснащена держателем для детекторов, позволяющий установить на него до 10 детекторов с характерными размерами $15 \times 15 \times 15$ мм³ и общим весом до 1 кг. В случае если детектор имеет большие габариты, он занимает более одного посадочного места. На держателе, среди калибруемых, может быть установлен вторичный эталонный детектор, и в этом случае наличие модуля первичного эталонного детектора необязательно.

Камера должна быть оснащена:

- 2D+1 манипулятором, позволяющим позиционировать детекторы по координатам X-Z в пределах 50x200 мм² и углу вращения вокруг вертикальной оси φ в пределах ±90°. Манипулятор выполнен на основе сварных сильфонов и магнитного ввода вращения с внешними механическими приводами.
- Набором высоковакуумных разъемов и проводов, включая высоковольтные (до 5 кВ) и ВЧ-разъемы для вывода сигнала детекторов и их питания
- высоковакуумным запорным вентилем;
- широкодиапазонным датчиком давления (1×10^{-9} – 1000 мбар);
- системой высоковакуумной откачки камеры для достижения базового давления не хуже 1×10^{-7} мбар, которая должна состоять из турбомолекулярного насоса, совмещённого со спиральным форвакуумным насосом и автоматизированной системой напуска сухого азота (возможно объединение этой системы с модулем эталонного объема).
- подставкой (рамой) для размещения камеры (материал – алюминий) с системой точного позиционирования камеры по отношению к пучку СИ (с тремя степенями свободы – XYZ);
- Вводимыми люминофорными экранами
- Смотровыми портами

Модуль эталонного детектора представляет собой цилиндрическую камеру, из нержавеющей стали внутри которой смонтирован кристалл для жидкого азота, на днище которого, с вою очередь, расположен ВТСП болометр полного поглощения. Модуль оснащен:

- Вводами для заливки жидкого азота
- Набором термодатчиков
- Набором высоковакуумных разъемов и проводов, необходимых для функционирования болометра
- высоковакуумным запорным вентилем;
- широкодиапазонным датчиком давления (1×10^{-9} – 1000 мбар);
- системой высоковакуумной откачки камеры для достижения базового давления не хуже 1×10^{-7} мбар, которая должна состоять из турбомолекулярного насоса, совмещённого со спиральным форвакуумным насосом и автоматизированной системой напуска сухого азота (возможно объединение этой системы с камерой калибруемых детекторов).
- Вводимыми люминофорными экранами
- Смотровыми портами
- подставкой (рамой) для размещения камеры (материал – алюминий) с системой точного позиционирования модуля по отношению к пучку СИ (с тремя степенями свободы – XYZ);
- Манипуляции с исследуемыми образцами не требуют соблюдения условий повышенной чистоты, однако, поскольку эти условия необходимы при работе в

конфигурации рефлектометрии, обе камеры выполнены с соблюдением норм совместимости с чистым помещением класса 1000 (ISO6).

В конфигурации рефлектометрических измерений к выходному шиберу станции присоединяется объем рефлектометра, к которому, в свою очередь, через шибер присоединяется камера загрузки образцов. Камера загрузки образцов позволяет загружать в рефлектометр измеряемые образцы небольшого размера и веса: не более 50x50 мм² и 200 г, соответственно. Более крупные образцы загружаются в рефлектометр непосредственно.

Камера рефлектометра представляет собой горизонтально расположенный цилиндр из нержавеющей стали с характерными размерами 1800 мм (длина) и 900 мм (диаметр). Посередине цилиндр имеет фланец, позволяющий разнимать его на две части, предоставляя доступ к внутренним механизмам. Рефлектометр оснащен:

- Системой позиционирования образца с 6 степенями свободы (3 угловых и 3 линейных, шаг 3 угловых секунды и 1 мкм, соответственно).
- Максимально возможные массогабаритные параметры образца – до 4 кг и 360x60x60 мм³.
- Системой позиционирования детектора с 5 степенями свободы (2 угловых и 3 линейных, шаг 3 угловых секунды и 1 мкм, соответственно)
- Возможностью измерения тока образца при его облучении (столик образца изолированный)
- системой высоковакуумной откачки камеры анализатора для достижения базового давления не ниже 5×10^{-9} мбар, которая должна состоять из турбомолекулярного насоса, совмещённого со спиральным форвакуумным насосом;
- Вводимыми люминофорными экранами
- Смотровыми портами
- подставкой (рамой) для размещения камеры (материал – алюминий) с системой точного позиционирования модуля по отношению к пучку СИ (с тремя степенями свободы – XYZ);
- Все манипуляции с измеряемыми объектами на атмосфере должны проводиться в условиях чистого помещения, в связи с чем рефлектометр расположен внутри чистой зоны класса 1000 (ISO6).

Камера загрузки образцов в рефлектометр - цилиндрическая камера из нержавеющей стали с набором портов для смотровых окон, системы получения высокого вакуума, специальной двери для быстрого доступа к манипулятору держателя образцов.

Предназначена для загрузки/выгрузки небольших образцов.

Кроме того она должна быть оснащена:

- высоковакуумным запорным вентиляем;
- широкодиапазонным датчиком давления (1×10^{-9} – 1000 мбар);

- устройством для хранения образцов (до 6 штук);
- магнитным линейным манипулятором;
- системой высоковакуумной откачки камеры загрузки образца для достижения базового давления не хуже 5×10^{-9} мбар, которая должна состоять из турбомолекулярного насоса, совмещённого со спиральным форвакуумным насосом и автоматизированной системой напуска сухого азота.

Камера калибровки модулей – прямоугольная камера из нержавеющей стали, с характерными размерами $800 \times 800 \times 800$ мм³ предназначена для загрузки среднегабаритных модулей для их калибровки. Возможна калибровка спектрометров, радиометров, одиночных и 2D детектирующих модулей космического базирования или предназначенных для наблюдения горячей плазмы. Предусмотрена возможность сканирования измеряемым объектом по двум поперечным и трем угловым координатам. Камера оснащена:

- Манипулятором с 5 степенями свободы. Линейное перемещение – 150×150 мм², угловые: 180° по азимутальному углу и $\pm 45^\circ$ - по двум другим. Максимальный вес объекта – 50 кг.
- Манипулятором для ввода вторичного эталонного детектора. Две степени свободы: 50×50 мм².
- Набором высоковакуумных разъемов и проводов, включая высоковольтные (до 5 кВ) и ВЧ-разъемы для вывода сигнала калибруемого модуля и его питания. Провода и разъем для эталонного детектора.
- высоковакуумным запорным вентилем;
- широкодиапазонным датчиком давления (1×10^{-7} – 1000 мбар);
- системой высоковакуумной откачки камеры для достижения базового давления не хуже 1×10^{-7} мбар, которая должна состоять из турбомолекулярного насоса, совмещённого со спиральным форвакуумным насосом и автоматизированной системой напуска сухого азота (возможно объединение этой системы с модулем эталонного объема).
- дополнительной системой откачки с криогенным насосом.
- Дополнительным откачным портом перед камерой для обеспечения дифференциальной откачки
- Дополнительными вакуумными шиберами, отсекающими камеру от канала с вакуумными окнами, прозрачными в различных диапазонах (тонкий каптон, бериллий, MgF или LiF₂).
- подставкой (рамой) для размещения камеры с системой точного позиционирования камеры по отношению к пучку СИ (с тремя степенями свободы – XYZ);
- Вводимыми люминофорными экранами
- Смотровыми портами
- Манипуляции с исследуемыми образцами не требуют соблюдения условий повышенной чистоты, однако, поскольку эти условия необходимы при работе в

конфигурации рефлектометрии, обе камеры выполнены с соблюдением норм совместимости с чистым помещением класса 1000 (ISO6).

В настоящее время на метрологической станции «Космос», которая функционирует на накопителе ВЭПП-4 в Сибирском центре синхротронного и терагерцового излучения, имеется экспериментальный объем, соответствующий практически всем приведенным требованиям, который может быть перенесен на новую станцию с незначительными доработками.

4 Существующий задел. Метрологическая станция «Космос» на накопителе ВЭПП-4.

В Сибирском центре синхротронного излучения с 2007 года функционирует метрологическая станция Космос [5], использующая излучение из поворотного магнита накопителя ВЭПП-4. Эту станцию можно рассматривать как прототип предлагаемой станции на источнике СКИФ. Работы ведутся в режиме разделения времени с экспериментами по физике высоких энергий. Частично аппаратура станции «Космос» может быть перенесена на станцию рефлектометрии. Компонровка станции приведена на **Рисунке 1**.

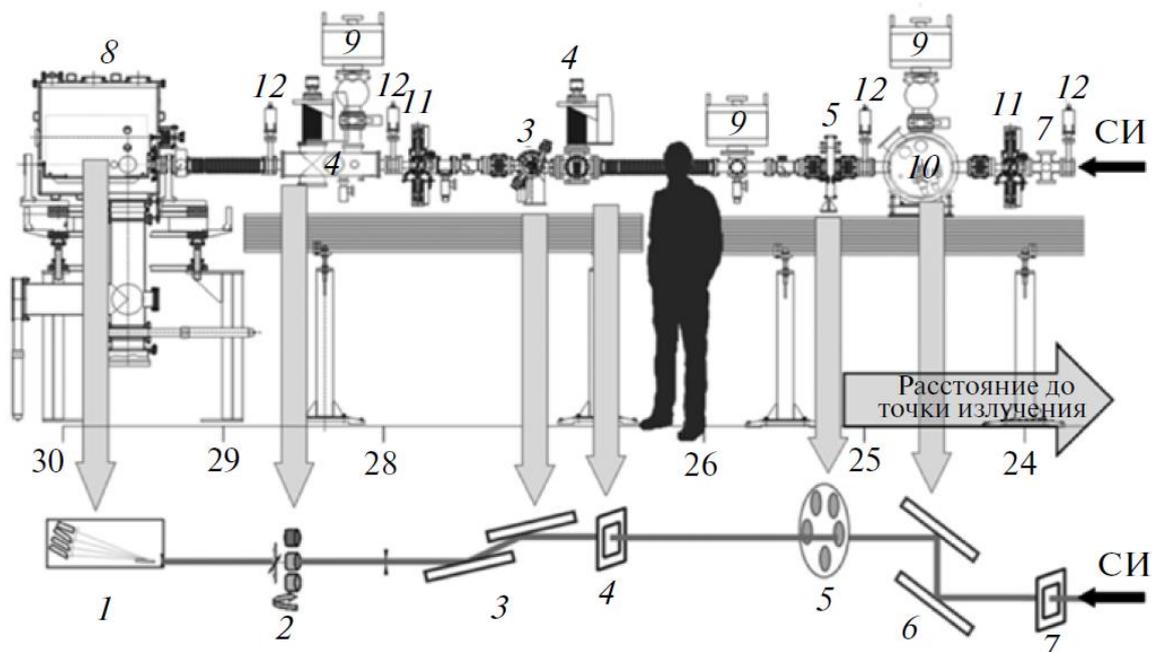


Рисунок 1. Компонровка и оптическая схема канала: 1 – калибруемый спектрометр; 2 – эталонный и калибруемые детекторы; 3 – решеточный монохроматор; 4, 5, 7 – блоки фильтров; 6 – зеркальный монохроматор; 8 – экспериментальный объем; 9 – магниторазрядные насосы; 10 – объем зеркального монохроматора; 11 – блоки щелей; 12 – вакуумные шиберы.

Экспериментальный объем, установленный на станции «Космос» по большинству показателей соответствует камере калибровки модулей и может быть перенесен на новую станцию практически без изменений.

Одной из задач станции является испытание спектрометров космического базирования, работающих с бесконечно удаленными источниками излучения, поэтому монохроматор использует плоские оптические элементы, что позволяет сохранить волновой фронт приходящего от накопителя излучения и проводить исследования плоскостности оптических элементов или оптического качества фокусирующей системы спектрометров. Кроме того, архитектура станции позволяет осуществлять установку фокусирующих элементов для повышения плотности потока фотонов на образец. Также имеется возможность проводить на станцию «белый» пучок СИ для исследования радиационной стойкости детекторов или для использования накопителя в качестве эталонного источника [7,8].

Для проведения экспериментов с монохроматическим излучением станция оснащена широкодиапазонным монохроматором, позволяющем работать с различными спектральными элементами: решетками, многослойными зеркалами, кристаллами [9].

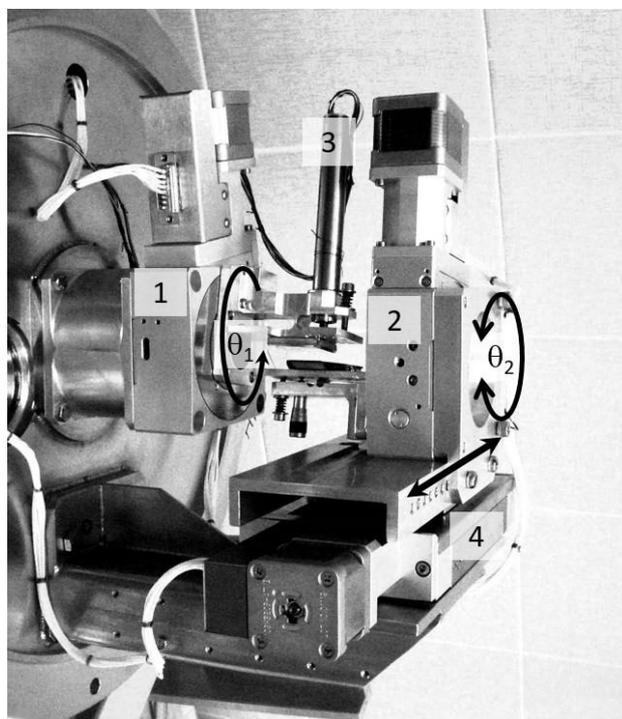


Рисунок 2. Внешний вид монохроматора. 1, 2 – гониометры первого и второго зеркала; 3 – актуатор подстройки первого зеркала; 4 – подвижка продольного перемещения второго зеркала.

Имеющийся набор многослойных зеркал [10] позволяет покрыть спектральный диапазон 20-3 000 эВ со спектральным разрешением на уровне $\Delta E/E=10^{-2}$ (Таблица 1). Диапазон разбит на несколько поддиапазонов, для каждого из которых подобрана своя пара многослойных зеркал, обеспечивающая оптимальное соотношение пикового коэффициента отражения и спектрального разрешения. Общее число пар многослойных зеркал – 14. Многослойные зеркала имеют сравнительно низкое спектральное разрешение, и их использование для реализации спектроскопических методик существенно ограничено, однако их высокий коэффициент отражения делает целесообразным их применение для ряда

методик, не требующих высокого спектрального разрешения, но требующих высокие потоки фотонов.

Таблица 1. Многослойные зеркала станции «Космос» и их спектральные диапазоны.

№ зеркала	Диапазон	Материалы напыления
1	20-28	Sc/Al
2	28-40	Be/Mg
3	40-72	Be/Al
4	72-110	Mo/Be
5	80-111	Mo/Be
6	111-133	Mo/Y
7	133-183	Mo/B4C
8	183-277	Cr/C
9	277-395	Cr/Sc
10	395-525	W/Be
11	525-1182	W/Si
12	1182-1840	W/Si
13	1840-3000	Mo/C
14	20-28	Sc/Al
15	28-40	Be/Mg
16	40-72	Be/Al
17	72-110	Mo/Be

Механизм монохроматора и набор зеркал могут быть перенесены на новую станцию без дополнительных доработок.

При установке на монохроматор кристаллов появляется возможность проведения спектроскопических исследований с высоким спектральным разрешением в мягкой рентгеновской области [11]. Так, использование кристаллов Si(111) позволяет проводить измерение XAFS спектров для К-краев элементов от фосфора (2145) до меди (8979 эВ). Измерения методом кривой качания позволили определить, что спектральное разрешение монохроматора составило $\Delta E/E=10^{-4}$. В то же время было обнаружено, что имеющийся механизм монохроматора, приведенный на **Рисунке 2**, использовать для спектроскопических измерений нецелесообразно, поскольку каждый кристалл приводится в движение собственным гониометром, и при сканировании по спектру накапливается ошибка в установке углов кристаллов относительно друг друга, что приводит к падению сигнала. В связи с этим был изготовлен механизм двухкристального монохроматора, в котором оба кристалла приводились в движение одним гониометром. Также в механизме двухкристального монохроматора был предусмотрен механизм подстройки угла первого кристалла относительно второго ($\delta\theta$) с использованием линейного актуатора (**Рисунок 3**).

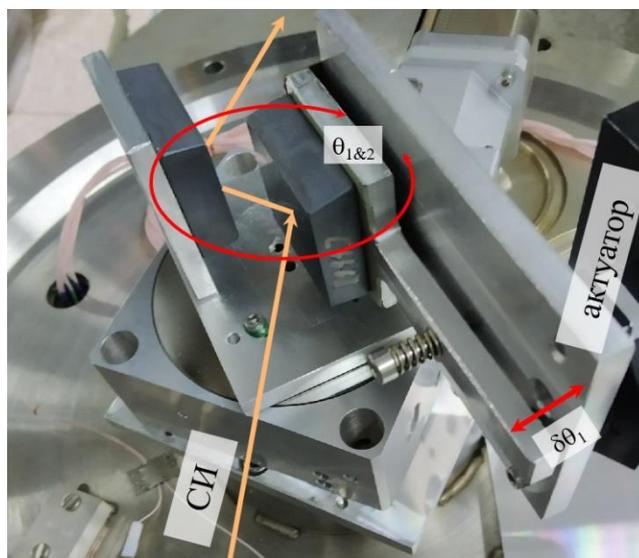


Рисунок 3. Механизм двухкристального монохроматора.

При такой геометрии выходной пучок сохраняет свое угловое положение относительно входного, однако его вертикальное положение несколько смещается в ходе сканирования по углу θ (Рисунок 4).

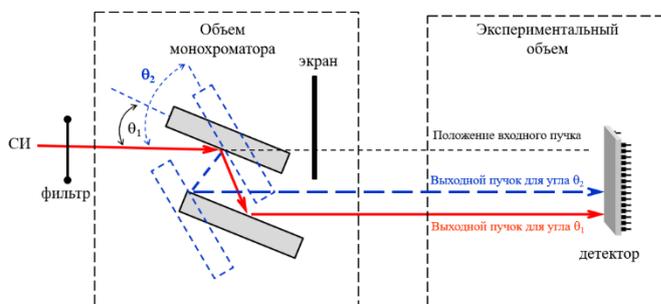


Рисунок 4. Оптическая схема двухкристального монохроматора.

Кристаллы изготовлены так, чтобы поверхность каждого из них проходила под углом приблизительно 0.4° относительно кристаллографической плоскости (111) и установлены на механизме монохроматора в антипараллельной схеме: в случае, если кристаллографические плоскости параллельны, между углом поверхностями кристаллов составляет приблизительно 0.8° . Благодаря такой установке при настройке кристаллов на максимум отражения в рамках условия Вульфа-Брэгга луч, дважды отраженный от поверхностей кристаллов, отклоняется на угол приблизительно 1.6° и не попадает в апертуру рабочего детектора, обеспечивая таким образом возможность работы без дополнительных фильтров, призванных подавлять этот луч.

На **Рисунке 5** приведен пример спектрального пропускания реперного образца вблизи К-края фосфора. Наблюдается выраженная ближняя тонкая структура. Также приведен график аппаратной функции (синяя линия), измеренной методом кривой качания и определяющей спектральное разрешение монохроматора.

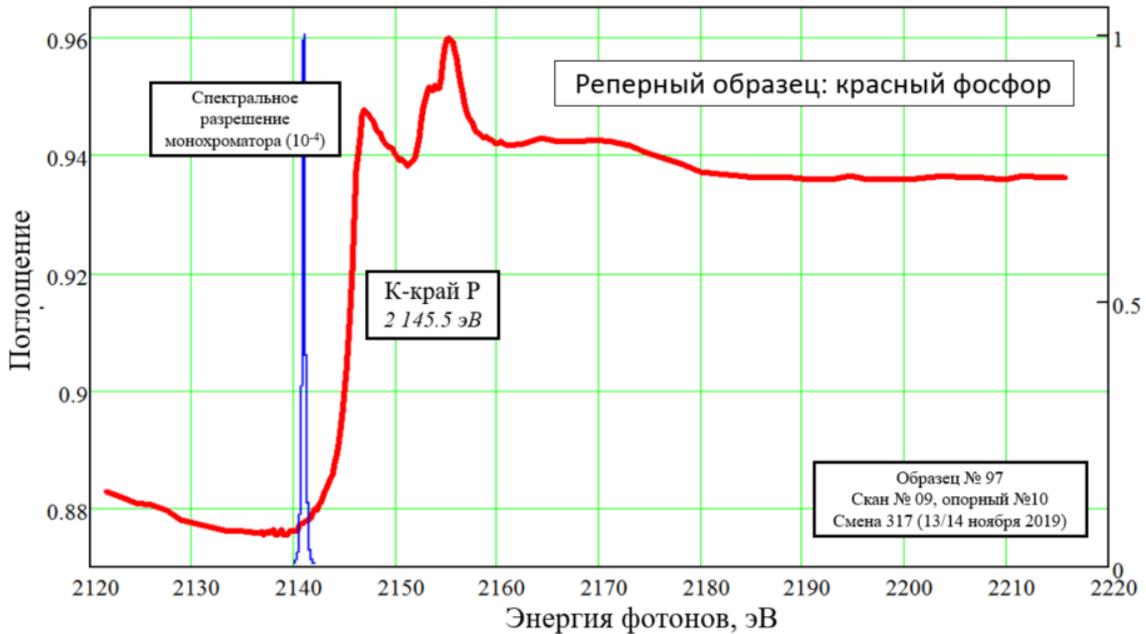


Рисунок 5. Пропускание реперного образца вблизи К-края фосфора (красная линия).

