

Т. Д. МОКУЛЬСКАЯ, М. А. МОКУЛЬСКИЙ, А. А. НИКИТИН,
В. В. АНАШИН, Г. Н. КУЛИШАНОВ, В. А. ЛУКАШЕВ,
академик А. Н. СКРИНСКИЙ

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НАКОПИТЕЛЯ ВЭПП-3 ДЛЯ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Создание электронных синхротронов и накопительных колец и вывод пучков синхротронного излучения привели к принципиально новой ситуации в вопросе об источниках жесткого ультрафиолетового и рентгеновского излучений. Применению синхротронного излучения для спектральных исследований посвящено довольно много работ ⁽¹⁾. Появились первые публикации о методике рентгеноструктурных исследований на синхротронном излучении ⁽²⁾. В настоящей статье сообщается о первых результатах работы по использованию синхротронного излучения накопительного кольца для рентгеноструктурных исследований. Работа проводится на накопителе ВЭПП-3 Института ядерной физики Сибирского отделения АН СССР.

Накопительные кольца как источники синхротронного излучения (с.и.) имеют большие преимущества перед обычными синхротронами. Большое время жизни пучка в накопителе обеспечивает низкий уровень радиационного фона вокруг установки, что позволяет работать на малом расстоянии от вакуумной камеры накопителя; это, в сочетании с малыми поперечными размерами пучка электронов, позволяет обеспечить большую плотность потока фотонов в пучке N (число фотонов)/(мм²·сек).

Жесткофокусирующий накопитель ВЭПП-3 ⁽³⁾ представляет собой два полукольца средним радиусом около 8 м, разделенные прямолинейными промежутками. Полный периметр траектории 74,4 м, частота обращения частиц 4,03 Мгц. Инжекция электронов в накопитель производится на энергии 430 Мэв из синхротрона. Магнитная система накопителя рассчитана на получение электронов энергии $E=3,5$ Гэв. Описываемая работа была проведена при энергии электронов 2 Гэв, повышение энергии до 3 Гэв будет осуществлено в 1974 г.

Время жизни электронов зависит от величины накопленного тока и при токе $I \sim 30$ ма составляет $\tau \sim 30$ мин. Величина тока измерялась по интенсивности с.и. (с калибровкой по интенсивности излучения одного электрона), а также с помощью системы интегральных пикап-электродов.

Радиальный размер пучка электронов $\sim 1,5$ мм, вертикальный $\sim 0,1$ мм. Канал для вывода синхротронного излучения (канал с.и., рис. 1) находится у места стыковки одного из полуколец с прямолинейным промежутком. Медианная плоскость накопителя (плоскость орбиты электронов) расположена на высоте 2,2 м от пола.

В канал с.и. попадает излучение с участка траектории радиусом кривизны 6,15 м. Канал расположен под углом 4° к прямолинейному промежутку, длина канала, т. е. расстояние от точки излучения фотона до выхода фотона в атмосферу, $\sim 2,5$ м. Канал содержит штыревые приемники излучения 4, которые могут полностью его перекрыть, высоковакуумный клапан 5, после которого подсоединяется выходной отсек канала, диафрагмы 6, фильтр из бериллия переменной толщины 7 для обрезания длинноволновой части спектра с.и., магниторазрядный насос МЭРН-150 8 и выходное окно из бериллия толщиной 0,15 мм 9. Выходной отсек канала заканчивается форвакуумным объемом и второй выходной фольгой из бериллия 9 той же

