

## КОНЦЕПЦИЯ СТАНЦИИ «СТРУКТУРНАЯ ДИАГНОСТИКА» ИСТОЧНИКА СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ «СКИФ»

Захаров Б.А.<sup>1,2</sup>, Винокуров З.С.<sup>1,2</sup>, Ращенко С.В.<sup>1,2,3,4</sup>, Шмаков А.Н.<sup>1,2</sup>, Болдырева Е.В.<sup>1,2</sup>, Громилов С.А.<sup>2,5</sup>,  
Ларичев Ю.В.<sup>1,2</sup>, Сухих А.С.<sup>2,5</sup>, Цыбуля С.В.<sup>1,2</sup>, Требушинин А.Е.<sup>2</sup>, Зубавичус Я.В.<sup>1,2</sup>, Ракшун Я.В.<sup>1,2,4</sup>

<sup>1</sup>Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН

<sup>2</sup>Новосибирский государственный университет

<sup>3</sup>Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева СО РАН

<sup>4</sup>Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН

<sup>5</sup>Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН

*b.zakharov@yahoo.com*

Экспериментальная станция предназначена для решения широкого спектра исследовательских и технологических задач, связанных с использованием методов рентгеновской дифракции. В основе концепции станции лежит реализация комплексного подхода к структурным исследованиям синтетических и природных объектов на основе наиболее полного набора экспериментальных методик, использующих уникальные преимущества современного источника СИ высокой яркости, передовых рентгенооптических решений и новейших систем детектирования, в том числе, отечественной разработки. Станция включает в себя секции «Дифрактометрия высокого разрешения», «Монокристалльный РСА», «Исследования In Situ в условиях повышенных температур и различных газовых средах», «Малоугловое рентгеновское рассеяние».

Круг актуальных экспериментальных задач включает исследование фазового состава, локальной и электронной структуры и структурных превращений самых разнообразных веществ и материалов – катализаторов, минералов, функциональных и конструкционных материалов, материалов для энергетики и энергосбережения, для строительной индустрии, пигментов, фармацевтических материалов, а также материалов, используемых в технологиях двойного назначения. Реализованные на станции методы позволят проводить эксперименты с высоким угловым и пространственным разрешением, в условиях внешних воздействий In Situ и Operando, будут реализованы методы рентгеноструктурного анализа монокристаллов для сильно поглощающих и мелких (с характерным размером менее 10 мкм) объектов. Станция будет базой для дифракционных исследований наноразмерных, наноструктурированных и аморфных образцов, биополимеров, стекол и др. на супрамолекулярном уровне.

Общая схема распределения задач по секциям станции «Структурная диагностика» приведена в таблице (Таблица 1).

**Таблица 1. Распределение задач по секциям станции «Структурная диагностика»**

	Секция «Дифрактометрия высокого разрешения»	Секция «Исследования <i>In Situ</i> в условиях повышенных температур и различных газовых средах»	Секция «Моно- кристалльный РСА»	Секция «Малоугловое рентгеновское рассеяние»
<b>Блок 1</b> «Материалы для водородной энергетики и твердотельных топливных элементов»	+	+	+	+
<b>Блок 2</b> «Катализаторы для энергоэффективного катализа, нефтепереработки и экологических приложений»	+	+	+	+
<b>Блок 3</b> «Керамические и высокоэнергетические материалы»	+	+	+	+

<b>Блок 4</b> <b>«Пленки»</b>	+	-	-	+
<b>Блок 5</b> <b>«Системы с частично- разупорядоченной иерархической структурой: полимерные и углеродные материалы»</b>	-	+	-	+
<b>Блок 6</b> <b>«Фармацевтические материалы»</b>	+	+	+	+
<b>Блок 7</b> <b>«Монокристаллы»</b>	-	-	+	-
<b>Блок 8</b> <b>«Структурная диагностика ультрадисперсных и наноструктурированных систем»</b>	+	+	+	+

Для обеспечения максимального потока фотонов для текущей концепции станции в качестве вставного устройства на станции 1-2 предлагается использовать сверхпроводящий ондулятор параметрами представленными в таблице ниже и амплитудой поля основного режима 1.06 Тл (максимальная амплитуда – 1.2 Тл). Параметры сверхпроводящего ондулятора представлены в таблице (Таблица 2).

