

КОНЦЕПТУАЛЬНЫЙ ДИЗАЙН ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ СТАНЦИИ 1-7 ЦКП «СКИФ»–НГУ «БАЗОВЫЕ МЕТОДЫ СИНХРОТРОННОЙ ДИАГНОСТИКИ ДЛЯ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЙ, ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ И ИННОВАЦИОННОЙ ДЕЯТЕЛЬНОСТИ СТУДЕНТОВ»**О.А. Булавченко^{1,2}, З.С. Винокуров^{1,2,3}, А.Г. Селютин^{2,3}, Д.Д. Мищенко^{2,3},
А.А. Сараев^{1,2,3}, Б.Г. Гольденберг^{2,3,4}, С.В. Цыбуля^{1,2}, Я.В. Зубавичус^{1,2,3}**¹*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск, Россия*

E-mail: obulavchenko@catalysis.ru

²*Новосибирский государственный университет, Новосибирск, Россия*³*ЦКП «СКИФ» ИК СО РАН, Кольцово, Россия*⁴*Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, Новосибирск, Россия*Статья поступила
03.05.2023С доработки
03.05.2023Принята к публикации
12.05.2023

Представлен концептуальный дизайн экспериментальной станции 1-7 ЦКП «СКИФ»–НГУ «Базовые методы синхротронной диагностики для образовательной, исследовательской и инновационной деятельности студентов», предназначенной для повышения эффективности образовательного процесса и решения научно-исследовательских задач студентами НГУ с использованием возможностей современного источника синхротронного излучения. На экспериментальной станции 1-7 предполагается совместная реализация нескольких методов исследования: порошковой и монокристаллической рентгеновской дифракции, спектроскопии рентгеновского поглощения и рентгенофлуоресцентного анализа. Такой исследовательский комплекс не только позволит решать широкий круг научных задач для разнообразных областей науки, в том числе физики, биологии, химии, геологии, археологии и медицины, но и станет основным элементом в практической подготовке научных и научно-технических кадров для проведения синхротронных исследований.

DOI: 10.26902/JSC_id113304

EDN: VANVEQ

Ключевые слова: монокристаллическая рентгеновская дифракция, порошковая рентгеновская дифракция, рентгеновская спектроскопия поглощения, *in situ / operando*, рентгенофлуоресцентный анализ, функция радиального распределения атомов, подготовка кадров СИ, научно-практическая работа студентов, образование.

ВВЕДЕНИЕ

Создание источника синхротронного излучения поколения 4+ в Новосибирской области (Сибирский кольцевой источник фотонов, ЦКП «СКИФ») предполагает, что в ближайшие годы после его запуска должно сформироваться научное сообщество российских и зарубежных исследователей, активно использующих новые, во многом уникальные экспериментальные возможности для решения актуальных задач в различных сферах науки и технологий. Сам источник синхротронного излучения призван стать экспериментальной базой для подготовки и переподготовки научных и инженерных кадров в содружестве с заинтересованными учебными уч-

реждениями. Новосибирский государственный университет (НГУ) – один из ключевых вузов, готовящих кадры для ЦКП «СКИФ». Благодаря своим тесным научным связям с институтами РАН, именно НГУ может взять на себя функции подготовки специалистов по синхротронным методам исследований для различных направлений подготовки (физиков, биологов, химиков, геологов, археологов, медиков и др.). С этой точки зрения наличие специальной учебной станции в составе ЦКП «СКИФ» может создать уникальную материально-техническую базу для обучения высококвалифицированных специалистов, использующих в своей работе синхротронное излучение, а также обеспечивающих функционирование всех станций исследовательского комплекса и участвующих в разработке программы модернизации пользовательской инфраструктуры ЦКП «СКИФ», нацеленной, в частности, на создание экспериментальных станций второй и последующих очередей. Поэтому разработка концепции взаимодействия между НГУ и ЦКП «СКИФ» и развитие совместных образовательных программ – это актуальная задача.

ОБЗОР ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫХ ПРОГРАММ МЕЖДУНАРОДНЫХ СИНХРОТРОННЫХ ЦЕНТРОВ

Идея активного использования инфраструктуры международных синхротронных центров в реализации целевых образовательных программ время от времени обсуждается в профессиональном сообществе [1–5]. Для каждого из источников синхротронного излучения (СИ) имеется свой опыт в решении этого вопроса. Один из наиболее успешных подходов к обучению начинающих пользователей – создание синхротронных семинаров и «школ». Среди наиболее известных примеров можно отметить Высший европейский исследовательский курс для пользователей больших экспериментальных систем (HERCULES) в Европе, школу «Cheiron» в Японии и школу Соединенных Штатов по рассеянию нейтронов и рентгеновских лучей. Данные мероприятия, хорошо зарекомендовавшие себя, предназначены для подготовки студентов университетов, аспирантов и уже сложившихся ученых, заинтересованных в проведении исследований с использованием СИ. Основное назначение таких школ – обучить участников работе в синхротронных и нейтронных центрах коллективного пользования. Школы, помимо курсов лекций, проводят для участников практические занятия на реальных экспериментальных установках. Некоторые учреждения используют возможности технологий потоковой передачи аудио и видео, а также обучающих программ в сети Интернет для подготовки потенциальных пользователей в удаленном режиме. Последнее обрело особую актуальность во время пандемии COVID-19 в 2020–2022 г. Для заинтересованных слушателей стала доступна видеотрансляция лекций по синхротронным методам в режиме on-line.

