



Обработка металлов (технология • оборудование • инструменты)

Сайт журнала: http://journals.nstu.ru/obrabotka_metallov



Методы монохроматизации синхротронного излучения (обзор исследований)

Александр Бурдилов^{1, а, *}, Глеб Довженко^{1, 2, б}, Иван Батаев^{1, в}, Анатолий Батаев^{1, д}

¹ Новосибирский государственный технический университет, пр. К. Маркса, 20, г. Новосибирск, 630073, Россия

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

^а <https://orcid.org/0009-0003-1992-9290>, burdillov12@gmail.com; ^б <https://orcid.org/0000-0003-0615-0643>, dovjenko.g@gmail.com;

^в <https://orcid.org/0000-0003-2871-0269>, i.bataev@corp.nstu.ru; ^д <https://orcid.org/0000-0002-6227-5398>, bataev@adm.nstu.ru

ИНФОРМАЦИЯ О СТАТЬЕ

УДК 52-624

История статьи:

Поступила: 24 мая 2024

Рецензирование: 10 июня 2024

Принята к печати: 28 июня 2024

Доступно онлайн: 15 сентября 2024

Ключевые слова:

Синхротронное излучение
Дифракция рентгеновского излучения
Монохроматоры

Благодарности

Выражается благодарность Трофимову Роману Владимировичу за то, что он предоставил рисунок под номером 29 в данной работе.

АННОТАЦИЯ

Статья содержит анализ исследований, связанных с монохроматизацией рентгеновского излучения (РИ) на станциях источников синхротронного излучения (СИ). Представлен обзор монохроматоров, основанных на явлении дифракции рентгеновского излучения на кристаллах, отражены особенности их технической реализации. Даны представления о монохроматорах, в состав которых входят многослойные структуры. Отражены технические проблемы, возникающие при конструировании приборов, и представлены возможные решения. **Введение.** Описаны возможности использования рентгеновского излучения при проведении научных исследований. Отмечена высокая эффективность источников синхротронного излучения, дана их характеристика. **Элементарные сведения о дифракции рентгеновского излучения.** Описаны свойства рентгеновского излучения и возможности его использования при исследовании различных материалов. **Степень монохроматичности.** Важной характеристикой СИ является степень монохроматичности. В зависимости от ширины полосы длин волн выделяют «белый», «розовый» и монохроматический пучки. Для получения «розовых» пучков применяют монохроматоры на основе многослойных структур. Монохроматическое излучение формируется с использованием монокристаллов. При проведении экспериментов с «белыми» пучками монохроматор не используется. Описаны факторы, нарушающие идеальное выполнение условия Вульфа – Брэгга и влияющие на степень монохроматичности (действие тепла, вибрации). Отмечается, что значения отражательной способности при разных углах скольжения пучка имеют различную ширину. **Монохроматоры на основе многослойных структур.** Периодические структуры, сочетающие тонкие слои из двух разнородных материалов, позволяют получать «розовые» пучки. Полоса пропускания длин волн в таких приборах на один-два порядка больше, чем у монохроматоров, где в качестве оптических элементов используются кристаллы. **Конфигурации и геометрия оптических элементов.** Различают два вида дифракции РИ на кристалле – дифракцию Брэгга и дифракцию Лауэ. Дифракцию Брэгга относят к отражательной геометрии, дифракция Лауэ основана на прохождении лучей сквозь кристалл. В разделе приведены примеры монохроматоров с различной конфигурацией кристаллов и рентгеновских зеркал. Расположение оптических элементов в монохроматоре играет важную роль в геометрии хода лучей. Проектируя монохроматоры, необходимо учитывать методы фиксации и ориентацию осей вращения оптических элементов. Приведены примеры монохроматоров с различной конфигурацией кристаллов и рентгеновских зеркал. **Фокусирующие монохроматоры.** Изгибая оптический элемент монохроматора, возможно обеспечить сагиттальный и меридиональный типы деформации. За счет искривленной поверхности кристалла пучок не только монохроматизируется, но и подвергается фокусировке. Современные фокусирующие монохроматоры оснащаются элементами адаптивности, позволяющими изменять радиус кривизны оптического элемента. Приведены примеры практической реализации подобных монохроматоров. **Тепловая нагрузка СИ на оптические элементы.** СИ характеризуется высокой яркостью и широким спектром излучаемых длин волн. В процессе эксплуатации оптические элементы станций СИ поглощают большое количество тепловой мощности. Проблемы теплоотвода оказывают принципиальное влияние на качество монохроматизации синхротронного излучения. **Дополнительно о монохроматорах.** Представлены примеры особых конструктивных решений монохроматоров. **Заключение.** Конструирование монохроматоров актуально для строящегося в Новосибирске источника синхротронного излучения 4+ СКИФ.

Для цитирования: Методы монохроматизации синхротронного излучения (обзор исследований) / А.А. Бурдилов, Г.Д. Довженко, И.А. Батаев, А.А. Батаев // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2024. – Т. 26, № 3. – С. 208–233. – DOI: 10.17212/1994-6309-2024-26.3-208-233.

Введение

Синхротронное излучение нашло широкое применение в различных отраслях науки, в том числе в материаловедении, физике, химии,

кристаллографии, медицине, биологии, минералогии и др. При формировании представления о структуре изучаемого объекта возникает необходимость «заглянуть внутрь» материала, что позволяют сделать методы исследований, основанные на использовании источников синхротронного излучения (СИ). В некотором смысле экспериментальную установку на источнике СИ можно представить как своеобразный «мощный микроскоп». Спектральный диапазон энер-

*Адрес для переписки

Бурдилов Александр Александрович, студент, лаборант
Новосибирский государственный технический университет,
пр. К. Маркса, 20,
630073, г. Новосибирск, Россия
Тел.: +7 952 794-44-06, e-mail: burdillov12@gmail.com

гий синхротронного излучения весьма широк: от 10 эВ (и менее) до 100 кэВ (и более). При этом разные методы исследований, реализуемых на источниках СИ, требуют использования фотонов различных энергий (или длин волн). Соответственно исследователю необходимо выделить из широкого спектра излучения ту его часть, которая наиболее важна для используемой методики. В большинстве задач из широкого спектра СИ следует особо выделить диапазон рентгеновского излучения (РИ), длины волн которого сопоставимы с размерами атомов, что позволяет исследователям анализировать атомно-кристаллическую структуру твердых тел, а также изучать ближний порядок в жидкостях и аморфных объектах. Излучение, соответствующее рентгеновскому диапазону электромагнитных волн, характеризуется значениями энергии от 1 до 100 кэВ.

Из вставных устройств накопительного кольца, в котором циркулирует поток элементарных частиц (как правило, электронов или позитронов), выходит «белый» пучок (т. е. излучение с широким диапазоном длин волн). Однако для проведения большинства экспериментов необходимо иметь пучок с более «узким» диапазоном параметров, необходимых для решения поставленных исследователем задач. В большинстве случаев на станциях синхротронного излучения используют монохроматическое излучение, формирование которого обеспечивается специальными устройствами, именуемыми монохроматорами. Расположенные на станции СИ монохроматоры совместно со щелями, фильтрами и системами фокусировки формируют излучение с требуемыми характеристиками. С технической точки зрения монохроматоры являются одними из наиболее сложных и высокотехнологичных устройств станций СИ. Производство монохроматоров относится к критическим технологиям, обеспечивающим эффективное использование СИ для исследования структуры материалов.

Как правило, основным узлом монохроматора является пара кристаллов, позволяющих выделить из всего спектра СИ дифрагированный пучок, соответствующий узкой полосе длин волн, и направить его на образец. Входящий пучок, который включает в себя весь спектр генерируемого вставным устройством излучения, пройдя через монохроматор, преобразуется в монохро-

матическое либо в «розовое» излучение. Между собой эти типы излучения отличаются степенью монохроматичности, под которой понимается отношение $\Delta\lambda/\lambda$, где λ и $\Delta\lambda$ – соответственно пиковое значение длины волны и спектральная ширина излучения, прошедшего монохроматор.

Синхротронное излучение, соответствующее отношению $\Delta\lambda/\lambda = 10^{-4} \dots 10^{-3}$, называют монохроматическим [1]. Для решения некоторых задач используют также «розовое» излучение, степень монохроматичности которого составляет $\Delta\lambda/\lambda = 10^{-2} \dots 10^{-1}$ [2]. При проведении экспериментов с «белым» пучком монохроматор не нужен. Так, например, метод Лауэ предполагает воздействие на неподвижный монокристалл именно «белого» (непрерывного) излучения. Присутствие в рентгеновском спектре широкого диапазона длин волн дает возможность выполнения условия Вульфа – Брэгга, т. е. проявления эффекта дифракции рентгеновского излучения. Если же речь идет о проведении экспериментов методами, связанными с применением «розового» и монохроматического излучения, то используют монохроматоры различных типов, особенности которых обсуждаются в данной статье.

Принцип работы монохроматоров основан на явлении дифракции рентгеновского излучения. Особенности дифракции на кристаллах в 1913 году описали У.Л. Брэгг и Г.В. Вульф. Исходя из условия, именуемого в настоящее время законом Вульфа – Брэгга, попавшее на кристалл «белое» излучение можно разложить на пучки, характеризующиеся узкой полосой длин волн. В зависимости от используемой методики и задач, стоящих перед исследователем, для проведения экспериментов могут требоваться разные диапазоны длин волн. Согласно закону Вульфа – Брэгга для выделения заданной длины волны (и соответственно энергии фотонов) требуется задать определенный угол падения излучения на кристалл, который регулируется гониометром – одним из наиболее важных механизмов монохроматора. Кроме гониометра, позволяющего настраивать монохроматор на разный уровень энергии, в состав прибора входят такие элементы, как вакуумные насосы, система охлаждения и датчики, обеспечивающие работу всех приборов.

При разработке и последующей эксплуатации монохроматора важно иметь количественные представления об интенсивности и яркости

пучка, напрямую зависящих от позиционирования кристаллов, технических погрешностей и отклонений, характерных для прибора. Кроме того, важно понимать свойства источника излучения (в контексте данной статьи под источником понимаются поворотные магниты либо вставные устройства, расположенные на накопительном кольце синхротрона).

Принципиальная схема специализированного источника СИ представлена на рис. 1 [3]. В его состав входят следующие элементы: электронная пушка 1, работа которой основана на эффекте термоэлектронной эмиссии; линейный ускоритель электронов (линак) 2; бустер 3; поворотные магниты 4; радиочастотные резонаторы 5; вставные устройства (ондуляторы, вигглеры) 6; экспериментальная станция 7; фронт-энд 8; оптический хатч 9 (отсек с оптическими устройствами); экспериментальный хатч 10.

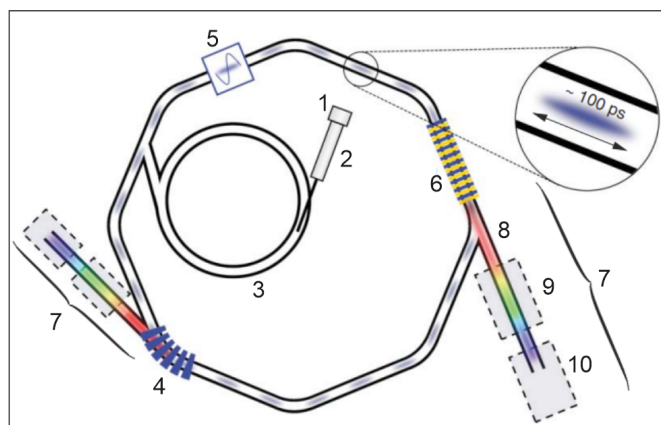


Рис. 1. Принципиальная схема источника СИ.

Взято из работы [3]

Fig. 1. A conceptual sketch of the SRS. Taken from [3]

Электронная пушка 1 эмитирует электроны и выводит их в линейный ускоритель 2, где частицы ускоряются по резонансному принципу, проходя через промежутки высокочастотного электрического поля. Вышедший из линейного ускорителя пучок направляется в бустер 3, в котором электроны ускоряются до релятивистских скоростей. Далее пучок переходит в накопительное кольцо, основными элементами которого являются поворотные магниты 4, формирующие замкнутую траекторию движения электронов, радиочастотные резонаторы 5, восполняющие энергию пучка, которая тратится при испускании фотонов СИ, и вставные устройства 6. Пово-

ротные магниты и вставные устройства служат для генерации синхротронного излучения, которое направляется в станцию СИ 7 и, пройдя через оптический хатч 9, попадает в экспериментальный хатч станции 10 с находящимся в нем объектом анализа.

Синхротронное излучение представляет собой магнитотормозное электромагнитное излучение, испускаемое релятивистскими заряженными частицами (движущимися со скоростью излучения, близкой к скорости света), которые постоянное магнитное поле заставляет двигаться по круговым орбитам. Устройствами, генерирующими синхротронное излучение, могут быть поворотные магниты – вигглеры либо ондуляторы. Магнитное поле этих устройств за счет действия силы Лоренца приводит (1) к изменению траектории электронов и (2) к формированию за счет этого синхротронного излучения. Направленное по касательной к накопительному кольцу синхротронное излучение входит в канал вывода пучка, перемещаясь по которому подводится к исследуемым образцам, расположенным в экспериментальном хатче 10.

В оптическую схему станции входит множество устройств, выполняющих различные функции. К ним относятся оптические элементы, изменяющие геометрические параметры пучка (щели, коллимирующие и фокусирующие линзы, рентгеновские зеркала и др.), фильтры, а также окна, разделяющие вакуумные объемы. В оптической схеме должны присутствовать элементы мониторинга пучка, которые могут быть разделены на две группы. К первой относятся детекторы, определяющие положение пучка, ко второй – детекторы, фиксирующие интенсивность и спектральный состав излучения.

Область применения синхротронного излучения велика, и по этой причине методики проведения экспериментов могут существенно различаться. Необходимость решения задач разного рода обуславливает разработку станций синхротронного излучения, отличающихся по набору входящих в них элементов. Монохроматоры являются одними из ключевых элементов станций СИ и представляют собой спектральные оптико-механические приборы, позволяющие выделить узкие полосы излучения из широкого диапазона длин волн.

В используемые на источниках СИ монохроматоры входят узлы, одинаковые по назначению. Однако конструктивно монохроматоры друг от друга отличаются. Технические особенности монохроматоров обусловлены не только решаемыми на станции СИ задачами, но также величиной входящего теплового потока, системой охлаждения кристаллов и точностью их регулировки.

Элементарные сведения о дифракции рентгеновского излучения

В 1985 году Вильгельм Конрад Рентген, проводя эксперименты с трубкой Крукса, обнаружил неизвестное ранее излучение, которое он назвал X -лучами. На рис. 2 представлена шкала длин волн и частот электромагнитного излучения, на которой выделен соответствующий рентгеновскому излучению условный диапазон, определенный в разное время на основании работ К. Рентгена, М. Лауэ, Ч. Баркла, Д. Томпсона и Г. Мозли.

Рентгеновскую область часто делят на диапазоны жесткого ($0,1 < \lambda < 10 \text{ \AA}$), мягкого ($10 < \lambda < 300 \text{ \AA}$) и ультрамягкого ($300 < \lambda < 1000 \text{ \AA}$) излучения [34]. Данное разделение условно, од-

нако оно важно с точки зрения физики процесса монохроматора, поскольку для этих диапазонов характерны различные показатели преломления, коэффициенты поглощения и особенности поляризации волн. От видимого света рентгеновское излучение отличается своей способностью проникать вглубь вещества. Свойствами рентгеновского излучения являются прямолинейность распространения со скоростью света, преломление на границах раздела сред, отражение и рассеяние на препятствиях, интерференция и дифракция, поляризация при рассеянии или прохождении через вещество, поглощение веществами, способность вызывать фотоэффект [3, 4].