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

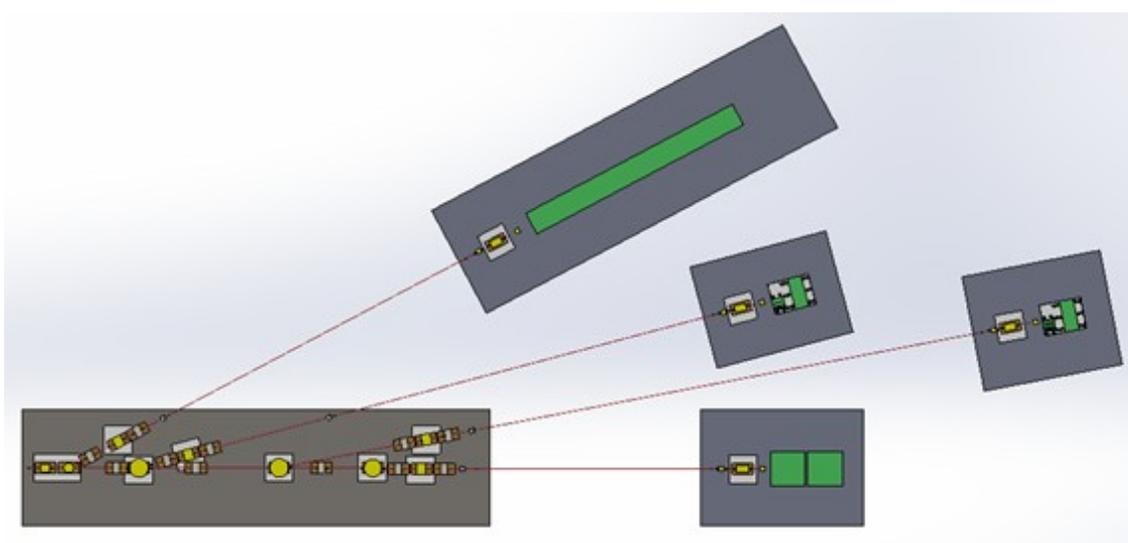
Номинальное магнитное поле, Тл	1.25
Период ондулятора, мм	15.6
Вертикальная апертура для пучка, мм	6
Горизонтальная апертура для пучка, мм	60
Межполюсный зазор, мм	8
Число периодов	128
Магнитная длина, мм	~1997
Длина магнита, мм	~2170
Длина между фланцами	~2840
Высота от пола, мм	2146
Ток в обмотке, А	500
Мощность излучения (B=1.25 Т, I=0.4 А, E=3 ГэВ), кВт	7.18
Горизонтальный угол излучения, мрад	± 0.4

Поскольку на смежных секциях будут эксплуатироваться высшие гармоники данного ондулятора, особое внимание должно быть уделено обеспечению фазовой ошибки и ошибки поля устройства в пределах 3° и 0.3%, соответственно.

На станции будет реализована схема работы с четырьмя независимыми секциями с использованием отведенных от основного пучка гармоник: «Исследования *In Situ* в условиях повышенных температур и различных газовых средах» – фиксированная энергия 32.5 кэВ, «Монокристалльный РСА» – фиксированная энергия 22.5 кэВ, «Малоугловое рентгеновское рассеяние (МУРР)» – фиксированная энергия 12.5 кэВ и основная секция

«Дифрактометрия высокого разрешения» – фиксированная энергия 17.5 кэВ (основная), 27.5 кэВ и 7.5 кэВ в основном режиме работы вставного устройства.

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. На станции «Структурная диагностика» планируется установка трёх алмазных монохроматоров, представляющих собой плоскопараллельные пластинки с ориентацией (111) толщиной около 100 мкм, которые будут отводить на боковые секции 5-ю (12.50 кэВ / 0.99 Å), 9-ю (22.50 кэВ / 0.55 Å) и 13-ю (32.50 кэВ / 0.38 Å) гармоники спектра вставного устройства под углами 28, 15 и 11° соответственно (Рисунок 1). Основным преимуществом такой схемы является возможность одновременного проведения экспериментов на всех четырех секциях станции в основном режиме работы ондулятора. Недостатком такого подхода является невозможность варьировать энергию излучения на боковых секциях, работа которых возможна только в основном режиме работы вставного устройства. Тем не менее, энергии отводимых пучков СИ в основном режиме выбраны наиболее оптимальные для методов, реализующихся на соответствующих секциях, и удовлетворяют требованиям заявленной научной программы Станции 1-2. Вместе с тем, остается возможность проведения экспериментов, требующих отличных от основного режима энергий, на основной секции 1-2-1, расположенной на прямом пучке СИ. В основном режиме работы вставного устройства все секции могут работать одновременно и независимо друг от друга. При наличии заявок, требующих проведения эксперимента в режиме сканирования по энергии, будет задействоваться в работе только основная секция станции.

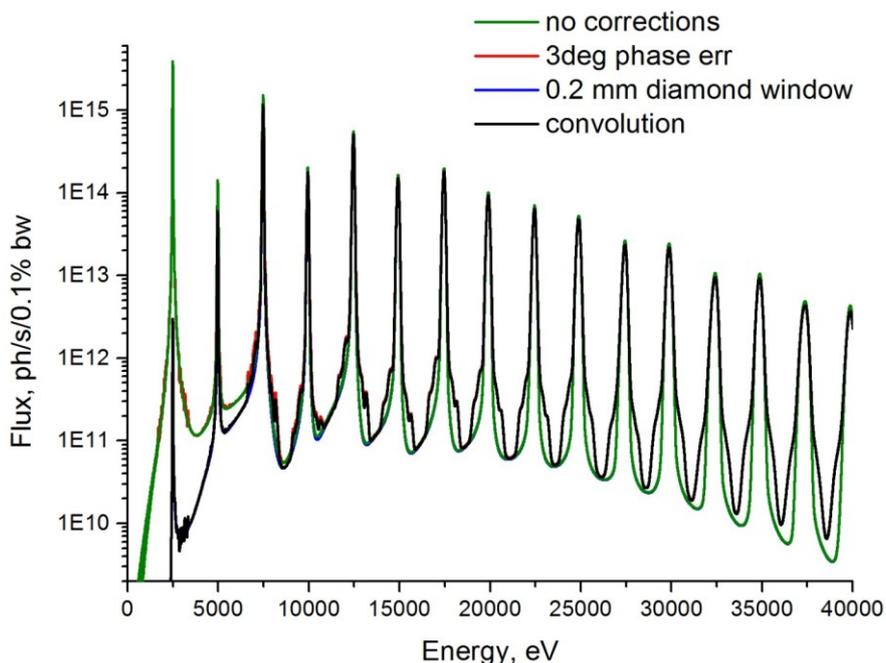


**Рисунок 1. Общая схема станции 1-2. На рисунке снизу показаны только оптический и экспериментальные хатчи. На рисунке сверху дополнительно показаны контрольные кабины**

