

УДК 621.384

## КОНЦЕПТУАЛЬНЫЙ ДИЗАЙН СТАНЦИИ “МИКРОФОКУС” ИСТОЧНИКА СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ “СКИФ”

© 2019 г. С. В. Ращенко<sup>1, 2, 3, \*</sup>, А. В. Дарьин<sup>1</sup>, Я. В. Ракшун<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева СО РАН, Новосибирск, Россия

<sup>2</sup>Новосибирский государственный университет, Новосибирск, Россия

<sup>3</sup>Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, Новосибирск, Россия

\*E-mail: rashchenko@igm.nsc.ru

В работе предложена концепция пользовательской станции для источника синхротронного излучения нового поколения, предназначенной для исследования состава и структуры обширного ряда материалов с высоким (до субмикронного) пространственным разрешением.

DOI: 10.1134/S0367676519020236

### ВВЕДЕНИЕ

Последние достижения ускорительной техники, позволяющие конструировать накопительные кольца для источников синхротронного излучения (СИ) с минимальным эмиттансом (diffraction-limited storage rings) [1, 2], в сочетании с развитием рентгеновской оптики открывают для пользовательских станций ряд новых возможностей, связанных с уменьшением размера и повышением когерентности пучка СИ. В связи с этим многие зарубежные источники СИ в ближайшие годы готовятся к реконструкции накопительных колец с целью уменьшения эмиттанса. В сложившейся ситуации, однако, явное конкурентное преимущество получают созданные в ближайшие 5–7 лет новые источники СИ с минимальным эмиттансом, на которых пользовательские станции будут изначально оптимизированы для максимально эффективного использования пучков с улучшенными характеристиками. К таким источникам относится запущенный в 2016 г. “MAX IV” (Швеция), строящийся “SIRIUS” (Бразилия), а также отечественные проекты “ИССИ-4” и “СКИФ”. В данной работе представлен дизайн пользовательской станции “Микрофокус”, предназначенной для изучения состава и структуры обширного ряда материалов с помощью сфокусированных пучков СИ.

### 1. ИСТОЧНИК СИ

Проектом “СКИФ” предусматривается создание накопительного кольца с периметром 477 м для пучка электронов с энергией 3 ГэВ и горизонтальным эмиттансом не более  $186 \text{ пм} \cdot \text{рад}$  при токе 0.4 А [3]. В качестве вставного устрой-

ства – источника СИ для станции “Микрофокус” планируется использовать сверхпроводящий ондулятор с магнитным периодом 18 мм, межполюсным зазором 8 мм и общей длиной 2.3 м [4]. В основном режиме магнитное поле в ондуляторе будет составлять 1.36 Тл (параметр ондуляторности  $K = 2.29$ ), обеспечивая генерацию СИ на гармониках, кратных 1.31 кэВ (см. табл. 1). Для исследований будут задействоваться гармоники в диапазоне 5–25 кэВ (с 5-й по 17-ю), дающие поток фотонов от  $4 \cdot 10^{18} \text{ фотон} \cdot \text{с}^{-1} \cdot \text{мрад}^{-2}$  (для 5-й гармоники) до  $9 \cdot 10^{17} \text{ фотон} \cdot \text{с}^{-1} \cdot \text{мрад}^{-2}$  (для 17-й гармоники). Для работы в диапазоне 25–40 кэВ возможно смещение спектра в высокоэнергетическую область путем увеличения магнитного поля в ондуляторе. Также изменение магнитного поля будет использоваться для режима сканирования по энергии.

### 2. РЕНТГЕНОВСКАЯ ОПТИКА

#### 2.1. Разделение и монохроматизация пучка СИ

Эффективное использование спектра вставного устройства предполагает возможность *одновременного* проведения на станции нескольких экспериментов путем распределения компонентов спектра СИ между различными секциями станции с помощью рентгеновской оптики. Данный подход был впервые реализован на станции “TROIKA” источника СИ “ESRF” [6] за счет использования двух “полупрозрачных” алмазных монохроматоров, отражающих излучение с фиксированными длинами волн в две боковые секции станции и пропускающих оставшуюся часть спектра вставного устройства на третью секцию, установленную на прямом пучке. В настоящее

**Таблица 1.** Гармоники (нечетные) основного режима ( $K = 2.29$ ) сверхпроводящего ондулятора станции “Микрофокус” (пояснения в тексте). Величины  $\mu_D$  и  $\delta_{Be}$  приведены по Хенке и др. (1993) [5]