Стоит обратить внимание, что опыту в учебно-просветительной деятельности центров синхротронных исследований посвящен специальный выпуск журнала *Synchrotron Radiation News* 2013 г. с названием «Фокус на синхротронных образовательных инициативах» (*Focus on Synchrotron Education Initiatives*) под редакцией преподавателя Чикагского университета Антонио Ланциротти [1]. В двух статьях, включенных в цитируемый сборник, описаны целевые программы вовлечения школьников-старшеклассников, студентов и их преподавателей в процесс проведения научных исследований с помощью современной инструментальной базы синхротронных центров. Первая статья с романтическим названием «Запрос на вдохновение» [2] описывает программу «Студенты на экспериментальных станциях» (*Inquiry for Inspiration: Students on the Beamlines*), реализуемую на канадском синхротронном источнике (*Canadian Light Source, CLS*) с 2006 г. Программа финансируется Национальным советом Канады в области естественно-научных и инженерных исследований. В рамках данного мероприятия небольшие группы старшеклассников из различных школ (между которыми ведется соревнование, а по итогам года объявляется победитель) приглашаются для проведения синхротронного эксперимента по заранее продуманной и сформулированной программе. Работа группы на синхротронном источнике занимает, как правило, три дня. В первый день идет адаптация членов группы на новом месте, ознакомление с оборудованием выбранной синхротронной станции, порядком проведения эксперимента. Программа построена таким образом, что взрослые (учителя, ученые и другие специалисты) действуют как консультанты и эксперты, но стратегию экспериментов разрабатыва-

ют ученики. Это означает, что студенты несут ответственность за принятие решений (эксперты лишь могут дать совет) и направление работы. Сам эксперимент проводится во второй день, а третий день посвящен анализу и интерпретации полученных результатов. Программа стажировки завершается подготовкой отчетной презентации.

В рамках другой аналогичной программы [3], разработанной на базе американского источника СИ (National Synchrotron Light Source, NSLS) с названием «Знакомство с синхротронами со школьной скамьи» (Introducing Synchrotrons into the Classroom, InSynC), организуется отдельный конкурс заявок на синхротронные исследования для преподавателей и их студентов. До подачи заявок учителя проходят обязательный трехдневный семинар, на котором им рассказывают основы работы синхротронных установок, физические принципы, лежащие в основе синхротронных методов, приводятся примеры осуществленных исследований. Участникам семинара предоставляется возможность участвовать в эксперименте на станции, чтобы самим увидеть, как получают данные, обрабатывают и интерпретируют их. После семинара учителя вместе с учениками планируют будущий эксперимент и формулируют заявку на синхротрон. К экспертизе поступивших заявок привлекаются ведущие специалисты по использованию СИ с опытом преподавания в высшей школе. Кроме стандартных критериев научной значимости и продуманности эксперимента, заявки оцениваются и с точки зрения педагогического эффекта. Победителям конкурса предоставляется время для реализации предложенных идей, с проигравшими проводится подробный разбор слабых мест поданных заявок и причин снижения экспертных оценок.

Сотрудники источника СИ в Австралии (Australian Synchrotron, AS), понимая важность привлечения молодых кадров, также проводят не только обучение для студентов университетов (физиков, химиков, биологов, математиков), но и ознакомительные туры для школьников [4], в основном старшекласников. Есть опыт проведения экскурсий и для учащихся начальной школы. Познакомившись с возможностями СИ, молодые люди с большей вероятностью выбирают деятельность, связанную с научными исследованиями.

Во Франции разработан недельный междисциплинарный курс «Интегрированный дизайн синхротронных станций» («Integrated Design of Synchrotron Beamline», Ecole Centrale Paris) для обучения инженеров. При этом не требуется каких-либо знаний об ускорителях или физике СИ. Важно, чтобы студенты поняли, что даже с имеющимися техническими знаниями они могут внести свой вклад при разработке источника СИ. На этом курсе студенты делятся на группы, каждая из которых проектирует в виртуальном виде один из ключевых компонентов экспериментальной станции СИ. Обучающие могут удаленно консультироваться с экспертами из Франции, США, Японии. При прохождении курса студенты учатся работать в команде, лучше понимают свой научный потенциал, на конкретных примерах видят связь между отдельными дисциплинами.