На рисунке выше (Рисунок 1) представлена принципиальная схема Станции 1-2. Внешний радиус соответствует «коридору» – буферной зоне, где не предполагается размещение научного оборудования. Два внутренних – условно

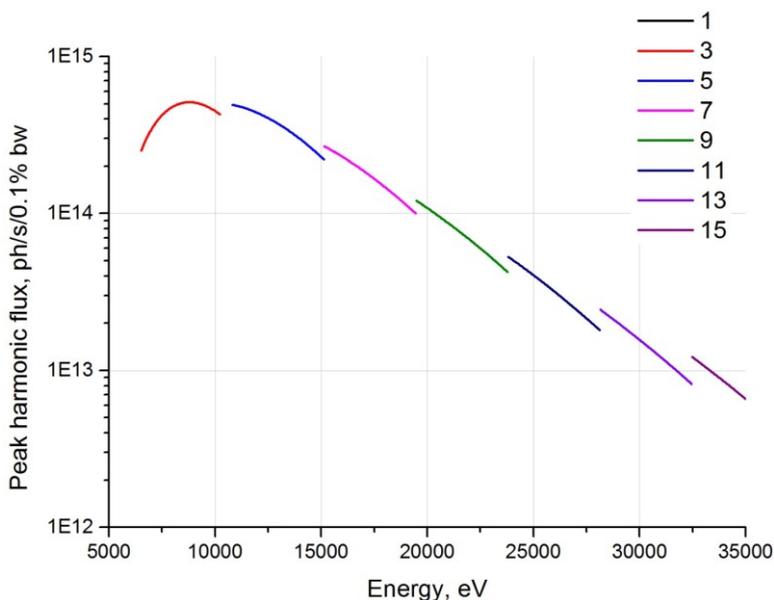
кольцу накопителя и стене биозащиты, соответственно. Точки в экспериментальных хатчах – примерной области фокусировки излучения на образце.

Для всех секций станции первым оптическим элементом являются щели белого пучка, установленные на расстоянии 26 м в оптическом хатче станции 1-2 и служащие для первичного формирования пучка. Рисунок 2 показывает спектр излучения после этой щели (расчет спектра проведен для щели  $1 \times 1 \text{ мм}^2$ ). При построении спектра учитываются функции пропускания алмазных окон, разделяющих вакуум накопителя и станции, а также влияние фазовой ошибки на интенсивность гармоник высокого порядка ондулятора [1].



**Рисунок 2. Поток через площадку  $1 \times 1 \text{ мм}^2$  на расстоянии 26 м от центра ондулятора для прямого пучка СИ с учетом падения потока из-за фазовой ошибки ондулятора ( $3^\circ$ ) и после прохождения алмазного окна толщиной 0.2 мм. Расчет проведен в Spectra [2]**

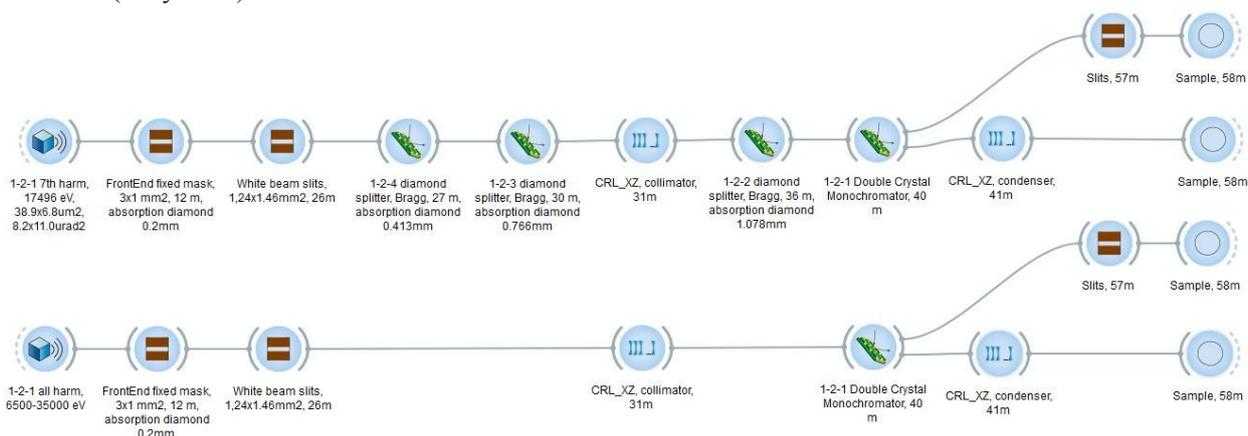
Также для реализации экспериментов, требующих сканирования по энергии, будет реализована схема работы с выведенными из пучка монохроматорами боковых секций. В этом режиме возможна работа только основной секции. Рисунок 3 показывает спектр излучения для всех рабочих гармоник после выходной щели с учетом поправок на поглощение в алмазных окнах и фазовой ошибки.



