

## ФИЗИЧЕСКИЙ ПУСК ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННОГО EXAFS-СПЕКТРОМЕТРА В КУРЧАТОВСКОМ ЦЕНТРЕ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ И НАНОТЕХНОЛОГИЙ

*С. И. Тютюнников<sup>а</sup>, В. Н. Шалапин<sup>а</sup>, В. Л. Аксенов<sup>б</sup>, А. Н. Артемьев<sup>б</sup>,  
А. В. Забелин<sup>б</sup>, Б. Ф. Кириллов<sup>б</sup>, М. В. Ковальчук<sup>б</sup>, А. Г. Маевский<sup>б</sup>,  
А. Д. Беляев<sup>б</sup>, А. В. Порохова<sup>б</sup>, В. А. Резвов<sup>б</sup>*

<sup>а</sup>Объединенный институт ядерных исследований, Дубна

<sup>б</sup>Российский научный центр «Курчатовский институт», Москва

Энергодисперсионный EXAFS-спектрометр был создан совместными усилиями Объединенного института ядерных исследований (ОИЯИ), Белорусского государственного университета (БГУ), Российского научного центра «Курчатовский институт» (РНЦ «КИ»), Института кристаллографии РАН (ИК РАН). Дано краткое описание спектрометра. Представлены первые результаты комплексной наладки узлов спектрометра на пучке синхротронного излучения.

The energy dispersive EXAFS spectrometer has been created by joint efforts of the Joint Institute for Nuclear Research (JINR), Belarus State University (BGU), the Russian Research Centre «Kurchatov Institute» (RRC KI), Institute of Crystallography of the Russian Academy of Sciences (IC RAS). The brief description of a spectrometer is given. The first results of complex adjustment of units of a spectrometer on a beam of synchrotron radiation are submitted.

PACS: 41.60.Ap; 07.85.Qe; 61.05.cj

### ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время широкое распространение получила схема энергодисперсионного EXAFS-спектрометра (далее — спектрометра) для исследований конденсированных сред на пучке синхротронного излучения (СИ) [1, 2]. В отличие от традиционных EXAFS-спектрометров [3], где кривая пропускания рентгеновских лучей образцом в определенной области спектра измеряется последовательно при изменении энергии рентгеновских квантов точка за точкой, схема настоящего спектрометра обладает существенно большей светосилой. Это позволяет получать EXAFS-спектр на детекторе за существенно более короткий промежуток времени, с одновременной регистрацией всех точек спектра, причем линейная координата по детектору соответствует развертке по энергии. Особенностью этой схемы является то, что она позволяет производить измерения спектров пропускания твердых, жидких и газообразных сред с временным разрешением 2 мс и диапазоном энергий  $\Delta E \cong 100\text{--}700$  эВ при  $E = 5\text{--}15$  кэВ без механической перестройки монохроматора. При этом можно в режиме *in situ* получать информацию об изменении

электронных и структурных свойств исследуемых материалов под воздействием давления, электромагнитного поля, температуры, химических реакций, внешнего облучения. Привлекательность энергодисперсионной схемы обусловлена еще и тем, что образец находится в области полихроматического фокуса, где размер области фокусировки пучка излучения может составлять 0,2–0,5 мм, что позволит оперировать с очень малыми количествами вещества (объем  $V \cong 0,2 \text{ мм}^3$ ).

## 1. ОПИСАНИЕ УСТАНОВКИ

Спектрометр был создан на канале «6.2» большого накопительного кольца Курчатовского центра синхротронного излучения и нанотехнологий [4].

Для этого источника яркость синхротронного излучения из поворотного магнита, оцененная с привлечением экспериментально измеренных параметров накопителя [5, 6], составляет  $B = 2,7 \cdot 10^{13}$  фотон/с · мм<sup>2</sup> · мрад<sup>2</sup> в полосу  $\Delta\lambda/\lambda = 10^{-3}$  при токе накопленных электронов  $I_e = 100$  мА на критической энергии спектра 7,1 кэВ.