HERCULES (the Higher European Research Course for Users of Large Experimental Systems – Высший европейский исследовательский курс для пользователей установок класса «мегасайенс») представляет собой пятинедельную школу, которая координируется Университетом Гренобль-Альпы (Université Grenoble Alpes, UGA) и Национальным политехническим институтом (Grenoble INP). Эта уникальная школа в Европе знакомит студентов, аспирантов и опытных ученых из европейских и мировых университетов и лабораторий с многообразием методов и научных возможностей, связанных с нейтронами и СИ, для исследований конденсированных сред (по специальностям биология, химия, физика, материаловедение, геология, промышленность). Школа включает специализированные курсы, лекций, практические занятия и посещения европейских синхротронных центров. Во время пандемии COVID-19 в 2022 г. школа была организована полностью в режиме онлайн в Гренобле, в том числе удаленные практические занятия и учебные пособия для участников, с тем же объемом, что и обычно (около 40 % курса), а также виртуальные посещения установок класса «мегасайенс» и постерную сессию. Программа практических и учебных занятий в Гренобле состояла из 3–4 практических занятий продолжительностью полдня в (European Synchrotron Radiation Facility, ESRF), которые проводились удаленно на раз-

личных экспериментальных каналах, и 3–4 учебных курсов с той же продолжительностью в ILL, ESRF, CNRS, CEA и/или IBS [7].

При источнике Diamond Light Source существуют ежегодные курсы по макромолекулярной кристаллографии, а также проводятся обзорные семинары для молодых физиков с периодичностью раз в два года. На курсы подаются заявки, которые оцениваются по их качеству и вероятности использования возможностей источника в будущей работе соискателя. Занятия для физиков начинаются с лекций продолжительностью два дня. За следующие два дня сотрудники Diamond знакомят обучающихся с техникой эксперимента на десяти различных станциях. В последний день обучающиеся слушают выступления ученых, которые на примере своих работ демонстрируют возможности применения СИ [6].

В рамках образовательной программы на источнике MAX IV в Швеции организованы специальные смены на исследовательских станциях. Она рассчитана на университетские курсы, учебные семинары или проведение какого-либо другого образовательного процесса. Для участия в этой программе необходимо подать заявку, в которой указать учебную цель и ожидания от экспериментальной деятельности в MAX IV. В течение года заявки проходят процедуру рецензирования и отбора в два тура [10].

В Новосибирске, благодаря существованию ЦКП «СЦСТИ» (Центр коллективного пользования «Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения» ИЯФ СО РАН), периодически проводятся школы для молодых ученых, которые включают лекции специалистов, работающих с СИ, экскурсии и знакомство с экспериментальными станциями ЦКП «СЦСТИ». Центр обладает значительным опытом в выполнении научно-исследовательских работ с использованием СИ.

Международная летняя школа RÅCIRI – это совместная инициатива Швеции, Германии и России в рамках сотрудничества российско-немецкого Института Иоффе–Рентгена (Ioffe-Rontgen-Institute, IRI) и шведско-немецкого объединения Röntgen-Ångström-Cluster (RÅC). Школа была основана в 2013 г. и с тех пор проводится ежегодно, место проведения определяется среди стран-партнеров Швеция–Германия–Россия. Программа Летней школы обусловлена актуальными научными темами и задачами в области материаловедения, которые тесно связаны с аналитическим потенциалом существующих и будущих исследовательских инфраструктур объектов класса «мегасайенс» в регионе Балтийского моря. Всемирно известные ученые и эксперты из соответствующих областей приглашаются в качестве лекторов и наставников, чтобы обеспечить среду для взаимодействия и диалога между поколениями. Все обучаются по программе Школы посредством специальных постерных сессий, научного турнира (Science Slam), учебных практикумов и культурного досуга [11]. Так же достоин упоминания проводимый с 2008 г. российско-немецкий передвижной семинар (German-Russian Travelling Seminar) для студентов старших курсов и аспирантов. Его целью стало знакомство молодых ученых с современными подходами к синтезу наноматериалов, а также методами их физико-химического анализа с использованием источников синхротронного излучения и нейтронов. Основные организаторы семинара – Федеральное министерство образования и научных исследований Германии (Bundesministerium für Bildung und Forschung) и Уральское Отделение РАН, а неизменными руководителями каждого мероприятия на протяжении последних лет остаются профессор Андреас Магерль (Университет Эрланген-Нюрнберга) и Академик РАН Андрей Андреевич Ремпель (Институт металлургии УрО РАН, Екатеринбург).

Таким образом, существуют различные форматы образовательных программ, реализуемых на международных источниках СИ: они включают в себя краткосрочные тематические школы-конференции, среднесрочные курсы повышения квалификации, стажировки на станции (решение научных или образовательных задач), выполнение дипломных и аспирантских работ с использованием оборудования станций.

На сегодняшний день НГУ и ЦКП «СКИФ» работают над проектом создания станции 1-7 ЦКП «СКИФ»–НГУ «Базовые методы синхротронной диагностики для образовательной, исследовательской и инновационной деятельности студентов».