Ранее отмечалось, что принцип действия монохроматоров основан на дифракции рентгеновского излучения. Первые эксперименты, связанные с этим физическим явлением, были выполнены в 1912 году Максом фон Лауэ и его молодыми сотрудниками П. Книппингом и В. Фридрихом. Простое условие, позволяющее определить угол, соответствующий дифракционному максимуму, было получено английским физиком У.Л. Брэггом [3] и независимо от него российским ученым Г.В. Вульфом:

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda. \quad (1)$$

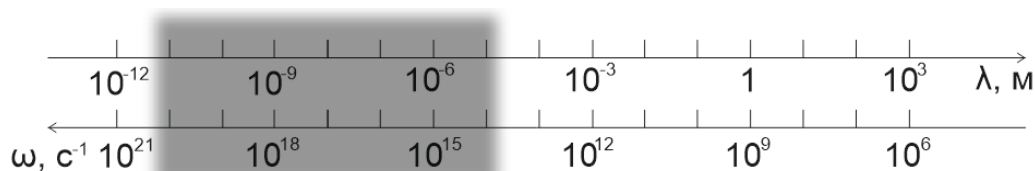


Рис. 2. Шкала электромагнитного излучения. Серым цветом отмечена область синхротронного излучения

Fig. 2. The scale of electromagnetic radiation. The area of synchrotron radiation is marked in gray

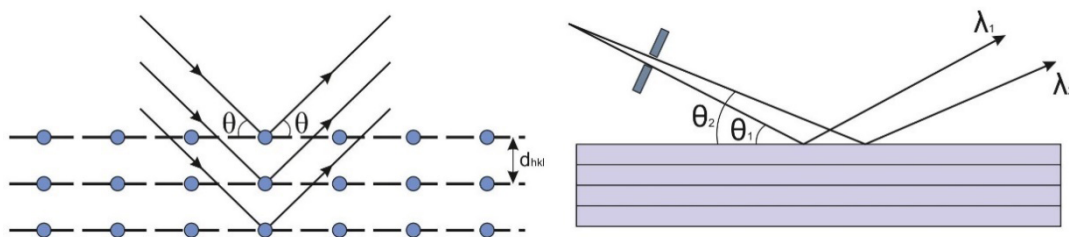


Рис. 3. Схема дифракции рентгеновского излучения на атомных плоскостях кристалла и иллюстрация угловой расходимости пучка

Fig. 3. Schematic of X-ray diffraction on the atomic planes of the crystal and illustration of the angular divergence of the beam

Выражение (1), именуемое в русскоязычной литературе условием Вульфа – Брэгга, показывает, каким образом углы θ , при которых происходит конструктивная интерференция рентгеновского излучения, рассеиваемого кристаллом, связаны с длиной волны рентгеновского излучения λ и расстоянием между атомными плоскостями d_{hkl} (рис. 3). Параметр n в формуле (1) представляет собой порядок отражения. Условие Вульфа – Брэгга служит теоретической основой разработки любого монохроматора для источника синхротронного излучения.

Исходя из того, что кристалл может быть представлен в виде совокупности параллельных друг другу плоскостей, расстояние d_{hkl} между которыми одинаково, У.Л. Брэгг и Г.В. Вульф полагали, что рентгеновские лучи, падающие на кристалл, будут дифрагировать только в том случае, если угол скольжения θ удовлетворяет условию (1). Из этого условия следует, что если полихроматический («белый») пучок попадает на идеальный непоглощающий кристалл бесконечной глубины, то полоса дифрагированного излучения будет бесконечно узкой [3, с. 149]. Такой режим дифракции является идеальным и практически недостижимым. В действительности монохроматором формируется спектральная полоса некоторой ширины $\Delta\lambda$. Причины уширения связаны с тепловыми деформациями кристалла, жесткостью его крепления, несовершенством строения кристалла, вибрациями от течения охлаждающей жидкости, колебаниями

земной коры и др. Отмеченные обстоятельства осложняют описание дифракции рентгеновского излучения на кристалле. Таким образом, идеальный вариант выполнения условия Вульфа – Брэгга на практике не реализуется, и в действительности происходит некоторое рассеяние излучения (рис. 3, б).

Степень монохроматичности излучения

«Белое» излучение, входящее в монохроматор, включает в себя широкий диапазон длин волн, который определяется источником излучения (например, поворотным магнитом или вигглером). Монохроматор, как отмечалось ранее, из этого диапазона должен вырезать узкую полосу волн (рис. 4).

Отношение ширины вырезанной полосы $\Delta\lambda$ к пиковому значению длины волны пропускаемого излучения λ определяет степень монохроматичности. Дифференцируя зависимость Вульфа – Брэгга, получаем

$$2d_{hkl} \cos \theta d\theta = d\lambda. \quad (2)$$

Подставляя вместо $2d_{hkl}$ величину $\lambda/\sin\theta$, имеем

$$\frac{\Delta\lambda}{\lambda} = \operatorname{ctg} \theta \Delta\theta, \quad (3)$$

где θ – угол скольжения, $\Delta\theta$ – отклонение угла скольжения, вызванное тепловыми деформациями и вибрацией кристалла.

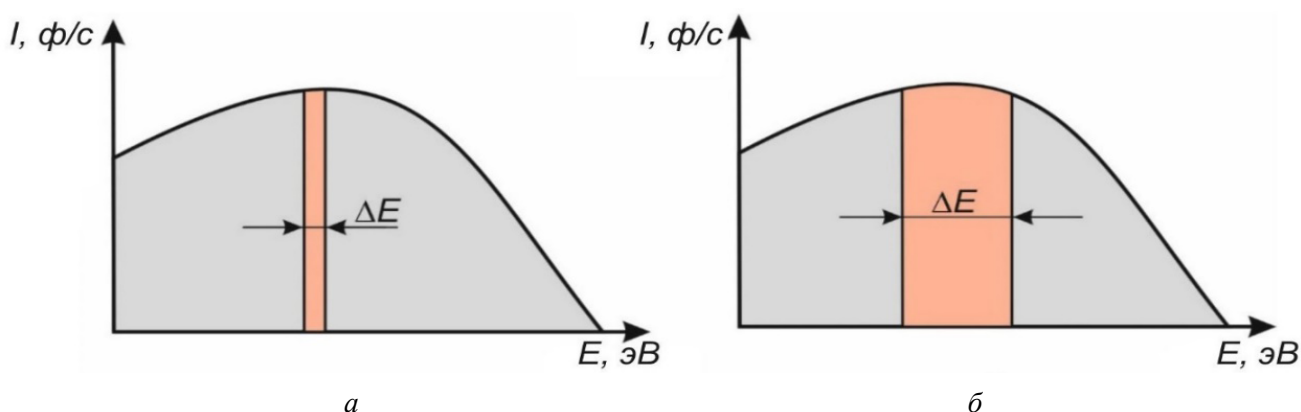


Рис. 4. Зависимость плотности потока фотонов СИ от энергии излучения (E):

a – монохроматическое излучение (степень монохроматичности $\Delta E/E = \Delta\lambda/\lambda = 10^{-4} \dots 10^{-3}$); b – «розовое» излучение ($\Delta E/E = \Delta\lambda/\lambda = 10^{-2} \dots 10^{-1}$)

Fig. 4. Dependence of SR photon flux density on radiation energy (E):

a – monochromatic radiation (degree of monochromaticity $\Delta E/E = \Delta\lambda/\lambda = 10^{-4} \dots 10^{-3}$); b – “pink” radiation ($\Delta E/E = \Delta\lambda/\lambda = 10^{-2} \dots 10^{-1}$)

В некоторых случаях специалистам, занимающимся дифракцией рентгеновского излучения, удобно оперировать не только значением длины волны излучения λ , но также величиной энергии фотонов E , соответствующей данной длине волны. Несложно показать, что

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{\Delta \lambda}{\lambda} = \operatorname{ctg} \theta \Delta \theta. \quad (4)$$

Таким образом, степень монохроматичности определяется углом скольжения θ и величиной отклонения $\Delta \theta$ [4]. В идеальном случае значение угла дифракции θ на кристалле в процессе эксперимента не изменяется. Однако в действительности, как отмечалось ранее, это допущение не выполняется. Одна из наиболее важных причин, наблюдаемых в эксперименте отклонений, связана с влиянием теплового потока, результатом которого является нагрев некоторой локальной зоны кристалла (рис. 5, выделено окружностью). Результатом такого воздействия, сопровождающегося тепловым расширением материала, является искажение его кристаллического строения [5].

Тепловое воздействие приводит к деформации сначала первого кристалла монохроматора, вызывая таким образом отклонение от условия Вульфа – Брэгга. В результате нагрева происходит локальное искажение кристаллической решетки материала (увеличение межплоскостного

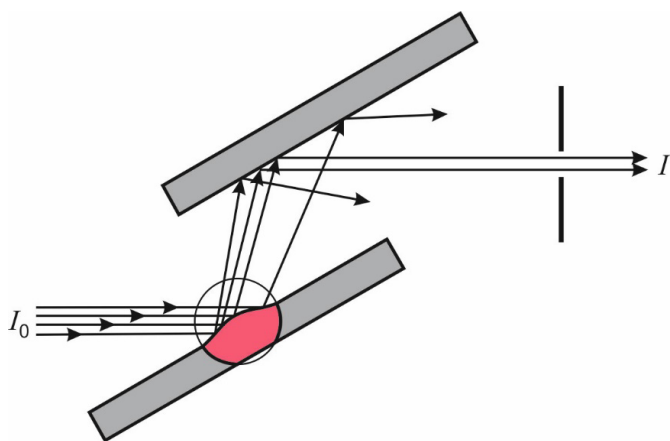


Рис. 5. Демонстрация эффекта теплового расширения локальной зоны кристалла (выделено окружностью), вызванного тепловым воздействием синхротронного излучения, на дифракцию рентгеновского излучения. По работе [5]

Fig. 5. Demonstration of the effect of thermal expansion of the local crystal zone (highlighted with a circle), caused by the thermal effect of synchrotron radiation, on the diffraction of X-rays. According to [5]

расстояния d_{hkl}). Аккумулируемое в кристалле тепло является причиной расширения материала, формирования выпуклой зоны и рассеяния излучения под различными углами. Следует отметить, однако, что изменение параметра d_{hkl} может быть связано с качеством изготовления самого кристалла и присутствием в нем дефектов различной природы. Таким образом:

$$\theta = \theta_d + \delta \theta; \quad (5)$$

$$d_{hkl} = d_d + \delta d_{hkl}, \quad (6)$$

где θ_d и d_d – угол дифракции и межплоскостное расстояние для случая, соответствующего идеальному выполнению условия Вульфа – Брэгга; $\delta \theta$ и δd_{hkl} – возможные погрешности соответствующих величин.

Отклонения от идеального режима работы монохроматора, обусловленные расширением кристалла при его нагреве, а также вибрацией из-за турбулентного течения охлаждающей жидкости либо передающейся от фундамента, являются причинами пропуска прибором дифрагированных волн, соответствующих некоторому диапазону энергии. Это означает, что прошедшее через монохроматор излучение представляет собой пучок, характеризующийся диапазоном длин волн $\Delta \lambda$. Отмеченные причины влияют на угол скольжения θ_d и межплоскостное расстояние d_d , значения которых условием (1) связаны с конкретной длиной волны, соответствующей определенной энергии излучения.

Тепловой нагрев и вибрации различной природы являются негативными факторами, которые проявляются непосредственно во время работы монохроматора. В то же время имеются и дополнительные факторы снижения степени монохроматичности излучения, обусловленные несовершенством строения кристаллов (неплоскостью внешней поверхности, мозаичностью структуры материала). Мозаичность является одним из возможных дефектов кристаллического строения. Монокристалл, установленный в монохроматор, состоит из множества «блоков», разориентированных друг относительно друга на небольшие углы (рис. 6). Мозаичность кристалла как один из факторов, определяющих степень монохроматичности излучения, анализировалась Ч.Г. Дарвином еще в 1922 году [6]. Под неплоскостью понимают расстояние между реальной и идеальной

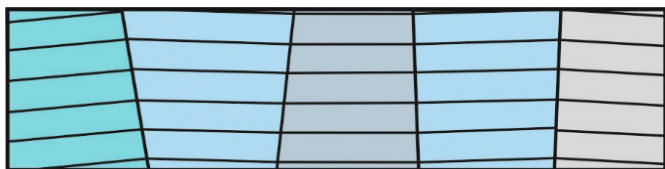


Рис. 6. Демонстрация мозаичности кристалла на примере пяти блоков, разориентированных друг относительно друга под небольшими углами

Fig. 6. Demonstration of crystal mosaicity on the example of five blocks disoriented relative to each other at small angles

поверхностью кристаллической пластины. Негативное влияние на монохроматичность излучения оказывает также шероховатость (впадины и выступы), возникшая на последней стадии обработки поверхности.

При решении определенного класса задач достаточно (а иногда – необходимо) обеспечить степень монохроматичности, соответствующую «розовому» пучку (рис. 4, б) [7]. Спектральная ширина «розового» излучения на 1...3 порядка больше по сравнению с монохроматическим. Для формирования «розового» пучка используют монохроматоры, оснащенные рентгеновскими зеркалами, которые представляют собой многослойные структуры в виде чередующихся пар слоев из разных материалов, характеризующихся различными показателями преломления (рис. 9).

Важная характеристика монохроматора связана с его отражательной способностью (рис. 7). Описывается этот параметр кривой Дарвина – или, как еще ее называют, кривой качания, представляющей функцию углового смещения от углов Брэгга для основного излучения рентгенов-

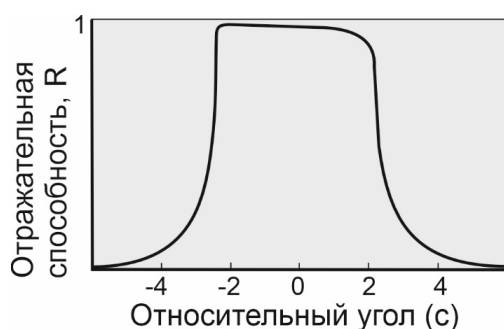


Рис. 7. Кривая отражательной способности оптического элемента монохроматора

Fig. 7. Reflectivity curve of the monochromator optical element

ских лучей [6, 8]. «Белый» пучок синхротронного излучения падает на оптический элемент под некоторым углом θ_d . В соответствии с условием (1) из него «выделяется» монохроматическое излучение требуемой длины волны. Кривые качания иллюстрируют зависимость отражательной способности R при угле θ с некоторым смещением углов $\delta\theta$, величины которого сопоставимы с угловыми секундами [8]. Кривая отражательной способности показывает процент отраженного излучения в определенном диапазоне углов, т. е. указывает на «качество» интерференционного пика.

В работе [9] представлены результаты эксперимента, который демонстрирует, что при разной ориентации кристалла и энергии излучения кривые отражательной способности имеют разную ширину (рис. 8).