В настоящее время ведутся работы по расширению спектрального диапазона станции в мягкую область до энергий 450 эВ путем использования кристаллов бифталатов калия и рубидия KAP и RbAp (001) с периодами кристаллических решеток 26.6 А и 25.8 А, соответственно. При использовании этих кристаллов возникнет необходимость использования гибридной схемы, в которой вместо первого кристалла будет использовано многослойное зеркало с периодом, идентичным периоду кристалла. Такая замена необходима для предотвращения радиационной деградации первого оптического элемента белым пучком СИ. Низкое спектральное разрешение первого элемента в этом случае компенсируется высоким разрешением второго. Как ожидается, в этой схеме спектральный диапазон станции расширится в область малых энергий до 470 эВ и будет доступна работа с К-краями элементов вплоть до кислорода (543 эВ). Аппаратура станции «Космос» предназначенная для работы с кристаллами, может быть перенесена на новую станцию метрологии без существенных доработок.

5 Источник излучения для станции и потоки фотонов

В настоящее время на накопителе ВЭПП-4 успешно функционирует метрологическая станция «Космос» [4], которую можно рассматривать как прототип предлагаемой станции на источнике СКИФ. Поскольку энергия электронов в накопителе, в зависимости от задачи,

может варьироваться в пределах 1.9-4.5 ГэВ, спектральный поток фотонов на станции в разных экспериментах различен. Энергия электронов накопителя СКИФ одинакова для всех режимах работы, однако существует возможность выбора между магнитами с высоким и низким полем (2 Тл и 0.544 Тл, соответственно). На **Рисунке 6** представлен расчетный спектральный поток фотонов на станции Космос и на предполагаемой метрологической станции при различном ее расположении. Расчет сделан без учета возможной фокусировки. Приведен поток фотонов на площадку $1 \times 1 \text{ мм}^2$ и спектральный диапазон $\Delta E/E = 10^{-3}$. Параметры расчета приведены в **Таблице 2**.

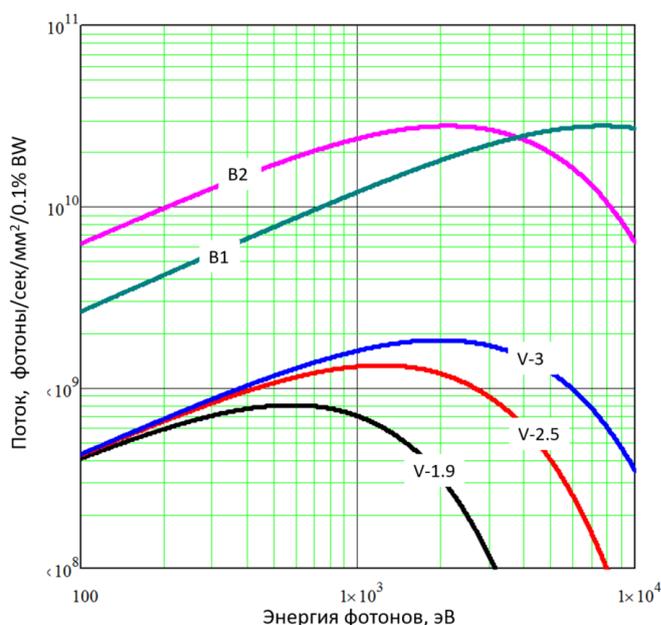


Рисунок 6. Сравнение спектральной плотности потока фотонов из накопителей СКИФ и ВЭПП-4. Расчет выполнен для характерных параметров обеих станций (см. Таблицу 2).

Таблица 2. Параметры расчета потоков фотонов.

Маркировка кривой на графике	B1	B2	V-3	V-2.5	V-1.9
Накопитель	СКИФ		ВЭПП-4		
Ток накопителя, мА	400		10		
Энергия накопителя, ГэВ	3		3	2.5	1.9
Поле в точке излучения, Тл	2	0.54	0.52	0.43	0.33
Расстояние до точки излучения, м	45		29		
Приемная апертура, мм	1x1				
Спектральный промежуток, $\Delta E/E$	10^{-3}				

В области мягкого рентгеновского излучения 100-2000 эВ магнит B2 обеспечивает поток фотонов приблизительно вдвое больший, чем магнит B1. В области 2 000-8 000 (в литературе этот диапазон принято называть “tender X-ray” [12]) ситуация меняется на противоположную: магнит B1 обеспечивает выигрыш в потоке до 4 раз.

Заключение

Описаны ключевые технические параметры и основные направления исследовательской программы экспериментальной второй очереди «Метрология и рефлектометрия» для источника синхротронного излучения поколения 4+ ЦКП «СКИФ». Станция станет второй, наряду со станцией первой очереди 1-6 «Электронная структура» станцией, предназначенной для работы с мягким рентгеновским излучением в диапазоне энергий фотонов менее 5 кэВ. На станции «Метрология и рефлектометрия», как ожидается, помимо ряда метрологических методик, будут проводиться работы по мягкой рентгеновской XAFS спектроскопии, как в геометрии пропускания, так по флуоресценции. В качестве генератора излучения станция может использовать как поворотный магнит накопителя с полем 0.54 Тл, так и магнит с полем 2 Тл. В Сибирском центре синхротронного излучения в настоящее время успешно эксплуатируется метрологическая станция «Космос», решающая сходные задачи. Имеется возможность переноса как наработанного на этой станции методического, обеспечения, так и некоторой аппаратуры, соответствующей условиям эксплуатации для источника «СКИФ». Станция имеет высокую функциональность и гибкость оптической системы, что, как ожидается, обеспечит ее высокую востребованность для широкого круга пользователей.

Список цитируемой литературы

- [1] H. Toyokawa K. Awazu, H. Ikeura-Sekiguchi, A. Kinomura, T. Kaihori, F. Kaneko, M. Koike, R., Present status of the electron storage ring TERAS of AIST // Asia/Oceania Forum for Synchrotron Radiation Research. - Tsukuba, Japan, November 24-25 2007.
- [2] F. Schafers et al. The At-Wavelength Metrology Facility at BESSY-II/ J. Synchrotron Rad. (2016). 23, 67–77.
- [3] R. Klein G. Brandt, R. Fliegau, A. Hoehl, R. Muller, R. Thornagel and G. Ulm, The Metrology Light Source operated as a primary source standard // Metrologia. - 2009. - Vol. 46. - pp. S266–S271.
- [4] U.Arп R.Friedman, M.L.Furst, S.Makar, P.-S.Shaw, SURF III - an improved storage ring for radiometry. - 2000. // Metrologia. - Vol. 37. - pp. 357-360.
- [5] А. Д. Николенко, С. В. Авакян, И. М. Афанасьев, Н. А. Воронин, Н. В. Коваленко, А. А. Легкодымов, В. В. Лях, В. Ф. Пиндюрин. Станция “Космос”. Использование Синхротронного излучения из накопителя ВЭПП_4 для метрологических измерений в ВУФ и мягком рентгеновском диапазонах // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2012, № 5, с. 1–7.
- [6] https://www.helmholtz-berlin.de/projects/rgl/index_en.html.
- [7] Ulm G., Radiometry with synchrotron radiation // Metrologia. - 2003. - Vol. 40. - pp. S101–S106.
- [8] Ping-Shine Shaw Uwe Arп, HowardW Yoon, Robert D Saunders, Albert C Parr and Keith R Lykke, A SURF beamline for synchrotron source-based absolute radiometry // Metrologia. - 2003. - Vol. 40. - pp. S124–S127.

[9] Заверткин П.С., Ивлишкин Д.В., Машковцев М.Р., Николенко А.Д., Сутормина С.А., Чхало Н.И. Широкодиапазонный монохроматор вакуумного ультрафиолетового и мягкого рентгеновского диапазонов для метрологической станции синхротронного излучения//Автометрия. 2019. Т.55. №2. С.5-13. DOI: 10.15372/aut20190201.

[10] Ахсахалян А.А., Вайнер Ю.А., Гарахин С.А., Елина К.А., Заверткин П.С., Зуев С.Ю., Ивлишкин Д.В., Нечай А.Н., Николенко А.Д., Парьев Д.Е., Плешков Р.С., Полковников В.Н., Салащенко Н.Н., Свечников М.В., Чхало Н.И. Комплект многослойных рентгеновских зеркал для двухзеркального монохроматора в диапазоне длин волн 0.41–15.5 нм Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2019. №1. С.14-20.

[11] Николенко А.Д., Заверткин П.С., Ивлишкин Д.В., Федоренко А.Д., Коротаяев Е.В., Сыроквашин М.М. Первые результаты измерения XAFS-спектров в мягком рентгеновском диапазоне на станции СИ ВЭПП-4 «КОСМОС» На конференции Нанопизика и нанoeлектроника : XXIV Международный симпозиум , 10-13 мар. 2020 , Нижний Новгород.

[12] <https://www.nist.gov/mml/materials-measurement-science-division/synchrotron-science-group/spectroscopy-soft-and-tender-i>.

Проект оптической схемы экспериментальной станции второй очереди ЦКП «СКИФ» для исследования химии и кинетики процессов горения

О.П. Коробейничев¹, А.Д. Николенко^{2,3}, А.Н. Шатохин⁴, А.Г. Шмаков¹

¹Институт химической кинетики и горения им. В.В. Воеводского СО РАН Новосибирск, Россия

²ЦКП "СКИФ", Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Никольский пр., 1, 630559, Кольцово

³Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, пр. Акад. Лаврентьева, 11, 630090 Новосибирск, Россия

⁴Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Москва, Россия

Автор для переписки: a.d.nikolenko@inp.nsk.su

Аннотация. В статье кратко представлена концепция экспериментальной станции «Пламя-2», предполагаемой к созданию в рамках второй очереди ЦКП «СКИФ».

Ключевые слова: вакуумный ультрафиолет, VLS-решетка, синхротронное излучение, фотоионизация, масс-спектрометрия, топлива, горение, термическое разложение

Оглавление

Введение	280
1 Источник излучения	281
2 Оптическая схема монохроматизации и фокусировки излучения.....	282
3 Результаты измерения потока фотонов на прототипе станции «Пламя» на накопителе ВЭПП-4	284
Заключение.....	286
Список цитируемой литературы	286

Введение

Проект станции синхротронного излучения второй очереди для источника фотонов СКИФ «Пламя-2» базируется на опыте, накопленном в ходе разработки станции «Пламя» на накопителе ВЭПП-4 в Сибирском центре синхротронного излучения. Станция предназначена для изучения процессов горения и термического разложения различных органических соединений методом фотоионизационной масс-спектрометрии с использованием синхротронного излучения ВУФ диапазона. Использование избирательной фотоионизации излучением ВУФ диапазона при молекулярно-пучковом методе отбора проб из реакционной зоны в пламенах или пиролизаторах позволяет идентифицировать и количественно измерить концентрации атомов, радикалов и других лабильных и короткоживущих соединений, что дает ключевую информацию о химических превращениях в условиях высокоскоростного горения и термического разложения. В работе рассмотрена возможность использования различных генераторов СИ, доступных на накопителе СКИФ, а также оптическая схема монохроматора и фокусировки излучения на станции. Также приведены экспериментальные результаты измерения потоков фотонов из накопителя ВЭПП-4 для станции «Пламя» и расчетные потоки фотонов на образце для станции «Пламя-2».

Постановка задачи

Для изучения кинетических параметров процессов горения и пиролиза различных органических топлив на современном уровне необходимо развитие методологии идентификации короткоживущих и химически активных веществ и измерение скорости их превращения в процессе горения и пиролиза, что является сложной технической задачей. Для решения этой задачи в мире используются самые передовые методы, например, такие как, масс-спектрометрия с фотоионизацией синхротронным излучением ВУФ диапазона 5-20 эВ. В мире установки подобного типа имеются только в США, Китае, Швейцарии и Франции, обладающих соответствующей научной и технической инфраструктурой, связанной с ускорительной техникой. Главной и уникальной особенностью этого метода является возможность идентифицировать и измерять концентрации короткоживущих соединений, таких как свободные радикалы, а также изомерных органических соединений, играющих ключевую роль в процессах горения и которые невозможно изучить традиционными аналитическими методами химического анализа. Так, в литературе приведены результаты исследований с использованием масс-спектрометрии с фотоионизацией синхротронным излучением ВУФ диапазона для пиролиза древесины [1], пиролиза растительной биомассы [2-4], каталитических процессов при пиролизе сложных смесей природных и синтетических полимеров [5], кинетики окисления жидких кислородсодержащих топлив [6], химии термического разложения высокоэнергетических материалов [7], измерения концентрации различных соединений в пламенах полиароматических углеводородов [8], а также углеводородных пламенах с добавками кислородсодержащих органических соединений [9].

В нашей стране также есть определенный прогресс в использовании ускорительной техники для процессов получения наноразмерных материалов [10] и изучения влияния различных добавок на воспламенение смесей углеводородов с воздухом [11]. Однако в России

метод масс-спектрометрия с фотоионизацией синхротронным излучением ВУФ диапазона для изучения химии и кинетики процессов окисления и пиролиза органических топлив практически не развит, поэтому разработка для этих целей станции синхротронного излучения с характеристиками, соответствующими и превосходящим зарубежные аналоги, является актуальной задачей, позволяющей получать научные результаты мирового уровня.

1 Источник излучения

При создании прототипа оптической схемы станции в Сибирском центре синхротронного излучения на накопителе ВЭПП-4 [12, 14] был использован канал вывода СИ из поворотного магнита с радиусом поворота 19,28 м, что соответствует магнитному полю 0,31 Тл при энергии накопителя 1,8 ГэВ. Этот канал уже использован для станции «Космос» [13]. Излучение для станции «Пламя» выводится с использованием вводимого зеркала, установленного под углом 45° к пучку [14]. На станции были проведены предварительные испытания оптических элементов с целью прямого измерения потока фотонов. В связи с этим расчеты потоков фотонов из проектируемого источника СКИФ приведены в сравнении с аналогичными потоками фотонов из накопителя ВЭПП-4 (**Рисунок 1**).

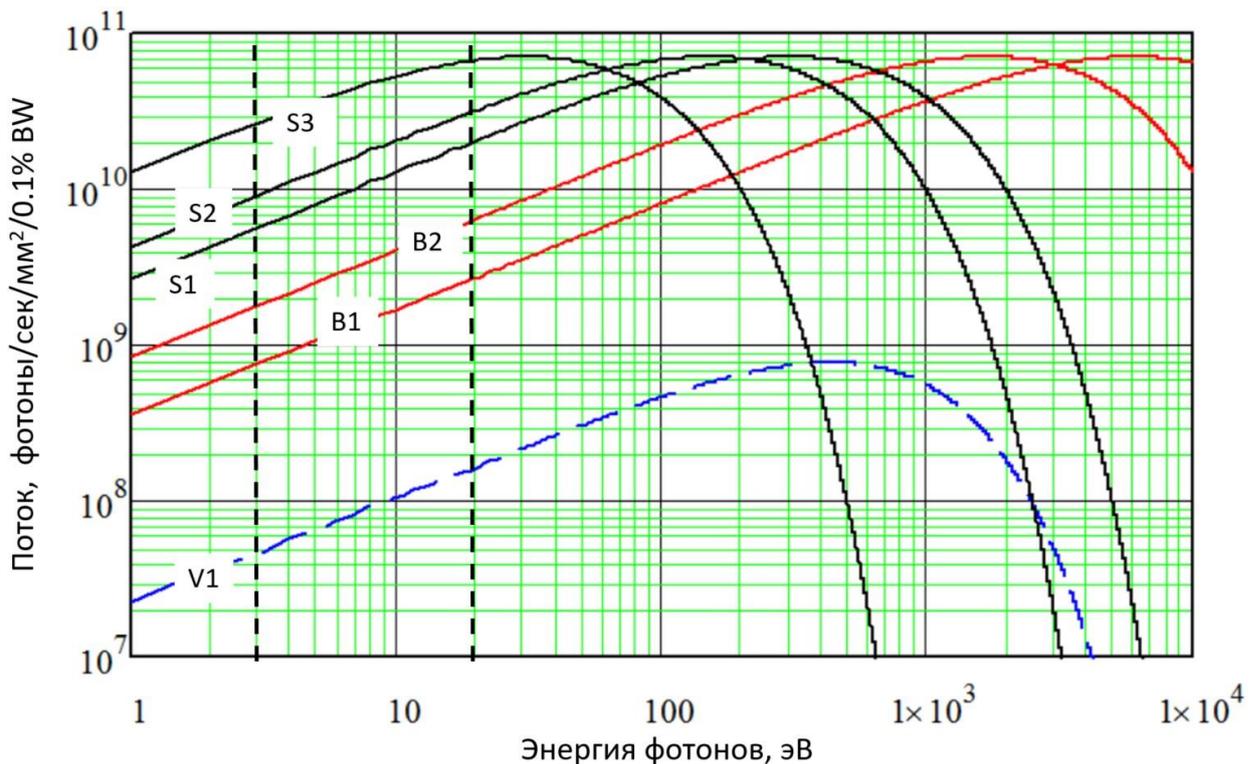


Рисунок 1. Расчетная спектральная плотность потока фотонов в апертуре станции в спектральный промежуток $\Delta E/E=10^{-3}$ (0.1% BW).

Расчет выполнен для стандартных режимов работы накопителей: энергия электронов в ВЭПП-4 и СКИФ 1.8 ГэВ и 3 ГэВ, токи 10 мА и 400 мА, соответственно. Расстояние от точки излучения до приемной апертурой станции 28 м и 31 м, соответственно. Обозначения: штриховая линия V1 – поток фотонов из накопителя ВЭПП-4, сплошные линии – потоки

фотонов на проектируемую станцию «Пламя-2» на накопителе СКИФ: В1 и В2 – из поворотных магнитов с высоким и низким полем; S1, S2, S3 – из шифтера с магнитным полем 0.1 Тл, 0.05 Тл и 0.01 Тл, соответственно.

Согласно проекту источника ЦКП «СКИФ», в качестве генераторов излучения будут использованы следующие устройства: поворотные магниты с полем 2 Тл, поворотные магниты с полем 0,554 Тл и вставные устройства, расположенные в одном из 16 прямолинейных промежутков. Форма и амплитуда поля во вставных устройствах может варьироваться в зависимости от задачи станции.

Одним из видов вставных устройств, пригодных для использования в качестве генератора излучения для новой станции, являются шифтеры (“shift” – сдвигать) [15]. Шифтер представляет собой магнит, состоящий из одного центрального дипольного магнита с варьлируемым уровнем магнитного поля и двух боковых полюсов с полем приблизительно вдвое ниже центрального, предназначенных для компенсации искажения орбиты, произведённого центральным полюсом. Синхротронное излучение для станции генерируется центральным полюсом. В отличие от поворотных магнитов, величина поля в центральном полюсе шифтера может варьироваться, и его подбор позволяет оптимизировать спектр под задачи, решаемые на станции.

Анализ спектральных потоков из перечисленных устройств показывает, что для работы станции Пламя наиболее целесообразно использовать шифтер с полем 0,01 Тл. В этом случае выигрыш в потоке фотонов в диапазоне энергий 5-20 эВ составит порядка 500 раз по сравнению с потоком на станции "Космос". В случае, если будет использован поворотный магнит с малым полем, выигрыш приблизительно на порядок меньше. Расчетные потоки фотонов в апертуру станции приведены на **Рисунке 1**. Поскольку при прохождении оптической схемы пучок испытывает три отражения от зеркал и от дифракционной решетки, ожидаются потери потока фотонов примерно на порядок. Таким образом, с учетом потерь на оптических элементах и при входной апертуре 10x10 мм² на образце может быть достигнут поток фотонов до $5 \cdot 10^{11}$ фотонов в секунду, что вполне достаточно для проведения заявленного круга экспериментов.

2 Оптическая схема монохроматизации и фокусировки излучения

Специфика станции требует обеспечения высокого интегрального потока фотонов на образце со степенью монохроматизации не менее $E/\Delta E=1000$ в диапазоне энергий 5-20 эВ. Образцом в случае разрабатываемой станции является молекулярный пучок продуктов сгорания с характерными поперечными размерами порядка 1 мм². Таким образом, требования к фокусировке пучка на образце сравнительно невысоки. В работе [16] приведен расчет монохроматора для станции «Пламя-2». В качестве диспергирующего элемента предложено использовать решетку с переменным шагом штрихов. Такой тип решеток принято называть VLS-решетками (Varied Line-Space Gratings). В состав оптической схемы входят два фокусирующих зеркала полного внешнего отражения, плоская VLS решетка и выходные щели

монохроматора, расположенные между решеткой и вторым фокусирующим зеркалом. Оптическая схема приведена на **Рисунке 2**.