**Рисунок 3. Максимальный поток через площадку  $1 \times 1 \text{ мм}^2$  на расстоянии 26 м от центра ондулятора для всех гармоник ондулятора, с учетом падения потока из-за фазовой ошибки ( $3^\circ$ ) и после прохождения алмазного окна толщиной 0.2 мм в режиме сканирования по энергии. Расчет проведен в Spectra [2]**

## Секция 1-2-1

Оптическая схема основной секции станции 1-2-1 (Дифрактометрия высокого разрешения) представлена на рисунке ниже (Рисунок 4).



**Рисунок 4. Оптическая схема секции 1-2-1. Две различные ветви в правой части рисунка соответствуют двум основным режимам работы секции (сверху). Кроме основных также будет использоваться режим с изменением поля ондулятора и выведением из пучка сплиттеров боковых секций (снизу)**

На основной секции предполагается четыре основных режима работы:

- 1) Основной режим без фокусировки пучка. В данном режиме используется дополнительный коллиматор из бериллиевых линз (31 м от источника). Варьирование размера параллельного пучка осуществляется с помощью щелей, расположенных перед образцом, с потерей интенсивности при обрезке пучка. Максимальный возможный размер пучка при этом  $1.1 \times 1.4 \text{ мм}^2$ .
- 2) Основной режим с фокусировкой пучка. В данном режиме фокусировка пучка осуществляется с помощью CRL-конденсора, расположенного в оптическом хатче сразу после двухкристального монохроматора (41 м от источника). Этот режим позволяет получить пучок максимальной интенсивности без сильной потери разрешения размерами от  $0.4 \times 0.4 \text{ мм}^2$  до  $0.05 \times 0.02 \text{ мм}^2$ .
- 3) Режим с перестройкой поля ондулятора без фокусировки пучка. В данном режиме возможна работа только основной секции. При этом перестройка энергии возможна во всем диапазоне от 6.5 до 35 кэВ (см. Рисунок 3), коллимация и управление размером пучка осуществляется аналогично пункту 1).
- 4) Режим с перестройкой поля ондулятора с фокусировкой пучка. Аналогично пункту 2) с вариацией энергии входящего пучка.

В таблицах Таблица 3 и Таблица 4 приведены характеристики пучка для различных вариантов фокусировки.

**Таблица 3. Параметры излучения в плоскости расположения образца для различных вариантов фокусировки (для кристаллов монохроматора и анализатора Si (111)) в схеме с высоким разрешением. Расчет параметров проведен с использованием интерфейса SHADOWUI [3]**

Типы и количество линз, CRL1_XZ_R500, CRL2_XZ_R500	Размер пятна излучения, FWHM <sup>2</sup> , мкм <sup>2</sup>	Полный поток, фот/с, (% от исходного пучка)	Плотность потока, фот/с/мм <sup>2</sup>	Разрешение на 30°, FWHM, °
7, 13 (максимальный фокус)	50×24	$9.4 \times 10^{12}$ (72%)	$8.9 \times 10^{15}$	0.0033
7, 10	144×171	$9.8 \times 10^{12}$ (75%)	$4.0 \times 10^{14}$	0.0031
7, 5	342×419	$1.07 \times 10^{13}$ (82%)	$7.7 \times 10^{13}$	0.0027
7, 0	571×667	$1.1 \times 10^{13}$ (85%)	$2.9 \times 10^{13}$	0.0026
0, 0	1100×1440	$1.3 \times 10^{13}$ (100%)	$8.0 \times 10^{12}$	0.0047

**Таблица 4. Параметры излучения в плоскости расположения образца для различных вариантов фокусировки Si (311) в схеме с высоким разрешением. Расчет параметров проведен с использованием интерфейса SHADOWUI [3]**

Типы и количество линз, CRL1_XZ_R500, CRL2_XZ_R500	Размер пятна излучения, FWHM <sup>2</sup> , мкм <sup>2</sup>	Полный поток, фот/с, (% от исходного пучка)	Плотность потока, фот/с/мм <sup>2</sup>	Разрешение на 30° ( $Q = 4.6\text{Å}^{-1}$ ), FWHM, °
7, 13 (максимальный фокус)	49×24	$1.8 \times 10^{12}$ (69%)	$1.5 \times 10^{15}$	0.0022
7, 10	144×171	$1.9 \times 10^{12}$ (73%)	$7.8 \times 10^{13}$	0.0017
7, 5	342×419	$2.1 \times 10^{12}$ (81%)	$1.5 \times 10^{13}$	0.001
7, 0	571×741	$2.3 \times 10^{12}$ (88%)	$5.4 \times 10^{12}$	0.0005
0, 0	990×1380	$2.6 \times 10^{12}$ (100%)	$1.9 \times 10^{12}$	0.0008

Основным направлением работы секции 1-2-1 будет получение экспериментальных рентгенограмм поликристаллических материалов с высокими угловым разрешением и низким соотношением «сигнал-шум» в широком интервале углов дифракции за времена порядка нескольких минут при комнатной температуре и атмосферном давлении. В большинстве случаев образцы будут помещаться в тонкостенные кварцевые капилляры, и смена образцов будет осуществляться в автоматическом режиме. При необходимости капилляр с образцом может быть нагрет или охлажден потоком воздуха или азота в диапазоне температур от 77 К до ~1300 К. Кроме того, рентгенограммы образцов в режиме нагрева или охлаждения могут быть зарегистрированы однокоординатным детектором на базе сборки гибридных детекторов MYTHEN2 X [4], установленных на том же дифрактометре, если состояние образца не предполагает использования высокого разрешения по углу дифракции, но условия эксперимента требуют умеренного (например, миллисекундного) разрешения по времени.