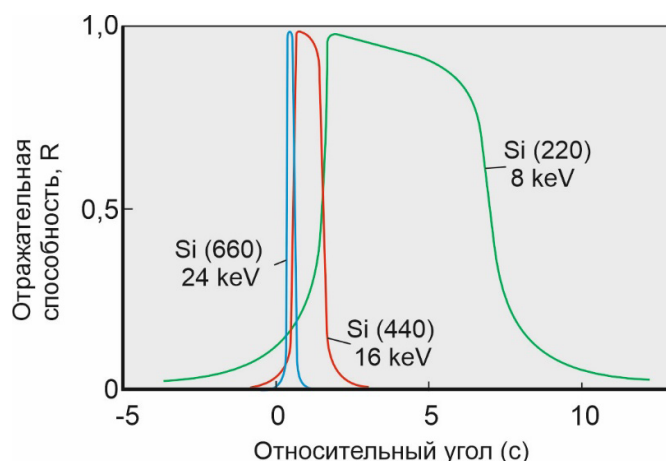


Рис. 8. Кривая отражательной способности для Si (660), Si (440) и Si (220) при энергиях 24, 16 и 8 кэВ. Из работы [9]

Fig. 8. Reflectivity curve for Si (660), Si (440) and Si (220) at energies of 24, 16 and 8 keV. From [9]

Отражательная способность кристалла зависит не только от угла скольжения, но и от ориентации плоскости (от индексов Миллера). Интеграл по кривой качания дает количественную оценку интенсивности монохроматического излучения, а исходя из величин смещения углов можно оценить степень монохроматичности.

Монохроматоры на основе многослойных структур

Одно из широко применяемых на практике решений, связанных с монохроматизацией рентгеновского излучения, основано на исполь-

зовании многослойных структур [10, 11]. Получают их последовательным нанесением тонких чередующихся слоев двух разнородных материалов. С использованием такого подхода формируется гетерофазная структура типа А-В-А-В... (рис. 9). Каждая пара многослойной структуры представлена материалами, которые отличаются друг от друга коэффициентом преломления рентгеновского излучения, а также атомной массой Z . Толщина слоев материала А (t_A), характеризующегося низкой пропускной способностью (высокими значениями Z), обычно меньше по сравнению с толщиной материала В (t_B), пропускная способность которого выше [3]. Период многослойной структуры является величина $\Lambda = t_A + t_B$. Примером тяжелого элемента, используемого для получения многослойных рентгеновских зеркал, является вольфрам, примером легкого элемента – углерод. Как правило, тонкие слои выращивают, используя метод магнетронного напыления.

Рассеяние рентгеновских лучей на границах раздела между двумя подслоями, так же как и в кристаллах, приводит к формированию дифракционных максимумов. Закон Вульфа – Брэгга для многослойных материалов может быть записан в виде

$$2\Lambda \sin \theta = n\lambda, \quad (7)$$

где целое число $n = 1, 2, \dots$ является порядком максимума отражения. Следует подчеркнуть, что в данном случае период $\Lambda = t_A + t_B$ не является

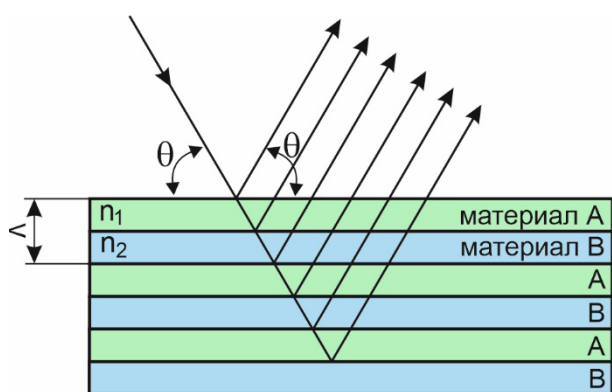


Рис. 9. Схема многослойного рентгеновского зеркала, представленная парами слоев материалов А и В, характеризующихся показателями преломления n_1 и n_2

Fig. 9. Schematic of a multilayer X-ray mirror represented by pairs of layers of materials А and В characterized by refractive indices n_1 and n_2

ся расстоянием между атомными плоскостями в кристалле. С учетом отмеченных обстоятельств многослойные материалы можно рассматривать как «искусственные кристаллы» [3].

В качестве примера искусственно созданного гетерофазного материала можно привести многослойную структуру типа Ru/B₄C, используемую в качестве материала рентгеновского зеркала на линии BM5 в ESRF (Гренобль, Франция), оснащенной поворотным магнитом [12]. На кремниевой подложке было сформировано семьдесят одинаковых по толщине слоев Ru и B₄C. Период многослойной структуры Λ составляет 4,0 нм. Результаты проведенного моделирования свидетельствуют о шероховатости межфазной поверхности на уровне 0,3 нм.

Монохроматический пучок увеличивает контраст изображения за счет уменьшения артефактов, а также предоставляет доступ к более сложным методам контрастирования. В то же время проявлению контраста способствует увеличение числа фотонов, что может быть обеспечено применением зеркальных монохроматоров [13]. По сравнению с кристаллическими монохроматорами многослойные монохроматоры обладают рядом других преимуществ. В частности, имеется возможность формировать периодическую структуру с расстоянием между слоями значительно больше 1 нм, что позволяет увеличивать диапазон длин волн отраженных фотонов. Таким образом, ширина полосы пропускания многослойного материала $\Delta E/E$ на один-два порядка больше по сравнению с кристаллическим монохроматором. Следовательно, многослойные зеркала отражают большую часть спектра, что приводит к увеличению интегральной интенсивности излучения [14]. По этой причине многослойные зеркала и двухзеркальные монохроматоры широко используются для формирования «розовых» пучков.

Для получения многослойных структур могут быть использованы различные сочетания материалов. В некоторых случаях преимущество отдается таким парам веществ, как W/Si, Mo/Si, Pd/B₄C, W/B₄C, Mo/B₄C, Ru/B₄C. Возможно применение иных систем, в том числе Ni/C, Cr/Sc, Cr/Be, La/B₄C и др. Примеры исследования многослойных структур отражены в работах [9, 14–16]. При выборе типов бислоев для многослойных монохроматоров важно учиты-

вать и другие факторы, возникающие в процессе изготовления и эксплуатации оборудования, – например, уровень тепловой нагрузки, действующей на материал. Одна из особенностей, характерных для многослойных монохроматоров, заключается в проявлении взаимной диффузии атомов в разнородных материалах и возможности образования на границах слоев новых фаз. В англоязычной литературе двухзеркальные монохроматоры называют DMM (Double Multilayer Monochromator).

Конфигурации и геометрия оптических элементов

Принцип дифракции, обеспечивающей монохроматизацию рентгеновского излучения, может быть реализован с использованием двух схем. Одна из них – схема Брэгга (рис. 10, а) – предполагает отражение лучей поверхностными слоями кристалла. Первые монохроматоры, основанные на этой схеме, предложили в 1921 году Дэвис и Стемפל [17]. В отличие от схемы Брэгга, представленная в работе [18] схема Лауэ основана на прохождении излучения сквозь кристалл (рис. 10, б). В обоих случаях реализуется условие Вульфа – Брэгга.

В зависимости от выбора геометрии и ориентации кристаллов монохроматора выходящее из него излучение характеризуется различной

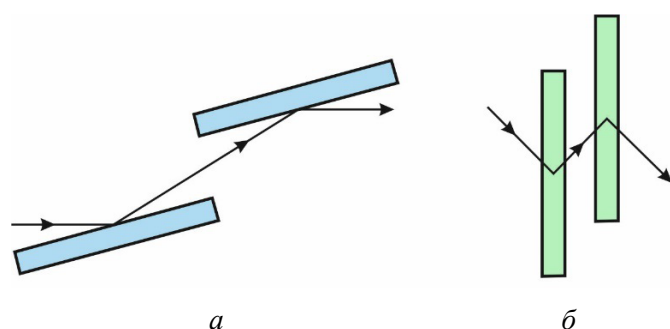


Рис. 10. Дифракция излучения на кристаллах монохроматора:

а – дифракция по схеме Брэгга (отражение рентгеновских лучей); б – дифракции по схеме Лауэ (прохождение рентгеновского излучения через кристалл)

Fig. 10. Diffraction of radiation on crystals of a monochromator:

а – diffraction according to the Bragg scheme (reflection of X-rays); б – diffraction according to the Laue scheme (passage of X-rays through the crystal)

степенью монохроматичности (рис. 11). Два кристалла, соответствующие варианту, представленному на рис. 11, а, имеют одинаковую пространственную решетку. Их кристаллографические поверхности одинаковым образом ориентированы в пространстве. В такой «недисперсионной» конфигурации монохроматичность пучка при отражении от второго кристалла не улучшается. Роль второго кристалла при реализации данной схемы заключается в восстановлении первоначального направления хода луча. В англоязычной литературе подобные двухкристальные монохроматоры обозначают аббревиатурой DCM (Double Crystal Monochromator).

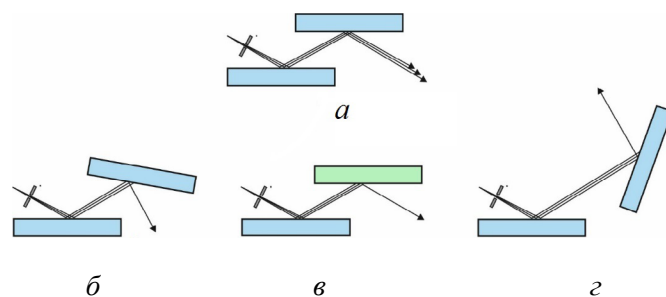


Рис. 11. Конфигурация недисперсионных (а) и дисперсионных (б–г) кристаллов

Fig. 11. Configuration of non-dispersive (a) and dispersive (б–г) crystals

В том случае, когда требуется улучшить степень монохроматичности, можно использовать одно из трех решений, схематически представленных на рис. 11, б–г. Второй кристалл, в отличие от первого, имеет другую кристаллографическую ориентацию (рис. 11, б, г) либо выполнен из другого материала (рис. 11, в) с иной ориентацией поверхностей. Дисперсионные схемы обеспечивают повышенную монохроматичность излучения за счет дополнительной дифракции на втором кристалле, способствующей выделению более узкой полосы длин волн. Количество фотонов, передаваемых в требуемом направлении, при этом снижается. Более подробно анализируемые схемы описаны в работе [19]. Дисперсионная компоновка кристаллов, соответствующая рис. 11, б, была использована авторами работы [20]. В работе [21] представлена конфигурация, аналогичная схеме, соответствующей рис. 11, г. В обоих случаях имеет место асимметричное отражение лучей.

Для улучшения монохроматичности излучения могут быть использованы приборы, обеспечивающие более двух отражений на кристаллах. В работах [21–23] представлены монохроматоры с двумя и тремя парами кристаллов (четыре и шесть отражений), каждая из которых выделяет определенную спектральную полосу. Приборы такого типа, обладающие улучшенными показателями монохроматичности, дают возможность сохранить ось пучка от входа в монохроматор до его выхода. В некоторых случаях выполнение этого условия является важным при проектировании станций синхротронного излучения [24, 25]. Большинство монохроматоров, установленных на источниках СИ, оснащено узлами с двумя кристаллами [26].

Одна из наиболее распространенных конструкций кристаллических монохроматоров предполагает использование кристаллов с канальной огранкой. В этом случае обе пластины монохроматора принадлежат одному и тому же монокристаллическому блоку. В русскоязычной литературе конструкции, изготовленные по такой схеме (рис. 12), называют «бабочкой» [27], в англоязычном варианте – channel-cut monochromator (CCM).

В отличие от двухкристалльных монохроматоров при использовании схемы «бабочка» кристалл вырезают из моноблока таким образом, что его отражающие поверхности располагаются с внутренних сторон канала (рис. 12) [28, 29]. Основное преимущество такого технического решения заключается в возможности обеспечить идеальную параллельность отражающих по-

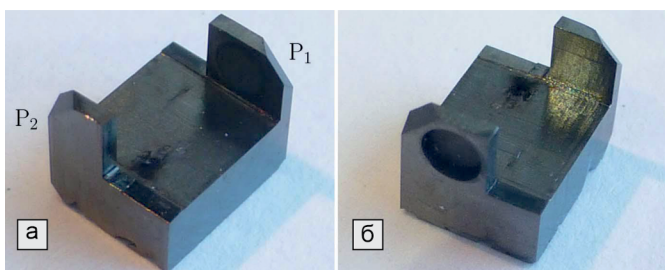


Рис. 12. Рабочий элемент кристаллического монохроматора «бабочка». Две грани кристалла, на которых происходит отражение пучка, относятся к единому монокристаллу [28]

Fig. 12. The working element of the channel-cut monochromator. Two faces of the crystal, on which the beam reflection occurs, belong to a single monocrystal [28]

верхностей на стадии изготовления кристалла. Существенное нарушение параллельности рабочих поверхностей «бабочки», обусловленное тепловой деформацией материала, наблюдается при высоких энергиях излучения (свыше 20 кэВ [3, с. 152]). При использовании монохроматоров с независимыми кристаллами, обладающими несколькими степенями свободы, возможны сложности в обеспечении параллельности их рабочих поверхностей [28].

Одна из разновидностей дисперсионных монохроматоров с канальной огранкой, обеспечивающая четырехкратное отражение рентгеновских лучей [21, 22, 30, 31], показана на рис. 13, б [30]. В работе [32] продемонстрирована схема монокристалла с канальной огранкой, рабочие поверхности которого представлены тремя дифрагирующими гранями (рис. 14).

При анализе оптических схем в геометрии Брэгга и Лауэ выделяют симметричное (рис. 15, а) и асимметричное (рис. 15, б, в) отражение рентгеновских лучей [33].

Схемы с симметричным и асимметричным отражением отличаются длиной хода лучей в кристаллах. При симметричном отражении (рис. 15, а) атомные плоскости параллельны поверхности кристалла. В случае асимметричного отражения плоскости кристалла ориентированы под углом к атомным плоскостям, составляющим обычно 5...10° [34, с. 283]. Варианты кристал-

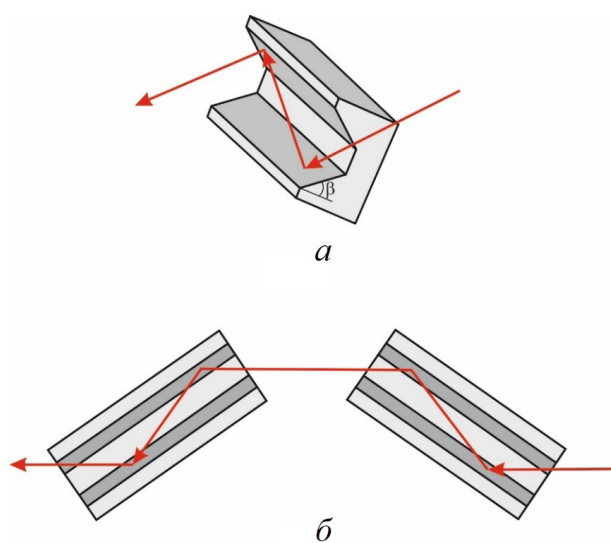
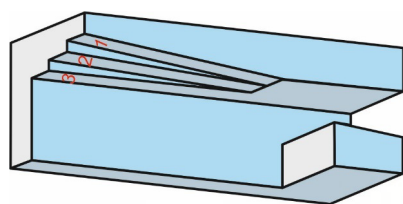
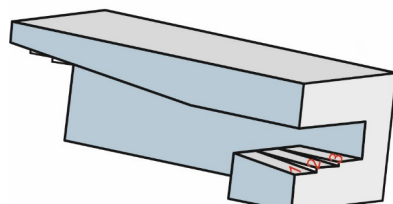


Рис. 13. Монохроматор с канальной огранкой: β – угол наклона грани [30]

Fig. 13. Monochromator with channel-cut: β – angle of inclination of the facet [30]



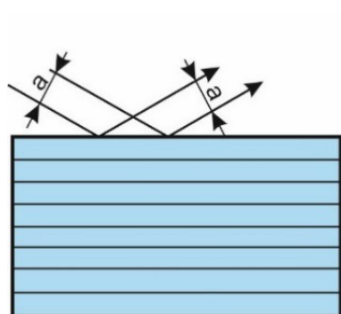
a



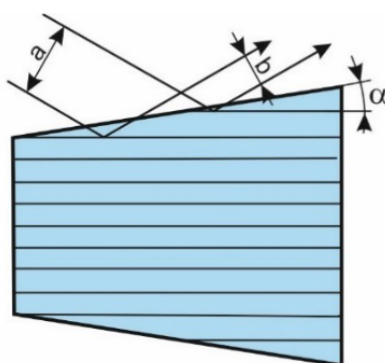
б

Рис. 14. Монохроматор «бабочка» с тремя дифрагирующими гранями [32]. Вид на кристалл с двух разных сторон

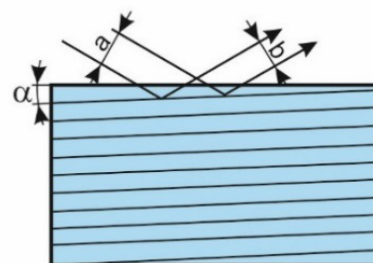
Fig. 14. The channel-cut monochromator with three diffracting faces [32]. View of the crystal from two different sides



a



б



в

Рис. 15. Варианты ориентации атомных плоскостей в кристаллах монохроматоров

Fig. 15. Variants of orientation of atomic planes in monochromator crystals

лов, обеспечивающих асимметричное отражение, представлены на рис. 15, б, в. При использовании схемы асимметричного отражения длина оптического хода падающего на кристалл луча отличается от длины хода отраженного луча [35]. Такая схема дает возможность формирования более плотного монохроматического излучения по сравнению со схемой с симметричным отражением.