Сканирование по спектру производится путем вращения решетки относительно ее центра. Таким образом, система имеет единственный подвижный элемент, что существенно удешевляет ее изготовление по сравнению с решением на основе монохроматора с плоской решеткой, имеющей эквидистантную систему штрихов и набор коллимирующих и фокусирующих вогнутых зеркал [17] (так называемый сРGM монохроматор). Монохроматор сРGM, как ожидается, будет использован на канале СИ № 1-6 накопителя СКИФ [18], где его преимущество универсальности и широкого спектрального диапазона востребовано благодаря широкому кругу решаемых на станции задач.

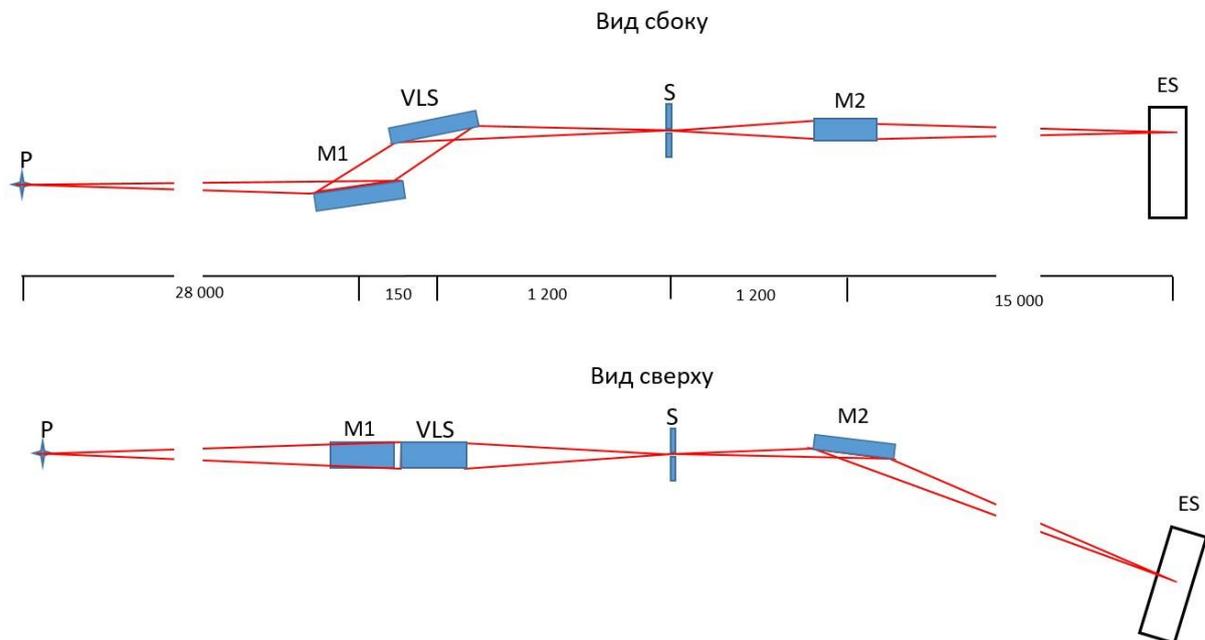


Рисунок 2. Оптическая схема станции (без соблюдения масштаба). P – точка излучения, M1 – первое зеркало, VLS – решетка, S – выходная щель монохроматора, M2 – второе зеркало, ES – спектрометр станции СИ.

В случае специализированной станции типа «Пламя-2», работающей в сравнительно узком диапазоне, представляется предпочтительной более компактная и простая схема на основе VLS решетки. Все элементы оптической схемы находятся на территории экспериментального зала СКИФ, сразу после стены биозащиты, начиная с отметки 28 м от точки излучения. Первым элементом является вогнутое сферическое зеркало с радиусом кривизны $R=9,356$ метров, которое отклоняет пучок вниз на 32° . Угол выбран в результате оптимизации параметров оптической схемы. Горизонтальный фокус зеркала находится на расстоянии 1200 мм от его центра. После зеркала сходящийся пучок падает на плоскую VLS решетку, которая установлена таким образом, чтобы рабочий монохроматический пучок распространялся параллельно первоначальному пучку СИ со сдвигом вверх на 283 мм. В качестве рабочего порядка выбран первый внешний порядок дифракции. Благодаря

переменному шагу штрихов решетка производит фокусировку по вертикальному направлению монохроматического пучка на выходную щель монохроматора, расположенную на расстоянии 1200 мм от решетки. Сканирование по спектру осуществляется путем поворота решетки вокруг оси, проходящей через ее поверхность и параллельной направлению штрихов решетки. Угол изменяется в пределах $\delta=0,77^\circ \pm 6,44^\circ$ относительно «нулевого» положения. Выходная щель монохроматора служит вторичным источником расходящегося пучка монохроматического излучения, которое попадает на тороидальное зеркало M2, фокусирующее монохроматическое излучение на исследуемый образец. Фокус зеркала находится на расстоянии 15000 мм от его центра. Большое фокусное расстояние позволяет реализовать достаточно протяженную область фокусировки вдоль пучка, и в будущем установить дополнительную экспериментальную станцию, для которой размер фокусного пятна фотонов не будет играть существенной роли. Как предполагается, такой установкой может стать метрологическая станция для ВУФ области.

Частота штрихов VLS решетки подчиняется закону $p(w)=p_0+p_1w+p_2w^2$, где w – координата по апертуре решетки, перпендикулярная направлению штрихов, а p_0 , p_1 , p_2 – коэффициенты, причем p_0 – частота штрихов в центре решетки, p_1 отвечает за ее фокусирующие свойства, p_2 компенсирует aberrацию комы дифрагировавшего пучка [16]. В работе [19] приведены подробности расчета параметров оптической схемы монохроматора и результаты численного моделирования оптической схемы методом трассировки лучей. Результаты расчёта представлены в **Таблице 1**.

3 Результаты измерения потока фотонов на прототипе станции «Пламя» на накопителе ВЭПП-4

Для оценки отражающей способности доступных золотых покрытий и пропускания имеющихся фильтров был проведен модельный эксперимент. Измерения проводились на станции «Космос» с использованием золотого зеркала, плоской золотой решетки с постоянным шагом штрихов и фильтра MgF_2 толщиной 0.5 мм. Спектральное разрешение системы составляло $E/\Delta E \sim 250$ ($BW=0.4\%$), фокусировка отсутствовала. Площадь пучка составляла 2×5 мм². Результат измерений представлен на **Рисунке 3**.

Прерывистой синей линией показан расчетный поток фотонов, нормированный на ток накопителя и площадь диафрагмы и без учета поглощения при его прохождении через оптические элементы системы, красными точками – экспериментальные данные. Резкое падение зарегистрированного потока фотонов после 11 эВ обусловлено границей пропускания MgF_2 фильтра. Суммарная эффективность отражения и пропускания оптических элементов оценивается величиной порядка 3%. Как ожидается, в результате подбора технологии очистки поверхностей оптических элементов этот показатель удастся поднять до уровня 10%. Также ожидается, что использование VLS решетки даст возможность улучшить спектральное разрешение на прототипе станции «Пламя» до уровня не менее $E/\Delta E \sim 1000$.

Таблица 1. Ключевые характеристики оптических элементов станции.

Сферическое зеркало M1			
Направление отклонения		по вертикали	
Размер зеркала, мм ²		20x50	
Угол между пучком и зеркалом $\theta_1, ^\circ$		16	
Продольный размер пучка на зеркале, мм		36.3	
Радиус кривизны, мм		9356	
Расстояние от источника до зеркала, мм		2 800	
Расстояние от зеркала до горизонтального фокуса, мм		1352	
Расстояния от зеркала до VLS решетки, мм		150	
Плоская решетка VLS			
Размер решетки, мм ²		20x50	
Угол между пучком и решеткой $\theta_2, ^\circ$		16.77÷22.4	
Направление отклонения пучка		по вертикали	
Порядок дифракции		Первый внешний	
Расстояние от решетки до щели S , мм		1200	
Смещение пучка после решетки, мм		283	
Спектральный диапазон, эВ		3-12	12-100
Коэффициенты VLS-решетки	$\rho_0, \text{мм}^{-1}$	150	600
	$\rho_1, \text{мм}^{-2}$	0.239	0.956
	$\rho_3, \text{мм}^{-3}$	$-1.4 \cdot 10^{-3}$	$-1.6 \cdot 10^{-3}$
Разрешающая способность (E/ΔE)		>2000	>1000
Тороидальное зеркало M2			
Направление отклонения пучка		по вертикали	
Размер зеркала, мм ²		50x50	
Угол между пучком и зеркалом, $^\circ$		15	
Продольный радиус кривизны, мм		2 222	
Поперечный радиус кривизны, мм		575	
Расстояние от щели S до зеркала, мм		1 200	
Расстояние от зеркала до фокуса, мм		15 000	

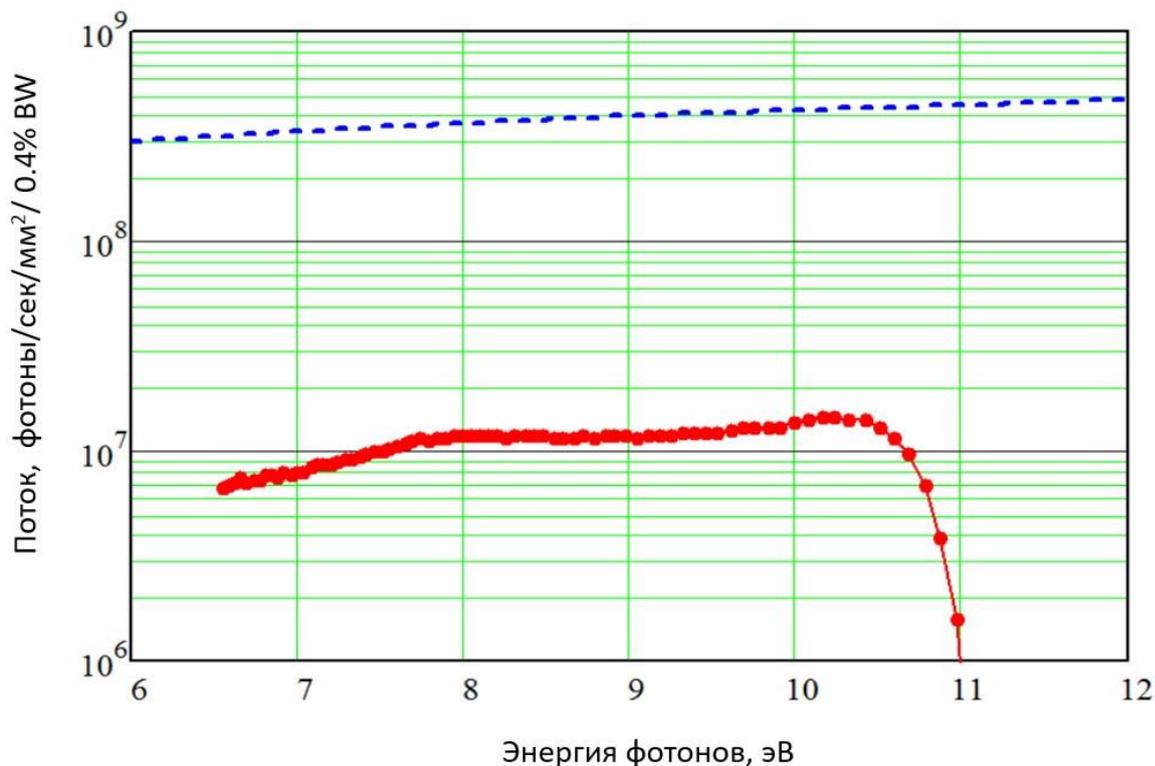


Рисунок 3. Измеренный поток фотонов в апертуру станции на накопителе ВЭПП-4.

Измерения выполнены при стандартном режиме работы накопителя: энергия электронов в ВЭПП-4 1.8 ГэВ, ток нормирован на номинальный ток ВЭПП-4 ($I_{\text{вэпп}}=10$ мА). Расстояние от точки излучения до приемной апертуры станции 31 м. Красными точками представлены экспериментальные данные, синяя штриховая линия – расчетный поток фотонов без учета поглощения излучения на элементах канала. Спектральная избирательность системы - $\Delta E/E=0.4 \cdot 10^{-2}$ (0.4% BW).

Заключение

Разработан проект оптической схемы станции СИ для накопителя СКИФ, позволяющий получить на образце поток фотонов до $5 \cdot 10^{11}$ фотонов в секунду при степени монохроматизации не менее $E/\Delta E \sim 1000$ и размере фокусного пятна порядка 1 мм^2 . Предложенный монохроматор имеет единственный подвижный элемент, что удешевляет его создание. Протяженность фокуса вдоль направления монохроматического пучка позволит в будущем установить на одном канале вторую станцию СИ для обеспечения более эффективного использования экспериментального времени.

Список цитируемой литературы

[1] Zhou Z., Jin H., Zhao L., Wang Y., Wen W., Yang J., Li Y., Pan Y., Qi F. A thermal decomposition study of pine wood under ambient pressure using thermogravimetry combined with synchrotron vacuum ultraviolet photoionization mass spectrometry. *Proceedings of the Combustion Institute*. 2017. V. 36, № 2. P. 2217-2224.

- [2] Zhou Z., Chen X., Ma H., Liu C., Zhou C., Qi F. Real-time monitoring biomass pyrolysis via on-line photoionization ultrahigh-resolution mass spectrometry. *Fuel*. 2019. V. 235. P. 962-971.
- [3] Zhou Z., Liu C., Chen X., Ma H., Zhou C., Wang Y., Qi F. On-line photoionization mass spectrometric study of lignin and lignite co-pyrolysis: Insight into the synergetic effect. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*. 2019. V. 137. P. 285-292.
- [4] Chen X., Zhu L., Cui C., Zhu Y., Zhou Z., Qi F. In Situ Atmospheric Pressure Photoionization Mass Spectrometric Monitoring of Initial Pyrolysis Products of Biomass in Real Time. *Analytical Chemistry*. 2020. V. 92, № 1. P. 603-606.
- [5] Zhou Z., Chen X., Wang Y., Liu C., Ma H., Zhou C., Qi F., Yang J. Online photoionization mass spectrometric evaluation of catalytic co-pyrolysis of cellulose and polyethylene over HZSM-5. *Bioresource Technology*. 2019. V. 275. P. 130-137.
- [6] Wen W., Yu S., Zhou C., Ma H., Zhou Z., Cao C., Yang J., Xu M., Qi F., Zhang G., Pan Y. Formation and Fate of Formaldehyde in Methanol-to-Hydrocarbon Reaction: In Situ Synchrotron Radiation Photoionization Mass Spectrometry Study. *Angewandte Chemie - International Edition*. 2020. V. 59, № 12. P. 4873-4878.
- [7] Jiang L., Fu X., Zhou Z., Zhang C., Li J., Qi F., Fan X., Zhang G. Study of the thermal decomposition mechanism of FOX-7 by molecular dynamics simulation and online photoionization mass spectrometry. *RSC Advances*. 2020. V. 10, № 36. P. 21147-21157.
- [8] Li Y., Zou J., Yuan W., Cao C., Zhang Y., Qi F., Yang J. Unraveling chemical structure of laminar premixed tetralin flames at low pressure with photoionization mass spectrometry and kinetic modeling. *International Journal of Chemical Kinetics*. 2021. V. 53, № 1. P. 154-163.
- [9] Yakimov S.A., Knyazkov D.A., Bolshova T.A., Shmakov A.G., Korobeinichev O.P., Qi F. Investigation of the effect of ethanol additives on the structure of low-pressure ethylene flames by photoionization mass spectrometry. *Combustion, Explosion and Shock Waves*. 2012. V. 48, № 5. P. 609-619.
- [10] Труфанов Д.Ю., Зобов К.В., Бардаханов С.П., Завьялов А.П., Чакин И.К. Получение наноразмерного порошка оксида иттрия при помощи испарения пучком высокоэнергетических электронов. *Теплофизика и аэромеханика*. 2021. Т. 28. № 1. С. 145-156.
- [11] Агроскин В.Я., Бравый Б.Г., Васильев Г.К., Гурьев В.И., Каштанов С.А., Макаров Е.Ф., Сотниченко С.А., Чернышев Ю.А. Влияние молекулярных добавок на воспламенение метановоздушной смеси. *Физика горения и взрыва*. 2021. Т. 57. № 2. С. 12-23.
- [12] Baranov G., Borin V., Zhuravlev A., Zolotarev K., Karnaev S., Kuper K., Levichev E., Meshkov O., Mishnev S., Nikolaev I., Nikolenko A., Piminov P. Experiments with Synchrotron Radiation at the VEPP-4M. *Journal of Surface Investigation: X-Ray, Synchrotron and Neutron Techniques*. 2020. V.14. N1. P.150-154.
- [13] Коробейничев О.П., Николенко А.Д., Шмаков А.Г., Герасимов И.Е., Дмитриев А.М., Якимов С.А., Князьков Д.А., Куйбида Л.В., Заверткин П.С., Ивлюшкин Д.В., Машковцев М.Р.,

Пиндюрин В.Ф., Солдатов А.Е. Проект станции синхротронного излучения ВУФ диапазона для диагностики пламени. *Научный вестник НГТУ*. 2013. Т. 53, № 4. С. 86-96.

[14] Заверткин П.С., Ивлюшкин Д.В., Машковцев М.Р., Николенко А.Д., Сутормина С.А., Чхало Н.И. Широкодиапазонный монохроматор вакуумного ультрафиолетового и мягкого рентгеновского диапазонов для метрологической станции синхротронного излучения. *Автоматрия*. 2019. Т. 55, № 2. С. 5-13.

[15] Шкаруба В.А. Сверхпроводящие многополюсные вигглеры для генерации синхротронного излучения, Диссертация на соискание степени доктора технических наук, Новосибирск, ИЯФ СО РАН 2017 г., стр. 19. https://inp.nsk.su/images/diss/Shkaruba_disser.pdf.

[16] Колесников А.О., Вишняков Е.А., Шатохин А.Н., Рагозин Е.Н. VLS-спектрометр с плоским полем на область длин волн 50–275 А. *Квантовая электроника*. 2019. Т. 49, № 11. С. 1054-1058.

[17] 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.

[18] 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. *AIP Conference Proceedings*. 2020. V.2299. N1. 060003:1-5.

[19] Шатохин А.Н., Вишняков Е.А., Колесников А.О., Николенко А.Д., Рагозин Е.Н. Схема VLS-монохроматора высокого разрешения для синхротронного излучения. *Журнал технической физики*. 2021. Т. 91, № 10. С. 1548-1554.

Перспективы использования синхротронных методов для исследований в области радиохимии и радиоэкологии в России

А.Ю. Романчук, К.О. Квашнина, С.Н. Калмыков

Химический факультет, МГУ имени М.В.Ломоносова, 119991, г.Москва, ул. Ленинские горы, 1
стр.3

Автор для переписки: romanchuk.anna@gmail.com

Аннотация. В статье представлено описание текущего состояния по измерениям радиоактивных образцов на различных синхротронах в мире. В результате анализа сформулированная предложения по организации подобных измерений на синхротроне СКИФ.

Ключевые слова: радионуклиды, актиниды, спектроскопия рентгеновского поглощения, рентгеновская дифракция.

Синхротронное излучение для современного исследователя можно сравнить с кинокамерой для режиссёра. Именно благодаря методам, основанным на синхротронном излучении, можно «увидеть» положение атомов в конденсированной и живой материи, понять структуру во всей ее сложности, увидеть даже малейшие изменения в расположении и свойстве атомов в ответ на внешние воздействия. Высокая яркость рентгеновского излучения, которая достигается на синхротронных источниках, позволяет изучать очень незначительные эффекты или следовые примеси, а также фокусироваться на ультрамалые объекты. При этом методы, основанные на синхротронном излучении, являются неразрушающими, что зачастую очень важно для исследуемых образцов.

При исследовании материалов на синхротроне существует возможность определить влияние внешнего воздействия, например вариации температуры, давления, механической нагрузки и т.д. При этом могут быть исследованы вещества в различных агрегатных (жидкости, твердые тела, газы) и структурных состояниях (порошки, монокристаллы, тонкие пленки и т.д.).

Исследования радиоактивных материалов с использованием синхротронного излучения активно развиваются в последние годы, что отражается на числе научных публикаций в международных библиографических базах данных. Однако одной из основных сложностей в данного рода исследованиях являются трудности работы с радиоактивными материалами, их транспортировки и измерения на синхротроне. Сложность создания и развития подобной инфраструктуры для таких работ тормозит более активный рост числа исследований и, соответственно, публикаций.

Использование синхротронного излучения позволит помочь в решении широкого спектра задач, связанных с поведением и свойствами радионуклидов, в том числе актинидов. Высокая интенсивность синхротронного излучения позволяет значительно понизить предел обнаружения, а следовательно, уменьшить размер и количество образца, что существенно при работе с радиоактивными материалами.

Одной из важнейших задач, для которой необходимо использование синхротронного излучения — это фундаментальные исследования свойств актинидов и структуры их соединений. Физико-химические свойства этой группы элементов крайне сложны и интересны ввиду особенности их электронной структуры [1,2]. В то же время, относительно позднее открытие ряда актинидов, а также уже упомянутые сложности их исследования, привели к значительному числу вопросов, ответы на которые не найдены до сих пор. Последние работы свидетельствуют о том, что синхротронное излучение даёт мощный толчок в понимании химии и физики процессов с участием актинидов, в том числе в определении степеней окисления, физико-химических форм, наличия и типа дефектов, природе химических связей, занятости и локализации электронных орбиталей и т.п. [3–5]. При этом стоит отметить, что понимание физико-химических свойств и поведения актинидов необходимо как для решения прикладных научных и технологических задач, так и для понимания свойств всех элементов в таблице Менделеева в целом.