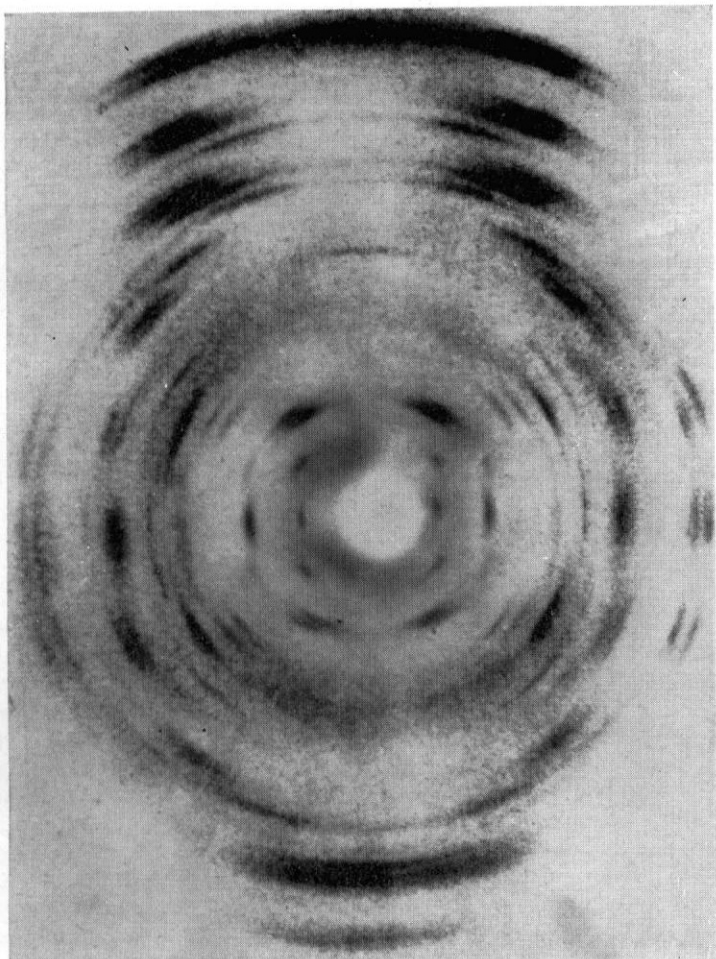


Рис. 4. Рентгенограмма NaDNR, $\lambda=2 \text{ \AA}$, A-форма

толщины. Назначение этого объема — обеспечить дополнительную защиту вакуумной камеры накопителя от атмосферного воздуха при повреждении одной из выходных фольг. В наших опытах ширина пучка с.и. на выходном окне (определяемая диафрагмой) составляла 1 или 3 мм; при необходимости ее можно довести до 30 мм (диаметр канала с.и.).

Максимальный уровень жесткого излучения в медианной плоскости накопителя $\sim 0,5$ мкр/сек (при токе ~ 30 ма).

Интенсивность, спектральное распределение, поляризация и диаграмма направленности синхротронного излучения вычисляются по известным

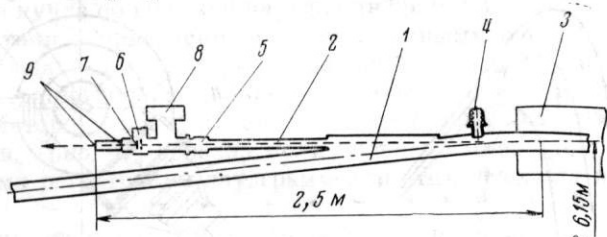


Рис. 1. Схема канала для вывода синхротронного излучения из накопителя ВЭПП-3 (канала с.и.): 1 — вакуумная камера накопителя, 2 — канал с.и., 3 — форвакуумный объем выходного отсека; остальные обозначения в тексте

формулам (1). Практически удобно характеризовать поток с.и. числом фотонов с длиной волны от λ до $\lambda + \Delta\lambda$, падающих на 1 мм^2 образца за 1 сек. Эта величина зависит от тока накопителя, энергии электронов, поперечных размеров пучка, длины канала с.и. и пропускания выходных бериллиевых фольг, а также от качества используемого монохроматора. На рис. 2 приведены кривые — спектральное распределение плотности потока фотонов на выходе канала с.и. накопителя ВЭПП-3 (в расчете на ток 1 ма).