Расстояние между входящим в монохроматор пучком СИ и пучком, выходящим из него, принято называть beam offset (смещение луча). На рис. 16 этот параметр обозначен символом h . В зависимости от схемы крепления кристаллов (зеркал) монохроматора могут быть реализованы конструкции с фиксированным и нефиксированным выходом лучей. На рис. 16 показаны поло-

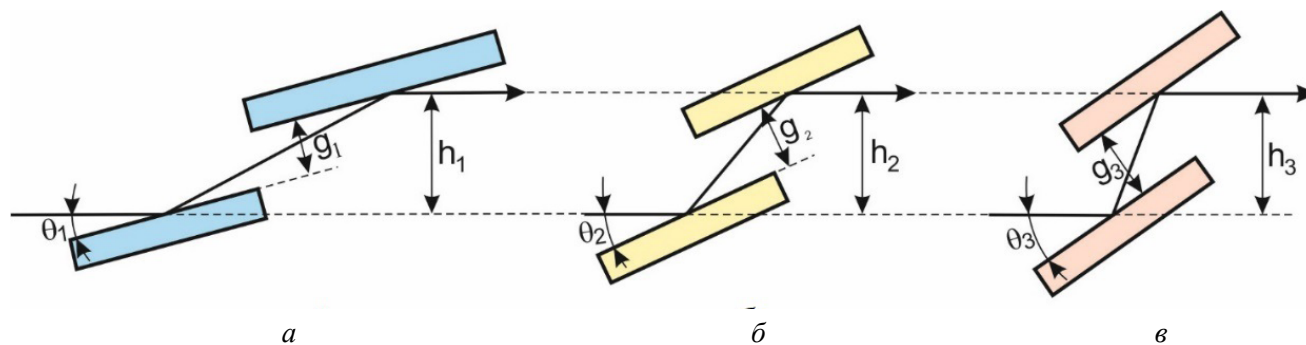


Рис. 16. Постоянное смещение луча при изменении угла падения θ (фиксированный выход луча из монохроматора: $h_1 = h_2 = h_3$)

Fig. 16. Constant displacement of the beam when changing the angle of incidence θ (fixed beam exit from the monochromator: $h_1 = h_2 = h_3$)

жения кристаллов, соответствующие различным углам скольжения θ входящих лучей [36]. Из рисунка следует, что выходящие из монохроматора лучи находятся на одной и той же высоте, т. е. их смещение одинаково ($h_1 = h_2 = h_3$).

Смещение луча зависит от способа крепления оптических элементов. Речь идет о том, связаны элементы между собой жестко или закреплены независимо друг от друга. Фиксированный выход луча достигается регулировкой зазора g между кристаллами. Постоянное смещение луча h определяется зависимостью

$$h = 2g \cos \theta, \quad (8)$$

где g – расстояние между оптическими элементами монохроматора; θ – угол скольжения луча.

Для углов, соответствующих диапазону $0 < \theta < 45^\circ$, второй оптический элемент необходимо удлинять (рис. 16, а). Если же углы скольжения больше 45° , то необходимости удлинять оптический элемент не возникает (рис. 16, б, в) [37].

На рис. 17 представлен случай, когда оптические элементы между собой связаны жестко, а следовательно, зазор g между ними одинаков [38]. При реализации этой схемы изменение угла скольжения луча ($\theta_1 \neq \theta_2 \neq \theta_3$) приводит также к изменению величины смещения h ($h_1 \neq h_2 \neq h_3$). В этом случае речь идет о нефиксированном выходе лучей. Соответствующий такому расположению элементов вариант монохроматора описан в работе [37].

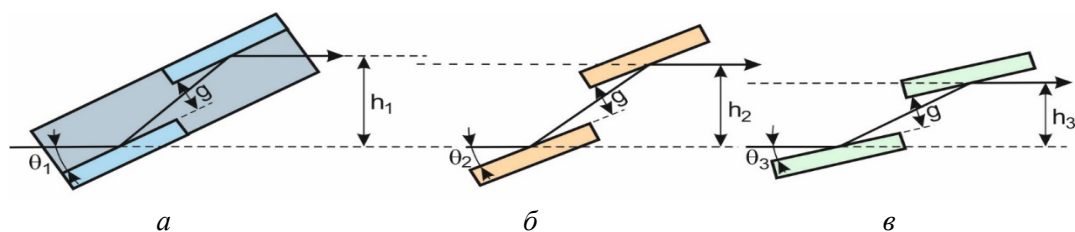


Рис. 17. Различная величина смещения лучей ($h_1 \neq h_2 \neq h_3$) при изменении угла падения θ (монохроматор с нефиксированным выходом луча)

Fig. 17. Different magnitude of ray displacement ($h_1 \neq h_2 \neq h_3$) when changing the angle of incidence θ (monochromator with non-fixed ray output)

Одна из задач, возникающих при создании монохроматора, связана с выбором оси вращения кристаллов [39]. Возможны три варианта ее расположения (рис. 18). В соответствии с одним из них ось вращения системы из двух кристаллов находится на первом оптическом элементе (в точке O_1). Возможно также расположение оси вращения на середине луча между оптическими

элементами (в точке O_2). В третьем варианте речь идет об оси, находящейся в точке падения луча на второй кристалл монохроматора (в точке O_3). Точка вращения играет важную роль в геометрии хода лучей в монохроматоре.

Фокусирующие монохроматоры

При проведении исследований с использованием синхротронного излучения возникают задачи, для решения которых необходим либо сфокусированный, либо расходящийся пучок. Один из подходов, позволяющий формировать сфокусированные пучки, основан на использовании изогнутых кристаллов. Ниже описаны основные конфигурации монохроматоров с изогнутыми кристаллами. Схема Лауэ, основанная на прохождении «белого» пучка синхротронного излучения через кристалл монохроматора, представлена на рис. 10, б. В соответствии с ней полихроматический пучок СИ входит в кристалл, где испытывает отражение под углом к атомным

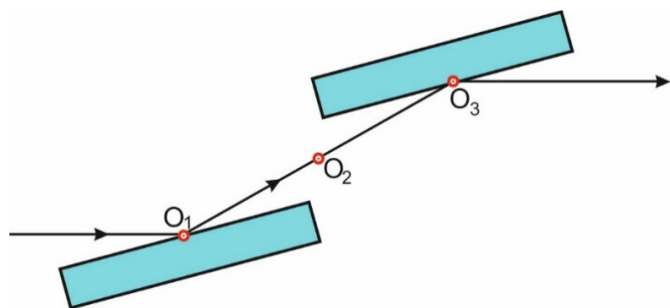


Рис. 18. Три возможных варианта расположения осей вращения оптических элементов монохроматоров

Fig. 18. Three possible arrangements of rotation axes of optical elements of monochromators

плоскостям, удовлетворяющим условию Вульфа – Брэгга. Кристаллы монохроматоров, реализующих дифракцию по схеме Лауэ, нашли широкое применение при решении задач, связанных с необходимостью фокусировки синхротронного излучения [35]. Предпосылкой к этому стала разработка в начале 1930-х годов спектрографа Иветт Кошуа, с использованием которого было показано, что изогнутые кристаллы позволяют фокусировать рентгеновское излучение [40]. Ход лучей, соответствующий указанной работе (рис. 19, а), можно рассматривать как модифицированную схему Лауэ. Продолжения атом-

ных плоскостей изогнутого кристалла сходятся в точке N , а продолжения падающих лучей – в точке F' . В случае падения излучения с выпуклой стороны, как это показано на рис. 19, а, рентгеновское излучение фокусируется в пятно F . Точки F' , N , а также совокупность точек, лежащих в пятне F , находятся на одной окружности радиусом R , называемой фокальной. Схема, представленная на рис. 19, б, называется схемой Иоганна [41]. На рис. 19, в изображена схема Иоганссона [42]. Для случаев 19, б, в источник излучения I и пятно фокусировки должны находиться на фокальной окружности.

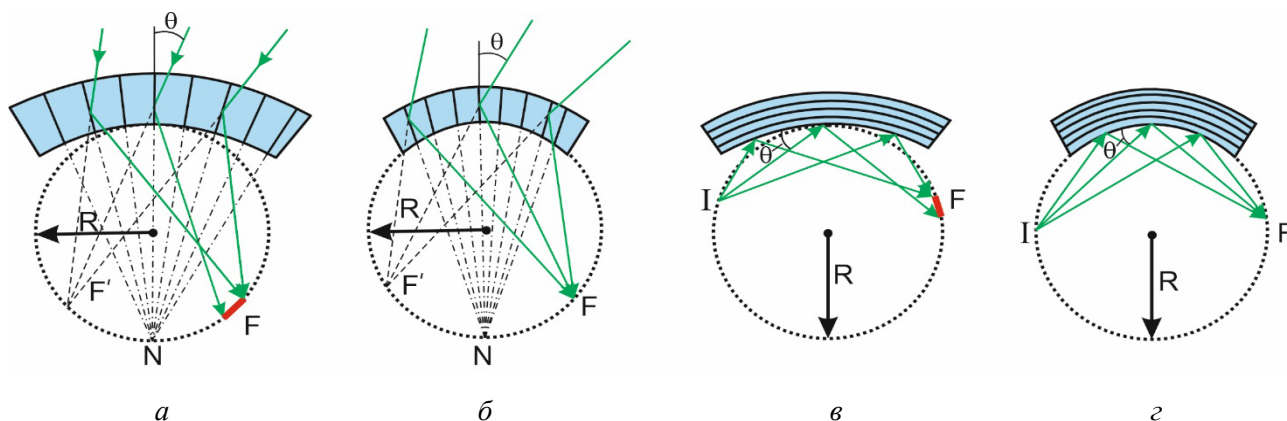


Рис. 19. Схемы прохождения луча в фокусирующих монохроматорах с изогнутыми кристаллами: а – схема Кошуа – Иоганна (модифицированная схема Лауэ); б – схема Кошуа – Иоганссона; в – схема Иоганна (атомные плоскости и фокальная окружность имеют разные радиусы кривизны); г – схема Иоганссона (атомные плоскости и фокальная окружность имеют одинаковые радиусы кривизны)

Fig. 19. Schemes of ray path in focusing monochromators with curved crystals:

а – Cauchois-Johann scheme (modified Laue scheme); б – Cauchois-Johansson scheme; в – Johann scheme (atomic planes and focal circle have different radii of curvature); г – Johansson scheme (atomic planes and focal circle have the same radii)

Направив излучение с внутренней стороны кристалла, можно расширить пучок, как это показано на рис. 20 [43].

Наряду со схемой Кошуа, предполагающей падение излучения на внешнюю сторону кри-

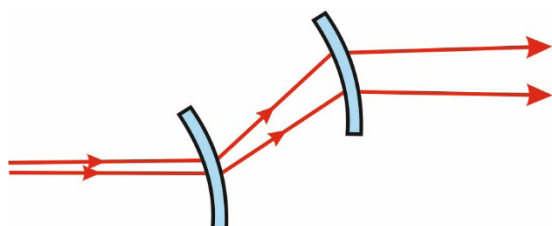


Рис. 20. Лауэ-монохроматор с изогнутыми кристаллами, расширяющий пучок

Fig. 20. Laue monochromator with bent crystals expanding the beam

сталла, эффект фокусировки может быть достигнут также с использованием схем Иоганна (рис. 19, б) и Иоганссона (рис. 19, в), при реализации которых излучение падает на кристалл с его внутренней стороны. Обе отмеченные схемы основаны на дифракции излучения по Брэггу. Отличие их между собой связано с радиусом кривизны кристаллов. При реализации схемы Иоганссона радиус фокальной окружности и радиус изгиба кристалла совпадают. В схеме Иоганна радиус фокальной окружности меньше.

Кристаллы, устанавливаемые в фокусирующие монохроматоры, могут быть деформированы определенным образом. Различают изгиб сагитальный [44] и меридиональный [45] (рис. 21).

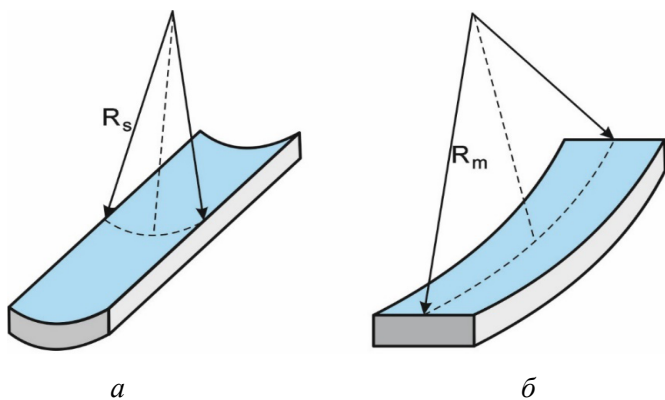


Рис. 21. Изогнутые оптические элементы. Сагиттальный изгиб кристалла с радиусом R_s (а) и меридиональный изгиб с радиусом R_m (б)

Fig. 21. Curved optical elements. Sagittal bending of a crystal with radius R_s (a) and meridional bending with radius R_m (b)

В зависимости от типа изгиба кристалла фокусное расстояние монохроматора определяют в соответствии с формулами

$$R_s = 2 \sin \theta \frac{pq}{p+q} = 2f \sin \theta; \quad (9)$$

$$R_m = \frac{2}{\sin \theta} \frac{pq}{p+q} = \frac{2f}{\sin \theta}, \quad (10)$$

где p – расстояние от источника до кристалла; q – расстояние от кристалла до образца; f – фокусное расстояние.

Для регулировки фокусного расстояния монохроматора необходимо обеспечить изменение радиуса кривизны кристалла. Монохроматоры оснащают механическими устройствами, позволяющими настраивать необходимый изгиб кристалла.

На рис. 22 изображено устройство монохроматора, описанного в работе [46]. Прибор оснащен двумя узлами крепления кристаллов с использованием схемы, обеспечивающей фиксированный выход луча. Реализуется это за счет перемещения первого (нижнего) узла кристалла вдоль оси распространения пучка, а фокусировка обеспечивается тягами, закрепленными на кристаллах. Увеличенное изображение одного из кристаллов с закрепленной на нем тягой и механизмом деформации представлено на рис. 23.