ОБЩАЯ КОНЦЕПЦИЯ ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫХ ПРОГРАММ НГУ НА СТАНЦИИ 1-7 ЦКП «СКИФ»–НГУ

Так как станция 1-7 должна стать основным центром практической подготовки научных и научно-технических кадров для синхротронных исследований, на ней предполагается реализовать базовый набор физических методов, использующих СИ. Этот набор включает порошковую рентгеновскую дифрактометрию (в том числе возможности получения функции радиального распределения атомов); рентгеноструктурный анализ монокристаллов; рентгенофлуоресцентный анализ; рентгеновскую спектроскопию поглощения.

Анализ мирового опыта образовательных программ на источниках СИ свидетельствует о многообразии форм реализации учебно-научных инициатив, спектр которых простирается от небольших семинаров до узкоспециализированных экспериментов на оборудовании станции. Международный опыт показал эффективность в обучении студентов и в привлечении новых пользователей. Поэтому планируется реализация научно-образовательных программ на станции 1-7, которые можно условно разделить на три категории: (1) мероприятия, интегрированные в учебный процесс НГУ, включающие в себя проведение практикумов и лабораторных работ студентами бакалавриата/специалитета/магистратуры, выполнение квалификационных работ и научно-исследовательских проектов студентов и аспирантов; (2) дополнительное образование: организация школ, курсов повышения квалификации, тематических конференций; (3) стажировки для выполнения научных или образовательных задач с использованием экспериментальных возможностей станции.

1. Образовательные программы, интегрированные в образовательный процесс НГУ.

Глубокая интеграция в учебный процесс, проведение учебных занятий с группами обучающихся разных уровней и разных профилей подготовки предполагает многообразие учебных задач, обеспечение возможности демонстрации наглядных запоминающихся экспериментов, выполнение студентами лабораторных, курсовых, дипломных работ по разным тематикам. Станция должна быть активно задействована в учебном процессе, для чего будут организовываться различные практикумы, рассчитанные на обучающихся с разным уровнем знаний и профилей подготовки. Содержание практикумов должно быть тесно связано с необходимой базовой подготовкой студентов, знанием ими теоретических основ методов.

Основу практикумов составят лабораторные работы, демонстрирующие принципиальные возможности методик, реализованных на станции:

- порошковой рентгеновской дифракции (фазовый анализ в применении к исследованию многокомпонентных систем, фазовых переходов I и II рода, явлений плавления и кристаллизации и др.; уточнение кристаллических структур; исследование реальной структуры поликристаллических объектов; изучение ближнего порядка в кристаллических, нанокристаллических, аморфных объектах);
- монокристалльного дифракционного эксперимента (решение кристаллических структур, получение распределения электронной плотности, решение структур с нарушением дальнего порядка, исследование макромолекулярных систем и др.);
- флуоресцентного анализа (элементное картирование, определение минимальных пределов обнаружения для разных режимов эксперимента);
- рентгеновской спектроскопии, спектроскопии рентгеновского поглощения (определение локального окружения атомов, определение электронного состояния атомов);
- комбинированного применения нескольких методов, в том числе в режимах *in situ* и *operando*.

Отдельную категорию лабораторных работ будут составлять спецпрактикумы, ориентированные на подготовку специалистов по конкретным профилям. Так, например, для бакалавров-физиков будут реализованы исследования, демонстрирующие различные эффекты взаимодействия рентгеновского излучения с веществом:

- ослабление рентгеновского излучения в веществе в широком интервале энергий фотонов (закон Мозли);

- измерение квантового выхода рентгеновской флуоресценции;
- вторичные процессы, сопровождающие фотопоглощение (скачок электропроводности полупроводников, оптическая люминесценция и пр.);
- необратимые радиационно-индуцированные изменения.

Для инженерно-физических специальностей требуется демонстрация принципов работы рентгенооптических приборов и детекторов:

- фокусирующие свойства изогнутых кристаллов;
- различные режимы работы газового детектора (ионизационная камера–пропорциональный счетчик–счетчик Гейгера);
- сравнительный анализ количественных характеристик разных рентгеновских скintилляторов (квантовая эффективность в разных диапазонах, длительность высвечивания, мертвое время).

Лабораторные работы химиков, биологов, геологов будут ориентированы на демонстрацию возможностей синхротронных методов на примерах, интересных для этих направлений:

- определение фазового состава синтезированных образцов методом порошковой рентгеновской дифракции;
- решение структуры соединения с помощью монокристалльного дифракционного эксперимента;
- определение химического состава образца с использованием флуоресцентного анализа;
- определение локальной структуры аморфных/нанодисперсных систем методами EXAFS (Extended X-ray Absorption Fine Structure, протяженная тонкая структура рентгеновского спектра поглощения) и РРА (радиальное расположение атомов).

Наряду с получением опыта проведения экспериментов, обучающиеся должны получить практические навыки применения программного обеспечения, необходимого для обработки полученных данных. Предполагается, что студенты будут иметь возможность работать в учебном классе (возможно, в режиме виртуального компьютерного класса), оснащенном соответствующим программным обеспечением. Будут подготовлены методические пособия, направленные на освоение как готовых программных продуктов, так и разрабатываемых специально для станций ЦКП «СКИФ»; проведено обучение работе с различными кристаллографическими и дифракционными базами данных, а также в специализированных программах для анализа результатов порошковых и монокристалльных дифракционных данных обеспечена возможность такой работы.