Вертикальные размеры пучка с.и. на выходе канала зависят от длины канала L и длины волны излучения (как $L\lambda^{1/2}$) и для $\lambda \sim 2 \text{ \AA}$, $L = 2,5 \text{ м}$ близки к 1 мм. Для получения рентгеновских дифракционных картин в монохроматическом излучении различных длин волн была создана установка СИД-1, состоящая из монохроматора, рентгеновской камеры и ряда вспомогательных устройств (рис. 3). Установка СИД-1 закрепляется с помощью юстировочных и прижимных винтов на платформе у выхода излучения из канала с.и. На основной стойке укреплены держатель кристалла монохроматора и поворотная скамья. Кристалл и скамья могут независимо поворачиваться вокруг горизонтальной оси (перпендикулярной пучку с.и.). На скамье укреплены рентгеновская камера и сцинтилляционный детектор излучения «Аракс». Монохроматором служит монокристалл, вырезанный определенным образом и устанавливаемый под углом θ к медианной плоскости и к первичному пучку. В соответствии с формулой Брегга $2d \sin \theta = n\lambda$ (d — межплоскостное расстояние в кристалле), под углом 2θ к первичному пучку возникает отраженный луч (направляемый в рентгеновскую камеру), содержащий основную гармонику λ , а также высшие гармоники $\lambda/2$, $\lambda/3$ и т. д. Мы использовали монокристаллы кварца и графита, вырезанные параллельно плоскостям $(10\bar{1}1)$, $d = 3,34 \text{ \AA}$, и (001) , $d = 3,35 \text{ \AA}$, соответственно. Установка СИД-1 позволяет вести работу в интервале углов θ от 0 до 70° , что соответствует диапазону длин волн от 0 до $\sim 6 \text{ \AA}$. Практически нижняя граница рабочего диапазона (по λ) определяется спектром с.и. и при энергии электронов $E = 2 \text{ ГэВ}$ находится в районе $0,5 \text{ \AA}$, верхняя граница определяется пропусканием бериллиевых фольг и находится в районе $4,5 \text{ \AA}$ (см. рис. 2).

Интенсивность монохроматизированных пучков зависит от свойств монохроматора: полосы пропускания $\Delta\lambda$ и коэффициента отражения (в мак-

симуле). Интенсивности высших гармоник определяются атомной структурой кристалла. Вторые гармоники в кварце и графите составляют 8 и 10% (при однородном спектре падающего излучения) и их наличие в отраженном пучке может оказаться заметным на рентгенограммах. Мы не принимали никаких мер для фильтрации высших гармоник.

В табл. 1 приводятся ориентировочные данные о потоке рентгеновского характеристического излучения, получаемого от обычной острофокусной

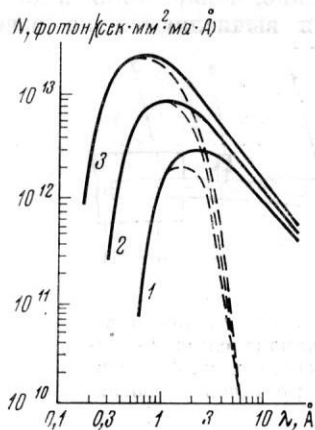


Рис. 2

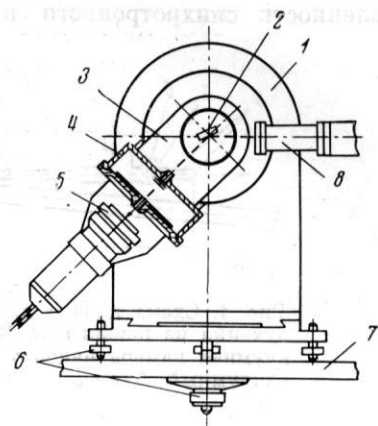


Рис. 3

Рис. 2. Зависимость числа фотонов на выходе канала с.и. длиной $L=2,5$ м от длины волны для различных энергий электронов: 1—2 Гэв, 2—2,5 Гэв, 3—3 Гэв. Сплошные кривые — спектр излучения до прохождения через выходные фольги, штриховые — спектр излучения, прошедшего бериллиевые фольги общей толщиной 0,3 мм. Коэффициент поглощения бериллия для разных λ вычислен по формуле Йонсона

Рис. 3. Принципиальная схема установки СИД-1: 1 — основная стойка, 2 — кристалл монохроматора, 3 — поворотная скамья, 4 — рентгеновская камера, 5 — сцинтилляционный детектор излучения, 6 — установочные и прижимные винты, 7 — платформа, 8 — выходной отсек канала с.и.