Проведение экспериментов в условиях высоких температур и реакционных сред будет обеспечено установкой на дифрактометр специализированных высокотемпературных рентгеновских камер-реакторов. Эксперименты могут быть выполнены при температурах до 1500-1700 К в нейтральных, окислительных или восстановительных атмосферах с контролем состава газовой среды на входе и на выходе камеры-реактора.

### Секция 1-2-2

Оптическая схема секции 1-2-2 (Исследования *In Situ* в условиях повышенных температур и различных газовых средах) представлена на рисунке ниже (Рисунок 5). Пучок, используемый на секции 1-2-2, проходит последовательно через полупрозрачные алмазные монохроматоры-сплиттеры секций 1-2-4 (27 м от источника, 5-я гармоника, 12.5 кэВ), 1-2-3 (30 м от источника, 9-я гармоника, 22.5 кэВ) и коллиматорные линзы секции 1-2-1 (31 м). Расчетные параметры источника излучения (Гаусс) для 13-й, рабочей гармоники данной секции составляют: размер – 38.9 мкм (горизонтальный) и 6.8 мкм (вертикальный), и расходимость – 5.6 мкрад (горизонтальный) и 10.5 мкрад (вертикальный). Плотность потока фотонов для этой энергии через щели на входе в оптический хатч составляет  $8.3 \times 10^{12}$  фот/с/0.1%эн.шир.



**Рисунок 5. Оптическая схема секции 1-2-2. Три различные ветви в правой части рисунка соответствуют трем возможным режимам работы секции**

После монохроматизации возможно дальнейшее формирование пучка тремя способами, в зависимости от требований эксперимента. На рисунке (Рисунок 5) этим трем способам соответствуют три ветви в правой части рисунка:

- 1) Режим без фокусировки пучка. В данном режиме используется пучок с расходимостью  $7.5 \times 16.4$  мкрад<sup>2</sup> (FWHM<sup>2</sup>), максимальный размер пучка в точке размещения образца составляет  $0.69 \times 1.35$  мм<sup>2</sup> (FWHM<sup>2</sup>). Варьирование размера пучка осуществляется с помощью щелей, расположенных перед образцом, с потерей интенсивности при обрезке пучка.
- 2) Режим со стандартной фокусировкой пучка. В данном режиме фокусировка пучка осуществляется с помощью CRL-конденсора, расположенного в оптическом хатче, (37 м от источника) в связке с фокусирующими CRL, расположенными в экспериментальном хатче (68 м от источника). Этот режим позволит получить пучок максимальной интенсивности размерами от  $0.1 \times 0.1$  мм<sup>2</sup> до  $0.01 \times 0.01$  мм<sup>2</sup>.
- 3) Режим параллельного пучка. В данном режиме используется только CRL-конденсор. В этом режиме расходимость пучка в области расположения образца (70 м от источника) находится в пределах  $10 \times 10$  мкрад<sup>2</sup> и размер облучаемой области составляет  $0.4 \times 0.4$  мм<sup>2</sup> до  $0.1 \times 0.1$  мм<sup>2</sup>.
- 4) Расчетные параметры пучка излучения в плоскости расположения образца (70 м) для разных вариантов фокусировки представлены в таблице ниже (Таблица 5). В данном расчете использовались линзы CRL1\_XZ\_R500, CRL1\_Z\_R500 – 2D и 1D параболические линзы конденсора (37 м) с радиусом кривизны 500 мкм и эффективной апертурой 1.4 мм, CRL2\_XZ\_R50, CRL2\_X\_R200 – 2D и 1D параболические короткофокусные линзы (68 м) с радиусом кривизны 50 мкм и 200 мкм, и эффективной апертурой 0.4 мм. Линзы с маркировкой XZ используются для фокусировки пучку как в вертикальной, так и в горизонтальной плоскостях, а с маркировкой X/Z – для фокусировки только в горизонтальной/вертикальной плоскостях. Параметры линз брались с веб-сайта [5].