Одно из технических решений задачи, связанной с изгибом кристалла, описано в работе [47] (рис. 24). Изображенная на рисунке схема предусматривает деформацию кристалла четырьмя рычагами.

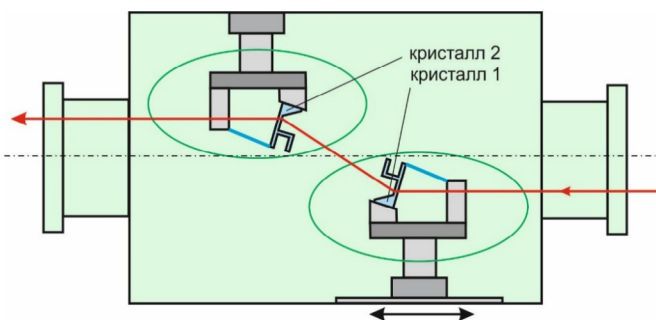


Рис. 22. Изогнутые оптические элементы монохроматора с фиксированным выходом

Fig. 22. Curved optical elements of the fixed beam offset monochromator

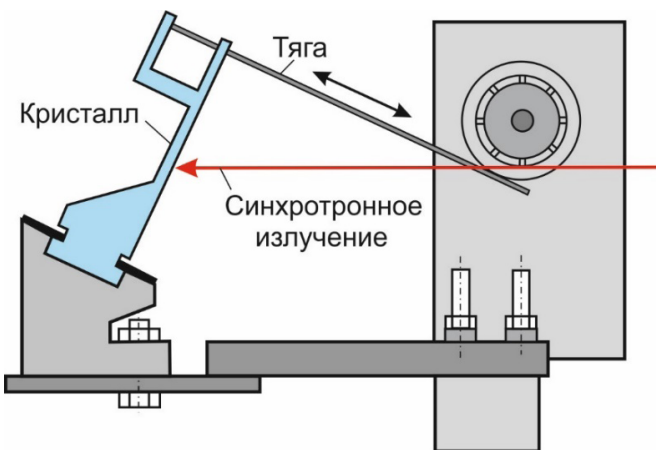


Рис. 23. Узел с первым кристаллом монохроматора. По работе [46]

Fig. 23. Node with the first crystal of the monochromator. According to [46]

Кристалл, представленный на рис. 24, в исходном состоянии характеризуется сагиттальным изгибом. Механическое устройство позволяет изгибать его также и в меридиональном направлении (рис. 25, а). Таким образом, кристалл монохроматора может быть одновременно изогнут по двум направлениям.

Один из вариантов сочетания элементов, обеспечивающих фокусировку синхротронного излучения, представлен на рис. 25. В состав фокусирующего устройства входят два многослойных рентгеновских зеркала [48, 49], одно из них является плоским, а второе изогнутым. Прикладывая механическую нагрузку, можно изменять радиус кривизны второго зеркала.

Конструктивные особенности создаваемых монохроматоров определяются в первую оче-

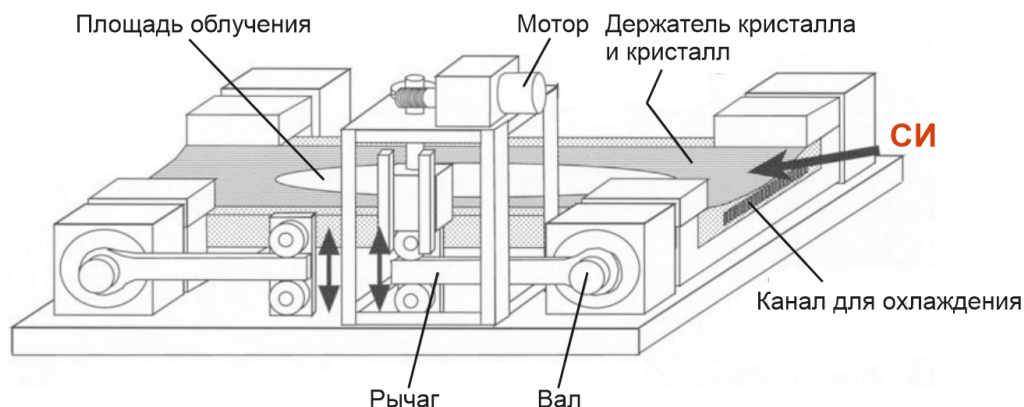


Рис. 24. Схема устройства для изгиба кристалла монохроматора. По работе [47]

Fig. 24. Schematic of the device for bending the monochromator crystal. According to [47]

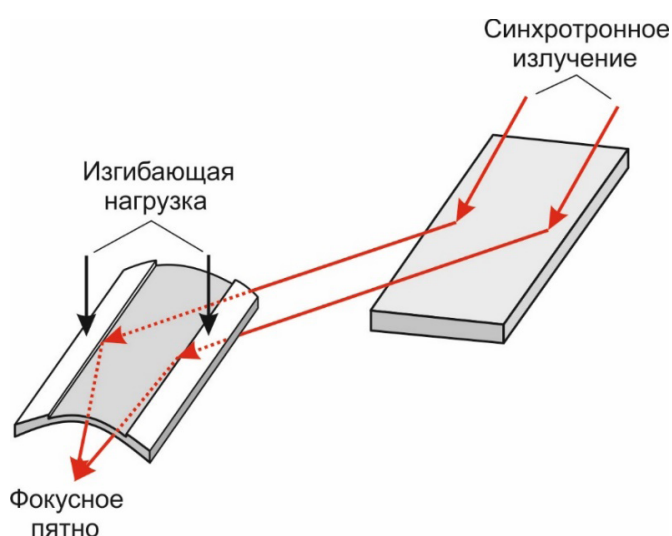


Рис. 25. Конфигурация зеркал фокусирующего монохроматора. По работе [48]

Fig. 25. Configuration of mirrors of the focusing monochromator. According to [48]

редь типом решаемых задач. Во многих случаях проектируются уникальные по техническим параметрам устройства.

Тепловая нагрузка синхротронного излучения на оптические элементы

При выборе материалов для монохроматизации синхротронного излучения анализируются три аспекта: дифракционный, тепловой и механический. Важнейшее требование к материалам, используемым для изготовления оптических элементов, заключается в способности рассеивать тепловую нагрузку, вызванную локальным воздействием «белого» пучка СИ на поверхность изделия (рис. 5). Кроме того, материал должен

быть устойчив к радиационным повреждениям [3, 5] и соответствовать требованиям по полосе пропускания излучения. Материалы, используемые для производства рентгеновских зеркал многослойных монохроматоров, были описаны в разделе «Монохроматоры на основе многослойных структур».

При изготовлении кристаллических монохроматоров в качестве элементов, обеспечивающих дифракцию рентгеновского излучения, наиболее часто используются кристаллы кремния и германия, обладающие необходимой теплопроводностью [50]. Эту функцию может выполнять также алмаз. Кристаллы алмаза используются на станциях с большим потоком излучения, характеризующегося повышенной тепловой нагрузкой. Тем не менее, обладая отличной теплопроводностью, алмазы в сравнении с кремнием и германием характеризуются более низкими значениями коэффициента отражения [51], что ограничивает возможности практического применения этого материала.

Оптический элемент (кристалл монохроматора, рентгеновское зеркало), воспринимающий основную тепловую нагрузку, подвержен деформации, сопровождающейся в итоге изменением его формы. Для сохранения параллельности рабочих поверхностей пар кристаллов (и рентгеновских зеркал), а следовательно, для обеспечения функциональности прибора используется принудительное охлаждение теплонагруженных элементов. В зависимости от количества тепла, выделяемого в единицу объема материала, выбирается тип охлаждения – водяное или криогенное, а также способ охлаждения – прямой либо косвенный.

Проблемы, связанные с охлаждением кристаллов, являются одними из наиболее важных при конструировании монохроматоров [5]. Особенности используемых разработчиками технических решений определяют показатели точности приборов. Ниже приведено несколько вариантов монохроматоров, в которых реализуются различные подходы к проблеме охлаждения оптических элементов. Один из них заключается в использовании каналов охлаждения (рис. 26), проложенных непосредственно в кристаллах монохроматора [52].

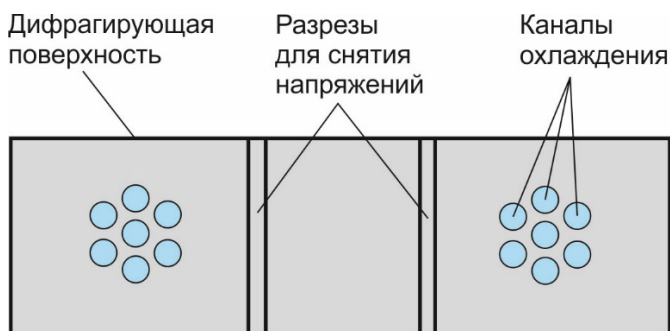


Рис. 26. Схема кристалла с прямым охлаждением.
По работе [52]

Fig. 26. Schematic of the crystal with direct cooling.
According to [52]

В работах [53–55] описаны монохроматоры, в которых реализуется принцип косвенного охлаждения оптических элементов (рис. 27). Суть его заключается в передаче тепла от нагретого кристалла к плотно прижатому охладителю, по внутренним каналам которого прокачивается охлаждающая жидкость.

При конструировании монохроматоров необходимо учитывать также аспекты, связанные с воздействием вибрационного «загрязнения». Речь идет о вибрациях грунта, электроприборов и прочего оборудования. Следствием этого воздействия являются колебания положения пучка на оптических элементах и образце. Вибрация оптических элементов приводит к нарушению юстировки прибора, что препятствует достижению его оптимальных параметров [56]. Факторы, способствующие проявлению деформации и колебаний элементов монохроматора, связаны с влиянием тепловой нагрузки, воздействием зажимов на кристаллы или рентгеновские зеркала, а также с колебаниями, вызванными системой охлаждения. Особенности вибраций, возника-

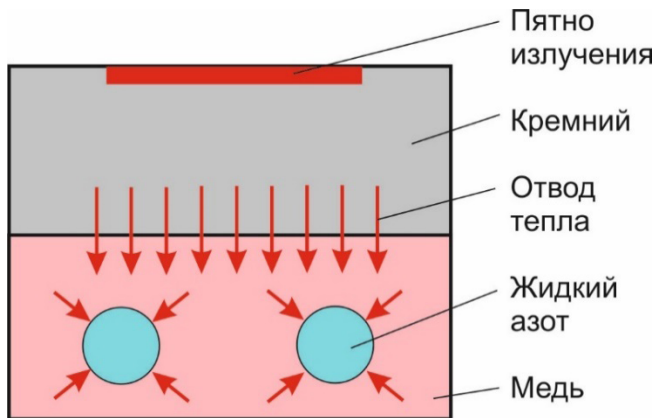


Рис. 27. Схема косвенного охлаждения кристалла монохроматора. Красными стрелками показан тепловой поток от кристалла к каналам охлаждения с жидким азотом. По работе [54]

Fig. 27. Scheme of indirect cooling of the monochromator crystal. Red arrows show the heat flow from the crystal to the cooling channels with liquid nitrogen.
According to [54]

ющих в процессе эксплуатации монохроматора из-за теплового воздействия пучка на кристалл, проанализированы в работе [57].

В тех случаях, когда тепловое воздействие на кристаллы и рентгеновские зеркала не является критическим, охлаждение оптических элементов не требуется.

Дополнительно о монохроматорах

По своей сути монохроматор представляет собой оптико-механический прибор, к которому предъявляется широкий набор требований. Технические решения, обеспечивающие надежную работу монохроматора с соблюдением показателей точности, определяются разработчиками оборудования. В то же время при проектировании большинства приборов используются стандартные решения. Так, например, для вращения кристаллов применяют гониометрические устройства, представленные схематически на рис. 28.

На практике возможны различные варианты установки гониометров. Схемы устройств с горизонтально и вертикально ориентированными осями вращения представлены на рис. 29.

На рис. 22 представлен монохроматор, иллюстрирующий еще одно техническое решение, связанное с управлением кристаллами. В данном приборе один из кристаллов (второй)

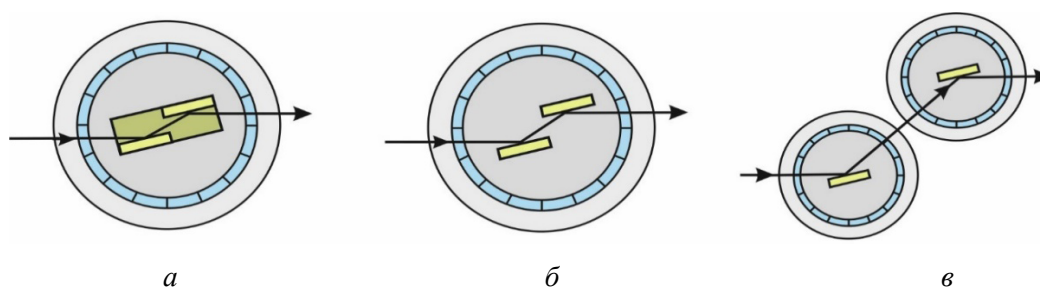


Рис. 28. Схемы гониометров:

a – гониометр с кристаллом типа «бабочка»; *б* – гониометр с кристаллами типа «квазибабочка»; *в* – гониометр, реализующий схему сопряжения независимых кристаллов

Fig. 28. Schemes of goniometers:

a – goniometer of «butterfly» type; *б* – goniometer of quasi channel-cut monochromator; *в* – goniometer realizing the scheme of conjugation of independent crystals

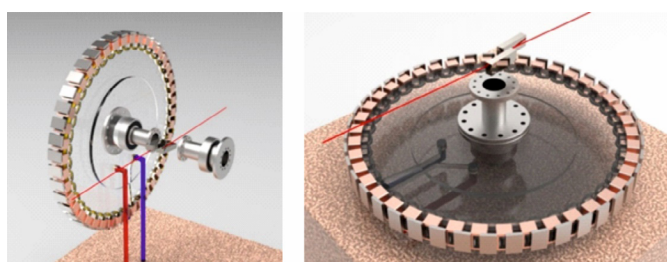


Рис. 29. Схемы установок с горизонтально и вертикально ориентированными осями гониометра

Fig. 29. Schemes of installations with horizontally and vertically oriented goniometer axes

зафиксирован неподвижно, а другой связан с перемещающимся механизмом, что позволяет зафиксировать выход луча (beam offset). На практике реализуются и другие варианты обеспечения движений на монохроматорах. Оптические элементы могут быть оба подвижными, либо подвижным является только один из них. Предложены схемы отражения луча как в вертикальной, так и в горизонтальной плоскости. Конечное решение определяется разработчиками устройств и зависит от набора задач, решаемых на экспериментальной станции.