№	$E$ , кэВ	$\lambda$ , Å	$\mu_D$ , мм	$I/I_0$	$\delta_{Be}$	$f$ , м	$L_2$ , м	$\sigma'/\sigma'_0$	
1	1.31	9.47			$2.03 \cdot 10^{-4}$	0.5	0.5		Не используется
3	3.93	3.16			$2.21 \cdot 10^{-5}$	4.5	5		Не используется
5	6.55	1.89			$7.95 \cdot 10^{-6}$	12.5	25		Секция 1.1 “Макромолекулярная кристаллография”
7	9.16	1.35	0.992	0.28	$4.06 \cdot 10^{-6}$	24.5	1145		Секция 3 “Элементарный анализ и экстремальные условия”
9	11.78	1.05	2.125	0.55	$2.46 \cdot 10^{-6}$	40.5	-65	0.38	Секция 3
11	14.40	0.86	3.733	0.94*	$1.64 \cdot 10^{-6}$	60.5	-43	0.59	Секция 2 “Гамма-резонанс”
13	17.02	0.73	5.646	0.88**	$1.18 \cdot 10^{-6}$	84.5	-36	0.70	Секция 1.2 “Макромолекулярная кристаллография”
15	19.64	0.63	7.594	0.84	$8.83 \cdot 10^{-7}$	112.6	-32	0.78	Секция 3
17	22.25	0.56	9.405	0.87	$6.88 \cdot 10^{-7}$	144.5	-30	0.83	Секция 3

\* После прохождения через 1-й монохроматор.

\*\* После прохождения через 1-й и 2-й монохроматоры.

время подобная схема функционирует на станции “MASSIF” того же источника СИ.

На станции “Микрофокус” планируется установка трех алмазных монохроматоров по Брэггу, представляющих собой пластинки толщиной около 100 мкм, параллельные плоскости (111), которые будут отводить на боковые секции 5-ю (6.55 кэВ/1.89 Å), 11-ю (14.40 кэВ/0.86 Å) и 13-ю (17.02 кэВ/0.73 Å) гармоники спектра вставного устройства под углами 55°, 24° и 20° соответственно (рис. 1). Путь пучка через эти монохроматоры составит ≈220, 480 и 580 мкм соответственно. Поглощение 11-й гармоники при прохождении через первый монохроматор составит ≈6%, 13-й гармоники при прохождении через первый и второй монохроматоры – 12%. Из рабочих гармоник, задействованных на секции, расположенной на прямом пучке, после прохождения через “полупрозрачные” монохроматоры наиболее сильно ослабятся среднеэнергетические 7-я и 9-я (72 и 45% поглощения соответственно), тогда как поглощение высокоэнергетических гармоник не будет превышать 16%. Более подробная информация (длина ослабления в  $e$  раз при прохождении через алмаз  $\mu_D$  и интенсивность после прохождения через монохроматоры  $I/I_0$ ) приведена в табл. 1.

Поскольку максимальная интенсивность отраженного излучения наблюдается в плоскости, перпендикулярной плоскости поляризации исходного пучка, для увеличения потока фотонов

на боковые секции имеет смысл предпочесть вертикальную поляризацию пучка СИ (т.е. установить ондулятор, направив магнитное поле в нем горизонтально). Последнее также существенно упростит проведение на станции дифракционных экспериментов, требующих охвата больших областей обратного пространства.

Использование алмазных монохроматоров обусловлено не только их прозрачностью в рентгеновском диапазоне, но и высокой теплопроводностью, необходимой для рассеяния теплового потока, возникающего при воздействии на монохроматор пучка СИ общей мощностью около 10 кВт и сечением менее 1 мм. Для улучшения теплоотвода пластинка монохроматора закрепляется на рамке, также изготовленной из алмаза [7]. Благодаря успехам в выращивании высококачественных синтетических алмазов с большими (несколько миллиметров) бездефектными областями, достигнутым в таких организациях как



**Рис. 1.** Схема расположения “полупрозрачных” монохроматоров станции “Микрофокус” (вид сверху).

ТИСНУМ (Троицк) [8], Нью Даймонд Технолоджи (Санкт-Петербург) [9] и ИГМ СО РАН (Новосибирск) [10] создание подобных монохроматоров сегодня возможно полностью на отечественной базе.