**Таблица 5. Параметры излучения в плоскости расположения образца для различных вариантов фокусировки. Расчет параметров проведен с использованием интерфейса SHADOWUI [3]**

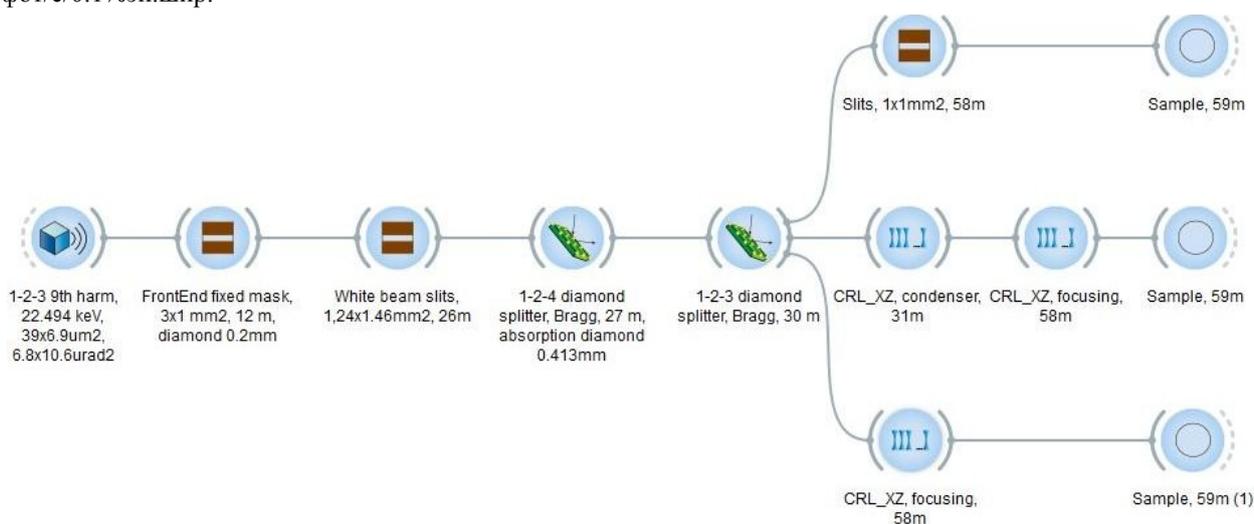
Типы и количество линз, CRL1_XZ_R500, CRL1_Z_R500, CRL2_XZ_R50, CRL2_X_R200	Размер пятна излучения, FWHM <sup>2</sup> , мкм <sup>2</sup>	Полный поток, фот/с, (% от исходного пучка)	Плотность потока, фот/с/мм <sup>2</sup>	Расходимость на образце, FWHM <sup>2</sup> , мрад <sup>2</sup>
22, 6, 30, 10 (максимальный фокус)	7.8×6.2	$1.7 \times 10^{11}$ (44%)	$3.5 \times 10^{15}$	0.09×0.1
22, 6, 22, 10	55×69	$1.8 \times 10^{11}$ (47%)	$4.7 \times 10^{13}$	0.08×0.08
22, 6, 14, 10	115×140	$2.0 \times 10^{11}$ (51%)	$1.2 \times 10^{13}$	0.05×0.06
16, 10, 0, 0	375×390	$3.1 \times 10^{11}$ (79%)	$2.1 \times 10^{12}$	0.002×0.009
0, 10, 0, 0	685×910	$3.6 \times 10^{11}$ (92%)	$5.8 \times 10^{11}$	0.007×0.005

В качестве дополнительного оборудования для проведения *In Situ* исследований будут использоваться потоковый нагреватель (до 1000°C), система подачи газовой смеси и масс-спектрометр для контроля газовой фазы. Также планируется использование уникальных ячеек собственной разработки, например, для исследований топливных элементов в процессе работы или каталитических процессов.

### Секция 1-2-3

Оптическая схема секции 1-2-3 (Монокристалльный PCA) представлена на рисунке ниже (Рисунок 6). Пучок, используемый на секции 1-2-3, сначала проходит через полупрозрачный алмазный монохроматор-сплиттер, установленный на расстоянии 27 м от источника, отводящий на боковую секцию МУРР 5-ю (12.5 кэВ / 0.99 Å) гармонику спектра вставного устройства под углом 28°. Следующим полупрозрачным монохроматором, установленным на расстоянии 30 м от источника отводится на боковую секцию 1-2-3 9-я гармоника с энергией 22.5 кэВ ( $\lambda = 0.5516$  Å). Расчетные параметры источника излучения (Гаусс) для данной гармоники составляют: размер – 38.9 мкм (горизонтальный) и 6.9 мкм (вертикальный), и расходимость – 6.8 мкрад (горизонтальный) и 10.6 мкрад

(вертикальный). Плотность потока фотонов для этой энергии через щели на входе в оптический хатч составляет  $5.3 \times 10^{13}$  фот/с/0.1%эн.шир.



**Рисунок 6. Оптическая схема секции 1-2-3. Три различные ветви в правой части рисунка соответствуют трем возможным режимам работы секции**

После монохроматизации возможно дальнейшее формирование пучка тремя способами, в зависимости от требований эксперимента. На рисунке (Рисунок 6) этим трем способам соответствуют три ветви в правой части рисунка:

- 1) Режим без фокусировки пучка. В данном режиме используется пучок с естественной расходимостью, максимальный размер пучка в точке размещения образца составляет  $1.5 \times 0.9 \text{ мм}^2$  (FWHM<sup>2</sup>). Варьирование размера пучка осуществляется с помощью щелей, расположенных перед образцом, с потерей интенсивности при обрезке пучка.
- 2) Режим со стандартной фокусировкой пучка. В данном режиме фокусировка пучка осуществляется с помощью CRL-конденсора, расположенного в оптическом хатче, (31 м от источника) в связке с фокусирующими CRL, расположенными в экспериментальном хатче (58 м от источника). Этот режим позволит получить пучок максимальной интенсивности размерами от  $0.4 \times 0.4 \text{ мм}^2$  до  $0.01 \times 0.01 \text{ мм}^2$ .
- 3) Режим максимальной фокусировки. В данном режиме достигается минимальный размер пучка  $0.001 \times 0.001 \text{ мм}^2$  с использованием только фокусирующих CRL, расположенных в экспериментальном хатче (58 м от источника). По сравнению с режимом (2) часть интенсивности при этом теряется из-за ограниченной апертуры линз.