Одно из относительно новых направлений исследования – ядерная медицина. Развитие его связано с созданием радиофармпрепаратов нового поколения для адресной доставки радионуклидов в раковые клетки. Это включает в себя получение устойчивых конъюгатов транспортера (в качестве которого могут использоваться пептиды, моноклональные антитела и пр.), хелатора и радионуклида. Успех исследований в этой области в значительной степени связан с подбором наиболее эффективных компонентов, часто путем комбинаторного скрининга среди широкого круга потенциальных веществ-кандидатов, эффективность этого процесса существенно зависит от доступности методик структурной диагностики. Для решения этой задачи уже сейчас многие используют методы диагностики, основанные на синхротронном излучении [6–8].

Одними из традиционных направлений исследований в области радиоактивных материалов являются задачи, связанные с ядерным топливным циклом. Материаловедческие задачи заключаются в создании и диагностике новых видов ядерного топлива, в том числе для реакторов на быстрых нейтронах, различных конструкционных материалов, а также структуры и свойств отработавшего ядерного топлива [9–11]. Также вопросы, связанные с разработкой новых подходов к переработке отработанного ядерного топлива, в том числе разработка новых технологических экстракционных схем, новых сорбентов и т.п., могут быть решены с применением в том числе методов, основанных на синхротронном излучении [12–14].

Одной из крайне актуальных задач является безопасность захоронения радиоактивных отходов (РАО) и реабилитация ранее загрязненных территорий. Для решения этих задач без применения методов, основанных на синхротронном излучении, не обойтись. Данные методы необходимы для понимания возможных химических реакций и процессов в условиях хранилищ РАО, а также правильному выбору инженерных материалов.

Использование синхротронных методов при исследовании сорбции радионуклидов на различных как природных, так и синтетических материалов обусловлено двумя причинами. С одной стороны, это образцы, в которых концентрация интересующего элемента чаще всего крайне низка. А с другой стороны, нет других альтернативных методов, позволяющих определить структуру соединений, образующихся при сорбции на поверхности. Спектроскопия рентгеновского поглощения является в данном случае практически уникальным методом, позволяющим напрямую определять физико-химические формы сорбированного элемента при его низких концентрациях, на фоне других элементов в пробе и без влияния таких факторов как вакуум или сушки/нагрев. Поэтому применение спектроскопии рентгеновского излучения (EXAFS, HERFD-XANES) крайне востребовано и информативно при исследовании таких систем [15–18].

Одной из важнейших задач, необходимых к решению с применением синхротронных методов, является исследование загрязненных радионуклидами объектов в том числе объектов ядерного наследия. Основной причиной является уже отмеченное выше преимущество синхротронных методов над лабораторными. С одной стороны, с их применением возможно получить детальную информацию о физико-химических формах, а с другой, чаще всего речь идет о малых количествах интересующего элемента. Данные о физико-химических формах

необходимы для решения практических задач по реабилитации территорий. К тому же накопленная информация по объектам ядерного наследия крайне ценна и является необходимой при создании хранилищ РАО [19], которые должны обеспечивать безопасность на протяжении сотен тысяч лет.

Примеров, говорящих о важности применения синхротронных методов для анализа объектов ядерного наследия достаточно много [20–24]. Пока что уникальным с точки зрения сочетания науки и технологии примером является работы по реабилитации территории предприятия Роки-Флэтс, США. Благодаря анализу реальных образцов методами XANES и EXAFS было обнаружено, что наиболее загрязненный участок характеризуется присутствием PuO_2 -подобных частиц в почве [25]. Было установлено, что такие частицы характеризуются крайне низкой растворимостью, в том числе при воздействии дезактивирующих растворов, что определило способ обращения с загрязненной почвой и сделало процесс рекультивации дешевым и простым. Очевидно, что развитие инфраструктуры синхротронных методов для анализ реальных загрязненных объектов в Российской Федерации позволило бы повысить качество и научную обоснованность проводимых реабилитационных работ на объектах ядерного наследия.

Важной технической особенностью измерения радиоактивных образцов является запаковка исследуемых образцов, обеспечивающая необходимые требования безопасности. Для различного типа измерений и образцов она отличается и подбирается индивидуально. При этом должно соблюдаться как требование безопасности при измерении, так и то, что запаковка образца не должна значительно исказить (ослаблять) анализируемый сигнал. Эта задача не всегда проста и является одной из важных составляющих удачного эксперимента.

При создании нового синхротрона СКИФ необходимо учитывать опыт зарубежных стран в области измерения радиоактивных образцов. Важно отметить, что на ряде синхротронов, например Европейском центре синхротронного излучения ESRF [26], Стенфордском синхротроне SLAC [27], синхротроне Национальной лаборатории им. Лоуренса ALS [28], японском синхротронном источнике Spring 8 [29] и некоторых других, измерение низкорadioактивных закрытых источников ионизирующего излучения возможно на всех измерительных станциях. При этом на некоторых синхротронах существуют станции, на которых возможно измерение существенно более радиоактивных образцов.

Станция ROBL-II находится на ESRF (Франция) и позволяет проводить исследования образцов, содержащих актиниды и другие альфа- и бета-излучающие радионуклиды, с использованием четырех различных методов исследования в диапазоне энергий синхротронного излучения от 3 до 35 кэВ [30]. Здесь реализованы такие методы как спектроскопия рентгеновского поглощения (XANES, EXAFS), регистрация рентгеновской флуоресценции с высоким энергетическим разрешением (HERFD) для методов XANES, XES и RIXS, а также рентгеновская порошковая и монокристаллическая дифракция. Наличие всех методов в пределах одной станции позволяет комбинировать несколько методов для получения уникальной информации о состоянии и структуре радионуклидов в образцах.

Измерение высокоактивных радиоактивных образцов возможно проводить на станции MARS синхротрона SOLEIL, Франция [31]. Пучковая линия станции MARS оптимизирована для проведения спектроскопии рентгеновского поглощения (XANES/EXAFS), порошковой дифракции (XRD), рентгенофлуоресцентного анализа (XRF), флуоресценции с высоким энергетическим разрешением (HERFD-XAS), рентгеновской эмиссионной спектрометрии (XES) в энергетическом диапазоне от 3,5 до 36 кэВ. Также возможно использование пространственного микро-разрешения при проведении спектроскопии и дифракции.

На синхротроне KARA в Карлсруэ, Германия доступны две станции для измерения радиоактивных образцов- INE-beamline и CAT-ACT [32]. В отличие от указанных выше станций, в данном случае радиохимическая лаборатория находится в ближайшем доступе к измерительной станции, что позволяет осуществлять быстрый транспорт образцов и соответственно расширяет возможные исследовательские задачи.

Расположение строящегося синхротрона СКИФ нельзя не принимать во внимание. Рядом расположены многие ядерно-технологические комбинаты Российской Федерации, такие как ФГУП «ГХК» (г. Железногорск), ОАО «СХК» (г. Северск), ОАО «ЧМЗ» (г. Глазов), и ФГУП «Маяк» (г. Озерск). Эти комбинаты решают множество технологических задач в рамках развития ядерных технологий последнего поколения, для решения которых возможно привлекать методы на основе синхротронного излучения. Кроме того, важнейшим направлением исследований и разработок является исследования и вывод из эксплуатации так называемых объектов ядерного наследия – крупных технологических объектов, отслуживших свой срок, на промплощадке которых скоплены разнообразные виды радиоактивных отходов и имеются загрязненные радионуклидами объекты, в том числе почвы, грунты, водные объекты. Федеральная целевая программа «Обеспечение ядерной и радиационной безопасности на 2016-2020 годы и на период до 2030 года» (ФЦП ЯРБ-2) ставит одной из ключевых задач вывод из эксплуатации подобных объектов и ликвидацию пунктов временного хранения РАО. В ближайших перспективах перед ГК «Росатом» стоит задача вывода из эксплуатации и реабилитация многих уникальных объектов ядерного наследия. Это определяет важнейшие исследовательские задачи, связанные с определением физико-химических форм радионуклидов, их пространственного распределения, структуры соединенийб содержащих радионуклиды и пр. При этом что транспортировка подобных образцов на зарубежные синхротроны практически исключена. Разнообразие и уникальность объектов ядерного наследия в России, дает шанс синхротрону СКИФ занять лидирующую позицию в работах по научному сопровождению работ на объектах ядерного наследия.

Все сказанное выше свидетельствует о том, что возможность измерения радиоактивных образцов различных уровней активности на синхротроне СКИФ позволит получить уникальные данные и продвинуть Российскую Федерацию в решении как фундаментальных, так и прикладных задач.

Представляется необходимым обеспечить возможность измерения низкорadioактивных закрытых источников на всех станциях синхротрона для чего необходимо проработать нормативные документы согласно действующим в Российской

Федерации нормам и правилам: СанПиН 2.6.1.2523-09 Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009), СП 2.6.1.2612-10 Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010).

Предлагается создание станции, обладающей возможностью измерения высоко- и среднерadioактивных образцов, в том числе новых видов инновационного ядерного топлива, радиоактивных отходов, проб, отобранных на объектах ядерного наследия и пр. с возможностью измерения открытых источников. Для этого должно быть обеспечены соответствующие нормы безопасности, в том числе организовано место хранения радиоактивных образцов, обеспечен контроль возможных загрязнений, дозиметрический контроль и т.п. Целесообразным видится создание небольшой радиохимической лаборатории в непосредственно близости с измерительному хатчу, что позволит существенно расширить круг исследуемых задач и увеличить их уникальность.

Исходя из текущих потребностей и анализа литературы, можно предположить, что в набор экспериментальных методов должны быть включены спектроскопия рентгеновского поглощения в том числе в режиме флуоресценции с высоким энергетическим разрешением (HERFD-XANES, EXAFS, RIX), рентгеновская дифракция (XRD). Пространственное разрешение необходимо для решения экологических задач в том числе при исследовании реальных объектов, поэтому было бы целесообразно запланировать возможность измерения Спектроскопии рентгеновского поглощения и дифракции с микро-разрешением. Предполагаемый энергетический диапазон для спектроскопических методов от 2 до 38 кэВ, что позволит измерять как $M_{4,5}$ края, так и L_3 края актинидов, а также основные продукты деления, такие как технеций, цезий и др.

Список цитируемой литературы

- [1] Clark D., Geeson D., Hanrahan Jr. R. Plutonium Handbook / ed. Clark D., Geeson D., Hanrahan Jr. R. American Nuclear Society, 2019.
- [2] Morss L.R., Edelstein N.M., Fuger J. The Chemistry of the Actinide and Transactinide Elements. Springer, Dordrecht, 2006.
- [3] Kvashnina K.O., Butorin S.M. High-energy resolution X-ray spectroscopy at actinide $M_{4,5}$ and ligand K edges: what we know, what we want to know, what we can know // Chem. Comm. 2021.
- [4] Kvashnina K.O. et al. Chemical state of complex uranium oxides // Phys. Rev. Lett. 2013. Vol. 111, № 25. P. 1–5.
- [5] Kvashnina K. et al. A novel meta-stable pentavalent plutonium solid phase on the pathway from aqueous Pu(VI) to PuO₂ nanoparticles // Angew. Chem. Int. Ed. 2019. Vol. 58. P. 17558–17562.
- [6] Bennett K.T. et al. Large-Scale Production of ^{119m}Te and ¹¹⁹Sb for Radiopharmaceutical Applications // ACS Cent. Sci. American Chemical Society, 2019. Vol. 5, № 3. P. 494–505.
- [7] Costa I.M. et al. Methods and techniques for in vitro subcellular localization of radiopharmaceuticals and radionuclides // Nucl. Med. Biol. 2021. Vol. 98–99. P. 18–29.

- [8] Egorova B. V. et al. Investigating the Bismuth Complexes with Benzoazacrown Tri- and Tetra-Acetates // Eur. J. Inorg. Chem. 2021. Vol. 2021, № 33. P. 3344–3354.
- [9] Bailey D.J. et al. Ce and U speciation in wastefoms for thermal treatment of plutonium bearing wastes, probed by L3 edge {XANES} // {IOP} Conf. Ser. Mater. Sci. Eng. {IOP} Publishing, 2020. Vol. 818, № 1. P. 12019.
- [10] Bès R. et al. New insight in the uranium valence state determination in $UyNd_{1-y}O_{2+x}$ // J. Nucl. Mater. 2018. Vol. 507. P. 145–150.
- [11] Uehara A. et al. Speciation on the reaction of uranium and zirconium oxides treated under oxidizing and reducing atmospheres // J. Nucl. Mater. 2021. P. 153422.
- [12] Duvail M. et al. UO_{22+} structure in solvent extraction phases resolved at molecular and supramolecular scales: a combined molecular dynamics{,} EXAFS and SWAXS approach // Phys. Chem. Chem. Phys. The Royal Society of Chemistry, 2019. Vol. 21, № 15. P. 7894–7906.
- [13] Berger C. et al. Coordination Structures of Uranium(VI) and Plutonium(IV) in Organic Solutions with Amide Derivatives // Inorg. Chem. American Chemical Society, 2020. Vol. 59, № 3. P. 1823–1834.
- [14] Bhattacharyya A. et al. Separation of Am^{3+} and Eu^{3+} using hexa-n-octylnitriolo triacetamide (HONTA): complexation{,} extraction{,} luminescence{,} EXAFS and DFT studies // Dalton Trans. The Royal Society of Chemistry, 2017. Vol. 46, № 47. P. 16631–16639.
- [15] Kuzenkova A.S. et al. New insights into the mechanism of graphene oxide and radionuclide interaction // Carbon N. Y. Elsevier Ltd, 2020. Vol. 158. P. 291–302.
- [16] Geckeis H. et al. Mineral–Water Interface Reactions of Actinides // Chem. Rev. American Chemical Society, 2013. Vol. 113, № 2. P. 1016–1062.
- [17] Marques Fernandes M., Scheinost A.C., Baeyens B. Sorption of trivalent lanthanides and actinides onto montmorillonite: Macroscopic, thermodynamic and structural evidence for ternary hydroxo and carbonato surface complexes on multiple sorption sites // Water Res. Elsevier Ltd, 2016. Vol. 99. P. 74–82.
- [18] Scheinost A.C. et al. Neptunium V Retention by Siderite under Anoxic Conditions: Precipitation of NpO_2 -Like Nanoparticles and of $NpIV$ Pentacarbonate // Environ. Sci. Technol. 2016. Vol. 50, № 19. P. 10413–10420.
- [19] Klein E. et al. Testing repository safety assessment models for deep geological disposal using legacy contaminated sites // Sci. Total Environ. Elsevier B.V., 2021. Vol. 776. P. 145949.
- [20] Batuk O.N. et al. Multiscale Speciation of U and Pu at Chernobyl, Hanford, Los Alamos, McGuire AFB, Mayak, and Rocky Flats // Environ. Sci. Technol. American Chemical Society, 2015. Vol. 49, № 11. P. 6474–6484.
- [21] Salbu B. Speciation of radionuclides: analytical challenges within environmental impact and risk assessments // J. Environ. Radioact. 2007. Vol. 96, № 1–3. P. 47–53.

[22] Byrnes I. et al. Characterization of radioactive particles from the Dounreay nuclear reprocessing facility // *Sci. Total Environ.* The Authors, 2020. Vol. 727. P. 138488.

[23] Cook M. et al. The nature of Pu-bearing particles from the Maralinga nuclear testing site, Australia // *Sci. Rep.* Nature Publishing Group UK, 2021. Vol. 11, № 1. P. 1–12.

[24] Rzhavskaia A. V. et al. Partitioning of uranium in contaminated bottom sediments: The meaning of fractionation // *J. Environ. Radioact.* Elsevier Ltd, 2021. Vol. 229–230, № April 2020. P. 106539.

[25] Conradson S.D. et al. X-Ray Absorption Spectroscopy of Plutonium Particles at the Rocky Flats US Nuclear Weapons Production Site // *Actinide Nanoparticle Research* / ed. Kalmykov S.N., Denecke M.A. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2011. P. 377–398.

[26] <https://www.esrf.fr/Infrastructure/Safety/Experiments/RadioactiveSamples> [Electronic resource].

[27] <https://www-ssrl.slac.stanford.edu/content/safety/radioactive-materials-ssrl> [Electronic resource].

[28] <https://als.lbl.gov/radioactive-materials/> [Electronic resource].

[29] http://www.spring8.or.jp/en/users/safety/form_procedure/radiation/sp8_for_user/ [Electronic resource].

[30] Scheinost A.C. et al. ROBL-II at ESRF: A synchrotron toolbox for actinide research // *J. Synchrotron Radiat.* International Union of Crystallography, 2021. Vol. 28, № July 2020. P. 333–349.

[31] Llorens I. et al. X-ray absorption spectroscopy investigations on radioactive matter using MARS beamline at SOLEIL synchrotron // *Radiochim. Acta.* 2014. Vol. 102, № 11. P. 957–972.

[32] Rothe J. et al. Fifteen years of radionuclide research at the KIT synchrotron source in the context of the nuclear waste disposal safety case // *Geosci.* 2019. Vol. 9, № 2. P. 1–22.

Управляемая искусственным интеллектом лаборатория для исследования каталитических процессов в реальных технологических условиях на источнике синхротронного излучения ЦКП «СКИФ»

В.П. Дмитриев, А.В. Солдатов, А.А. Гуда

*Международный исследовательский институт интеллектуальных материалов, Южный
федеральный университет, 344090, г. Ростов-на-Дону, ул. Андрея Сладкова, 178/24*

Автор для переписки guda_sasha@mail.ru

*Аннотация. В статье изложены основные идеи создания многофункциональной станции
operando-диагностики катализаторов и функциональных материалов в условиях, реалистично
имитирующих их реальную эксплуатацию. Представлены оригинальные подходы к
автоматизации управления станцией и экспресс-обработке результатов измерения на базе
современных технологий искусственного интеллекта и машинного обучения.*

*Ключевые слова: нанодиагностика, рентгеноабсорбционная спектроскопия, рентгеновская
дифракция, рентгеновское малоугловое рассеяние, катализаторы, Li-ионные аккумуляторы,
спектральное моделирование, машинное обучение, on-the-fly обработка*

Введение

В настоящее время при исследованиях на источниках синхротронного излучения Operando нанодиагностика играет ключевую роль в определении взаимосвязей между структурой и каталитической активностью катализаторов [1, 2]. Operando эксперименты были успешно адаптированы для применения различных спектроскопических методик, включая FTIR [3], UV-Vis [4], Raman [5], XANES, EXAFS [6,7] и другие. Спектроскопия рентгеновского поглощения (XAS) занимает особое место в исследовании катализаторов, поскольку позволяет избирательно охарактеризовать локальную структуру и электронное состояние активных металлических центров. Однако, спектроскопия рентгеновского поглощения отражает лишь малую область в пределах 4-6 Å вокруг поглощающего атома, поэтому для более полного описания каталитических комплексов применяют одновременно несколько взаимодополняющих методик [8, 9]. Среди множества успешных примеров, можно выделить одновременное использование рентгеновской и ИК-спектроскопии, что позволяет проследить как состояние активных металлических центров в катализаторах, так и структуру адсорбированных на них органических молекул [10, 11]. Нашей группой были активно использованы одновременные рентгенодифракционные (XRD) и рентгеноспектральные методы для определения структуры ядро-оболочка в наночастицах гидрида палладия [12] и совместный XANES/EXAFS анализ для разделения вкладов от поверхностно-адсорбированных углеводородов и объемного карбида палладия [13]. Данный тренд в мировой науке подкреплен неуклонно растущим числом экспериментальных установок, оптимизированных под проведение, в частности, одновременных XAS-XRD [14-17], XAS-FTIR-Raman [18], XAS-XRD-XRF [19] и XAS-XRD-Raman [20] измерений.

Работа таких установок окажется неэффективной без использования специального ПО самосогласованной обработки экспериментальных данных всех задействованных методов. В области алгоритмов для одновременного анализа различных спектральных методик на сегодняшний день существует лишь несколько разработок, пока не получивших широкого признания [21-24]. А в области количественного XANES-анализа, по сути, существуют два используемых метода: на основе градиентного спуска, реализованного в программе MXAN, разработанной под руководством итальянского ученого-спектроскописта Рино Натоли, и на основе многомерной параметрической интерполяции в программе FitIt, разработанной под руководством одного из авторов статьи проф. А.В. Солдатова [25].

Тенденцией последних лет в совершенно различных областях науки стало внедрение алгоритмов на основе методов машинного обучения. Исключением не стала и область рентгеновской спектроскопии для определения структуры материалов [26, 27]. Однако, данное направление пока ещё находится в зачаточном состоянии. Авторский коллектив данной статьи входит в число немногих научных групп, получивших первые количественные результаты применением данных инновационных алгоритмов [28-32].