Пучки, отведенные на боковые секции монохроматорами 1 и 3 будут очищаться от высших гармоник зеркалами либо разъюстировкой монохроматоров. Для секции, расположенной на прямом пучке, монохроматизация и очистка от гармоник будут осуществляться с помощью двукристалльного кремниевого (111) монохроматора с фиксированным выходом.

## 2.2. Фокусировка пучка СИ

Поскольку малый эмиттанс накопительного кольца обеспечивает малые размер и расходимость пучка СИ (порядка 10 мкм и 10 мкрад, соответственно), диаметр пучка не будет превышать 1 мм на всех доступных расстояниях от источника (около 70 м). Тем не менее, для успешного решения поставленных пользовательских задач неизбежно потребуется дополнительная фокусировка пучка СИ вплоть до субмикронных размеров. На источниках СИ 3-го поколения для фокусировки средне- и высокоэнергетического излучения использовались отражающая (рефлективная) оптика в виде двух взаимно перпендикулярных рентгеновских зеркал, имеющих форму эллиптических или параболических цилиндров [11], либо преломляющая (рефрактивная) оптика, представляющая собой серию двояковогнутых миниатюрных линз из слабопоглощающего материала с поверхностью в форме параболического цилиндра либо параболоида вращения [12]. Недостатками отражающей оптики являются громоздкость, высокая стоимость и трудоемкость юстировки, преломляющей – ограниченная эффективная апертура (не более 0.5 мм для линз с кривизной  $R = 50$  мкм) и сильный хроматизм.

Создание источников СИ нового поколения с минимальным эмиттансом сильно укрепило позиции преломляющей оптики, поскольку малые размер и расходимость пучков СИ, генерируемых такими источниками, снимают проблему нехватки апертуры рентгеновских линз. Хроматизм же, с одной стороны, при необходимости преодолевается с помощью трансфокаторов (держателей с возможностью автоматизированной смены количества линз, введенных в пучок СИ) [13], с другой, как показано ниже, может быть использован и для более эффективного управления фокусировкой гармоник, выведенных на боковые секции пользовательских станций.

Первым фокусирующим элементом станции “Микрофокус” является составная бериллиевая линза с фокусным расстоянием  $f = 12.5$  м, уста-

новленная (с водным охлаждением) во фронт-энде станции на расстоянии 25 м от источника СИ. Для первой рабочей гармоники (6.55 кэВ) такая линза обеспечит фокусировку излучения в изображение источника масштабом 1 : 1 (т.е. порядка 10 мкм) на расстоянии 25 м от фронт-энда. При этом за счет уменьшения декремента показателя преломления  $\delta_{\text{Be}}$  с увеличением энергии, для последующих гармоник фокусное расстояние этой же линзы будет увеличиваться таким образом, что излучение 7-й гармоники будет преобразовано в параллельный пучок, а всех последующих гармоник – в расходящиеся пучки с уменьшенной относительно исходной расходимостью. Уменьшение расходимости пучка СИ в данном случае необходимо для эффективного использования рентгеновских линз с апертурой  $\sim 400$  мкм на расстояниях порядка 50 м от источника. Фокусное расстояние  $f$ , положение изображения источника  $L_2$ , а также уменьшение расходимости  $\sigma'/\sigma'_0$  для рабочих гармоник приведены в табл. 1.

Поскольку линза фронт-энда фокусирует только 5-ю гармонику (6.55 кэВ), для фокусировки остальных гармоник на соответствующих секторах станции будут установлены компактные трансфокаторы [14] с переменным числом бериллиевых линз, обеспечивающие как субмикронную фокусировку, так и расфокусировку (при необходимости) пучка до нескольких миллиметров. Успешное развитие в течение последних лет отечественных технологий, связанных с рентгеновской оптикой, во многом обусловленное активной деятельностью лаборатории рентгеновской оптики и физического материаловедения БФУ им. И. Канта, предполагает возможность обеспечения станции “Микрофокус” соответствующим оборудованием исключительно российского производства.