Помимо ознакомления с методиками, реализованными на станции, у обучающихся в НГУ будет возможность выполнения собственных экспериментов в рамках и лабораторных работ, и дипломных/аспирантских. Планируется создание и установка собственных модулей, разрабатываемых студентами, например, для изучения процессов механохимического [6–8], гидротермального синтеза [9–11].

2. Дополнительное образование, проведение школ, курсов повышения квалификации, тематических школ-конференций. На базе станции 1-7 планируется проведение обучающих программ по теории СИ и его взаимодействия с веществом, по применению физических методов с использованием СИ для исследования электронной и атомарной структуры твердых тел. Реализация таких программ может проходить в рамках специализированных школ, семинаров, курсов, а также в виде курсов повышения квалификации с выдачей соответствующих сертификатов ИППК НГУ. Заинтересованным кругом лиц для таких программ могут стать преподаватели вузов региона, страны и зарубежья, что повысит их квалификацию в выбранной области, кроме того, привлечет новых пользователей для ЦКП «СКИФ». Возможна организация специализированных школ/конференций по более узким направлениям.

3. Экскурсии и стажировки на станции для выполнения научных или образовательных задач. Проведение стажировок на станции НГУ рассчитано на выполнение научных задач и на образовательную деятельность. Реализация учебных мероприятий (практикумов, обучающих экспериментов по физике, лабораторных работ) представляет интерес для образовательных учреждений широкого спектра. Прежде всего можно выделить работу с учащимися школ и гимназий в целях популяризации науки у молодого поколения, проведение демонстрационных экс-

периментов на станции и экскурсий по ЦКП «СКИФ». Студентам и преподавателям вузов, работникам научных организаций стажировки на станции дадут возможность реализовать различные образовательные инициативы и осуществить научно-исследовательские эксперименты с использованием СИ. Предполагается, что для участия в этой программе необходимо будет подать заявку с указанием образовательной (научной) цели и ожиданий от запрашиваемой деятельности: какие новые знания и навыки добавляет к имеющейся курсу/программе/исследованию работа с СИ, какие конкретные результаты и знания получают участники от стажировки. Заявки должны проходить процедуру рецензирования и отбора специалистами в данных областях, соизмеряющих существующие экспериментальные и методические возможности на станции с требуемыми и оценивающими научную и образовательную значимость.

РЕАЛИЗУЕМЫЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ПОДХОДЫ И ПОРТФЕЛЬ НАУЧНЫХ ЗАДАЧ

Требования к проектируемой станции специфические, что отличает ее от остальных станций первой очереди ЦКП «СКИФ», обеспечивающих возможности проведения уникальных экспериментов, но при этом ориентированных, как правило, на реализацию одного базового физического метода исследования или на решение относительно узкого круга задач. Станция 1-7 должна обладать универсальностью в части реализации различных спектральных, дифракционных и иных экспериментов, гибкостью и максимальной простотой при переходе от одного экспериментального режима к другому. Эти важные требования обусловлены образовательным назначением станции 1-7.

Помимо учебных мероприятий, экспериментальная станция позволяет решать исследовательские и технологические задачи широкого спектра. В основе ее концепции лежит изучение синтетических и природных объектов комплексом структурных и спектральных экспериментальных методик. В круг актуальных экспериментальных задач входит исследование фазового, химического состава, локальной и электронной структуры, а также структурных превращений самых разнообразных веществ и материалов – катализаторов, минералов, функциональных и конструкционных материалов, материалов для энергетики и энергосбережения, для строительной индустрии, пигментов, белков, фармацевтических материалов.

В ряде случаев при решении задач для изучения атомной и электронной структуры объектов недостаточно применения одного метода, необходима всесторонняя характеристика образца комплексом различных рентгеновских методов как в стандартных условиях (*ex situ*), так и в условиях внешнего воздействия (*in situ*): температуры, давления и др. Если при исследовании *ex situ* с комбинированием различных методик сложность выполнения экспериментов обусловлена в основном организационными вопросами, например, работой группы ученых на двух станциях источника СИ либо оснащением дополнительным оборудованием и его настройкой в рамках одной рабочей станции, то для *in situ* трудности связаны с необходимостью фиксировать состояние системы в определенный момент при наблюдении за динамикой процесса в реальном времени. С этой точки зрения использование нескольких методов в ходе одного экспериментального цикла может дать уникальную и достоверную информацию и об особенностях протекающего процесса, и об исследуемой системе в целом.

ТЕХНИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ СТАНЦИИ

На станции планируется комбинирование спектральных и дифракционных методов. Согласно с требованиями для реализации метода спектроскопии рентгеновского поглощения необходимо, чтобы спектр энергии был непрерывным в максимально доступном диапазоне по энергии. Нижняя граница по энергии будет определяться функцией пропускания окон фронтенда, а верхняя — диапазоном работы монохроматора. Энергетическое разрешение $\Delta E_{\text{FWHM}}/E$ при использовании кристаллов кремния в качестве монохроматора составляет порядка 10^{-4} , что достаточно для реализации рентгеновской дифракции и спектроскопии рентгеновского поглощения. Требования по фокусировке излучения на текущий момент не предъявляется, однако в даль-

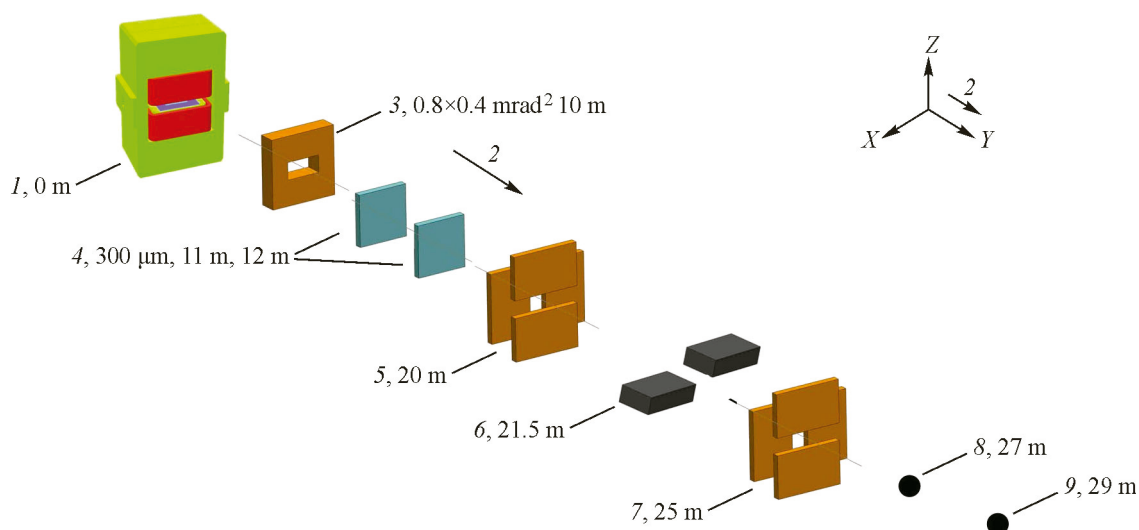


Рис. 1. Схема расположения оптических элементов для станции 1-7 и используемая в данной работе система координат: 1 – сильнополюсный поворотный магнит ВРС_ВМ; 2 – SR Beam, пучок синхротронного излучения (СИ); 3 – Fixed Mask, фиксированная маска пучка СИ; 4 – Be_window, бериллиевые окна; 5 – WB slits, щели полихроматического «белого» пучка СИ; 6 – Channel-cut DCM, двухкристальный монохроматор разрезной; 7 – щели монохроматического пучка; 8 – 1-7 XAS, секция рентгеновской спектроскопии поглощения; 9 – 1-7 XRD, секция рентгеновской дифракции

нейшем, в качестве развития станции, предлагается использование зеркал для коллимации, подавления высоких гармоник и фокусировки излучения. Ограничением размера пучка сверху было принято 10 мм на 30 м от источника, исходя из соображений целесообразности. Дополнительное условие – создание оборудования и системы управления, удобного для пользователя: чтобы была возможность перестройки параметров излучения (энергии, геометрических параметров) с минимальным привлечением персонала станции. Также требуется реализация системы управления экспериментом таким образом, чтобы исключить аварийные режимы работы.

На рис. 1 представлена схема расположения основных оптических элементов станции.

Источником излучения для станции выбран сильнополюсный поворотный магнит базовой магнитной структуры накопительного кольца [12] с параметрами, представленными в таблице. Для расчетов параметров источника использовался программный пакет SPECTRA 11.1.2 [13]. Трассировка лучей проведена с использованием пакета XRT 1.4.0 [14].

Источник обладает непрерывным спектром и достаточным для реализации заявленных методов потоком фотонов в диапазоне энергий 3500–35000 эВ или длин волн 0.35–3.5 Å (рис. 2). В целях обеспечения необходимой степени монохроматизации излучения предлагается исполь-

Параметры источника СИ станции

| Параметр | Значение |
|--|---------------|
| β_x / β_y , м | 0.252 / 7.77 |
| η_x , м | 0.003 |
| Магнитное поле, Тл | 1.95–2.05 |
| Критическая энергия фотонов, кэВ | 12.27 |
| Плотность мощности в плоскости орбиты, Вт/мрад | 93.4 |
| Полная мощность, Вт | 587 |
| Размер источника, горизонтальный / вертикальный, мкм | 14.14 / 24.14 |

Примечание: β_x, β_y – горизонтальная и вертикальная β -тронные функции, η_x – горизонтальная дисперсия.