Концепция станции operando-диагностики под управлением искусственного интеллекта

Создание новых функциональных материалов с уникальными характеристиками и контроль за превращениями материалов непосредственно в ходе технологически важных процессов является одним из важнейших направлений исследований в области наук о материалах. Для получения прецизионной информации о таких основополагающих параметрах материалов как их локальная атомная и электронная структуры и их динамика в ходе технологических процессов все чаще используются центры синхротронного излучения и рентгеновские лазеры на свободных электронах – уникальные установки мега-класса в области материаловедения. Такие установки являются в настоящее время одним из мировых трендов в развитых странах, готовящихся перейти на уровень Индустрии 4.0.,. Научные коллективы со всего мира на конкурсной основе получают возможность проведения своих исследований в синхротронных центрах длительностью 3-10 дней в году. В течение этого времени коллектив работает 24 часа в сутки, но большой объем получаемых экспериментальных данных не позволяет проводить их анализ прямо в ходе эксперимента. Зачастую только после нескольких месяцев обработки данных, проводимой по возвращению в домашнюю лабораторию, исследователи понимают, что качество полученных данных принципиально не позволяет получить ответы на поставленные при эксперименте вопросы. Ответа на этот большой вызов до сих пор не найдено и в мировой практике.

Согласно принятой 16 марта 2020 года Правительством РФ Федеральной научно-технической программы развития синхротронных и нейтронных исследований и исследовательской инфраструктуры на 2019 - 2027 годы на территории Академгородка СО РАН планируется строительство нового уникального объекта исследовательской инфраструктуры - синхротронного источника 4-го поколения СКИФ достигающего дифракционного предела. Для полного раскрытия потенциала нового источника синхротронного излучения требуется заранее разработать комплекс исследовательских станций, которые позволят решать ранее недоступные научно-исследовательские задачи, отвечая на встающие перед Российской федерацией новые большие вызовы. В ходе настоящего проекта будет разработана концепция, проект и макетный образец не имеющей мировых аналогов лаборатории, управляемой искусственным интеллектом для исследования процессов (в том числе каталитических) при реальных технологических условиях (operando) на источнике синхротронного излучения нового поколения. Дополнительно будет разработана новая комплексная уникальная методика неразрушающей operando нанодиагностики материалов, в том числе в ходе каталитических процессов при реальных технологических условиях с on-the-fly анализом больших экспериментальных данных с использованием методик искусственного интеллекта, что позволит в режиме реального времени проводить прецизионное определение параметров локальной атомной и электронной структур материалов непосредственно в ходе практически важных технологических процессов (в том числе каталитических) при условиях близких к реальным технологическим. Это позволит

реализовать весь потенциал нового синхротронного источника излучения СКИФ для решения задач высокотехнологического сектора экономики России и позволит существенно сократить время получения реальных результатов. Ожидаемые результаты представляют большую научную и социальную значимость, так как позволят дать существенный импульс развитию высокотехнологических областей экономики Российской Федерации и откроет перспективы получения прорывных результатов как в фундаментальной науке, так и в прикладных областях.

При разработке конструкции станции будут реализованы следующие ключевые подходы.

1. Operando нанодиагностика методами XAFS, XDR и другими дополняющими методами на базе управления экспериментом on-the-fly с возможностью удаленного доступа.

В состав системы образца станции будет включен капиллярный реактор с оптимизированным расположением образца внутри капилляра для повышения стабильности измерений при высоких газовых потоках, повышенных давлениях, а также в потоке жидкости. Одновременность измерения XAFS «на прохождение» и XRD будет достигаться путем расположения рентгеновского детектора ниже (выше) прямого рентгеновского пучка и программной коррекции рассеянного изображения с детектора с учетом изменяющейся энергии падающего излучения в ходе измерения спектра XAFS. Такой подход, не имеющий мировых аналогов, будет реализован впервые, но в его основе будет лежать принцип, реализованный под руководством проф. Владимира Дмитриева на станции BM01B (позднее BM31) синхротронного центра ESRF.

Возможность одновременного измерения XAFS в режиме «на прохождение» и малоуглового рассеяния SAXS будет достигаться путем размещения в центре двумерного детектора небольшого фотодиода, измеряющего интенсивность прошедшего через образец рентгеновского пучка. Для измерения спектров XAFS в режиме выхода флуоресценции с высоким разрешением по времени будет использована специальная ячейка и программное обеспечение, разработанные авторами проекта [33]. Специальные operando-ячейки будут сконструированы для одновременного измерения XAFS и ИК Фурье-спектроскопии в режиме диффузного отражения (DRIFTS) с улучшенной фоточувствительностью по сравнению с аналогами [34]. Каталитические свойства материала будут контролироваться в режиме реального времени посредством анализа химического состава выходного потока методами масс-спектрометрии, газовой хроматографии и ИК Фурье-спектроскопии в газовой фазе.

Для всех используемых ячеек будет минимизирован недействующий объем, а подача газа через образец будет регулироваться электронными газовыми расходомерами и клапанами, интегрированными в единую систему с возможностью удаленного и автоматического управления. Такая система позволит, в том числе, изменить внешние условия автоматически под управлением искусственного интеллекта на основе on-the-fly анализа XAFS/XRD и каталитических данных с целью подбора условий с оптимальной

каталитической активностью либо достижения максимальных структурных изменений в образце.

2. Совместный анализ трех составных частей спектров рентгеновского поглощения (предкрай, XANES, EXAFS) в комбинации с данными рентгеновской дифракции.

В силу отличающейся природы процессов, которые вносят основной вклад в формирование различных областей спектров рентгеновского поглощения (например, за К-краем 3d металлов) : многоэлектронные переходы для предкраевой области, многократное рассеяние в области XANES и однократное рассеяние в области EXAFS) для анализа отдельных частей спектра мы будем использовать различные методы и подходы. Так для теоретического моделирования предкраевой области будет использоваться подход, основанный на теории атомных мультиплетов с приближением кристаллического поля лигандов (программа STM4XAS [35]). Для ряда систем будет использоваться более продвинутый подход, основанный на использовании локализованных функций Ванье, который позволяет учитывать гибридизацию 3d-4p орбиталей. Для реализации такого подхода используются программный код WEIN2k [36-38] для расчёта зонной структуры, программа Wannier90 для расчёта матричных элементов и программный пакет XTLS [39] для расчёта предкраевой области.

Для моделирования области XANES коллектив обладает опытом применения широкого набора методов, выбор которых будет зависеть от исследуемой системы и научной задачи. Следует отдельно выделить метод конечных разностей (FDMNES [40, 41] – finite difference method for near edge structure), который позволяет выйти за рамки маффин-тин приближений для формы потенциала и использовать «полный» потенциал. Данный метод обладает преимуществом при расчётах спектров XANES для плоских комплексов и систем с полостями. В коллективе авторов заявки была разработана ускоренная версия программы, которая позволяет сократить объем необходимой для расчётов оперативной памяти и ускорить расчёты более чем в 40 раз за счёт применение усовершенствованного алгоритма перемножения разреженных матриц [42]. С другой стороны, в случаях, когда определяющее влияние на спектр XANES имеет самосогласованный характер вычислений плотности электронных состояний, будет использоваться код FEFF в его наиболее современной версии.

Анализ спектров EXAFS будет проводиться в рамках стандартных подходов, которые широко зарекомендовали себя в мировой практике (программный комплекс Demeter [43], модуль Nephastus для обработки экспериментальных данных, модуль Artemis для подгонки структурных параметров, пакет FEFF [44] для расчёта амплитуд и фаз рассеяния).

Проведение анализа трех областей спектра рентгеновского поглощения совместно с данными рентгеновской дифракции позволит получить повысить точность определения структурной информации для сложных и многокомпонентных систем.

3. Количественный on-the-fly анализ рентгеновских спектров поглощения.

Для реализации данного подхода будет использоваться машинное обучение с учителем. На первом этапе будут определены наборы структурных параметров и дескрипторов локального окружения, относящихся к каждому классу синтезируемых соединений. Для всех возможных деформаций будут точно рассчитаны спектры в широком интервале энергий. На третьем шаге несколько алгоритмов машинного обучения будут проверены с помощью метода перекрестной проверки и, если необходимо, обучающий набор будет расширен.

Спектры XANES будут рассчитываться с помощью метода конечных разностей в полном потенциале [45]. Наша группа внедрила разреженные решатели для матрицы конечных разностей и усовершенствовала программное обеспечение FDMNES [46] для многомасштабных вычислений теоретических выборок спектров. Волновая функция фотоэлектрона будет вычисляться на сетке точек в сфере $5,5 \text{ \AA}$ вокруг поглощающего атома с расстоянием $0,2 \text{ \AA}$ между точками. Для моделирования времени жизни возбуждённого состояния, конечной длины свободного пробега фотоэлектронов и инструментального энергетического уширения будет осуществлена свёртка спектров с помощью лоренциана переменной ширины (функция арктангенса будет использоваться для моделирования энергетической зависимости ширины Лоренциана). Для лучшей выборки в пространстве структурных параметров точки будут выбраны в соответствии с улучшенным методом латинского гиперкуба (LHS). Обучение будет проводиться методами многомерной аппроксимации, такими как Extra Trees [47], Ridge Regression [48], LightGBM [49], сверточная нейронная сеть, глубокие нейронные сети и т. д. Таким способом спектр может быть аппроксимирован для любого непрерывного значения структурных параметров в интересующей области, а не только для обучающей выборки точек. В ходе анализа перекрестной проверки весь набор будет разбит на 10 частей, последовательно девять из них будут использоваться для обучения, а одна - для проверки. Качество аппроксимации будет оцениваться относительно предсказания средним.

Формализм машинного обучения будет применяться в пространстве [спектры XANES, дескрипторы структуры] или [дескрипторы XANES, дескрипторы структуры], чтобы проверить влияние уменьшения размерности на качество предсказания. Среди дескрипторов спектра проекции на основные компоненты (principal components), основанные на разложении по сингулярным значениям, обеспечивают отсортированные параметры с точки зрения их дисперсии. Мы будем использовать как прямой подход, когда структурные параметры предсказываются непосредственно из спектра, так и обратный, когда спектр прогнозируется для данного набора структурных параметров. В последнем случае схема градиентного спуска будет использоваться для нахождения оптимальной структуры, обеспечивающей требуемую L2 норму между экспериментальным спектром и теоретическим [50].

Наконец, когда будут достигнуты надёжные результаты структурного анализа для области спектра XANES, мы расширим ее до предкраевой области и EXAFS. Используя методы машинного обучения с учителем, можно расширить диапазон электромагнитного спектра для структурного анализа в том числе на инфракрасную область [51] или ультрафиолет [52].

Разработка концепции и создание прототипа не имеющей мирового аналога управляемой с помощью технологий искусственного интеллекта лаборатории (станции на источнике синхротронного излучения нового (4-го) поколения) для operando нанодиагностики перспективных материалов в ходе процессов при реальных технологических условиях позволит Российской Федерации существенно продвинуться в области развития высокотехнологичных и наукоемких технологий. Применение синхротронных исследовательских методик, обеспечивающих субатомное разрешение и неразрушающий характер исследования функциональных материалов, позволит оперативно разрабатывать, сертифицировать и контролировать качество материалов, используемых в высокотехнологических процессах. Одним из наиболее перспективных направлений нанодиагностики материалов является operando диагностика – то есть исследования материалов непосредственно в ходе процессов при реальных технологических условиях. Большой объем получаемых экспериментальных данных в настоящее время уже не позволяет проводить их анализ непосредственно в ходе эксперимента. Предложенная в данной статье уникальная комплексная методика позволит непосредственно в режиме реального времени определять значения ключевых параметров локальной атомной и электронной структур материалов в ходе исследуемых процессов, в том числе при реальных технологических условиях. Решение этой проблемы является несомненно актуальным, причем не только на российском, но и на мировом научном ландшафте.

Сама станция и разработанные для нее уникальные методики методики могут создать основу для технологий контроля качества функциональных материалов, в том числе в ходе процессов, при реальных технологических условиях, включая экстремальные, что приведет к укреплению производственной безопасности Российской Федерации за счет повышения эффективности высокотехнологичного промышленного комплекса, развитию импортозамещения и роста конкурентоспособности российской продукции на мировых рынках. В настоящее время организации, действующие в реальном секторе экономики, нацелены на развитие и использование передовых производственных технологий - совокупности новых, с высоким потенциалом материалов, методов и процессов, которые используются для производства востребованных на мировом рынке продуктов или изделий (машин, конструкций, агрегатов, приборов, установок и других объектов). Возрастающая конкуренция на мировых рынках требует от отечественной промышленности внедрения материалов с заданными свойствами, новых способов их производства и конструирования, обеспечивающих качественный скачок в характеристиках продукции. С учетом географических особенностей и существующей политико-экономической ситуации особенно важным является развитие применения синхротронных исследований (разработок) для повышения эффективности производства и улучшения характеристик продукции в областях энергетики в целях внедрения новых и развития традиционных методов производства, преобразования и хранения энергии, в том числе для создания электрохимических аккумуляторов нового поколения, которые можно использовать при освоении Арктического региона, мирового океана и космического пространства, а также использования в устройствах

микроэлектроники. Не менее важными являются каталитические процессы, которые позволяют с высокой эффективностью решать проблемы глубокой переработки углеводородного сырья, решения проблем экологической безопасности, новых технологий получения и хранения энергии, включая водородную энергетику и другие высокотехнологичные области экономики России. Кроме того, на основе разрабатываемых методик возможно создание элементов метрологической базы для контрольных средств аттестации и сертификации ключевых изделий промышленности с применением синхротронного излучения.

Список цитируемой литературы

- [1] Weckhuysen. Phys. Chem. Chem. Phys., 5, 4351-4360 (2003).
- [2] Banares. Catal. Today, 100, 71-77 (2005). [3] Vimont, et al. Chem. Soc. Rev., 39, 4928-4950 (2010).
- [4] Patel, et al. ChemSusChem, 6, 1177-1181 (2013).
- [5] Wachs, Roberts. Chem. Soc. Rev., 39, 5002-5017 (2010).
- [6] Ellis, et al. Angew. Chem. Int. Ed., 49, 1820-1824 (2010).
- [7] Smolders, Bugaev, De Vos, et al. ChemPhysChem, 19, 373-378 (2018).
- [8] Beale, et al. Chem. Commun., 3015-3017 (2005).
- [9] Tinnemans, et al. Catal. Today, 113, 3-15 (2006).
- [10] Newton, et al. Nat. Commun., 6, 8675 (2015).
- [11] Oyama, et al. J. Catal., 268, 209-222 (2009).
- [12] Bugaev, Guda, Soldatov, et al. J. Phys. Chem. C, 121, 18202-18213 (2017).
- [13] Bugaev, Usoltsev, Guda, Soldatov, et al. J. Phys. Chem. C, 122, 12029-12037 (2018).
- [14] Smith, et al. Inorg. Chem., 56, 5839-5850 (2017).
- [15] Sottmann, et al. J. Appl. Crystallogr., 49, 1972-1981 (2016).
- [16] Arthur, et al. MRS Adv., 2, 419-424 (2017).
- [17] Frenkel, et al. J. Phys. Chem. C, 115, 17884-17890 (2011).
- [18] Waterhouse, et al. Phys. Chem. Chem. Phys., 3, 3838-3845 (2001).
- [19] Wang, et al. Anal. Chim. Acta, 928, 20-31 (2016).
- [20] van Beek, et al. Phase Transit., 84, 726-732 (2011).
- [21] D'Angelo, et al. Phys. Rev. B, 66, 064209 (2002).
- [22] Zhan, et al. J. Synchrotron Radiat., 24, 818-824 (2017).
- [23] Binsted, et al. J. Am. Chem. Soc., 118, 10200-10210 (1996).

- [24] Benfatto, et al. *J. Synchrotron Radiat.*, 10, 51-57 (2002).
- [25] Smolentsev, Soldatov. *Comp. Mater. Sci.*, 39, 569-574 (2007).
- [26] Timoshenko, et al. *Nano Lett.*, 19, 520-529 (2019).
- [27] Zheng, et al. *Comput. Mater.*, 4, 9 (2018).
- [28] Guda, Soldatov, Bugaev, et al. *J. Chem. Theory Comput.*, 11, 4512-4521 (2015).
- [29] Guda, Soldatov, Pankin, Bugaev, et al. *Catal. Today*, doi.org/10.1016/j.cattod.2018.10.071. [30] Sharapa, et al. *Adv. Mater.*, J. Vercammen, M. Bocus, S. Neale, Aram Bugaev, S, Van Minnebruggen, J. Hajek, P. Tomkins, Alexander Soldatov, et al" *Nature Catalysis* 2020 accepted, [31] O.V. Safonova, A.Guda, et al *ACS Catalysis* 2020 10 (8) 4692–4701.
- [32] Grigory Smolentsev, Christopher J. Milne, Alexander Guda, et al *Nature Communications* 2020 11 2131.
- [33] Guda, Bugaev, et al. *J. Synchrotron Rad.* 2018, 25, 989.
- [34] Agostini, et al. *J Synchrotron Radiat* 2018, 25, 1745.
- [35] Stavitski, E. and F.M.F. de Groot, The CTM4XAS program for EELS and XAS spectral shape analysis of transition metal L edges. *Micron*, 2010. 41(7): p. 687-694.
- [36] Schwarz, K. and P. Blaha, Solid state calculations using WIEN2k. *Comput. Mater. Sci.*, 2003. 28(2): p. 259-273.
- [37] Schwarz, K., P. Blaha, and G.K.H. Madsen, Electronic structure calculations of solids using the WIEN2k package for material sciences. *Computer Physics Communications*, 2002. 147(1): p. 71-76.
- [38]. Schwarz, K., P. Blaha, and S.B. Trickey, Electronic structure of solids with WIEN2k. *Mol. Phys.*, 2010. 108(21-23): p. 3147-3166.
- [39] Tanaka, A. and T. Jo, Resonant 3D, 3P and 3S photoemission in transition-metal oxides predicted at 2P threshold. *Journal of the Physical Society of Japan*, 1994. 63(7): p. 2788-2807.
- [40] Joly, Y., X-ray absorption near-edge structure calculations beyond the muffin-tin approximation. *Physical Review B*, 2001. 63(12): p. 125120.
- [41] Joly, Y., Calculating X-ray absorption near-edge structure at very low energy. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2003. 10: p. 58-63.
- [42] Guda, S.A., et al., Optimized Finite Difference Method for the Full-Potential XANES Simulations: Application to Molecular Adsorption Geometries in MOFs and Metal-Ligand Intersystem Crossing Transients. *Journal of Chemical Theory and Computation*, 2015. 11(9): p. 4512-4521.
- [43] Ravel, B. and M. Newville, ATHENA, ARTEMIS, HEPHAESTUS: Data Analysis for X-Ray Absorption Spectroscopy Using IFEFFIT. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2005. 12(4): p. 537-541.

[44] Rehr, J.J., R.C. Albers, and S.I. Zabinsky, High-order multiple-scattering calculations of x-ray-absorption fine structure. *Physical Review Letters*, 1992. 69(23): p. 3397-3400.

[45] Y. Joly, X-ray absorption near-edge structure calculations beyond the muffin-tin approximation, *Phys. Rev. B*, 63 (2001) 10.

[46] S.A. Guda, A.A. Guda, M.A. Soldatov, K.A. Lomachenko, A.L. Bugaev, C. Lamberti, W. Gawelda, C. Bressler, G. Smolentsev, Adsorption Geometries in MOFs and Metal-Ligand Intersystem Crossing Transients, *J. Chem. Theory Comput.*, 11 (2015) 4512-4521.

[47] A. Martini, S.A. Guda, A.A. Guda, G. Smolentsev, A. Algasov, O. Usoltsev, M.A. Soldatov, A. Bugaev, Y. Rusalev, C. Lamberti, A.V. Soldatov, PyFitit: The software for quantitative analysis of XANES spectra using machine-learning algorithms, *Comput. Phys. Commun.*, (2019) 107064.

[48] A.E. Hoerl, R.W. Kennard, Ridge regression: Biased estimation for nonorthogonal problems, *Technometrics*, 42 (2000) 80-86.

[49] G.L. Ke, Q. Meng, T. Finley, T.F. Wang, W. Chen, W.D. Ma, Q.W. Ye, T.Y. Liu, LightGBM: A Highly Efficient Gradient Boosting Decision Tree, in: I. Guyon, U.V. Luxburg, S. Bengio, H. Wallach, R. Fergus, S. Vishwanathan, R. Garnett (Eds.) *Advances in Neural Information Processing Systems* 30, 2017.

[50] A.A. Guda, S.A. Guda, K.A. Lomachenko, M.A. Soldatov, I.A. Pankin, A.V. Soldatov, L. Braglia, A.L. Bugaev, A. Martini, M. Signorile, E. Groppo, A. Piovano, E. Borfecchia, C. Lamberti, Quantitative structural determination of active sites from in situ and operando XANES spectra: From standard ab initio simulations to chemometric and machine learning approaches, *Catal. Today*, 336 (2019) 3-21.

[51] J.L. Lansford, D.G. Vlachos, Infrared spectroscopy data- and physics-driven machine learning for characterizing surface microstructure of complex materials, *Nature Communications*, 11 (2020).

[52] J. He, C. He, C. Zheng, Q. Wang, J. Ye, Plasmonic nanoparticle simulations and inverse design using machine learning, *Nanoscale*, 11 (2019) 17444-17459.