Для использования в составе станций были предложены монохроматоры, содержащие несколько пар кристаллов [58, 59] различной геометрической формы. Схема монохроматора, описанного в работе [58], представлена на рис. 30. Красной стрелкой выделен входящий пучок синхротронного излучения. С целью подстройки под падающий луч пары кристаллов перемещаются по рельсам, зафиксированным на каркасе, который на рис. 30 изображен синим

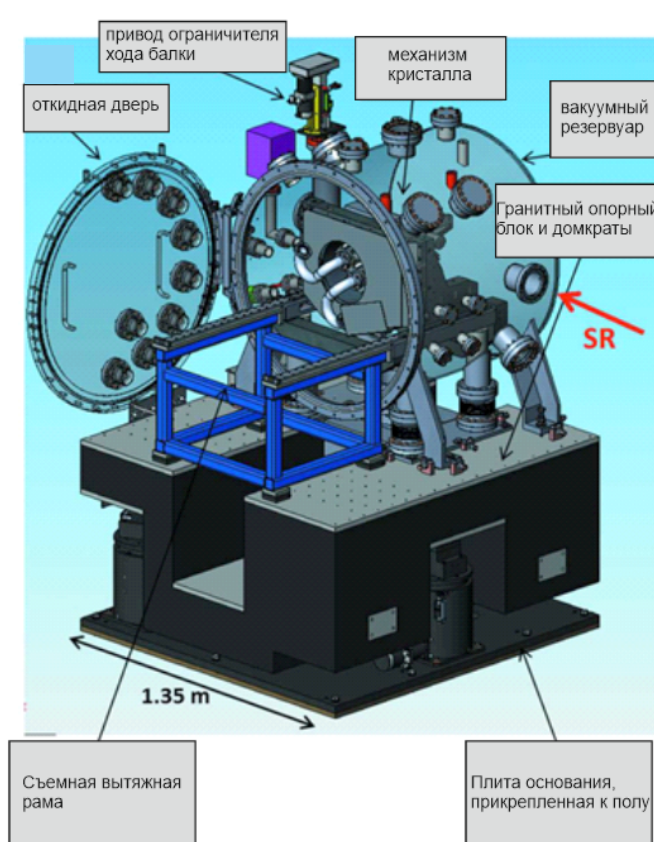


Рис. 30. Принципиальная схема монохроматора с двумя парами кристаллов. Взято из работы [58]

Fig. 30. Principle scheme of a monochromator with two pairs of crystals. Taken from [58]

цветом. Такое техническое решение позволяет собрать в одном приборе две пары оптических элементов, монохроматизирующих синхротронное излучение.

В конструкции монохроматоров могут использоваться несколько пар кристаллов. Существуют приборы с нечетным количеством

оптических поверхностей (не параллельных друг другу). Один из примеров реализации такой схемы представлен в работе [60] (рис. 31).

В работе [61] представлен монохроматор, работа которого предполагает отражение на четырех кристаллах (рис. 32).

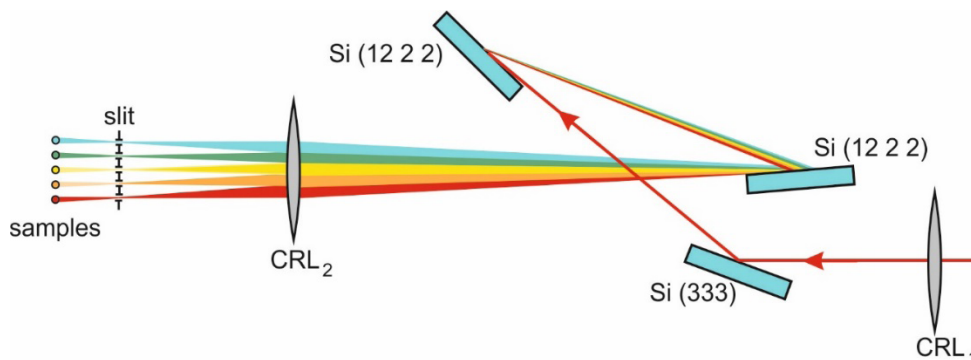


Рис. 31. Принципиальная схема монохроматора-спектрографа.

Взято из работы [60]

Fig. 31. Principle scheme of the monochromator-spectrograph.

Taken from [60]

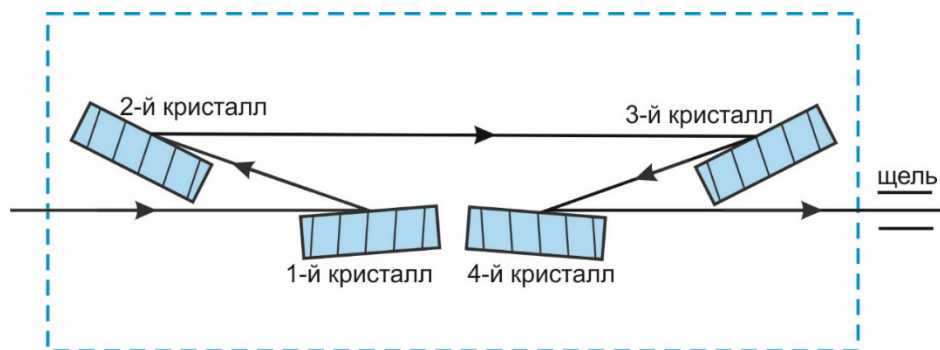


Рис. 32. Схема высокоразрешающего монохроматора. По работе [61]

Fig. 32. Schematic of a high-resolution monochromator. Based on [61]

Заключение

Анализ особенностей строения материалов различной природы является одной из наиболее важных задач, решаемых в настоящее время научным сообществом. Такие задачи во множестве возникают в современном материаловедении, физике, химии, геологии, биологии, медицине, фармакологии и археологии. К наиболее сложным относятся задачи, связанные с изучением быстротекущих структурных преобразований в материалах на разных стадиях их обработки. Успешность решения таких задач в значительной степени зависит от технических характеристик используемого специалистами научного оборудования. Разработанные в течение XX века методы исследования позволяют получать информацию, часто уникальную,

о строении материалов на разных масштабных уровнях.

Из совокупности наиболее информативных методов изучения материалов следует особо выделить методы рентгеноструктурного анализа, разработанные на основе работ В.К. Рентгена, Макса фон Лауэ, отца и сына Брэггов. В последние десятилетия эти методы эффективно развиваются при решении задач на источниках синхротронного излучения. В соответствии с национальным проектом «Наука и университеты» в России будут созданы современные источники синхротронного излучения СИЛА (Московская область, Протвино) и РИФ (Владивосток, остров Русский). В конце 2024 года в Новосибирске (Кольцово) в опытную эксплуатацию должен быть запущен специализированный источник синхротронного излучения поколения 4+ СКИФ.

Устройство источников синхротронного излучения предполагает наличие накопительного кольца элементарных частиц (обычно электронов) и сопрягающихся с ним экспериментальных станций, на оборудовании которых происходит исследование материалов. Общее количество запланированных экспериментальных станций только на источнике СКИФ составляет тридцать.

Одним из видов оборудования, входящего в состав экспериментальных станций, являются монохроматоры. Назначение этих оптико-механических устройств связано с выделением из широкого спектра электромагнитного излучения дифрагированных пучков, характеризующихся узкими полосами длин волн. Включение России в число стран, ориентированных на создание современных источников синхротронного излучения, означает необходимость разработки собственных видов монохроматоров различных типов. Решение этой задачи предстоит российским специалистам в ближайшие годы.

Список литературы

1. Monochromators for x-ray synchrotron radiation / R. Caciuffo, S. Melone, F. Rustichelli, A. Boeuf // *Physics Reports*. – 1987. – Vol. 152 (1). – P. 1–71. – DOI: 10.1016/0370-1573(87)90080-9.
2. Adronova N.V., Kohn V.G., Chechin A.I. Multilayer mirrors as synchrotron radiation monochromators // *Nuclear Instruments in Physics Research*. – 1986. – Vol. 359 (1–2). – P. 131–134. – DOI: 10.1016/0168-9002(94)01681-x.
3. Willmott P. An Introduction to synchrotron radiation: techniques and applications. – Hoboken: John Wiley & Sons, 2019. – 503 p. – ISBN 9781119280392.
4. Hoffman A. The physics of synchrotron radiation. – New York: Cambridge University Press, 2003. – 362 p.
5. The historical development of cryogenically cooled monochromators for third-generation synchrotron radiation sources / D.H. Bilderback, A.K. Freund, G.S. Knapp, D.M. Mills // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2000. – Vol. 7 (2). – P. 53–60. – DOI: 10.1107/S0909049500000650.
6. Darwin C.G. The reflexion of x-rays from imperfect crystals // *Journal of Science*. – 1922. – Vol. 43 (257). – P. 800–829. – DOI: 10.1080/14786442208633940.
7. Adronova N.V., Kohn V.G., Chechin A.I. Multilayer mirrors as synchrotron radiation monochromators // *Nuclear Instruments in Physics Research*. – 1986. – Vol. 359 (1–2). – P. 131–134. – DOI: 10.1016/0168-9002(94)01681-x.
8. High-efficiency coherence-preserving harmonic rejection with crystal optics / F. Zhang, A.J. Allen, L.E. Levine, G.G. Long, I. Kuzmenko, J. Ilavsky // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2018. – Vol. 25 (5). – P. 1354–1361. – DOI: 10.1107/S1600577518009645.
9. Hart M., Berman L. X-ray optics for synchrotron radiation. Perfect crystals, Mirrors and Multilayers // *Acta Crystallographica. Section A*. – 1998. – Vol. 54 (6). – P. 850–858. – DOI: 10.1107/S0108767398011283.
10. Проект двухзеркального монохроматора на диапазон энергий 8–36 keV для синхротрона «СКИФ» / Н.И. Чхало, С.А. Гарахин, И.В. Малышев, В.Н. Полковников, М.Н. Торопов, Н.Н. Салащенко, Б.А. Уласевич, Я.В. Ракшун, В.А. Чернов, И.П. Долбня, С.В. Рашенко // *Журнал технической физики*. – 2022. – Т. 92, вып. 8. – С. 1261–1266. – DOI: 10.21883/JTF.2022.08.52794.100-22.
11. Многослойные зеркала Ru/Sr для спектрального диапазона 9–12 nm / Р.А. Шапошников, С.Ю. Зуев, В.Н. Полковников, Н.Н. Салащенко, Н.И. Чхало // *Журнал технической физики*. – 2022. – Т. 92, вып. 8. – С. 1179–1184. – DOI: 10.21883/JTF.2022.08.52780.124-22.
12. Double multilayer monochromator to tailor bending magnet radiation spectrum / T. Bigault, E. Ziegler, C. Morawe, R. Hustache, J.Y. Massonnat, G. Rostaing // *Proceedings of SPIE*. – 2003. – Vol. 5195 (1): Crystals, Multilayers, and Other Synchrotron Optics. – P. 12–20. – DOI: 10.1117/12.515980.
13. Three-dimensional X-ray microtomography / B.P. Flannery, H.W. Deckman, W.G. Roberge, K.L. D'Amico // *Science*. – 1987. – Vol. 237 (4821). – P. 1439–1444. – DOI: 10.1126/science.237.4821.1439.
14. Comparative study of multilayers used in monochromators for synchrotron-based coherent hard X-ray imaging / A. Rack, T. Weitkamp, M. Riotte, D. Grigoriev, T. Rack, L. Helfen, T. Baumbach, R. Dietsch, T. Holz, M. Kramer, F. Siewert, M. Meduna, P. Cloetens, E. Ziegler // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2010. – Vol. 17 (4). – P. 496–510. – DOI: 10.1107/S0909049510011623.
15. High-efficiency tunable X-ray focusing optics using mirrors and laterally-grated multilayers / E. Ziegler, O. Hignette, Ch. Morawe, R. Tucoulou // *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research*. – 2001. – Vol. 467–468 (2). – P. 954–957. – DOI: 10.1016/S0168-9002(01)00533-2.
16. Survey of Ti-, B-, and Y-based soft x-ray – extreme ultraviolet multilayer mirrors for the 2- to 12-nm wavelength region / C. Montcalm, A. Kearney, J.M. Slaughter, B.T. Sullivan, M. Chaker, H. Pepin, Ch.M. Falco // *Applied Optics*. – 1996. – Vol. 35 (25). – P. 5134–5147. – DOI: 10.1364/ao.35.005134.



17. *Davis B., Stempel W.M.* An experimental study of the reflection of x-rays from calcite // *Physical Review*. – 1921. – Vol. 17 (5). – P. 608–623. – DOI: 10.1103/physrev.17.608.

18. *Punegov V.I.* X-ray Laue diffraction by sectioned multilayers. I. Pendellosung effect and rocking curve // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2021. – Vol. 28 (5). – P. 1466–1475. – DOI: 10.1107/S1600577521006408.

19. *DuMond J.W.M.* Theory of use of more than two successive X-ray crystal reflections to obtain increased resolving power // *Physical Review*. – 1937. – Vol. 52 (8). – P. 872–883. – DOI: 10.1103/physrev.52.872.

20. *Kohn V.G., Chumakov A.I., Ruffer R.* Wave theory of focusing monochromator of synchrotron radiation // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2009. – Vol. 19 (5). – P. 635–641. – DOI: 10.1107/S090904950902319X.

21. Crystal monochromator with a resolution beyond 10^8 / T.S. Toellner, M.Y. Hu, W. Sturhahn, G. Bortel, E.E. Alp, J. Zhao // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2001. – Vol. 8 (4). – P. 1082–1086. – DOI: 10.1107/s0909049501007257.

22. *Gog T.* Performance of quartz- and sapphire-based double-crystal high-resolution (~ 10 meV) RIXS monochromators under varying power loads // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2018. – Vol. 25 (4). – P. 1030–1035. – DOI: 10.1107/S1600577518005945.

23. A concept of «materials» diffraction and imaging beamline for SKIF: Siberian circular photon source / V.A. Chernov, I.A. Bataev, Ya.V. Rakshun [et al.] // *Review of Scientific Instruments*. – 2023. – Vol. 94 (1). – P. 013305. – DOI: 10.1063/5.0103481.

24. Designing a universal undulator beamline for material science: a conceptual approach / I.P. Dolbnya, I.A. Bataev, Ya.V. Rakshun [et al.] // *Journal of Surface Investigation: X-ray Synchrotron and Neutron Techniques*. – 2024. – Vol. 17 (suppl. 1). – P. 77–89. – DOI: 10.1134/S1027451023070091.

25. *Toellner T.S.* Six-reflection meV-monochromator for synchrotron radiation // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2011. – Vol. 18 (4). – P. 605–611. – DOI: 10.1107/S0909049511017535.

26. *Authier A.* Optical properties of X-rays – dynamical diffraction // *Acta Crystallographica. Section A*. – 2012. – Vol. 68 (1). – P. 40–56. – DOI: 10.1107/S0108767311040219.

27. Исследование атомной, кристаллической, доменной структуры материалов на основе анализа дифракционных и абсорбционных рентгеновских данных (Обзор) / М.Е. Бойко, М.Д. Шарков, А.М. Бойко, С.Г. Конников, А.В. Бобыль, Н.С. Будкина // *Журнал технической физики*. – 2015. – Т. 85, вып. 11. – С. 1–29.

28. Diamond channel-cut crystals for high-heat-load beam-multiplexing narrow-band X-ray monochromators / Y. Shvyd'ko, S. Terentyev, V. Blank, T. Kolodziej // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2021. – Vol. 28 (6). – P. 1720–1728. – DOI: 10.1107/S1600577521007943.

29. Design and performance of an ultra-high-vacuum-compatible artificial channel-cut monochromator / S. Narayan, A. Sandy, D. Shu, M. Sprung, C. Preissner, J. Sullivan // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2007. – Vol. 15 (1). – P. 12–18. – DOI: 10.1107/S090904950705340X.

30. *Hrdy J., Mikulik P., Oberta P.* Diffractive-refractive optics: (+, –, –, +) X-ray crystal monochromator with harmonics separation // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2011. – Vol. 18 (2). – P. 299–301. – DOI: 10.1107/S0909049510049204.

31. *Hrdy J.* Diffractive-refractive optics: X-ray splitter // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2009. – Vol. 17 (1). – P. 129–131. – DOI: 10.1107/S090904950904240X.

32. Performance of nearly fixed offset asymmetric channel-cut crystals for x-ray monochromators / R. Frahm, Q. Diao, V. Murzin, B. Bornmann, D. Lutzenkirchen-Hecht, Z. Hong, T. Li // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2019. – Vol. 26 (6). – P. 1879–1886. – DOI: 10.1107/S1600577519011123.