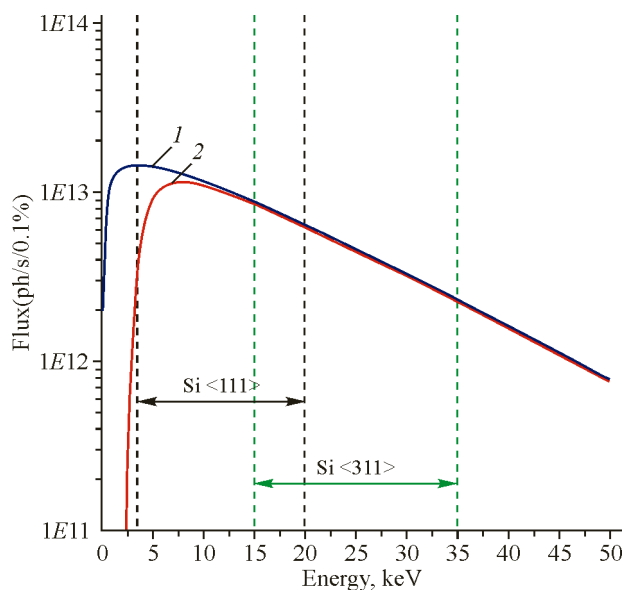


Рис. 2. Фотонный поток, прошедший через щели «белого» пучка (0.8×0.4 мрад²) – синяя линия (1). Тот же фотонный поток с учетом поглощения в бериллиевых окнах фронтенда (600 мкм общей толщиной) – красная линия (2). Для справки показаны диапазоны работы разрезного монохроматора с кристаллами Si $\langle 111 \rangle$ и $\langle 311 \rangle$ черным и зеленым цветом соответственно (см. электронную версию)

зовать разрезной (channel-cut) монохроматор «бабочку» с возможностью смены кристалла: для работы в области 3500–20000 эВ – Si $\langle 111 \rangle$ и для работы в области 15000–35000 эВ – Si $\langle 311 \rangle$.

Фронтенд предназначен для безопасной транспортировки рентгеновского излучения из накопителя к экспериментальной станции 1-7. Он обеспечивает разделение вакуума накопителя и вакуума канала. Для разделения вакуума планируется применение двух групп бериллиевых окон общей толщиной 600 мкм.

Первый элемент фронтенда – фиксированная маска, которая принимает неиспользуемое излучение от поворотного магнита общей мощностью до 500 Вт. На рис. 3 представлено угловое распределение мощности после прохождения маски и бериллиевых окон.

На расстоянии 20 м от источника сразу за стеной биозащиты предполагается установка щелей «белого» пучка (красный прямоугольник на рис. 3). Максимальная тепловая нагрузка на щели «белого» пучка достигает 72 Вт, через нее апертурой 0.2×0.2 мрад² проходит мощность около 10 Вт.

Вертикальный разрезной монохроматор расположен на расстоянии 21.5 м от источника. Такой тип выбран как более стабильный при сканировании по энергии в сравнении с монохроматором с двумя независимыми кристаллами.

Поскольку кристаллы в монохроматоре жестко фиксированы относительно друг друга, при изменении энергии сменяется положение пучка. На рис. 4 представлены зависимости положения максимума выходящего монохроматического излучения от энергии для кристаллов Si $\langle 111 \rangle$ и Si $\langle 311 \rangle$ при расстоянии между отражающими гранями кристаллов 8 мм. Также показаны максимальные смещения при сканировании спектра диапазоном 1000 эВ (по порядку величины соответствует среднему спектру EXAFS). Эти смещения необходимо учитывать при перестройке энергии.

Термическая нагрузка на первый кристалл монохроматора достаточно умеренная (~10 Вт), при этом максимальная плотность мощности не более 0.3 Вт/мм² (рис. 5), что позволяет использовать не прямое водяное охлаждение кристаллов.

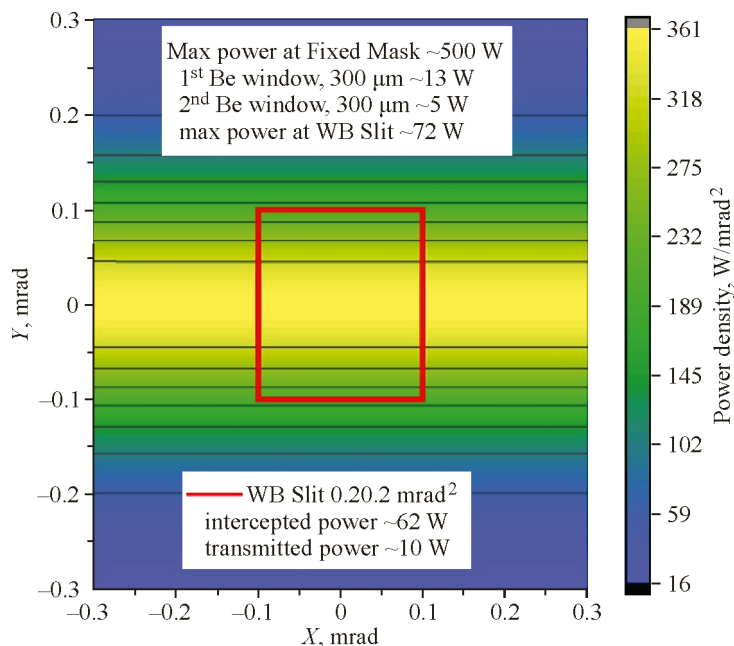


Рис. 3. Угловое распределение мощности излучения после фиксированной маски фронтенда. Красным прямоугольником обозначены щели «белого» пучка с апертурой 0.2×0.2 мрад²