рентгеновской трубки, а также о потоке синхротронного излучения для $\lambda=2 \text{ \AA}$. При этой длине волны интенсивность синхротронного излучения близка к максимальной. Теоретические и экспериментальные оценки интенсивности дают близкие значения.

Герметизированная рентгеновская камера позволяет вести съемку образца в атмосфере любой заданной влажности, что необходимо для биологических препаратов. Параметры камеры: входной коллиматор из свинцового стекла $\varnothing=0,15$ мм, расстояние образец — пленка от 9 до 44 мм. Дифракционная картина регистрируется на рентгеновскую пленку РТ-1.

Таблица 1

Источник излучения	N , фотон./мм ² ·сек	Спектральная ширина, Δ
Рентгеновская трубка, медный анод, фокус $1 \times 0,15$ мм, 4 ма, 30 кв, расстояние фокус — образец 50 мм, $\lambda=1,54 \text{ \AA}$ ($\text{CuK}\alpha$)	$4 \cdot 10^8$	$\lambda(K\alpha_1) - \lambda(K\alpha_2) = 4 \cdot 10^{-3}$
Накопитель ВЭПН-3, энергия электронов 2 Гэв, 20 ма, канал с.и., установка СИД с кварцевым монохроматором, $\lambda=2 \text{ \AA}$	$4 \cdot 10^9$	$\Delta\lambda \sim 10^{-3}$
То же с графитовым монохроматором	$5 \cdot 10^{10}$	Не измерено

На поворотной скамье предусмотрено также крепление камеры РКОП (и ряда других камер). Были получены дифракционные картины от образцов различной природы — лауэграммы монокристаллов KBr, слюды и алюминиевой фольги, рентгенограммы в монохроматическом излучении от ориентированного полиэтилена, древесины и ДНК (аксиальные текстуры), монокристаллы белка актиноксантина.

При помещении образца в прямой пучок с.и. картину дифракции от монокристаллов легко наблюдать визуально на флюоресцирующем экране (даже при токе в накопителе ~ 1 ма). Это позволило проводить ориентировку кристалла в пучке по видимой картине дифракции.

В соответствии с приведенными выше данными о плотностях потоков фотонов, наблюдалось весьма значительное (~ 50 — 100 раз) сокращение времени регистрации дифракционной картины. Так, при работе с графитовым монохроматором, для получения рентгенограмм Na ДНК время регистрации 9 мин. (рис. 4), образца полиэтилена 5 мин. (ток в накопителе ~ 25 ма). Время регистрации лауэграмм при этих условиях измеряется секундами.

Подчеркнем, что такое существенное сокращение экспозиции получается при простейшей схеме опыта, без применения каких-либо фокусирующих устройств. Хорошая естественная коллимация пучка с.и. (расхождение $\sim 5 \cdot 10^{-4}$ радиан) и малая величина $\Delta\lambda$ обеспечивают высокое разрешение рентгенограмм.

Авторы выражают искреннюю благодарность акад. А. П. Александрову и акад. Г. И. Будкеру за внимание к этой работе, а также проф. С. П. Капице, беседы с которым способствовали ее постановке.

Мы благодарны также С. В. Борисову за предоставление монохроматоров из графита, А. М. Огурцову, И. Г. Духанову, С. Н. Прусакову, Н. Ф. Артюхину за участие в создании установки СИД-1 и всем сотрудникам ВЭПП-3.

Институт атомной энергии им. И. В. Курчатова
Москва

Поступило
22 IV 1974

Институт ядерной физики
Сибирского отделения Академии наук СССР
Новосибирск

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

¹ Синхротронное излучение в исследовании твердых тел, Сб. статей под ред. А. А. Соколова, М., 1970. ² G. Rosenbaum, K. C. Holmes, J. Witz, Nature, v. 230, № 5294, 434 (1971). ³ Г. И. Будкер, И. Я. Протопопов, А. Н. Скринский, Тр. VII Междунар. конф. по ускорителям, т. 2, Ереван, 1970, стр. 37.