33. *Malgrange C.* X-ray optics for synchrotron radiation // *Acta Physica Polonica*. – 1992. – Vol. 82 (1). – P. 13–32.

34. *Фетисов Г.В.* Синхротронное излучение: методы исследования структуры веществ. – М.: Физматлит, 2007. – 672 p. – ISBN 978-5-9221-0805-8.

35. *Hastings J.B.* X-ray optics and monochromators for synchrotron radiation // *Journal of Applied Physics*. – 1977. – Vol. 48 (4). – P. 1576–1584. – DOI: 10.1063/1.323836.

36. *González A.* X-ray crystallography: data collection strategies and resources // *Comprehensive Biophysics*. Vol. 1. – Elsevier, 2012. – P. 64–91. – DOI: 10.1016/B978-0-12-374920-8.00106-5.

37. *Hrdy J.* Fixed-exit channel-cut crystal X-ray monochromators for synchrotron radiation // *Journal of Physics*. – 1989. – Vol. 39 (3). – P. 261–265. – DOI: 10.1007/BF01597779.

38. Fly-scan-oriented motion analyses and upgraded beamline integration architecture for the High-Dynamic Double-Crystal Monochromator at Sirius/LNLS / R.R. Gerales, S.A.L. Luiz, J.L. de Brito Neto, T.R.S. Soares, R.D. dos Reis, G.A. Calligaris, G. Witvoet, J.P.M.B. Vermeulen // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2022. – Vol. 30 (1). – P. 90–110. – DOI: 10.1107/S1600577522010724.

39. *Golovchenko J.A., Levesque R.A., Cowan P.L.* X-ray monochromator system for use with synch-

- rotron radiation sources // Review of Scientific Instruments. – 1981. – Vol. 52 (4). – P. 509–516. – DOI: 10.1063/1.1136631.
40. *Baronova E.O., Stepanenko M.M., Pereira N.R.* Cauchois–Johansson X-ray spectrograph for 1.5–400 keV energy range // Review of Scientific Instruments. – 2001. – Vol. 72 (2). – P. 1416–1420. – DOI: 10.1063/1.1324754.
41. *Johann H.H.* Die Erzeugung lichtstarker Rontgenspektren mit Hilfe von Konkavkristallen // Physik. – 1931. – Vol. 69 (3–4). – P. 185–206. – DOI: 10.1007/bf01798121.
42. *Johansson T.* Über ein neuartiges, genau fokussierendes Röntgenspektrometer // Physik. – 1933. – Vol. 82 (7–8). – P. 507–528. – DOI: 10.1007/bf01342254.
43. Development of a bent Laue beam-expanding double-crystal monochromator for biomedical X-ray imaging / M. Martinson, N. Samadi, G. Belev, B. Bassey, R. Lewis, G. Aulakh, D. Chapman // Journal of Synchrotron Radiation. – 2014. – Vol. 21 (3). – P. 479–483. – DOI: 10.1107/S1600577514003014.
44. Sagittal focusing of high-energy synchrotron X-rays with asymmetric Laue crystals. I. Theoretical considerations / Z. Zhong, C.C. Kao, D.P. Siddons, J.B. Hastings // Journal of Applied Crystallography. – 2001. – Vol. 34 (4). – P. 504–509. – DOI: 10.1107/S0021889801006409.
45. *Guigay J., del Rio M.S.* X-ray focusing by bent crystals: focal positions as predicted by the crystal lens equation and the dynamical diffraction theory // Journal of Synchrotron Radiation. – 2021. – Vol. 29 (1). – P. 148–158. – DOI: 10.1107/S1600577521012480.
46. High-power-load DCLM monochromator for a computed tomography program at BMIT at energies of 25–150 keV / T.W. Wysokinski, M. Renier, P. Suortti, G. Belev, L. Ruosset, M. Adam, D. Miller, N. Huber, L.D. Chapman // Journal of Synchrotron Radiation. – 2018. – Vol. 25 (5). – P. 1548–1555. – DOI: 10.1107/S1600577518008639.
47. Performance of bent-crystal monochromators for high-energy synchrotron radiation / H. Yamaoka, N. Hiraoka, M. Ito, M. Mizumaki, Y. Sakurai, Y. Kakutani, A. Koizumi, N. Sakai, Y. Higashi // Journal of Synchrotron Radiation. – 1999. – Vol. 7 (2). – P. 69–77. – DOI: 10.1107/S090904959901691X.
48. A sagittally focusing double-multilayer monochromator for ultrafast X-ray imaging applications / Y. Wang, S. Narayanan, J. Liu, D. Shu, A. Mashayekhi, J. Qian, J. Wang // Journal of Synchrotron Radiation. – 2006. – Vol. 14 (1). – P. 138–143. – DOI: 10.1107/S0909049506050205.
49. Phase-space matching between bent Laue and flat Bragg crystals / Z. Zhong, M. Hasniah, A. Broadbent, E. Dooryhee, M. Lucas // Journal of Synchrotron Radiation. – 2019. – Vol. 26 (6). – P. 1917–1923. – DOI: 10.1107/S1600577519010774.
50. *Bilderback D.H.* The potential of cryogenic silicon and germanium X-ray monochromators for use with large synchrotron heat loads // Nuclear Instruments in Physics Research. – 1986. – Vol. 246 (1–3). – P. 434–436. – DOI: 10.1016/0168-9002(86)90126-9.
51. *Shvyd'ko Y.V.* High-reflectivity high-resolution X-ray crystal optics with diamonds // Nature Physics. – 2010. – Vol. 6 (3). – P. 196–200.
52. Cryogenic monochromator as a solution to undulator heat loads at third generation synchrotron sources / G.S. Knapp, C.S. Rogers, M.A. Beno, C.L. Wiley, G. Jennings, P.L. Cowan // Review of Scientific Instruments. – 1995. – Vol. 66 (2). – P. 2138–2140. – DOI: 10.1063/1.1145752.
53. *Lee W., Fernandez P., Mills M.* Performance limits of direct cryogenically cooled silicon monochromators – experimental results at the APS // Journal of Synchrotron Radiation. – 1999. – Vol. 7 (1). – P. 12–17. – DOI: 10.1107/S0909049599014478.
54. Cryo-cooled silicon crystal monochromators: a study of power load, temperature and deformation / H. Khosroabadi, L. Alianelli, D.G. Porter, S. Collins, K. Sawhney // Journal of Synchrotron Radiation. – 2022. – Vol. 29 (2). – P. 377–385. – DOI: 10.1107/S160057752200039X.
55. Feedback system of a liquid-nitrogen-cooled double-crystal monochromator: design and performances / O. Proux, V. Nassif, A. Prat, O. Ulrich, E. Lahera, X. Biquard, J. Menthonnex, J. Hazemann // Journal of Synchrotron Radiation. – 2005. – Vol. 13 (1). – P. 59–68. – DOI: 10.1107/S0909049505037441.
56. Adaptive vibration control method for double-crystal monochromator base on VMD and FxNLMS / Y. Bai, X. Gong, Q. Lu, Y. Song, W. Zhu., S. Xue, D. Wang, Z. Peng, Z. Zhang // Journal of Synchrotron Radiation. – 2023. – Vol. 30 (2). – P. 308–318. – DOI: 10.1107/S1600577523000528.
57. Performance of a silicon monochromator under high heat load / A.I. Chumakov, I. Sergeev, J. Celse, R. Ruffer, M. Lesourd, L. Zhang, M.S. del Rio // Journal of Synchrotron Radiation. – 2014. – Vol. 21 (2). – P. 315–324. – DOI: 10.1107/S1600577513033158.
58. A water-cooled monochromator for the B16 Test beamline at the Diamond Light source: capabilities and performance characterization / I.P. Dolbnya, K.J.S. Sawhney, S.M. Scott, A.J. Dent, G. Cibin, G.M. Preece, U.K. Pedersen, J. Kelly, P. Murray // Journal of Synchrotron Radiation. – 2018. – Vol. 26 (1). – P. 253–262. – DOI: 10.1107/S1600577518014662.
59. *Geraldes R.R., Witvoet G., Vermeulen J.P.M.B.* The mechatronic architecture and design of the High-Dynamic Double-Crystal Monochromator for Sirius light



source // Precision Engineering. – 2022. – Vol. 77 (5). – P. 110–126. – DOI: 10.1016/j.precisioneng.2022.05.009.

60. Hard-X-ray spectroscopy with a spectrographic approach / A.I. Chumakov, Y. Shvyd'ko, I. Sergueev, D. Bessas, R. Ruffer // Physical Review Letters. – 2019. – Vol. 123 (9). – DOI: 10.1103/PhysRevLett.123.097402.

61. Yabashi M., Tamasaku K., Ishikawa T. Characterization of the transverse coherence of hard synchrotron radiation by intensity interferometry // Physical Review Letters. – 2001. – Vol. 87 (14). – DOI: 10.1103/physrevlett.87.140801.

Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

© 2024 Авторы. Издательство Новосибирского государственного технического университета. Эта статья доступна по лицензии Creative Commons «Attribution» («Атрибуция») 4.0 Всемирная (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0>).



Obrabotka metallov -

Metal Working and Material Science

Journal homepage: http://journals.nstu.ru/obrabotka_metallov



Methods of synchrotron radiation monochromatization (research review)

Alexander Burdilov^{1, a, *}, Gleb Dovzhenko^{1, 2, b}, Ivan Bataev^{1, c}, Anatoly Bataev^{1, d}

¹ Novosibirsk State Technical University, 20 Prospekt K. Marksa, Novosibirsk, 630073, Russian Federation

² Siberian Circular Photon Source "SKIF" Boreskov Institute of Catalysis of Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences (SRF "SKIF"), 1 Nikol'skii pr., Kol'tsovo, 630559, Russian Federation

^a <https://orcid.org/0009-0003-1992-9290>, burdilov12@gmail.com; ^b <https://orcid.org/0000-0003-0615-0643>, dovjenko.g@gmail.com;

^c <https://orcid.org/0000-0003-2871-0269>, i.bataev@corp.nstu.ru; ^d <https://orcid.org/0000-0002-6227-5398>, bataev@adm.nstu.ru

ARTICLE INFO

Article history:

Received: 24 May 2024

Revised: 10 June 2024

Accepted: 28 June 2024

Available online: 15 September 2024

Keywords:

Synchrotron radiation

X-ray diffraction

Monochromators

Acknowledgements

Thanks to Trofimov Roman Vladimirovich for providing figure number 29 in this paper.

ABSTRACT

The paper presents an analysis of studies related to the monochromatization of X-ray radiation (XR) at synchrotron radiation sources. A review of monochromators based on of X-ray diffraction on crystals is given, and the peculiarities of their technical realization are considered. The ideas about monochromators which include multilayer structures are examined. The authors also study technical problems arising during designing devices and its possible solutions. **Introduction.** The possibilities of using X-rays in scientific research are described. The high efficiency of synchrotron radiation sources is noted, and its characterization is given. **Elementary information about diffraction of X-rays.** The paper describes the properties of X-ray radiation and the possibilities of its using while studying various materials. **Degree of monochromaticity.** The degree of monochromaticity is an important characteristic of the synchrotron radiation (SR). Depending on the width of the wavelength band, "white", "pink" and monochromatic beams are distinguished. Monochromators based on multilayer structures are used to obtain "pink" beams. Monochromatic radiation is formed using monocrystals. When conducting experiments with "white" beams, the monochromator is not used. The authors also describe the factors that violate the ideal fulfillment of the *Wolf-Bragg* condition and affect the degree of monochromaticity (heat, vibration). The reflectivity values at different beam grazing angles are noted to have different widths. **Monochromators based on multilayer structures.** Periodic structures combining thin layers of two heterogeneous materials make it possible to obtain "pink" beams. The wavelength bandwidth of such devices is one or two orders of magnitude greater than that of monochromators using crystals as optical elements. **Configurations and geometry of optical elements.** There are two types of X-ray diffraction on a crystal: *Bragg* and *Laue* diffraction. *Bragg* diffraction refers to reflective geometry, *Laue* diffraction is based on the passage of beams through the crystal. The section provides examples of monochromators with different configurations of crystals and X-ray mirrors. The arrangement of optical elements in a monochromator plays an important role in the geometry of the beam path. When designing monochromators, it is necessary to take into account the methods of fixation and orientation of the rotation axes of optical elements. Examples of monochromators with different configurations of crystals and X-ray mirrors are given. **Focusing monochromators.** It is possible to provide sagittal and meridional types of deformation by bending the optical element of the monochromator. Due to the curved crystal surface the beam is not only monochromatized but also subjected to focusing. Modern focusing monochromators are equipped with adaptivity elements allowing it to change the radius of curvature of the optical element. Examples of practical realization of such monochromators are presented. **Thermal load of SR on optical elements.** The SR is characterized by high brightness and a wide spectrum of emitted wavelengths. While operating optical elements of SR stations absorb a large amount of thermal power. The problems of heat dissipation have a fundamental influence on the quality of synchrotron radiation monochromatization. **Additional information about monochromators.** Examples of special design solutions for monochromators are given. **Conclusion.** The design of monochromators is relevant to the synchrotron radiation source 4+ "SKIF" under construction in Novosibirsk.

For citation: Burdilov A.A., Dovzhenko G.D., Bataev I.A., Bataev A.A. Methods of synchrotron radiation monochromatization (research review). *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty)* = *Metal Working and Material Science*, 2024, vol. 26, no. 3, pp. 208–233. DOI: 10.17212/1994-6309-2024-26.3-208-233. (In Russian).

References

1. Caciuffo R., Melone S., Rustichelli F., Boeuf A. Monochromators for x-ray synchrotron radiation. *Physics Reports*, 1987, vol. 152 (1), pp. 1–71. DOI: 10.1016/0370-1573(87)90080-9.
2. Adronova N.V., Kohn V.G., Chechin A.I. Multilayer mirrors as synchrotron radiation monochromators. *Nuclear Instruments in Physics Research*, 1986, vol. 359 (1–2), pp. 131–134. DOI: 10.1016/0168-9002(94)01681-x.