В качестве фокусирующего элемента спектрометра используется изогнутый фокусирующий триангулярный кристалл Si(111) (см. рис. 1), который выделяет из падающего белого пучка СИ диапазон длин волн, равный всему исследуемому участку EXAFS-спектра.

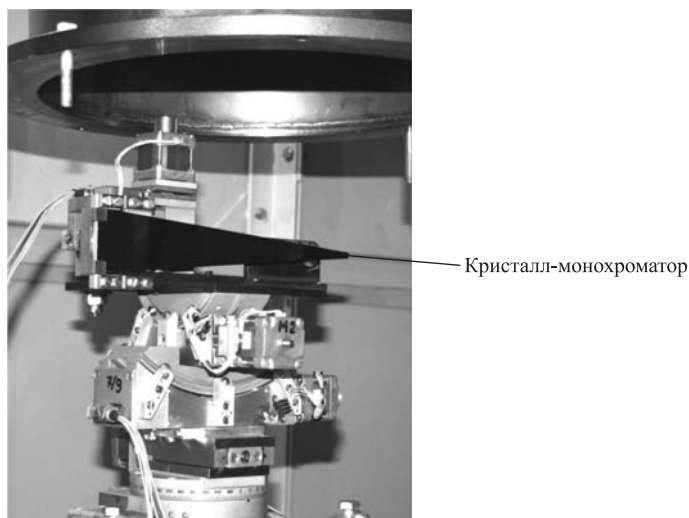


Рис. 1. Узел фокусирующего кристалла-монохроматора Si (111). Обеспечивается диапазон энергий 5–15 кэВ

На рис. 2 представлена фотография оптической скамьи станции энергодисперсионной EXAFS-спектроскопии с основными узлами: 1 — блок входных щелей; 2 — блок монохроматора; 3 — блок образца; 4 — блок детектора. Оптическая скамья выполнена из гранита на аэростатических опорах.

В таблице приведены общие характеристики основных узлов станции (EXAFS-спектрометра).

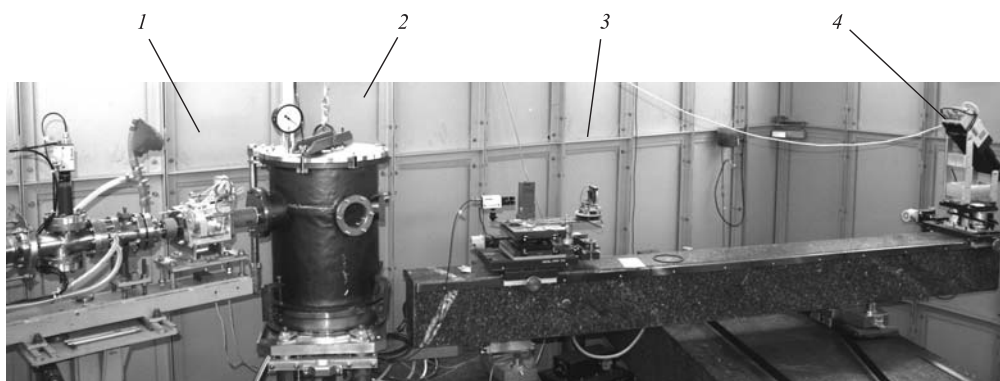


Рис. 2. Общий вид EXAFS-спектрометра внутри защитного домика

Узел	Основные части и их параметры
Рентгеновский монохроматор	Кристалл Si(111): ширина 50 мм длина до 250 мм толщина 1 мм радиус изгиба от 500 мм до $\infty$ в горизонтальной плоскости диапазон поворота вокруг вертикальной оси от $-5$ до $60$ угл. град дискретность поворота вокруг вертикальной оси $\pm 0,03$ угл. град
Подвижная оптическая скамья из гранита на аэростатических опорах	длина скамьи 2,5 м ширина скамьи 150 мм диапазон угла поворота от $8$ до $45$ угл. град вокруг вертикальной оси дискретность поворота $\pm 20$ угл. с
Узлы формирования пучка СИ	Горизонтальная и вертикальная щели: диапазон раскрытия $0-10$ мм дискретность $\pm 100$ мкм Блок плоского рентгеновского зеркала: длина зеркала 300 мм поворот по углу $\pm 10$ угл. мин в вертикальной плоскости дискретность $\pm 10$ угл. с