Расчетные параметры пучка излучения в плоскости расположения образца (58.5 м) для разных вариантов фокусировки представлены в таблице ниже (Таблица 6). В данном расчете использовались линзы CRL1\_XZ\_R500, CRL1\_Z\_R500 – 2D и 1D параболические линзы конденсора (31 м) с радиусом кривизны 500 мкм и эффективной апертурой 1.4 мм, CRL2\_XZ\_R50, CRL2\_X\_R200 – 2D и 1D параболические короткофокусные линзы (58 м) с радиусом кривизны 50 мкм и 200 мкм, и эффективной апертурой 0.4 мм. Линзы с маркировкой XZ используются для фокусировки пучку как в вертикальной, так и в горизонтальной плоскостях, а с маркировкой X – для фокусировки только в вертикальной плоскости. Параметры линз для расчета брались с веб-сайта [5].

Использование такого набора оптики позволит исследовать широкий спектр монокристаллических образцов – как микрокристаллы, так и кристаллы «стандартных размеров», а также проводить картирование образца, например, при исследовании кристаллов-включений или исследовании нескольких кристаллов, помещенных в одну камеру – например, ячейку с алмазными наковальнями.

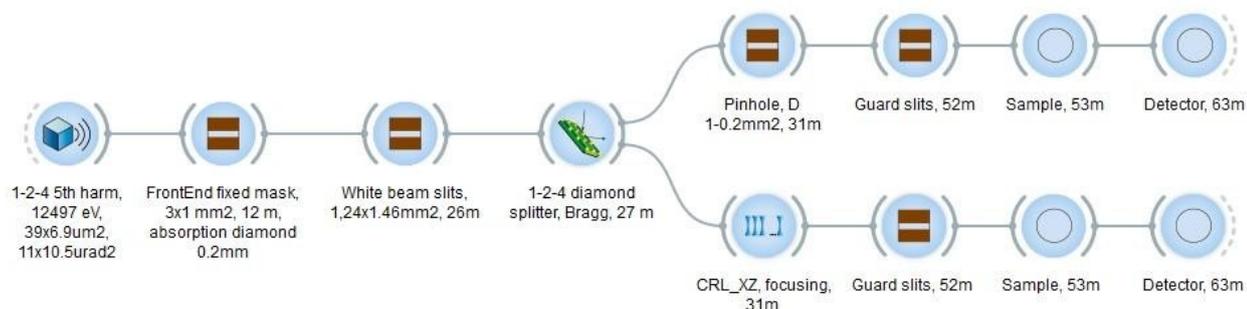
**Таблица 6. Параметры излучения в плоскости расположения образца для различных вариантов фокусировки. Расчет параметров проведен с использованием интерфейса SHADOWUI [3]**

Типы и количество линз, CRL1_XZ_R500, CRL1_Z_R500, CRL2_XZ_R50, CRL2_X_R200	Размер пятна излучения, FWHM <sup>2</sup> , мкм <sup>2</sup>	Полный поток, фот/с, (% от исходного пучка)	Плотность потока, фот/с/мм <sup>2</sup>	Расходимость на образце, FWHM <sup>2</sup> , мрад <sup>2</sup>
0, 0, 75, 1 (максимальный фокус)	0.82×0.81	10 <sup>11</sup> (3%)	1.6×10 <sup>17</sup>	0.4×0.4
19, 2, 68, 1	12×9	1.2×10 <sup>12</sup> (40%)	1.1×10 <sup>16</sup>	0.29×0.29
19, 2, 50, 1	55×53	1.3×10 <sup>12</sup> (43%)	1.3×10 <sup>15</sup>	0.23×0.23
19, 2, 32, 1	105×100	1.6×10 <sup>12</sup> (53%)	1.5×10 <sup>14</sup>	0.16×0.16
19, 2, 0, 0	215×219	2.3×10 <sup>12</sup> (77%)	4.9×10 <sup>13</sup>	0.016×0.022
11, 4, 0, 0	484×518	2.5×10 <sup>12</sup> (83%)	10 <sup>13</sup>	0.003×0.006
2, 7, 0, 0	838×855	2.7×10 <sup>12</sup> (90%)	3.7×10 <sup>12</sup>	0.0013×0.006