Концепция универсальной исследовательской станции диагностики функциональных материалов с использованием поляризованного рентгеновского излучения

М.С. Платунов^{1,2}, Я.В. Зубавичус¹, С.Г. Овчинников², К.В. Золотарёв^{1,3}

¹ ЦКП "СКИФ", Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Никольский пр., д. 1, 630559, Кольцово

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

³ Институт ядерной физики имени Г. И. Будкера СО РАН, просп. Акад. Лаврентьева, д. 11, 630090, Новосибирск

Автор для переписки: ms-platunov@yandex.ru

Аннотация. К обсуждению коллег предлагается универсальная исследовательская станция, посвященная поляризациянозависимой спектроскопии рентгеновского поглощения в диапазоне энергий от 2 до 20 кэВ (элементы от P до Sr, от Y до Bi, включая лантаноиды, а также актиноиды от Th до Cm). Основная особенность станции состоит в том, что пользователи будут иметь полный контроль над поляризацией излучения в достаточно широком диапазоне энергий. Рентгеновское излучение с круговой или линейной поляризацией будет генерироваться с помощью спиральных ондуляторов (например, HELIOS-II, APPLE-II или EMPHU), вставленных в одну из прямолинейных секций и оптимизированных так, чтобы дополнять друг друга. Для сохранения изначальных характеристик источников излучения в дальнейшем планируется спроектировать элементы рентгеновской оптики, включая ключевой компонент – монохроматор, с упором на стабильность и на избежание проблем, связанных с контролем либо с преобразованием поляризованного излучения. Мы предлагаем использовать флуоресцентные детекторы, преимущественно кремниевые фотодиоды, как мониторы интенсивности или мониторы положения пучка из-за их высокой эффективности, быстрого времени отклика, линейности характеристик. Эти детекторы полностью совместимы с работой в условиях высокого вакуума, а также ещё и нечувствительны к магнитным полям, что важно для выполнения экспериментов по изучению уникальных магнитооптических эффектов (XMCD, XMLD, XM χ D). Кратко описываются экспериментальные требования, включая экстремальные условия на образцах (низкая температура, сильное магнитное поле и т.п.), которые необходимы и неизбежно приведут к созданию новых материалов с управляемыми электронными и магнитными переходами, существующими при комнатной температуре и выше, а также важны для решения соответствующих задач науки и промышленности.

Ключевые слова: Синхротронное излучение, Спектроскопия рентгеновского поглощения, Спектроскопия магнитного дихроизма, Магнитооптические эффекты

Введение

Разработка универсальных инструментов для решения задач науки и промышленности является ключевым направлением инвестиций в научную инфраструктуру технологически развитых государств, что приводит к научно-технологическому, а впоследствии и к социально-экономическому росту. В первую очередь, это разработка синхротронных источников излучения – установок класса «мегасайенс», которые используются для исследования самых разных объектов – от биологических молекул до материалов для космоса. Такой установкой является проектируемый синхротрон ЦКП «СКИФ». Одним из крайне эффективных и универсальных методов исследования на синхротронах является спектроскопия рентгеновского поглощения. Создание предыдущего (третьего) поколения синхротронов способствовало развитию методов рентгеновской спектроскопии и открытию новых экспериментальных подходов, использующих поляризационные свойства рентгеновского излучения. В результате появилась возможность использовать спектроскопию рентгеновского поглощения не только для диагностики локальной атомной и электронной структур материалов (XANES и EXAFS), но и для исследования магнитооптических эффектов через наблюдение магнитного линейного (XMLD) [1] и кругового дихроизмов (XMCD) [2] в ферро-, ферри- и парамагнитных системах, естественного кругового дихроизма (XNCD) [3-5] в гиротропных монокристаллах, а также необратимого линейного (XnrLD) [6] и магнитохирального (XM χ D) [7] дихроизмов в системах с магнитоэлектрическими взаимодействиями. В сочетании с правилами сумм эти дихроизмы представляют собой прекрасные инструменты для изучения фундаментальных свойств материалов, таких как зарядовое и орбитальное упорядочение, электрические и магнитные квадрупольные моменты, тороидальные моменты, энантиоморфизм и др. При этом важно понимать, что экспериментально обнаружить типы этих рентгеновских дихроизмов, а также связать наблюдаемые явления с физическими свойствами материалов крайне трудно. Для решения этой нетривиальной задачи нужно разрабатывать спектроскопические подходы к измерениям, которые используют возможности поляризованного рентгеновского излучения, способов детектирования эффектов, а также максимально эффективное использование системы окружения образца, включающее не только наличие экстремальных условий (сильное магнитное поле, низкие/сверхнизкие температуры, высокие давления, режимы *in situ* и *in operando*), но и даже возможности контроля гальваномагнитных свойств в одних и тех же условиях эксперимента. Именно такой комплексный подход позволит получить, например, новые магнитные материалы с важными для практического применения характеристиками, а в некоторых случаях установить мировые рекорды [8]. К сожалению, отечественная синхротронная инфраструктура пока не позволяет реализовывать весь потенциал этих методов для решения сложных научных и практических задач из-за устаревших синхротронов. Тем не менее, большие надежды российских исследователей возлагаются на строящийся синхротрон ЦКП «СКИФ».

В последние десятилетия российское научное сообщество активно работает со спектроскопией рентгеновского поглощения. С начала 2010-х российские исследователи начали использовать рентгеновскую спектроскопию на синхротронных источниках,

официально доступных после ратификации соглашения с ESRF в 2014 году, а также запуска XFEL в 2017 году. Однако научная конкуренция для получения пучкового времени на этих установках крайне велика и отнюдь не все достойные научные и практические задачи решаются.

Настоящий предварительный проект исследовательской станции на синхротроне ЦКП «СКИФ», специально предназначенной для поляризационнозависимой рентгеновской спектроскопии, предлагает использовать ондуляторные источники излучения с возможностью полного контроля типа и степени поляризации рентгеновского излучения в широком диапазоне энергий от 2 до 20 кэВ (*tender and hard x-rays*), что позволяет исследовать *K*- (*s-p*), *L*- (*p-d*) и *M*-края (*d-f*) элементов от Р до Sr, от Y до Bi, включая лантаноиды, а также актиноиды от Th до Cm, соответственно. Прообразом данного проекта станции является станция ID12 синхротрона ESRF, чья команда за последние 30 лет не просто внесла значительный научный вклад в большое разнообразие вышеперечисленных рентгеновских магнитооптических эффектов (дихроизмов), но и продемонстрировала множество эффективных исследовательских подходов к проведению уникальных поляризационнозависимых спектроскопических экспериментов.

Следует отметить, что существует большое количество научных задач, которые можно решать с помощью предлагаемых поляризационнозависимых методов, а направления исследований весьма разнообразны, от различных областей материаловедения до химии, окружающей среды и наук о Земле, биологических наук, магнетизма и поведения материалов при сверхвысоких давлениях. В частности, одна из планируемых тематик – фундаментальные исследования магнетизма, в том числе низкоразмерного и молекулярного, сверхпроводимости, транспортных свойств, спинтроники и орбитроники, магнитооптики и т.п. География заинтересованных научных коллективов, занимающихся магнетизмом, распространяется на всю Россию, но в основном концентрируется в ряде городов: Москва, Екатеринбург, Новосибирск, Красноярск, Владивосток. В зависимости от научной задачи для регистрации спектров рентгеновского поглощения потребуются различные системы детектирования, различные условия экспериментов и подготовки образцов. Соответственно, возникает ряд требований к пучку синхротронного излучения и к условиям эксперимента. Несмотря на то, что для проектирования исследовательской станции поляризационнозависимой спектроскопии важны характеристики излучения, такие условия, как низкие и сверхнизкие температуры, сильные магнитные поля, сверхвысокие давления, имеют исключительную важность для максимального использования инновационных возможностей исследований. В тексте статьи кратко будут описываться научные направления, которые потребуют наличия поляризационнозависимой рентгеновской спектроскопии на синхротроне ЦКП «СКИФ».

1. Обоснование важности для науки и промышленности, примеры научных задач

Известно, что рентгеновская спектроскопия является одним из самых универсальных и эффективных методов, использующихся на синхротронных источниках излучения. Она дает

прямое представление об электронной структуре и локальном окружении на атомном уровне. При этом решаемые задачи распространяются от магнетизма до описания коллективного поведения электронов, включая катализ, материаловедение, экологию и науку о Земле, анализ биологических систем. Список научных направлений, в которых использование таких экспериментов актуально и оправдано, приводится далее. Этот список не обязательно является полным, но дает представление о важности этого типа экспериментов при решении разнообразных научных задач.

Материаловедение. Это направление имеет одно из первостепенных значений. В области материаловедения работают высокотехнологичные сектора экономики (например, космос, металлургия, нанoeлектроника и т. д.), которые могут являться потенциальными пользователями или заказчиками научных измерений, выполняемых на станции. Универсальность и доказанная эффективность подходов к измерениям на станции с поляризованным рентгеновским излучением могут быть интересны разным инновационным компаниям, например, ООО «Крокус Нанoeлектроника» (Москва) в области нанoeлектроники и MRAM-памяти, ЗАО «СуперОкс» (Москва) в области сверхпроводимости, ОАО «ИСС» (Железногорск) в области создания материалов для космоса, АО «НПП «Радиосвязь» (Красноярск) для решения материаловедческих задач при создании радиоэлектронной аппаратуры гражданского и военного назначений, а также многие другие компании. Согласование последующих проектов этой исследовательской станции также и с многочисленным научным сообществом, активно работающим в области материаловедения, будет являться дополнительной стратегической причиной для поддержки данного проекта на СКИФ. В настоящее время поляризационнозависимая рентгеновская спектроскопия позволяет изучать большое количество разнообразных материалов и/или процессов. Наноматериалы, материалы для аккумуляторов и топливных элементов, биоматериалы, стекла и аморфные твердые тела, пористые материалы, поверхности и границы раздела фаз, тонкие пленки и т. д. – вот некоторые из примеров, которые очень активно используются в России. Эти примеры содержат в своём составе большое количество периодических элементов. Поэтому мы предлагаем спроектировать станцию, работающую в оптимальном и довольно широком диапазоне энергий от 2 до 20 кэВ с возможностью исследовать K - ($s-p$), L - ($p-d$) и M -края ($d-f$) элементов от Р до Sr, от Y до Bi, включая лантаноиды, а также актиноиды от Th до Cm, соответственно.

Магнетизм. Рентгеновский магнитный круговой дихроизм (XMCD), как один из многих магнитооптических эффектов, считается одним из самых важных открытий, благодаря которому можно получить уникальную информацию о магнитных свойствах материала, которую нельзя получить с помощью традиционных подходов к измерениям. В материалах с несколькими магнитными ионами XMCD дает уникальный шанс элементно-чувствительной магнитометрии, то есть возможность исследовать магнитные вклады разных ионов селективно. Тот факт, что магнитный момент, переносимый атомом, определяется суммой спиновых и орбитальных компонентов, является одним из основных аспектов магнетизма. Расшифровка этих величин с самого начала представляла интерес для исследований магнетизма и до сих пор представляет собой серьезную экспериментальную и теоретическую трудность. XMCD-спектроскопия, усиленная магнитооптическими правилами сумм [9-10],

является единственным экспериментальным методом, позволяющим отдельно определять спиновый [10] и орбитальный [9] магнитные моменты как по амплитуде, так и по направлению. Измерения орбитального магнитного момента, который тесно связан со спин-орбитальной связью, предоставляет собой прекрасный инструмент для более глубокого понимания этого важного типа взаимодействия. Оно лежит в основе многих явлений, таких как магнитокристаллическая анизотропия [11], аномальный эффект Холла [12], индуцированный ток эффект вращения магнитного момента [13], мультиферроичность [14] и топологические изоляторы [15], которые определяют современные исследования магнетизма как фундаментальные, так и прикладные.

Интерес к предлагаемой станции обусловлен необходимостью исследовать разнообразные функциональные магнитные материалы: магнитные примеси, сильнокоррелированные материалы, сверхпроводники, магнитоэлектрики, включая магниторезистивные оксиды и полуметаллические соединения, магнитомягкие магнитные материалы, такие как ферриты и гранаты, магнито жесткие магнитные материалы, такие как интерметаллиды редкоземельных и переходных металлов и т. д. Растущий интерес в настоящее время сосредоточен на изучении аморфных и нанокристаллических материалов, наноструктурированных магнитных материалов и наночастиц, тонких пленок, многослойных пленок и сверхрешеток. Важно отметить, что исследования в области магнетизма нацелены не только на повышение функциональных характеристик магнитных материалов, но и формируют новые направления в физике конденсированного состояния. Это также физика неколлинеарных и экзотических магнитных структур, скирмионов, спиновых жидкостей, топологических изоляторов, мультиферроэлектричества и квантовая суперпозиция состояний.

Несмотря на большое количество потенциальных пользователей в области магнетизма, в настоящее время в России лишь малое число исследовательских групп работают с этими методами, вероятно, из-за отсутствия доступного экспериментального времени на действующих зарубежных источниках синхротронного излучения, а также огромной конкуренции с зарубежными пользователями. По этой причине и поскольку это направление деятельности имеет большой потенциал, мы и предлагаем вниманию коллег предварительный проект создания исследовательской установки для измерения магнитооптических эффектов, рентгеновских дихроизмов, на специализированной станции второй очереди ЦКП «СКИФ».

Исследования при высоких давлениях. Использование поляризационнозависимой спектроскопии рентгеновского поглощения для характеристики различных систем в условиях сверхвысокого давления представляет значительный интерес. В частности, исследование таких явлений, как фазовые переходы и магнетизм под давлением, приобретает большое значение для описания многих физических процессов. Так актуальным направлением является изучение структуры расплавов, главным образом потому, что это должно способствовать пониманию процессов, происходящих в центре ядра Земли и/или других планет и их магнитного поля, а также изучению гидротермальных растворов в связи с образованием минералов. При выполнении таких экспериментов требуется контроль среды образца, включая размер фокусного пятна, яркость источника излучения и т. п.

Актиниды. Это самые тяжелые элементы в периодической таблице, и их $5f$ -электроны проявляют наибольшую силу спин-орбитального взаимодействия. Эти $5f$ -электроны занимают промежуточное положение между коллективизированными и локализованными, а также проявляют ряд конкурирующих взаимодействий (обмен, корреляции, спин-орбита и кинетика) [16]. С большими орбитальными моментами этих электронов связана также возможность формирования и упорядочения многополярных асферичностей высокого порядка [17]. Сложность их электронной структуры часто приводит к экзотическим физическим свойствам, таким как нетривиальная сверхпроводимость PuCoGa_5 [18], фазы «скрытого порядка», обнаруженные в URu_2Si_2 [19], или сосуществование ферромагнетизма и сверхпроводимости в UGe_2 [20].

Множество интригующих магнитных свойств наблюдается в интерметаллидах актинидов, от парамагнетиков Паули до локализованных ферромагнетиков. До открытия рентгеновского дихроизма рассеяние нейтронов играло ключевую и уникальную роль в выяснении магнетизма в актинидных соединениях [21]. В отличие от нейтронных методов рентгеновские магнитооптические эффекты не требуют использования больших монокристаллических образцов с требуемыми изотопами и позволяют проводить исследования достаточно малых (микро)образцов. Это весьма актуально для изучения актинидов, монокристаллы которых не всегда доступны, да и их свойства в больших количествах не всегда легко контролировать. С другой стороны, интересной особенностью, например, легких актинидов является то, что орбитальный и спиновый моменты $5f$ -состояний имеют противоположный знак, причем орбитальный вклад больше, чем спиновый. Обычно это приводит к частичному или даже полному подавлению этих вкладов, то есть к магнитному иону с нулевым моментом. Таким образом, возможность селективного измерения орбитального и спинового магнитных моментов актинидов, а также заполнения $5f$ -состояний этих элементов с помощью одного относительно простого эксперимента могут предоставить исследователям достаточно данных для решения давней проблемы моделирования сложной электронной структуры актинидов для конструирования новых материалов [22].

2. Источники поляризованного излучения и оптические элементы

Для выполнения экспериментов с применением предлагаемых методов поляризационнозависимой спектроскопии рентгеновского поглощения необходим полный контроль степени поляризации излучения, возможность быстрого изменения поляризации от лево- до правополяризованного состояния, а также достаточно высокий поток фотонов в большом диапазоне энергий, который охватывает края рентгеновского поглощения всех интересующих элементов. Кроме того, для решения задач «на переднем крае» науки требуется постоянно следить за тенденциями в улучшении измерительной аппаратуры, а также в методах рентгеновской оптики, чтобы обеспечить лучший контроль поляризации излучения, более высокую чувствительность детектирования сигналов и последнее, но не менее значимое, – стремиться к достижению экстремальных условий проведения экспериментов.

Известно, что синхротронное излучение имеет естественную поляризацию. В плоскости орбиты электронного пучка излучение от поворотного магнита будет линейно поляризовано с вектором поляризации, находящимся в плоскости орбиты. Вне плоскости орбиты интенсивность излучения уменьшается, но излучение становится эллиптически поляризованным. Угол наблюдения выше или ниже плоскости орбиты синхротрона определяет степень круговой поляризации, при этом большие углы создают по существу 100% круговую поляризацию, хотя и с низкой интенсивностью. Первые эксперименты с наиболее известным магнитооптическим XMCD-эффектом [23-24] были выполнены с использованием излучения от поворотного магнита, попеременно выбираемого сверху или снизу плоскости орбиты накопительного кольца. Помимо компромисса между магнитным потоком и поляризацией, другими недостатками поворотных магнитов как источников являются умеренная яркость и неизбежная разница в направлениях рентгеновского луча для правой и левой круговых поляризаций.

Огромный прогресс в генерации и контроле циркулярно поляризованного рентгеновского излучения был достигнут в связи с появлением источников синхротронного излучения третьего поколения. Вставные устройства, устанавливаемые в прямые секции накопительных колец, доставляют до образца рентгеновское излучение высокой яркости, то есть высокой интенсивности, небольшого поперечного сечения и малой расходимости, с широкими возможностями настройки по энергии и полным контролем поляризации. В настоящее время разработано множество специализированных вставных устройств, способных производить эллиптически поляризованное излучение как ондуляторного, так и вигглерного типов. Эллиптически поляризованный свет генерируется тогда, когда электроны входят в спиральное магнитное поле, а спиральность поля в этом случае определяет спиральность рентгеновского излучения. Чаще всего используются плоские спиральные ондуляторы на постоянных магнитах типа HELIOS [25] и APPLE-II [26]. И этот выбор не случаен, а определяется оптимальным сочетанием ряда параметров.

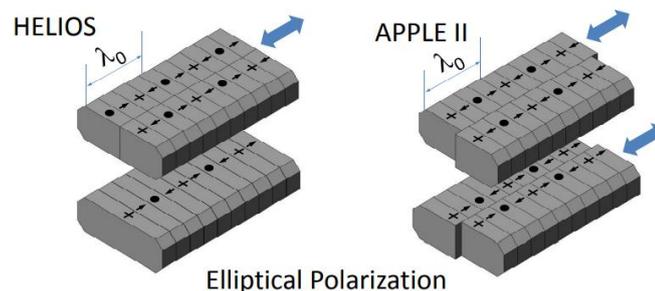


Рисунок 1. Ондуляторы на постоянных магнитах типа HELIOS-II и APPLE-II. Перемещение одного массива (HELIOS-II) или двух массивов (APPLE-II) постоянных магнитов позволяет создавать как вертикальные, так и горизонтальные магнитные поля [27].

Ондулятор типа HELIOS-II состоит из двух плоских массивов постоянных магнитов: верхний создает горизонтальную составляющую магнитного поля, а нижний - вертикальную, причем оба распределения поля имеют одинаковую пространственную периодичность (λ_0). Ондулятор имеет три степени свободы: два вертикальных перемещения, т. е. по одному для

каждого отдельного массива магнитов, что приводит к изменению горизонтального и вертикального магнитных полей, соответственно, и одно осевое перемещение верхнего массива, приводящее к изменению фазы между горизонтальным магнитным полем (B_x) и вертикальным (B_z). Когда для параметра фазы установлено значение π ($\lambda_0/2$) или ноль, то излучение будет линейно поляризовано в плоскости, составляющей угол $\alpha = \arctan(B_x/B_z)$ по отношению к плоскости орбиты. Более того, рентгеновские фотоны с вертикальной или горизонтальной линейной поляризацией могут быть сгенерированы путем полного открытия либо вертикального, либо горизонтального зазоров, так что $B_z = 0$ или $B_x = 0$. Круговая же поляризация рентгеновского излучения получается, когда B_x равно B_z , а фаза установлена на $\pi/2$ или на $-\pi/2$. Таким образом, изменение эллиптичности рентгеновского излучения может быть реализовано путем перемещения верхнего массива магнитов на половину периода ондулятора (от $\pi/2 = +\lambda_0/4$ до $-\pi/2 = -\lambda_0/4$). Важно отметить, что излучаемая мощность рентгеновского излучения не зависит от значения фазы. Время, необходимое для этого перемещения, обычно составляет менее 5 секунд [25].