В рентгенооптической схеме с триангулярным кристаллом, с изменяемым радиусом кривизны  $R$  возможный энергетический диапазон  $\Delta E$ , который проектируется на линейный рентгеновский детектор, определяется из уравнения

$$\frac{\Delta E}{E} = \left( \frac{l}{R} - \frac{l \sin \theta}{p} \right) \operatorname{ctg} \theta,$$

где  $l$  — длина горизонтальной части кристалла монокроматора (см. рис. 1), освещаемая падающим белым синхротронным пучком;  $p$  — расстояние от источника излучения до кристалла;  $E$  — энергия рентгеновского излучения, соответствующего углу отражения Брэгга  $\theta$ .

Пространственное распределение излучения после образца измеряется позиционно-чувствительным детектором (рис. 3) на основе двумерной охлаждаемой ПЗС-структуры, состоящей из  $1024 \times 128$  элементов (пикселей), с размерами  $25 \times 25$  мкм. Для оптического сочленения ПЗС-матрицы со сцинтиллятором используется короткофокусный объектив.

Управление всеми узлами EXAFS-станции осуществляется с помощью контроллера, соединенного с компьютером. На рис. 4 представлен вид интерфейса комплекса управления энергодисперсионной EXAFS-станцией.

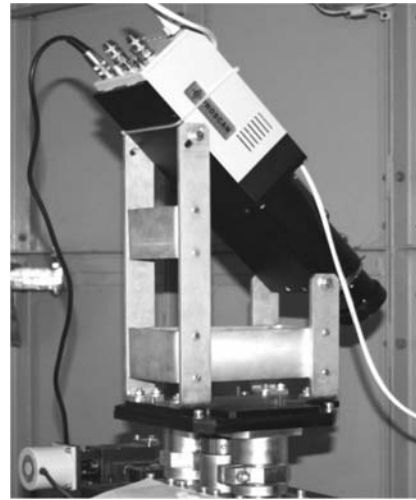


Рис. 3. Позиционно-чувствительный детектор PROSCAN HS101H

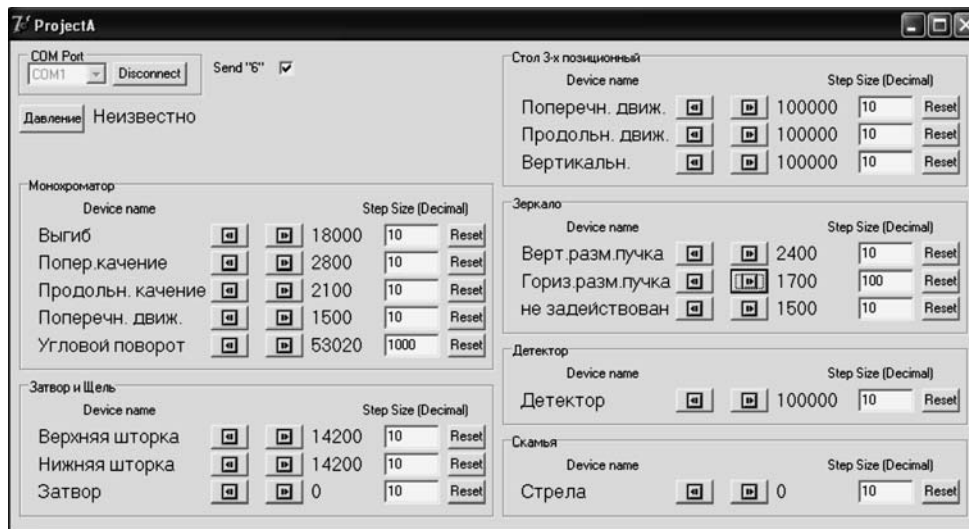


Рис. 4. Интерфейс управления EXAFS-спектрометром

## 2. ЭКСПЕРИМЕНТ

Была проведена последовательная юстировка по положению и углу кристалла монокроматора на пучке СИ, затем были проведены измерения горизонтального профиля сфокусированного пучка в точке полихроматического фокуса изогнутого кристалла (рис. 5).