На секции планируется использование дополнительного оборудования в системе окружения образца. Для контроля температуры образца будут использоваться потоковые гелиевые и азотные криостаты (например, Oxford Cryosystems Cryostream 800 и Agilent Helijet). Использование таких криостатов позволит варьировать температуру образца в пределах 80-400 К и 15-90 К соответственно. Для исследования структур кристаллов при повышенных температурах (до 1000 К) планируется использование трубчатых потоковых нагревателей (например, FMB Oxford Gas Blower). При исследованиях в условиях высоких давлений, а также при исследовании превращений в кристаллах планируется использование онлайн-спектрометра КР, который позволит записывать колебательные спектры для образца *In Situ* непосредственно на дифрактометре, не снимая образец с гониометрической головки. Секция «Монокристаллическая дифракция» предполагает использование излучения СИ с  $\lambda = 0.5516 \text{ \AA}$ , что существенно меньше длины волны стандартных рентгеновских трубок с молибденовым анодом ( $\lambda = 0.7093 \text{ \AA}$ ), используемых в лабораторных дифрактометрах. Это позволит проводить эксперименты в закрытых ячейках (алмазных наковальнях, температурных камерах, реакторах и пр.), а также получать дифракционные картины для сильнопоглощающих образцов. Для визуального отбора монокристаллов будут использованы современные оптические (в т.ч. поляризационные) микроскопы. Исследования *In Situ* будут также проводиться при различных внешних физических воздействиях (ИК, видимое и УФ излучение, магнитное и электрическое поле, давление, нагрев).

#### Секция 1-2-4

Оптическая схема секции 1-2-4 (Малоугловое рентгеновское рассеяние) представлена на рисунке ниже (Рисунок 7). Пучок, используемый на секции 1-2-4, отводится на секцию первым алмазным монохроматором-сплиттером (27 м от источника, 5-я гармоника, 12.5 кэВ), расположенным сразу после щелей для белого пучка (26 м) на выходе с фронт-энда. Расчетные параметры источника излучения (Гаусс) для 5-й, рабочей гармоники данной секции составляют: размер – 39 мкм (горизонтальный) и 6.9 мкм (вертикальный), и расходимость – 11.0 мкрад (горизонтальная) и 10.9 мкрад (вертикальная). Плотность потока фотонов для этой энергии через щели на входе в оптический хатч составляет  $3.9 \times 10^{14}$  фот/с/0.1%эн.шир.



**Рисунок 7. Оптическая схема секции 1-2-4. Две различные ветви в правой части рисунка соответствуют двум режимам работы секции**

После монохроматизации возможно дальнейшее формирование пучка двумя способами, в зависимости от требований эксперимента. На рисунке (Рисунок 7) этим двум способам соответствуют две ветви в правой части рисунка:

- 1) Режим без фокусировки пучка. В данном режиме используется пучок с расходимостью  $25 \times 25$  мкрад<sup>2</sup> (FWHM<sup>2</sup>), который после сплиттера формируется сменной круглой апертурой (31 м), вторая апертура (52 м) ставится перед образцом (53 м). Используется если нужен большой размер пучка на образце.
- 2) Режим с фокусировкой пучка на плоскости детектора. В данном режиме фокусировка пучка осуществляется с помощью бериллиевых линз CRL, расположенных в оптическом хатче, (28 м от источника). Фокусировка при этом осуществляется на плоскости детектора (63 м) для достижения минимального угла по  $2\theta$ . Этот режим позволит получать малоугловые спектры максимальной интенсивности с  $q$  вплоть до  $10^{-4} \text{ \AA}^{-1}$ .

Образец будет располагаться на расстоянии 53 м от источника излучения. В качестве дифрактометра на станции предполагается использовать стандартный модуль Xeuss 3.0 (длина 10 метров) оборудованный двумя детекторами (аналогами Eiger2 X 4M и PILATUS3 X 100K-M), расположенными на разном расстоянии от образца для одновременной регистрации SAXS и WAXS.

Модуль Xeuss 3.0 оборудован форвакуумными насосами для откачки воздуха в камере образца. Предусмотрен роботизированный автосэмплер для автоматической подачи жидких образцов в капилляр и промывки капилляра после съемок. Для твердых образцов предусмотрена специальная кассета, позволяющая загружать сразу до двух десятков образцов для непрерывной съемки. Для вязких и пастообразных образцов предусмотрена специальная кювета. В случае специальных экспериментов подача образцов будет производиться вручную. Модуль Xeuss 3.0 также будет оборудован приставкой GISAXS позволяющей анализировать пленки и приставкой позволяющей изучать растяжение образцов с нагревом и охлаждением. Также планируется использовать приставку USAXS для анализа образцов, содержащих очень крупные частицы. Из-за дополнительных манипуляций по монтажу/демонтажу USAXS модуля загрузка образцов в таких случаях также будет проводиться вручную. Также при необходимости специальных экспериментов предусмотрен монтаж в камеру реакционной приставки, позволяющей проводить эксперименты с нагревом образцов и подачей газов для проведения реакций.

### Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания ИК СО РАН (проект АААА-А19-119020890025-3).

### Список литературы

1. Walker R.P. Phase errors and their effect on undulator radiation properties // Physical Review Special Topics - Accelerators and Beams. 2013. Vol. 16, № 1. P. 010704.
2. Tanaka T. Universal representation of undulator phase errors // Physical Review Accelerators and Beams. 2018. Vol. 21, № 11. P. 110704.
3. Rebuffi L., Sánchez del Río M. ShadowOui : a new visual environment for X-ray optics and synchrotron beamline simulations // Journal of Synchrotron Radiation. 2016. Vol. 23, № 6. P. 1357–1367.
4. MYTHEN2 X for Synchrotron [Electronic resource]. URL: <https://www.dectris.com/products/mythen2/mythen2-x-for-synchrotron/>.
5. RXOPTICS GMBH [Electronic resource]. URL: [www.rxoptics.de](http://www.rxoptics.de).