## 3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ СЕКЦИИ

### 3.1. Секция 1

#### “Макромолекулярная кристаллография”

Данная секция предназначена для расшифровки структур биополимеров (прежде всего белков) в том числе с использованием методов аномального рассеяния на атомах серы (S-SAD) и селена (Se-SAD). Для метода S-SAD будет задействована 5-я гармоника (6.55 кэВ/1.89 Å), соответствующая дисперсионному члену атомного фактора рассеяния серы  $f_s'' \approx 0.8$ , а для метода Se-SAD – 13-я гармоника (17.02 кэВ/0.73 Å), соответствующая  $f_{\text{Se}}'' \approx 2.4$  (см. рис. 2). Пучки этих гармоник, выведенные с 1-го и 3-го алмазных монохроматоров (рис. 1) будут поступать на монокристалльные дифрактометры с каппа-гонометром, двухкоординатным детектором, потоковым криостатом и другими опциями, необходимыми для белковой кристаллографии [15]. Фокусировка пучков СИ

для данного сектора необходима как по причине небольшого размера (от 10 мкм) доступных для исследования кристаллов белков, так и для реализации “спирального” сканирования более крупных кристаллов с целью снижения деградации белка под действием СИ.

### 3.2. Секция 2 “Гамма-резонанс”

На данной секции планируется установка мёссбауэровского монохроматора СИ (в зарубежной литературе – synchrotron Mössbauer source, SMS), который позволит выделять из излучения 11-й гармоники ондулятора (14.40 кэВ) ультрамонохроматическую составляющую шириной порядка 10 нэВ, необходимую для синхротронной мессбауэровской спектроскопии изотопа  $^{57}\text{Fe}$  с разрешением по энергии [16, 17]. Высокая интенсивность и возможность эффективной фокусировки получаемого пучка, недоступные для радиоактивных источников, открывают новые возможности для исследования методом мёссбауэровской спектроскопии новых магнитных материалов, вещества в экстремальных условиях, а также геологических и биологических образцов. Фокусировка пучка на секции “Гамма-резонанс” необходима для исследования образцов в экстремальных условиях (ячейках высокого давления), исследования микровключений в геологических образцах, а также для картирования соотношения  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  в минералах, являющегося, в частности, индикатором алмазности.

### 3.3. Секция 3 “Элементный анализ и экстремальные условия”

Основной секцией станции будет расположенная на прямом пучке секция “Элементный анализ и экстремальные условия” с перестраиваемой длиной волны. В основном режиме работы вставной устройству ( $K = 2.29$ ) дискретная перестройка с помощью двукристалльного Si (111) монохроматора с фиксированным выходом будет возможна между 5-й, 7-й, 15 и 17-й гармониками, т.е. в диапазоне 9–25 кэВ. В режиме повышенного магнитного поля в ондуляторе будут доступны также гармоники в диапазоне 25–40 кэВ. Это позволит анализировать методом рентгеновской флуоресценции элементы средней части таблицы Менделеева от фосфора ( $Z = 15$ ) до бария ( $Z = 56$ ). Для детектирования флуоресценции планируется задействовать типовой энергодисперсионный детектор, расположенный в плоскости поляризации пучка СИ перпендикулярно последнему. При этом размещение за образцом двукординатного детектора позволит одновременно со спектром флуоресценции фиксировать и рентгеновскую дифракцию от образца, осуществляя полный анализ химического состава и кристалличе-

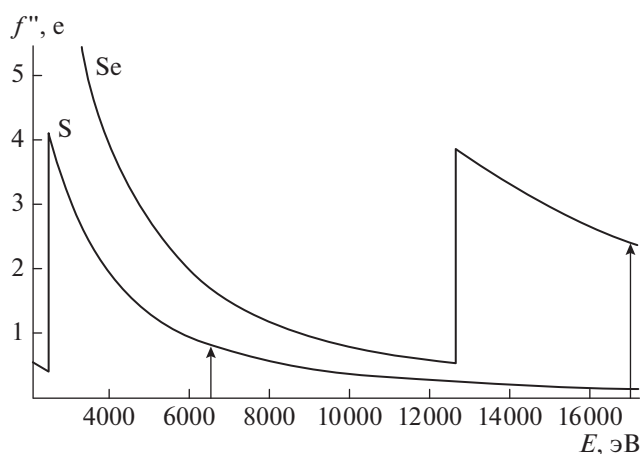


Рис. 2. Дисперсионный член  $f''$  атомного фактора рассеяния серы (при  $E = 6.55$  кэВ) и селена (при  $E = 17.02$  кэВ).