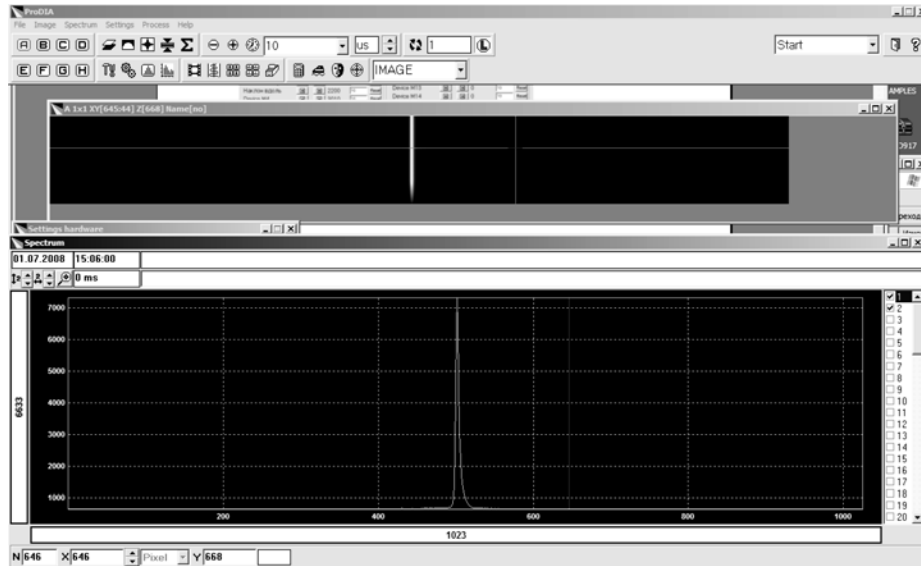


Рис. 5. Изображение полихроматического фокуса для угла поворота кристалла, соответствующего  $K$ -краю  $Zn$ ,  $E = 9658$  эВ. Минимальное достигнутое значение ширины сфокусированной линии —  $(142 \pm 20)$  мкм. Верхнее окно показывает видеоизображение профиля пучка СИ, нижнее — измеренное распределение интенсивности

Также была измерена зависимость размера фокальной линии (рис. 6) от параметра изгиба кристалла, который определяется углом поворота зажимного узла кристалла при фиксированном положении вершины кристалла и измеряется в количестве шагов устройства отсчета.

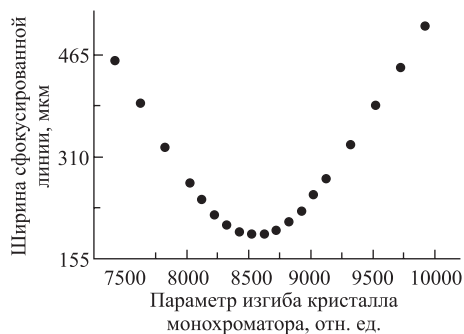


Рис. 6. Зависимость ширины сфокусированной линии от параметра изгиба кристалла (количества шагов измерительного устройства)

Минимальный горизонтальный размер в полихроматическом фокусе составляет  $(142 \pm 20)$  мкм на энергии  $E = 9,6$  кэВ. Ширина нефокусированного отраженного пучка СИ, соответствующая плоскому кристаллу, была 6 мм. Таким образом, получено уменьшение горизонтального размера пучка в 42 раза. Можно рассчитывать на то, что и освещенность образца увеличилась в такое же количество раз.

Высота сфокусированной линии определялась естественной расходимостью пучка СИ и составляла около 5 мм.

На рис. 7 представлено распределение интенсивности на детекторе без образца в районе энергии  $E_\gamma = 9650$  эВ на расстоянии 90 см от фокуса. Время измерения  $t_{\text{изм}} = 100$  мс.