Для экспериментов с более высокими энергиями фотонов ($\hbar\nu \geq 5$ кэВ) предпочтительно использовать излучение, испускаемое спиральным ондулятором типа APPLE-II. Его основная гармоника в чистой спиральной моде может находиться в диапазоне от 5.1 до 8.5 кэВ. Ондулятор APPLE-II состоит из четырех идентичных массивов постоянных магнитов, расположенных в четырех квадрантах вокруг оси вставного устройства. Два массива (верхний правый и нижний левый) являются подвижными, а два других - фиксированными. В ондуляторе APPLE-II изменение фазы осуществляется перемещением подвижных магнитных рядов в продольном направлении в одном и том же направлении. Положение этих массивов, соответствующее чисто винтовой моде, примерно равно $\pm\lambda_0/3$. Спиральность генерируемого рентгеновского излучения можно изменить примерно за 5 секунд. Нужно отметить, что не только спиральность, но и спектр ондулятора APPLE-II сильно зависит от значения фазы. К сожалению, изменение фазы APPLE-II - это процесс, который приводит к огромному изменению излучаемой мощности и резкому перераспределению интенсивностей гармоник высокого порядка. Это накладывает дополнительные ограничения на стабильность различных оптических компонентов исследовательской станции. Нужно обратить внимание читателя также на то, что в случае идеального геликоидального магнитного поля ($B_x = B_z$) на оси наблюдается только основная гармоника излучения ондулятора, а высшие гармоники могут использоваться только путем работы с излучением вне оси вставного устройства с практическим поиском компромисса между потоком излучения и степенью круговой поляризации. Более того, до сих пор мы описывали только идеальные случаи, когда электроны проходят через идеальный ондулятор, а излучение наблюдается на бесконечности от оси, так что свет полностью поляризован. К сожалению, существует несколько причин деполяризации излучаемого света: ненулевой эмиттанс электронного пучка, угловая расходимость и магнитные неоднородности ондулятора вызывают изменения степени поляризации излучения. При этом важно подчеркнуть, что любые изменения зазоров и/или фаз ондулятора не влияют на положение и углы излучения, испускаемого ондуляторами. Не менее важен и тот факт, что на электронный пучок в накопительном кольце практически не влияют зазоры или

фазовые сдвиги, а использование ондуляторов не оказывает влияние на любой другой канал (и станцию) в накопительном кольце.

Существует и другой пример гибридного ондулятора «электромагнит / постоянный магнит» (EMPHU). Он охватывает промежуточный диапазон энергий ($\hbar\nu \leq 4$ кэВ) [28] и обладает интересной и важной особенностью быстрого переключения (~ 160 мс) спиральности через изменение направления тока в катушке, создавая вертикальное магнитное поле, но плотность потока циркулярно поляризованного рентгеновского излучения намного меньше, чем у HELIOS-II или APPLE-II. С помощью этих EMPHU-источников можно изменять циркулярность излучения в каждой энергетической точке сканирования, делая эксперименты менее чувствительными к любым низкочастотным нестабильностям. Однако, работа этого типа ондуляторов может оказывать влияние на стабильность электронного пучка в накопительном кольце, что нужно учитывать.

Существует и другой способ добиться быстрого переключения поляризации, который заключается в использовании пары спиральных ондуляторов с противоположной поляризацией с промежуточной системой быстрого кикера [29] или с механическим прерывателем [30]. Однако обратная сторона этого способа подобна работе с поворотным магнитом, то есть будет иметь место разница в направлениях для рентгеновских лучей с ортогональной поляризацией, хоть и в немного в меньшей степени.

Благодаря описанным выше примерам источников излучения - ондуляторов, спектры магнитооптических эффектов (рентгеновских дихроизмов) могут быть напрямую записаны через изменение спиральности рентгеновского излучения между двумя последовательными сканированиями по энергии. На практике же обязательно, чтобы два сканирования, выполненные с одной и той же поляризацией, были полностью воспроизводимы. Это является необходимым условием, которое, к сожалению, не всегда удается удовлетворить из-за нестабильности источника. Кроме того, не только наличие самого циркулярно поляризованного излучения, но и возможность быстрого переключения его спиральности значительны для минимизации чувствительности настроенной установки к различным нестабильностям и дрейфам.

Существует и альтернативный способ получения рентгеновского излучения с круговой поляризацией, который основан на использовании кристаллооптики. Идеальный кристалл, близкий к условию Брэгга, действует как фазовращатель и позволяет преобразовывать линейно поляризованное рентгеновское излучение от поворотного магнита или линейного (планарного) ондулятора в излучение с круговой поляризацией, когда фазовое запаздывание равно $\pm\pi/2$, т. е. действует как четвертьволновая пластинка [31]. Этот метод оказался успешным в экспериментах как с энергодисперсионной оптикой [32], так и со стандартным сканирующим монохроматором [33]. Из-за необходимости минимизировать потери на поглощение обычно предпочтительно использовать кристаллы алмаза, что ограничивает рабочий диапазон доступных энергий для этого подхода, обычно от 3.7 до 15 кэВ. Оптика на фазовой пластинке позволяет быстро управлять поляризацией рентгеновского излучения. Используя пьезоуправляемые моторы, можно вращать кристалл фазовой пластинки вокруг угла Брэгга с частотой в несколько десятков герц, и тогда поляризация луча будет

чередоваться с той же частотой. Этот метод был разработан на Spring-8 [34] и был неоднократно реализован [35-36]. С другой стороны, четвертьволновая пластина используется для поляриметрических измерений [37], а также для экспериментов по измерению рентгеновского линейного дихроизма [38]. В последнем случае рентгеновское излучение с круговой поляризацией, генерируемое спиральным ондулятором, преобразуется в два ортогональных линейно поляризованных пучка фотонов с возможностью свободного вращения вектора поляризации вокруг направления излучения. Это довольно существенное преимущество для исследований поляризационнозависимой рентгеновской спектроскопией анизотропных систем, поскольку больше нет необходимости вращать кристалл в экспериментах с естественным линейным дихроизмом или изменять направление магнитного поля в магнитном линейном дихроизме. Можно легко перевернуть вектор линейной поляризации на 90° несколько раз для каждой точки сканирования. Как следствие, использование кристаллических фазовых пластинок приводит к тому, что эксперименты по рентгеновскому дихроизму становятся менее чувствительными к низкочастотной нестабильности синхротронного источника, а малые по величине дихроичные сигналы могут быть измерены с меньшей статистикой.

При выполнении магнитооптических экспериментов важно определять степень круговой поляризации монохроматизированного излучения, которая зависит не только от поляризации самого ондуляторного излучения, но также и от передачи степени поляризации всеми оптическими элементами синхротронной станции, включая монохроматор [37]. Нужно заметить, что высокая степень поляризации ондуляторного излучения, к сожалению, не сохраняется полностью после двухкристального монохроматора. Это уже продемонстрировано численным моделированием переноса степени поляризации в двухкристальном монохроматоре Si(111) [39], где наблюдается резкое снижение параметров Стокса примерно на энергии 2.8 кэВ, потому что угол Брэгга совпадает с углом Брюстера ($\Theta_B = 45^\circ$), при котором монохроматор становится идеальным линейным поляризатором ($S'_1 = 1$). Это делает магнитооптические измерения очень сложными, но все же возможными в диапазоне энергий от 3.2 до 13 кэВ [40-41]. Есть еще одна серьезная трудность: из-за различий в дифрагированных интенсивностях σ - и π -компонентов электрического поля, компонента Стокса-Пуанкаре S'_2 монохроматизированного излучения не будет равна нулю, за исключением $\Theta_B = 45^\circ$. Первоначальная степень поляризации рентгеновского излучения вряд ли может быть сохранена после двухкристального монохроматора, за исключением полностью σ - или π -поляризованных пучков. Еще больше степень поляризации монохроматизированного излучения зависит от угла Брэгга и мозаичности кристалла [42]. Таким образом, всякий раз нужно проверять, что экспериментальные результаты свободны от искусственного нефизичного сигнала, а магнитооптические спектры должны быть измерены для противоположного направления намагниченности образца. Важно отметить, что проблема переноса поляризации не столь актуальна в мягком рентгеновском диапазоне. Решетчатые или многослойные монохроматоры, работающие при скользющем падении, чаще всего используются из-за отсутствия высококачественных кристаллов с большим $2d$ -интервалом, пригодных для экспериментов ниже 2 кэВ. К сожалению, решетчатые монохроматоры имеют

довольно низкое энергетическое разрешение многослойных монохроматоров: это цена, которую приходится платить за передачу поляризации от такого вставного устройства.

Чтобы наиболее эффективно использовать возможности рентгеновского излучения в поляризационнозависимой спектроскопии, мы должны не только уметь управлять им, но и фокусировать, сохраняя при этом его свойства. Элементы рентгеновской оптики, такие как зеркала скользящего падения, зонные пластины [43] или композиционные преломляющие линзы [44], являются критически важными компонентами почти каждой спектроскопической станции и используются для получения малого фокусного пятна на образце. По сравнению с другими фокусирующими элементами преломляющие линзы обладают несколькими привлекательными характеристиками: они просты в настройке и относительно нечувствительны к «неточной» ориентации. В действительности распространено мнение, что преломляющие линзы эффективны только с фотонами высокой энергии, обычно выше 6 кэВ. Фактически же, как показала команда исследователей на ID12@ESRF, преломляющие линзы из Be могут прекрасно использоваться при более низких энергиях фотонов, по крайней мере, до 2 кэВ. Это стало возможным благодаря усовершенствованной технологии изготовления линз (RXOPTICS GmbH & Co), благодаря которой стали доступны линзы из Be с малым радиусом кривизны и очень тонкими боковыми стенками.

3. Способы детектирования

Поскольку магнитооптические эффекты (дихроизмы) - это, по существу, измерения разницы в поперечных сечениях поглощения, в принципе могут быть применены все методы детектирования, используемые для обычной спектроскопии рентгеновского поглощения. На практике используются три способа детектирования: пропускание, выход электронов и общий выход флуоресценции. В принципе, пропускание – это наиболее прямой метод детектирования, хотя его использование ограничено необходимостью получения полупрозрачных и очень однородных тонких образцов. К сожалению, практически все исследуемые материалы, представляющие интерес в настоящее время для ученых, не могут быть приготовлены в виде однородных образцов без микроотверстий с требуемой толщиной от нескольких микрон до нескольких десятков нанометров. Как справедливо написано в [45], толстые или пористые образцы имеют подавленные характеристики поглощения из-за так называемых эффектов «утечки», особенно если падающий луч содержит гармоники более высокого порядка. Этот эффект неизбежно исказил бы и магнитооптические эффекты. Более того, когда размер частиц образца больше, чем длина ослабления рентгеновского излучения на записываемом крае поглощения, то разбавление образца матрицей с низким Z не помогает. Основным преимуществом этого метода, изначально чувствительного к объему, является его нечувствительность к магнитному полю, при условии, что поле рассеяния магнита не влияет на детекторы. Однако, режим детектирования на пропускание действительно используется для исследований магнитных круговых дихроизмов в жестком рентгеновском излучении под высоким давлением [46], особенно на энергодисперсионных станциях [47-48].

В мягком рентгеновском излучении наиболее часто используется режим детектирования полного выхода электронов (TEY), при котором выход электронов напрямую

или косвенно измеряется как «фототок» электронов, текущих от земли к образцу. Известно [49], что сигнал ТЕУ пропорционален коэффициенту поглощения до тех пор, пока длина затухания входящих фотонов намного больше средней глубины выхода фотоэлектронов. Когда глубина выхода намного превышает длину затухания рентгеновского излучения, сигнал ТЕУ становится независимым от коэффициента поглощения, то есть сигнал становится насыщенным. Это происходит при измерениях образцов в скользящем падении или при максимуме белых линий в спектрах поглощения. Анализ спектров, полученных через измерение ТЕУ, которые не были скорректированы на эффекты насыщения, не позволяет выполнить оценку дихроизма и, как следствие, величин магнитных моментов. Поскольку электроны испускаются только из первых нескольких нанометров образца, этот способ детектирования сильно чувствителен к поверхностному загрязнению, но, с другой стороны, он идеально подходит для измерений на магнитных субмонослоях или адатомах [50]. Тем не менее детектирование выхода электронов может содержать и артефакты, особенно если только переключение магнитного поля используется для измерения магнитооптического сигнала.

Большим преимуществом выхода флуоресценции (FY) над общим выходом электронов является его объемная чувствительность и возможность работы в присутствии магнитного поля. Этот режим детектирования можно использовать для проведения экспериментов на очень разбавленных образцах, скрытых нанослоях, тонких пленках на подложке и объемных монокристаллах. Однако из-за гораздо большей длины затухания для фотонов рентгеновская флуоресценция FY более склонна к насыщению, и для толстых и высококонцентрированных образцов необходима коррекция спектров. Непропорциональность спектра, полученного через измерение FY, истинному коэффициенту поглощения известна давно [45] и часто неправильно называется «эффектами самопоглощения» [51]. В нескольких статьях [52-53] утверждается, что этот метод не подходит для измерения магнитооптических эффектов по крайней мере для $L_{2,3}$ -краев $3d$ -металлов, даже без учета эффектов самопоглощения. Это связано с тем, что квантовый выход рентгеновской флуоресценции различен для разных возбужденных состояний. В некоторых случаях белая линия может даже отсутствовать в спектре [54]. Однако на основе расчетов [55] было показано, что в большинстве случаев магнитооптические правила сумм, основанные на интегральных интенсивностях, все еще применимы к спектрам выхода флуоресценции. Несмотря на этот результат, все еще существует мнение [56], что не только правило сумм, связывающее интегрированный сигнал рентгеновского поглощения с числом дырок, неточно в FY, но также и правила сумм, связывающие интегрированный магнитооптический сигнал со спиновым и орбитальным моментами. Однако ситуация принципиально иная при более высоких энергиях фотонов. Упомянутый в [52] мультиплетный эффект незначителен, поскольку процесс флуоресценции не резонансен с процессом поглощения, например, в случае $L_{2,3}$ -краев $4d$ -металлов поглощение обусловлено переходами $2p \rightarrow 4d$, тогда как переходы $3d \rightarrow 2p$ в значительной степени доминируют над выходом флуоресценции. Поэтому разумно предположить, что квантовый выход флуоресценции не зависит от энергии возбуждающих фотонов. Следовательно, измерения общего выхода флуоресценции как функции энергии падающего фотона являются косвенным способом измерения поперечного сечения поглощения,

поскольку измеряется вероятность создания фотоном внутренней дырки. Чтобы восстановить спектр поглощения из полученного сигнала флуоресценции, последний необходимо скорректировать с учетом различных фоновых вкладов (флуоресценция внешних электронных оболочек и матрицы, а также когерентное и некогерентное рассеяние), угла падения рентгеновского излучения и телесного угла детектора [58-59]. Эти поправки работают на удивление хорошо даже в таком трудном случае, как края $M_{4,5}$ урана [60]. Важно подчеркнуть, что поправка на самопоглощение не является проблемой для измерений, проводимых при фиксированной энергии фотонов, таких как элементно-чувствительные кривые намагничивания [61] или рентгеновское детектирование ферромагнитного резонанса [62].

Можно выделить необходимые детекторы, которые должны использоваться на предлагаемой станции: кремниевые фотодиоды, энергодисперсионные детекторы. Стоит отметить, что кремниевые фотодиоды выбраны из-за темнового тока, низкого по сравнению с германиевыми. Тем не менее, температурный темновой ток может быть, избавиться от зависящего от температуры темнового тока можно, например, используя метод синхронного детектирования, основанный на прямоугольной модуляции рентгеновского луча с использованием частотного прерывателя излучения.

4. Требования к вспомогательному оборудованию с обоснованием

За последние пару десятилетий поляризационнозависимая рентгеновская спектроскопия превратилась в универсальный метод, позволяющий изучать уникальные магнитооптические эффекты (XMLD, XMCD, XNCD, XnrLD, XM χ D). Обычно большой интерес ученых привлекает наиболее известный метод XMCD, который обычно применяется для изучения ферро- и ферримагнитных систем, и лишь небольшое количество исследований было выполнено на парамагнитных соединениях. Частично это связано с тем, что на синхротронных станциях недоступно достаточно сильное магнитное поле для намагничивания парамагнитных или даже антиферромагнитных материалов. Чтобы в полной мере воспользоваться преимуществами измерений магнитооптических эффектов (рентгеновских дихроизмов) для детальной и количественной характеристики сложных многокомпонентных магнитных материалов, необходима возможность приложения магнитного поля, причём с быстрой скоростью. Обычно экспериментальные синхротронные станции для экспериментов с XMCD оснащены электромагнитом, создающим магнитное поле между 2-3 Тл. Однако сильное и быстроменяющееся магнитное поле является крайне важным параметром для изучения новых явлений (например, XM χ D [63]) в функциональных магнитных материалах. Внешнее магнитное поле должно быть сопоставимо с величиной основных энергий магнитного взаимодействия. Обычно для этого требуются магнитные поля выше 9 Тл. Кроме того, новые применения магнетизма появились в таких областях, как химия, биология, науки о Земле и окружающей среде, где образцы демонстрируют именно парамагнитные свойства. Однако для измерения магнитооптических явлений, таких как XMCD, потребуется не только сильное магнитное поле, но и очень низкие температуры. Связано это с тем, что ключ к пониманию фундаментальных свойств материи находится именно при низких температурах, т.е. в условиях, когда тепловые колебания не скрывают

низкоэнергетических взаимодействий и открывается поле квантовых кооперативных явлений, не имеющих аналогов в классической физике. Многие современные XMCD-станции оснащены сильнополюсными и векторными магнитами, позволяющими применять внешнее магнитное поле порядка 10 Тл [64]. Тем не менее уже была продемонстрирована возможность использования импульсного магнита для экспериментов с XMCD в полях больше 25 Тл [65-66]. Наибольшее статическое магнитное поле, которое доступно в настоящее время для XMCD-экспериментов, составляет 17 Тл [67]. Эта экспериментальная магнитная система на основе 52-миллиметрового соленоида с холодным каналом, создающем горизонтальное магнитное поле, эксплуатируется в условиях высокого вакуума ($<10^{-7}$ мбар) и установлена на станции ID12@ESRF [37]. Сверхпроводящий магнит имеет два порта доступа вдоль оси поля: один для входящего рентгеновского излучения и детектора, а другой - для криостата. Сверхпроводящий соленоид, разработанный фирмой Cryogenic Ltd, имеет однородность поля в месте расположения образца лучше 0.1% в сферическом объеме диаметром 10 мм. Специально разработанный немагнитный криостат, изготовленный на базе синхротрона ESRF сотрудниками Sample Environment Support Group [37], позволяет регулировать температуру на образце в диапазоне от 2.05 К до 325 К. Но, конечно же, этого недостаточно для изучения, например, мономолекулярных магнитов, демонстрирующих квантовое спиновое туннелирование. Чтобы полностью охарактеризовать магнитные свойства такой уникальной системы, XMCD-измерения должны проводиться при температурах значительно ниже 1 К, и только очень немногие синхротронные станции предлагают такую возможность. Одной из таких наиболее совершенных доступных установок является, недавно разработанная [68]. Этот магнит оборудован рефрижератором разбавления ^3He - ^4He , позволяющим достигать низких температур до 20 мК. Особенностью этой системы является то, что она окружена сверхпроводящей разделенной катушкой на 7 Тл и полностью совместима со сверхвысоким вакуумом, необходимым для измерений XMCD-не только в мягком рентгеновском диапазоне. В обычных условиях на образце и переключением магнитной индукции были достигнуты низкие температуры до 200 мК, хотя и без термостабилизации. На уровне около 300 мК температура может поддерживаться постоянной в течение более 20 часов. Нужно также отметить, что криомагнит должен быть установлен на полностью моторизованном столе с дополнительным вращением вокруг его вертикальной оси. Эта опция необходима всякий раз, когда образец демонстрирует дифракционные пики в интересующем диапазоне энергий или для установки направления магнитного поля, перпендикулярного волновому вектору пучка: такая конфигурация требуется для экспериментов по рентгеновскому магнитному линейному дихроизму или для исследований поперечного XMCD. Кроме наличия экстремальных условий проведения измерений на образцах, важно и наличие высокоточных механических систем на станции для держателей образцов и/или магнитных систем. Подобные возможности необходимы не только для характеристики образцов, но и для развития новых методик [5, 69].

Заключение, перспективы

Методы изучения магнитооптических эффектов в рентгеновском диапазоне частот обладают уникальными возможностями, присущими спектроскопии рентгеновского поглощения, такими как элементная селективность и орбитальная чувствительность. В наши

дни исследовательские станции для измерения XMCD-спектров встречаются практически на каждой современной синхротронной установке. При этом на таких станциях в условиях мягкого [70] и жесткого [71] рентгеновского излучения предлагается довольно широкое разнообразие экспериментальных условий для образцов, включая сильные магнитные поля, низкие и/или сверхнизкие температуры, сверхвысокое давление и т. д.

Мы предлагаем разработать специализированную станцию для исследований методами поляризационнозависимой спектроскопии рентгеновского поглощения со всеми преимуществами жёсткого рентгеновского излучения (*tender and hard x-rays*), работающую в широком диапазоне энергий с возможностью исследовать *K*- (*s-p*), *L*- (*p-d*) и *M*-края (*d-f*) элементов от P до Sr, от Y до Bi, включая лантаноиды, а также актиноиды от Th до Cm, соответственно: *3d*, диапазон 5-11 кэВ; *4d*, диапазон 2-4 кэВ; *4f*, диапазон 5.5-10 кэВ; *5d*, диапазон 9-14 кэВ; *5f*, диапазон 3.3-5 кэВ. Явным преимуществом специализированной станции жесткого рентгеновского излучения по сравнению с эквивалентом мягкого рентгеновского излучения является то, что в первом случае измерения магнитооптических эффектов (XMLD, XMCD, XNCD, XnrLD, XM χ D) и структурный анализ с помощью EXAFS могут выполняться одновременно. Это открывает возможность комбинировать структурную и магнитную информацию.