* Corresponding author

Burdilov Alexander A., Student, Laboratory assistant
Novosibirsk State Technical University,
20 Prospekt K. Marksa,
630073, Novosibirsk, Russian Federation
Tel.: +7 952 794-44-06, e-mail: burdilov12@gmail.com

3. Willmott P. *An introduction to synchrotron radiation: techniques and applications*. Hoboken, John Wiley & Sons, 2019. 503 p. ISBN 9781119280392.
4. Hoffman A. *The physics of synchrotron radiation*. New York, Cambridge University Press, 2003. 362 p.
5. Bilderback D.H., Freund A.K., Knapp G.S., Mills D.M. The historical development of cryogenically cooled monochromators for third-generation synchrotron radiation sources. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2000, vol. 7 (2), pp. 53–60. DOI: 10.1107/S0909049500000650.
6. Darwin C.G. The reflexion of x-rays from imperfect crystals. *Journal of Science*, 1922, vol. 43 (257), pp. 800–829. DOI: 10.1080/14786442208633940.
7. Adronova N.V., Kohn V.G., Chechin A.I. Multilayer mirrors as synchrotron radiation monochromators. *Nuclear Instruments in Physics Research*, 1986, vol. 359 (1–2), pp. 131–134. DOI: 10.1016/0168-9002(94)01681-x.
8. Zhang F., Allen A.J., Levine L.E., Long G.G., Kuzmenko I., Ilavsky J. High-efficiency coherence-preserving harmonic rejection with crystal optics. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2018, vol. 25 (5), pp. 1354–1361. DOI: 10.1107/S1600577518009645.
9. Hart M., Berman L. X-ray optics for synchrotron radiation; Perfect crystals, mirrors and multilayers. *Acta Crystallographica. Section A*, 1998, vol. 54 (6), pp. 850–858. DOI: 10.1107/S0108767398011283.
10. Chkhalo N.I., Garakhin S.A., Malyshev I.V., Polkovnikov V.N., Toropov M.N., Salashchenko N.N., Ulasevich B.A., Rakshun Ya.V., Chernov V.A., Dolbnya I.P., Raschenko S.V. Project of a two-mirror monochromator for the photon energy range 8–36 keV for the “SKIF” synchrotron. *Technical Physics*, 2022, vol. 67 (8), pp. 1075–1080. DOI: 10.21883/TP.2022.08.54576.100-22. Translated from *Zhurnal tekhnicheskoi fiziki*, 2022, vol. 92 (8), pp. 1261–1266. DOI: 10.21883/JTF.2022.08.52794.100-22.
11. Shaposhnikov R.A., Zuev S.Yu., Polkovnikov V.N., Salashchenko N.N., Chkhalo N.I. Ru/Sr multilayer mirrors for the spectral range 9–12 nm. *Technical Physics*, 2022, vol. 67 (8), pp. 996–1001. DOI: 10.21883/TP.2022.08.54562.124-22. Translated from *Zhurnal tekhnicheskoi fiziki*, 2022, vol. 92 (8), pp. 1179–1184. DOI: 10.21883/JTF.2022.08.52780.124-22.
12. Bigault T., Ziegler E., Morawe C., Hustache R., Massonnat J.Y., Rostaing G. Double multilayer monochromator to tailor bending magnet radiation spectrum. *Proceedings of SPIE*, 2003, vol. 5195 (1). *Crystals, Multilayers, and Other Synchrotron optics*, pp. 12–20. DOI: 10.1117/12.515980.
13. Flannery B.P., Deckman H.W., Roberge W.G., D’Amico K.L. Three-dimensional X-ray microtomography. *Science*, 1987, vol. 237 (4821), pp. 1439–1444. DOI: 10.1126/science.237.4821.1439.
14. Rack A., Weitkamp T., Riotte M., Grigoriev D., Rack T., Helfen L., Baumbach T., Dietsch R., Holz T., Kramer M., Siewert F., Meduna M., Cloetens P., Ziegler E. Comparative study of multilayers used in monochromators for synchrotron-based coherent hard X-ray imaging. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2010, vol. 17 (4), pp. 496–510. DOI: 10.1107/S0909049510011623.
15. Ziegler E., Hignette O., Morawe Ch., Tucoulou R. High-efficiency tunable X-ray focusing optics using mirrors and laterally-grated multilayers. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research*, 2001, vol. 467–468 (2), pp. 954–957. DOI: 10.1016/S0168-9002(01)00533-2.
16. Montcalm C., Kearney A., Slaughter J.M., Sullivan B.T., Chaker M., Pepin H., Falco Ch.M. Survey of Ti-, B-, and Y-based soft x-ray – extreme ultraviolet multilayer mirrors for the 2- to 12-nm wavelength region. *Applied Optics*, 1996, vol. 35 (25), pp. 5134–5147. DOI: 10.1364/ao.35.005134.
17. Davis B., Stempel W.M. An experimental study of the reflection of x-rays from calcite. *Physical Review*, 1921, vol. 17 (5), pp. 608–623. DOI: 10.1103/physrev.17.608.
18. Punegov V.I. X-ray Laue diffraction by sectioned multilayers. I. Pendellosung effect and rocking curve. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2021, vol. 28 (5), pp. 1466–1475. DOI: 10.1107/S1600577521006408.
19. DuMond J.W.M. Theory of use of more than two successive X-ray crystal reflections to obtain increased resolving power. *Physical Review Journals*, 1937, vol. 52 (8), pp. 872–883. DOI: 10.1103/physrev.52.872.
20. Kohn V.G., Chumakov A.I., Ruffer R. Wave theory of focusing monochromator of synchrotron radiation. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2009, vol. 19 (5), pp. 635–641. DOI: 10.1107/S090904950902319X.
21. Toellner T.S., Hu M.Y., Sturhahn W., Bortel G., Alp E.E., Zhao J. Crystal monochromator with a resolution beyond 10^8 . *Journal of Synchrotron Radiation*, 2001, vol. 8 (4), pp. 1082–1086. DOI: 10.1107/s0909049501007257.
22. Gog T. Performance of quartz- and sapphire-based double-crystal high-resolution (~ 10 meV) RIXS monochromators under varying power loads. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2018, vol. 25 (4), pp. 1030–1035. DOI: 10.1107/S1600577518005945.
23. Chernov V.A., Bataev I.A., Rakshun Ya.V., et al. A concept of «materials» diffraction and imaging beamline for SKIF: Siberian circular photon source. *Review of Scientific Instruments*, 2023, vol. 94 (1), p. 013305. DOI: 10.1063/5.0103481.

24. Dolbnya I.P., Bataev I.A., Rakshun Ya.V., Chernov V.A., Khomyakov Yu.V., Gorbachev M.V., Chkhalo N.I., Krasnorutsky D.A., Naumkin V.S., Sklyarov A.N., Mezentsev N.A., Korsunsky A.M. Designing a universal undulator beamline for material science: a conceptual approach. *Journal of Surface Investigation: X-ray Synchrotron and Neutron Techniques*, 2024, vol. 17 (suppl. 1), pp. 77–89. DOI: 10.1134/S1027451023070091.
25. Toellner T.S. Six-reflection meV-monochromator for synchrotron radiation. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2011, vol. 18 (4), pp. 605–611. DOI: 10.1107/S0909049511017535.
26. Authier A. Optical properties of X-rays – dynamical diffraction. *Acta Crystallographica. Section A*, 2012, vol. 68 (1), pp. 40–56. DOI: 10.1107/S0108767311040219.
27. Boiko M.E., Sharkov M.D., Boiko A.M., Konnikov S.G., Bobyl' A.V., Budkina N.S. Investigation of the atomic, crystal, and domain structures of materials based on X-ray diffraction and absorption data: A review. *Technical Physics*, 2015, vol. 60 (11), pp. 1575–1600. DOI: 10.1134/S1063784215110067. Translated from *Zhurnal tekhnicheskoi fiziki*, 2015, vol. 85 (11), pp. 1–29.
28. Shvyd'ko Y., Terentyev S., Blank V., Kolodziej T. Diamond channel-cut crystals for high-heat-load beam-multiplexing narrow-band X-ray monochromators. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2021, vol. 28 (6), pp. 1720–1728. DOI: 10.1107/S1600577521007943.
29. Narayan S., Sandy A., Shu D., Sprung M., Preissner C., Sullivan J. Design and performance of an ultra-high-vacuum-compatible artificial channel-cut monochromator. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2007, vol. 15 (1), pp. 12–18. DOI: 10.1107/S090904950705340X.
30. Hrdy J., Mikulik P., Oberta P. Diffractive-refractive optics: (+, –, –, +) X-ray crystal monochromator with harmonics separation. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2011, vol. 18 (2), pp. 299–301. DOI: 10.1107/S0909049510049204.
31. Hrdy J. Diffractive-refractive optics: X-ray splitter. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2009, vol. 17 (1), pp. 129–131. DOI: 10.1107/S090904950904240X.
32. Frahm R., Diao Q., Murzin V., Bornmann B., Lutzenkirchen-Hecht D., Hong Z., Li T. Performance of nearly fixed offset asymmetric channel-cut crystals for x-ray monochromators. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2019, vol. 26 (6), pp. 1879–1886. DOI: 10.1107/S1600577519011123.
33. Malgrange C. X-ray optics for synchrotron radiation. *Acta Physica Polonica*, 1992, vol. 82 (1), pp. 13–32.
34. Fetisov G.V. *Sinkhrotronnoe izluchenie: metody issledovaniya struktury veshchestv* [Synchrotron radiation. Methods for substance structure investigation]. Moscow, Fizmalit Publ., 2007. 672 p. ISBN 978-5-9221-0805-8.
35. Hastings J.B. X-ray optics and monochromators for synchrotron radiation. *Journal of Applied Physics*, 1977, vol. 48 (4), pp. 1576–1584. DOI: 10.1063/1.323836.
36. González A. X-ray crystallography: data collection strategies and resources. *Comprehensive Biophysics*. Vol. 1. Elsevier, 2012, pp. 64–91. DOI: 10.1016/B978-0-12-374920-8.00106-5.
37. Hrdy J. Fixed-exit channel-cut crystal X-ray monochromators for synchrotron radiation. *Journal of Physics*, 1989, vol. 39 (3), pp. 261–265. DOI: 10.1007/BF01597779.
38. Geraldles R.R., Luiz S.A.L., de Brito Neto J.L., Soares T.R.S., dos Reis R.D., Calligaris G.A., Witvoet G., Vermeulen J.P.M.B. Fly-scan-oriented motion analyses and upgraded beamline integration architecture for the High-Dynamic Double-Crystal Monochromator at Sirius/LNLS. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2022, vol. 30 (1), pp. 90–110. DOI: 10.1107/S1600577522010724.
39. Golovchenko J.A., Levesque R.A., Cowan P.L. X-ray monochromator system for use with synchrotron radiation sources. *Review of Scientific Instruments*, 1981, vol. 52 (4), pp. 509–516. DOI: 10.1063/1.1136631.
40. Baronova E.O., Stepanenko M.M., Pereira N.R. Cauchois–Johansson X-ray spectrograph for 1.5–400 keV energy range. *Review of Scientific Instruments*, 2001, vol. 72 (2), pp. 1416–1420. DOI: 10.1063/1.1324754.
41. Johann H.H. Die Erzeugung lichtstarker Röntgenspektren mit Hilfe von Konkavkristallen. *Physik*, 1931, vol. 69 (3–4), pp. 185–206. DOI: 10.1007/bf01798121.
42. Johansson T. Über ein neuartiges, genau fokussierendes Röntgenspektrometer. *Physik*, 1933, vol. 82 (7–8), pp. 507–528. DOI: 10.1007/bf01342254.
43. Martinson M., Samadi N., Belev G., Bassey B., Lewis R., Aulakh G., Chapman D. Development of a bent Laue beam-expanding double-crystal monochromator for biomedical X-ray imaging. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2014, vol. 21 (3), pp. 479–483. DOI: 10.1107/S1600577514003014.
44. Zhong Z., Kao C.C., Siddons D.P., Hastings J.B. Sagittal focusing of high-energy synchrotron X-rays with asymmetric Laue crystals. I. Theoretical considerations. *Journal of Applied Crystallography*, 2001, vol. 34 (4), pp. 504–509. DOI: 10.1107/S0021889801006409.
45. Guigay J., del Rio M.S. X-ray focusing by bent crystals: focal positions as predicted by the crystal lens equation and the dynamical diffraction theory. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2021, vol. 29 (1), pp. 148–158. DOI: 10.1107/S1600577521012480.



46. Wysokinski T.W., Renier M., Suortti P., Belev G., Ruosset L., Adam M., Miller D., Huber N., Chapman L.D. High-power-load DCLM monochromator for a computed tomography program at BMIT at energies of 25–150 keV. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2018, vol. 25 (5), pp. 1548–1555. DOI: 10.1107/S1600577518008639.
47. Yamaoka H., Hiraoka N., Ito M., Mizumaki M., Sakurai Y., Kakutani Y., Koizumi A., Sakai N., Higashi Y. Performance of bent-crystal monochromators for high-energy synchrotron radiation. *Journal of Synchrotron Radiation*, 1999, vol. 7 (2), pp. 69–77. DOI: 10.1107/S090904959901691X.
48. Wang Y., Narayanan S., Liu J., Shu D., Mashayekhi A., Qian J., Wang J. A sagittally focusing double-multilayer monochromator for ultrafast X-ray imaging applications. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2006, vol. 14 (1), pp. 138–143. DOI: 10.1107/S0909049506050205.
49. Zhong Z., Hasnah M., Broadbent A., Dooryhee E., Lucas M. Phase-space matching between bent Laue and flat Bragg crystals. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2019, vol. 26 (6), pp. 1917–1923. DOI: 10.1107/S1600577519010774.
50. Bilderback D.H. The potential of cryogenic silicon and germanium X-ray monochromators for use with large synchrotron heat loads. *Nuclear Instruments in Physics Research*, 1986, vol. 246 (1–3), pp. 434–436. DOI: 10.1016/0168-9002(86)90126-9.
51. Shvyd'ko Y.V. High-reflectivity high-resolution X-ray crystal optics with diamonds. *Nature Physics*, 2010, vol. 6 (3), pp. 196–200.
52. Knapp G.S., Rogers C.S., Beno M.A., Wiley C.L., Jennings G., Cowan P.L. Cryogenic monochromator as a solution to undulator heat loads at third generation synchrotron sources. *Review of Scientific Instruments*, 1995, vol. 66 (2), pp. 2138–2140. DOI: 10.1063/1.1145752.
53. Lee W., Fernandez P., Mills M. Performance limits of direct cryogenically cooled silicon monochromators – experimental results at the APS. *Journal of Synchrotron Radiation*, 1999, vol. 7 (1), pp. 12–17. DOI: 10.1107/S0909049599014478.
54. Khosroabadi H., Alianelli L., Porter D.G., Collins S., Sawhney K. Cryo-cooled silicon crystal monochromators: a study of power load, temperature and deformation. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2022, vol. 29 (2), pp. 377–385. DOI: 10.1107/S160057752200039X.
55. Proux O., Nassif V., Prat A., Ulrich O., Lahera E., Biquard X., Menthonnex J., Hazemann J. Feedback system of a liquid-nitrogen-cooled double-crystal monochromator: design and performances. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2005, vol. 13 (1), pp. 59–68. DOI: 10.1107/S0909049505037441.
56. Bai Y., Gong X., Lu Q., Song Y., Zhu W., Xue S., Wang D., Peng Z., Zhang Z. Adaptive vibration control method for double-crystal monochromator base on VMD and FxNLMS. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2023, vol. 30 (2), pp. 308–318. DOI: 10.1107/S1600577523000528.
57. Chumakov A.I., Sergeev I., Celse J., Ruffer R., Lesourd M., Zhang L., del Rio M.S. Performance of a silicon monochromator under high heat load. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2014, vol. 21 (2), pp. 315–324. DOI: 10.1107/S1600577513033158.
58. Dolbnya I.P., Sawhney K.J.S., Scott S.M., Dent A.J., Cibir G., Preece G.M., Pedersen U.K., Kelly J., Murray P. A water-cooled monochromator for the B16 Test beamline at the Diamond Light source: capabilities and performance characterization. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2018, vol. 26 (1), pp. 253–262. DOI: 10.1107/S1600577518014662.
59. Gerald R.R., Witvoet G., Vermeulen J.P.M.B. The mechatronic architecture and design of the High-Dynamic Double-Crystal Monochromator for Sirius light source. *Precision Engineering*, 2022, vol. 77 (5), pp. 110–126. DOI: 10.1016/j.precisioneng.2022.05.009.
60. Chumakov A.I., Shvyd'ko Y., Sergueev I., Bessas D., Ruffer R. Hard-X-ray spectroscopy with a spectrographic approach. *Physical Review Letters*, 2019, vol. 123 (9). DOI: 10.1103/PhysRevLett.123.097402.
61. Yabashi M., Tamasaku K., Ishikawa T. Characterization of the transverse coherence of hard synchrotron radiation by intensity interferometry. *Physical Review Letters*, 2001, vol. 87 (14). DOI: 10.1103/physrevlett.87.140801.

Conflicts of Interest

The authors declare no conflict of interest.