На рис. 8 представлен спектр рентгеновских лучей в тех же условиях, что и на рис. 7, но с образцом  $Zn$ . Видно, что на энергии  $K$ -края поглощения  $Zn$  происходит резкое па-

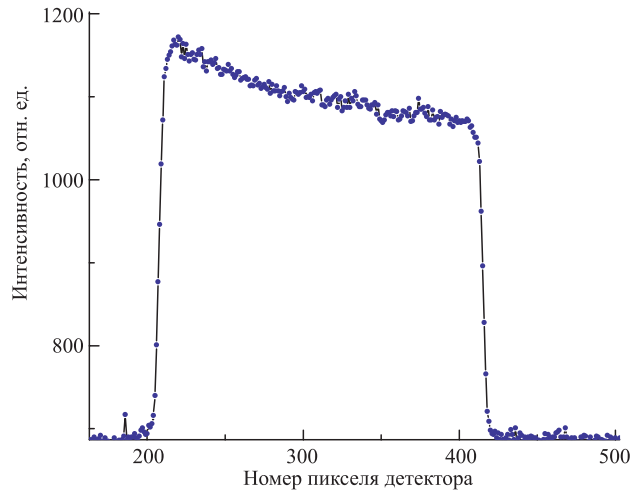


Рис. 7. Распределение интенсивности рентгеновского излучения на детекторе без образца в районе энергии  $E\gamma = 9650$  эВ на расстоянии 90 см от фокуса. Время измерения  $t_{изм} = 100$  мс

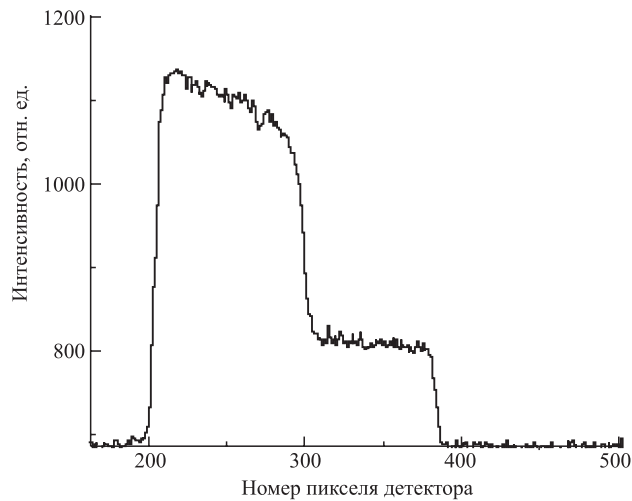


Рис. 8. Распределение интенсивности рентгеновского излучения на детекторе с образцом из Zn с параметрами, указанными в подписи к рис. 7

дение интенсивности. Это падение соответствует  $K$ -краю поглощения Zn  $E_k = 9658$  эВ. Оценка разрешения монохроматора по  $K$ -краю дает значение  $\Delta E \sim 8$  эВ.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Впервые в России запущен энергодисперсионный EXAFS-спектрометр. Получено значение фактора фокусировки изогнутым кристаллом  $\sim 60$  при сфокусированном изображении в области полихроматического фокуса 142 мкм. В настоящее время проводится работа по улучшению энергетического разрешения до 4 эВ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Tolentino B. et al.* // J. Appl. Cryst. 1988. V. 21. P. 15–21.
2. *Hagelstein M. et al.* // J. Synchrotron Rad. 1995. V. 2. P. 174–180.
3. *Aksenov V. L. et al.* // Crystallography Rep. 2006. V. 51, No. 6. P. 908–935.
4. *Aksenov V. L. et al.* // Nucl. Instr. Meth. A. 2000. V. 448. P. 122–125.
5. *Artemiev A. N. et al.* // Nucl. Instr. Meth. A. 2007. V. 575. P. 269–271.
6. *Korchuganov V. et al.* // Nucl. Instr. Meth. A. 2005. V. 534. P. 14–18.

Получено 5 февраля 2009 г.