ской структуры опробованной пучком СИ области. Размер этой области может регулироваться за счет фокусировки/дефокусировки пучка в пределах от 0.2 до 1000 мкм, а контролируемое движение образца пьезотрансляторами позволит строить карты распределения в образце химических элементов и кристаллических фаз с субмикронной детальностью. Дополнять флуоресцентный и дифракционный методы будет спектроскопия рентгеновского поглощения (EXAFS/XANES), для осуществления которой будет применятся сканирование по энергии с помощью перестройки магнитного поля в ондуляторе, синхронизированное с подстройкой монохроматора секции. В случае массивных образцов для сохранения пространственного разрешения между образцом и детектором флуоресценции возможно размещение фокусирующей оптики в конфокальной схеме [18].

Также на секции планируется размещение стенда для экспериментов с использованием ячеек высокого давления с алмазными наковальнями, в том числе с возможностью лазерного нагрева и криостатирования. Исследование образцов в ячейках также будет возможно методами рентгеновской дифракции, флуоресценции и спектроскопии поглощения.

Использование на всех секциях сфокусированных пучков, давшее название станции “Микрофокус”, предполагает работу с многочисленными микрообъектами, в связи с чем весьма актуальной становится возможность интеграции на секциях и метода рентгеновской микроскопии. С учетом возможностей современной рентгеновской оптики для этого достаточно укомплектования каждой из секций дополнительной рентгеновской линзой и рентгенчувствительной камерой с размером пикселя  $\sim 1$  мкм, отстоящих от

образца на расстояниях порядка 0.5 и 5 м соответственно. В результате пользователи получают возможность до и/или после съемки визуализировать исследуемый образец со всеми преимуществами рентгеновской микроскопии.

Авторы благодарят Б.А. Захарова (ИК СО РАН) и В.В. Коваля (ИХБФМ СО РАН) за плодотворные дискуссии об экспериментальных возможностях станции, а также А.Д. Чанышева и А.М. Дымшиц (ИГМ СО РАН) за помощь на ранних этапах подготовки проекта.

Работа выполнена в рамках государственного задания (проект № 0330-2016-0004).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Eriksson M. // AIP Conf. Proc. 2016. V. 1741. P. 020001.
2. Raimondi P. // IPAC 2017. Proc. 2017. P. 3670.
3. Zolotarev K., Levichev E., Gurov S. et al. // SFR-2018 Proc. 2018. P. 91.
4. Zorin A., Zolotarev K., Mezentssev N., Shkaruba V. // SFR-2018 Proceedings. 2018. P. 72.
5. Henke B.L., Gullikson E.M., Davis J.C. // Atomic Data and Nuclear Data Tables. 1993. V. 54. P. 181.
6. Grübel G., Als-Nielsen J., Freund A.K. // Le Journal de Physique IV. 1994. V. 04. P. C9–27.
7. Stoupin S., Terentyev S.A., Blank V.D. et al. // J. Appl. Crystallogr. 2014. V. 47. P. 1329.
8. Shvyd'ko Y., Blank V., Terentyev S. // MRS Bulletin. 2017. V. 42. P. 437.
9. Stoupin S., Antipov S., Butler J.E. et al. // J. Synchrotron Radiation. 2016. V. 23. P. 1118.
10. Khokhryakov A.F., Palyanov Y.N., Kupriyanov I.N. et al. // J. Crystal Growth. 2011. V. 317. P. 32.
11. Kirkpatrick P., Baez A.V. // JOSA. 1948. V. 38. P. 766.
12. Snigirev A., Kohn V., Snigireva I., Lengeler B. // Nature. 1996. V. 384. P. 49.
13. Vaughan G.B.M., Wright J.P., Bytchkov A. et al. // J. Synchrotron Radiation. 2011. V. 18. P. 125.
14. Narikovich A., Barannikov A., Ershov P. et al. // SFR-2018 Proc. 2018. P. 47.
15. McCarthy A.A., Barrett R., Beteva A. et al. // J. Synchrotron Radiation. 2018. V. 25. P. 1249.
16. Smirnov G.V., van Bürck U., Chumakov A.I. et al. // Phys. Rev. B. 1997. V. 55. P. 5811.
17. Potapkin V., Chumakov A.I., Smirnov G.V. et al. // J. Synchrotron Radiation. 2012. V. 19. P. 559.
18. Darin F., Darin A., Sorokoletov D., Rakshun Ya. // SFR-2016 Proc. 2016. P. 49.