Предлагается, что рентгеновское излучение с круговой или линейной поляризацией будет генерироваться с помощью спиральных ондуляторов (например, HELIOS-II, APPLE-II или EMRHU), вставленных в одну из прямолинейных секций синхротрона и оптимизированных так, чтобы дополнять друг друга (необходимо рассмотреть также устройства с минимальным временем смены циркулярных поляризаций с левой на правую). Использование циркулярно поляризованного излучения напрямую от вставных устройств позволит избежать усложнения оптической схемы станции, сделать генерацию излучения более простой и быстрой, а в случаях, когда двухкристальный монохроматор Si(111) выступает как линейный поляризатор (на угле Брюстера), использовать Si или C фазовые пластинки. Кроме того, такой подход позволит сконцентрироваться больше на решении научных задач, на физике, на создании экстремальных условий на самом образце. Для достижения малого фокусного пятна, которое обеспечит хорошее пространственное разрешение при выполнении картирования неоднородных и композитных материалов, предлагается использовать составные преломляющие линзы. Мы предлагаем использовать флуоресцентные кремниевые детекторы как мониторы интенсивности или мониторы положения пучка из-за их высокой эффективности, быстрого времени отклика, линейности характеристик, нечувствительности к магнитным полям. При проектировании конкурентноспособной на мировом уровне специализированной станции необходимо создать условия для использования не только сильных магнитных полей (выше 20 Тл, включая *fast ramping superconducting magnets*), но и очень низких температур, так как ключ к пониманию фундаментальных свойств материи находится именно при низких температурах (от 0.1 К и выше). При планировании станции следует учитывать потребности в пространстве и базовой инфраструктуре (включая линии подачи жидкого гелия, газов, электроэнергии и т. д.). Мы уверены, что именно такой подход необходим и в перспективе приведёт к созданию новых материалов с управляемыми электронными и магнитными переходами, существующими при

комнатной температуре и выше [8], к решению новых задач науки, а также к решению соответствующих задач в космической, атомной и других областях.

Список цитируемой литературы

- [1] van der Laan, G., Thole, B.T., Sawatzky, G.A., Goedkoop, J.B., Fuggle, J.C., Esteva, J.M., Karnatak, R., Remeika, J.P. and Dabkowska, H.A., 1986. Experimental proof of magnetic x-ray dichroism. *Physical Review B*, 34(9), p.6529.
- [2] Thole, B.T., Van der Laan, G. and Sawatzky, G.A., 1985. Strong magnetic dichroism predicted in the $M_{4,5}$ X-ray absorption spectra of magnetic rare-earth materials. *Physical review letters*, 55(19), p.2086.
- [3] Goulon, J., Goulon-Ginet, C., Rogalev, A., Gotte, V., Malgrange, C., Brouder, C. and Natoli, C.R., 1998. X-ray natural circular dichroism in a uniaxial gyrotropic single crystal of LiIO_3 . *The Journal of chemical physics*, 108(15), pp.6394-6403.
- [4] Alagna, L., Prosperi, T., Turchini, S., Goulon, J., Rogalev, A., Goulon-Ginet, C., Natoli, C.R., Peacock, R.D. and Stewart, B., 1998. X-ray natural circular dichroism. *Physical review letters*, 80(21), p.4799.
- [5] Platunov, M.S., Gudim, I.A., Ovchinnikova, E.N., Kozlovskaya, K.A., Wilhelm, F., Rogalev, A., Hen, A., Ivanov, V.Y., Mukhin, A.A. and Dmitrienko, V.E., 2021. X-ray Natural Circular Dichroism Imaging of Multiferroic Crystals. *Crystals*, 11(5), p.531
- [6] Goulon, J., Rogalev, A., Goulon-Ginet, C., Benayoun, G., Paolasini, L., Brouder, C., Malgrange, C. and Metcalf, P.A., 2000. First observation of nonreciprocal X-ray gyrotropy. *Physical review letters*, 85(20), p.4385.
- [7] Goulon, J., Rogalev, A., Wilhelm, F., Goulon-Ginet, C., Carra, P., Cabaret, D. and Brouder, C., 2002. X-ray magnetochiral dichroism: A new spectroscopic probe of parity nonconserving magnetic solids. *Physical review letters*, 88(23), p.237401.
- [8] Perlepe, P., Oyarzabal, I., Mailman, A., Yquel, M., Platunov, M., Dovgaliuk, I., Rouzières, M., Négrier, P., Mondieig, D., Suturina, E.A. and Dourges, M.A., 2020. Metal-organic magnets with large coercivity and ordering temperatures up to 242°C. *Science*, 370(6516), pp.587-592.
- [9] Thole, B.T., Carra, P., Sette, F. and van der Laan, G., 1992. X-ray circular dichroism as a probe of orbital magnetization. *Physical review letters*, 68(12), p.1943.
- [10] Carra, P., Thole, B.T., Altarelli, M. and Wang, X., 1993. X-ray circular dichroism and local magnetic fields. *Physical Review Letters*, 70(5), p.694.
- [11] Bruno, P., 1989. Tight-binding approach to the orbital magnetic moment and magnetocrystalline anisotropy of transition-metal monolayers. *Physical Review B*, 39(1), p.865.
- [12] Nagaosa, N., Sinova, J., Onoda, S., MacDonald, A.H. and Ong, N.P., 2010. Anomalous hall effect. *Reviews of modern physics*, 82(2), p.1539.

- [13] Miron, I.M., Gaudin, G., Auffret, S., Rodmacq, B., Schuhl, A., Pizzini, S., Vogel, J. and Gambardella, P., 2010. Current-driven spin torque induced by the Rashba effect in a ferromagnetic metal layer. *Nature materials*, 9(3), pp.230-234.
- [14] Cheong, S.W. and Mostovoy, M., 2007. Multiferroics: a magnetic twist for ferroelectricity. *Nature materials*, 6(1), pp.13-20.
- [15] Hasan, M.Z. and Kane, C.L., 2010. Colloquium: topological insulators. *Reviews of modern physics*, 82(4), p.3045.
- [16] Moore, K.T. and van der Laan, G., 2009. Nature of the $5f$ states in actinide metals. *Reviews of Modern Physics*, 81(1), p.235.
- [17] Santini, P., Carretta, S., Amoretti, G., Caciuffo, R., Magnani, N. and Lander, G.H., 2009. Multipolar interactions in f -electron systems: The paradigm of actinide dioxides. *Reviews of Modern Physics*, 81(2), p.807.
- [18] Curro, N.J., Caldwell, T., Bauer, E.D., Morales, L.A., Graf, M.J., Bang, Y., Balatsky, A.V., Thompson, J.D. and Sarrao, J.L., 2005. Unconventional superconductivity in PuCoGa_5 . *Nature*, 434(7033), pp.622-625.
- [19] Mydosh, J.A. and Oppeneer, P.M., 2011. Colloquium: Hidden order, superconductivity, and magnetism: The unsolved case of URu_2Si_2 . *Reviews of Modern Physics*, 83(4), p.1301.
- [20] S. Saxena et al., *Nature* 406, 587 (2000).
- [21] Lander, G.H., 1991. Spin and orbital magnetic moments in actinide compounds. *Physica Scripta*, 44(1), p.33.
- [22] Dos Reis, R.D., Veiga, L.S.I., Escanhoela Jr, C.A., Lang, J.C., Joly, Y., Gandra, F.G., Haskel, D. and Souza-Neto, N.M., 2017. Unraveling $5f$ - $6d$ hybridization in uranium compounds via spin-resolved L -edge spectroscopy. *Nature communications*, 8(1), pp.1-6.
- [23] Schütz, G., Wagner, W., Wilhelm, W., Kienle, P., Zeller, R., Frahm, R. and Materlik, G., 1987. Absorption of circularly polarized x rays in iron. *Physical review letters*, 58(7), p.737.
- [24] Chen, C.T., Sette, F., Ma, Y. and Modesti, S., 1990. Soft-x-ray magnetic circular dichroism at the $L_{2,3}$ edges of nickel. *Physical Review B*, 42(11), p.7262.
- [25] Elleaume, P., 1994. Helios: a new type of linear/helical undulator. *Journal of synchrotron radiation*, 1(1), pp.19-26.
- [26] Sasaki, S., Kakuno, K., Takada, T., Shimada, T., Yanagida, K.I. and Miyahara, Y., 1993. Design of a new type of planar undulator for generating variably polarized radiation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 331(1-3), pp.763-767.
- [27] Kitegi, C., 2008. Development of a cryogenic permanent magnet undulator at the ESRF (Doctoral dissertation, Université Joseph-Fourier-Grenoble I).
- [28] Rogalev, A., Goulon, J., Benayoun, G., Elleaume, P., Chavanne, J., Penel, C. and Van Vaerenbergh, P., 1999, November. Hybrid electromagnet/permanent magnet helical undulator: first

results. In X-Ray Optics Design, Performance, and Applications (Vol. 3773, pp. 275-283). International Society for Optics and Photonics.

[29] Tsuchiya, K., Shioya, T., Aoto, T., Harada, K., Obina, T., Sakamaki, M. and Amemiya, K., 2013, March. Operation of a fast polarization-switching source at the Photon Factory. In Journal of Physics: Conference Series (Vol. 425, No. 13, p. 132017). IOP Publishing.

[30] Goulon J, Brookes NB, Gauthier C, Goedkoop J, Goulon-Ginet C, Hagelstein M, Rogalev A. Instrumentation development for ESRF beamlines. Physica B: Condensed Matter. 1995 Mar 1;208:199-202.

[31] Belyakov, V.A. and Dmitrienko, V.E., 1989. Polarization phenomena in X-ray optics of synchrotron radiation. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 282(2-3), pp.526-528.

[32] Giles, C., Malgrange, C., Goulon, J., De Bergevin, F., Vettier, C., Dartyge, E., Fontaine, A., Giorgetti, C. and Pizzini, S., 1994. Energy-dispersive phase plate for magnetic circular dichroism experiments in the X-ray range. Journal of applied crystallography, 27(3), pp.232-240.

[33] Hirano, K. and Maruyama, H., 1997. Application of an X-ray transmission phase plate to measurements of X-ray magnetic circular dichroism. Japanese journal of applied physics, 36(9A), p.L1272.

[34] Suzuki, M., Kawamura, N., Mizumaki, M., Urata, A., Maruyama, H., Goto, S. and Ishikawa, T., 1998. Helicity-modulation technique using diffractive phase retarder for measurements of x-ray magnetic circular dichroism. Japanese journal of applied physics, 37(12A), p.L1488.

[35] Haskel, D., Tseng, Y.C., Lang, J.C. and Sinogeikin, S., 2007. Instrument for x-ray magnetic circular dichroism measurements at high pressures. Review of Scientific Instruments, 78(8), p.083904.

[36] Bouchenoire, L., Brown, S.D., Thompson, P., Cain, M.G., Stewart, M. and Cooper, M.J., 2007, January. Development of a novel piezo driven device for fast helicity reversal experiments on the XMaS Beamline. In AIP Conference Proceedings (Vol. 879, No. 1, pp. 1679-1682). American Institute of Physics.

[37] Rogalev, A., Goulon, J., Goulon-Ginet, C. and Malgrange, C., 2001. Instrumentation developments for polarization dependent x-ray spectroscopies. In Magnetism and Synchrotron Radiation (pp. 60-86). Springer, Berlin, Heidelberg.

[38] Ney, A., Opel, M., Kaspar, T.C., Ney, V., Ye, S., Ollefs, K., Kammermeier, T., Bauer, S., Nielsen, K.W., Goennenwein, S.T.B. and Engelhard, M.H., 2010. Advanced spectroscopic synchrotron techniques to unravel the intrinsic properties of dilute magnetic oxides: the case of Co:ZnO. New journal of physics, 12(1), p.013020.

[39] Rogalev, A., Ollefs, K. and Wilhelm, F., 2016. X-ray magnetic circular dichroism. X-Ray Absorption and X-Ray Emission Spectroscopy: Theory and Applications, pp.671-694.

[40] Brossard, S., Volatron, F., Lisnard, L., Arrio, M.A., Catala, L., Mathonière, C., Mallah, T., Cartier dit Moulin, C., Rogalev, A., Wilhelm, F. and Smekhova, A., 2012. Investigation of the

photoinduced magnetization of Copper octacyanomolybdates nanoparticles by X-ray Magnetic Circular Dichroism. Journal of the American Chemical Society, 134(1), pp.222-228.

[41] V.M.T.S. Barthem, A. Rogalev, F. Wilhelm et al. (2012) Spin fluctuations of paramagnetic rh clusters revealed by x-ray magnetic circular dichroism, Phys. Rev. Lett., 109, 197204.

[42] Dmitrienko, V.E. and Belyakov, V.A., 1980. On the polarization of X-rays diffracted in mosaic crystals. Acta Crystallographica Section A: Crystal Physics, Diffraction, Theoretical and General Crystallography, 36(6), pp.1044-1050.

[43] Schmahl, G. and Rudolph, D., 1969. High power zone plates as image forming systems for soft X-rays. Optik, 29, pp.577-585.

[44] Snigirev, A., Kohn, V., Snigireva, I. and Lengeler, B., 1996. A compound refractive lens for focusing high-energy X-rays. Nature, 384(6604), pp.49-51.

[45] Goulon, J., Goulon-Ginet, C., Cortès, R. and Dubois, J.M., 1982. On experimental attenuation factors of the amplitude of the EXAFS oscillations in absorption, reflectivity and luminescence measurements. Journal de Physique, 43(3), pp.539-548.

[46] Van Bokhoven, J.A. and Lamberti, C., 2016. X-ray absorption and X-ray emission spectroscopy: theory and applications (Vol. 1). John Wiley & Sons.

[47] Mathon, O., Kantor, I. and Pascarelli, S., 2016. Time-resolved XAS using an energy dispersive spectrometer: techniques and applications. X-Ray Absorption and X-Ray Emission Spectroscopy: Theory and Applications, 1.

[48] Torchio, R., Mathon, O. and Pascarelli, S., 2014. XAS and XMCD spectroscopies to study matter at high pressure: probing the correlation between structure and magnetism in the 3d metals. Coordination Chemistry Reviews, 277, pp.80-94.

[49] Gudat, W. and Kunz, C., 1972. Close similarity between photoelectric yield and photoabsorption spectra in the soft-x-ray range. Physical Review Letters, 29(3), p.169.

[50] Gambardella, P., Dhési, S.S., Gardonio, S., Grazioli, C., Ohresser, P. and Carbone, C., 2002. Localized magnetic states of Fe, Co, and Ni impurities on alkali metal films. Physical review letters, 88(4), p.047202.

[51] Eisebitt, S., Böske, T., Rubensson, J.E. and Eberhardt, W., 1993. Determination of absorption coefficients for concentrated samples by fluorescence detection. Physical Review B, 47(21), p.14103.

[52] De Groot, F.M.F., Arrio, M.A., Sainctavit, P., Cartier, C. and Chen, C.T., 1994. Fluorescence yield detection: Why it does not measure the X-ray absorption cross section. Solid State Communications, 92(12), pp.991-995.

[53] Hague, C.F., Mariot, J.M., Guo, G.Y., Hricovini, K. and Krill, G., 1995. Coster-Kronig contributions to magnetic circular dichroism in the $L_{2,3}$ X-ray fluorescence of iron. Physical Review B, 51(2), p.1370.

[54] Pompa, M., Flank, A.M., Lagarde, P., Rife, J.C., Stekhin, I., Nakazawa, M., Ogasawara, H. and Kotani, A., 1997. Experimental and theoretical comparison between absorption, total electron yield, and fluorescence spectra of rare-earth M_5 edges. *Physical Review B*, 56(4), p.2267.

[55] van Veenendaal, M., Goedkoop, J.B. and Thole, B.T., 1996. Polarized x-ray fluorescence as a probe of ground state properties. *Physical review letters*, 77(8), p.1508.

[56] van der Laan, G. and Figueroa, A.I., 2014. X-ray magnetic circular dichroism—A versatile tool to study magnetism. *Coordination Chemistry Reviews*, 277, pp.95-129.

[57] De Groot, F.M.F., Arrio, M.A., Saintavit, P., Cartier, C. and Chen, C.T., 1994. Fluorescence yield detection: Why it does not measure the X-ray absorption cross section. *Solid State Communications*, 92(12), pp.991-995.

[58] Tröger, L., Arvanitis, D., Baberschke, K., Michaelis, H., Grimm, U. and Zschech, E., 1992. Full correction of the self-absorption in soft-fluorescence extended X-ray-absorption fine structure. *Physical Review B*, 46(6), p.3283.

[59] Pfalzer, P., Urbach, J.P., Klemm, M., Horn, S., Frenkel, A.I. and Kirkland, J.P., 1999. Elimination of self-absorption in fluorescence hard-x-ray absorption spectra. *Physical Review B*, 60(13), p.9335.

[60] Wilhelm, F., Jaouen, N., Rogalev, A., Stirling, W.G., Springell, R., Zochowski, S.W., Beesley, A.M., Brown, S.D., Thomas, M.F., Lander, G.H. and Langridge, S., 2007. X-ray magnetic circular dichroism study of uranium/iron multilayers. *Physical Review B*, 76(2), p.024425.

[61] Dumesnil, K., Dufour, C., Mangin, P. and Rogalev, A., 2002. Magnetic springs in exchange-coupled $DyFe_2/YFe_2$ superlattices: An element-selective x-ray magnetic circular dichroism study. *Physical Review B*, 65(9), p.094401.

[62] Goulon, J., Rogalev, A., Wilhelm, F., Goulon-Ginet, C. and Goujon, G., 2007. Element-selective X-ray detected magnetic resonance: A novel application of synchrotron radiation. *Journal of synchrotron radiation*, 14(3), pp.257-271.

[63] Mitcov, D., Platonov, M., Buch, C.D., Reinholdt, A., Døssing, A.R., Wilhelm, F., Rogalev, A. and Piligkos, S., 2020. Hard X-ray magnetochiral dichroism in a paramagnetic molecular 4f complex. *Chemical science*, 11(31), pp.8306-8311.

[64] Wilhelm, F., 2013. Magnetic materials probed with polarized X-ray spectroscopies. *Synchrotron Radiation News*, 26(6), pp.2-5.

[65] Mathon, O., Van Der Linden, P., Neisius, T., Sikora, M., Michalik, J.M., Ponchut, C., De Teresa, J.M. and Pascarelli, S., 2007. XAS and XMCD under high magnetic field and low temperature on the energy-dispersive beamline of the ESRF. *Journal of synchrotron radiation*, 14(5), pp.409-415.

[66] Matsuda, Y.H., Ouyang, Z.W., Nojiri, H., Inami, T., Ohwada, K., Suzuki, M., Kawamura, N., Mitsuda, A. and Wada, H., 2009. X-ray magnetic circular dichroism of a valence fluctuating state in Eu at high magnetic fields. *Physical review letters*, 103(4), p.046402.

- [67] Rogalev, A. and Wilhelm, F., 2013. X-ray magnetic circular dichroism under high magnetic field. *Synchrotron Radiation News*, 26(6), pp.33-36.
- [68] Kappler, J.P., Otero, E., Li, W., Joly, L., Schmerber, G., Muller, B., Scheurer, F., Leduc, F., Gobaut, B., Poggini, L. and Serrano, G., 2018. Ultralow-temperature device dedicated to soft X-ray magnetic circular dichroism experiments. *Journal of synchrotron radiation*, 25(6), pp.1727-1735.
- [69] Seki, S., Suzuki, M., Ishibashi, M., Takagi, R., Khanh, N.D., Shiota, Y., Shibata, K., Koshibae, W., Tokura, Y. and Ono, T., 2021. Direct visualization of the three-dimensional shape of skyrmion strings in a noncentrosymmetric magnet. *Nature materials*, pp.1-7.
- [70] Van der Laan, G., 2013, April. Applications of soft x-ray magnetic dichroism. In *Journal of Physics: conference series* (Vol. 430, No. 1, p. 012127). IOP Publishing.
- [71] Fischer, P., Kim, D.H., Chao, W., Liddle, J.A., Anderson, E.H. and Attwood, D.T., 2006. Soft X-ray microscopy of nanomagnetism. *Materials Today*, 9(1-2), pp.26-33.

Научное издание

ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ ИНФРАСТРУКТУРА
СИБИРСКОГО КОЛЬЦЕВОГО ИСТОЧНИКА ФОТОНОВ «СКИФ»

Том 3

УСТРОЙСТВА ГЕНЕРАЦИИ И ФРОНТЕНДЫ,
СИСТЕМЫ УПРАВЛЕНИЯ И ИТ-ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ
СТАНЦИЙ ПЕРВОЙ ОЧЕРЕДИ; ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЕ ПРОЕКТЫ
ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ СТАНЦИЙ ВТОРОЙ ОЧЕРЕДИ

Составитель **Зубавичус Ян Витаутасович**

Обложка: А. М. Ершова

Подписано в печать 28.10.2022. Формат 60x90 1/8. Усл. печ. л. 43,06.
Тираж 30 экз. Заказ № 330.

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