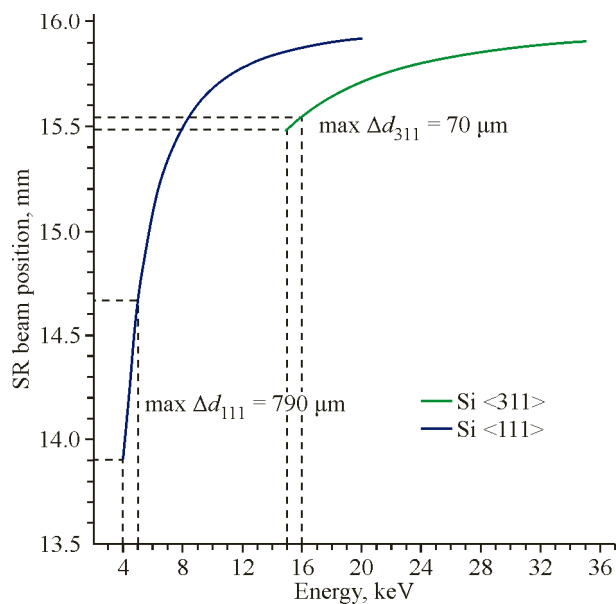


Рис. 4. Зависимость положения максимума пучка СИ после монохроматора от энергии

Поскольку пучок дополнительно не коллимируется, функция пропускания монохроматора (разрешение по энергии) будет сильно зависеть от энергии фотонов. На рис. 6 показано, как меняется фотонный поток при заданном энергетическом разрешении конечного пучка фотонов ($\Delta E/E = 3 \cdot 10^{-4}$), которое контролируется щелями для Si $\langle 111 \rangle$ от 3500 эВ до 20000 эВ и Si $\langle 311 \rangle$ от 15000 эВ до 35000 эВ.

Экспериментальный участок будет разбит на две части: секция рентгеновской спектроскопии поглощения (XAS, 27 м) и дифракционная (XRD 29 м).

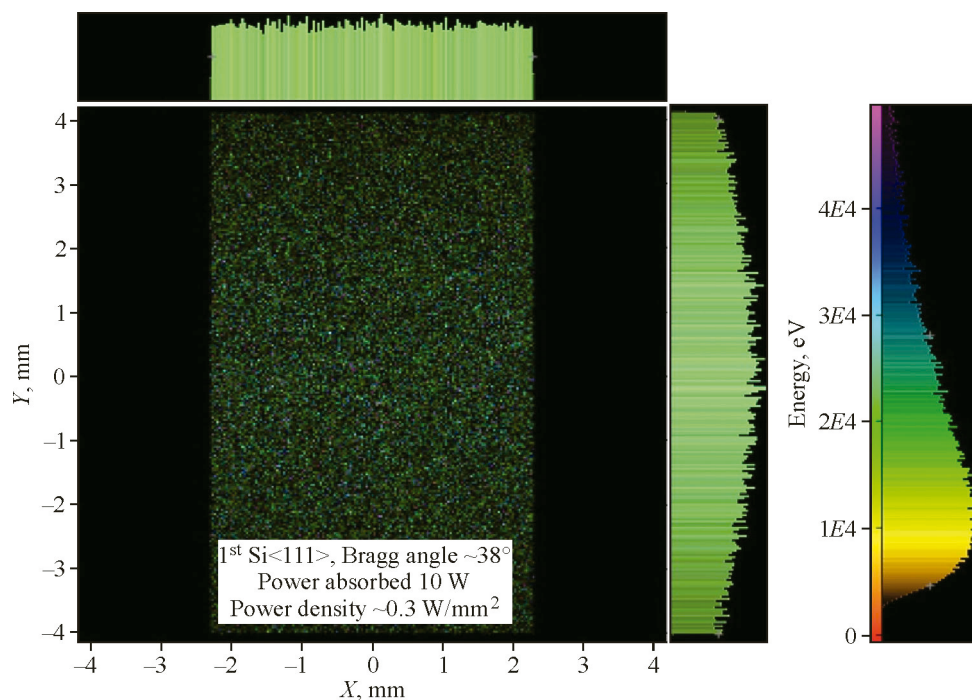


Рис. 5. Распределение мощности и энергетический спектр поглощенных фотонов для первого кристалла Si $\langle 111 \rangle$ (угол Брэгга кристалла соответствует энергии 3.5 кэВ)

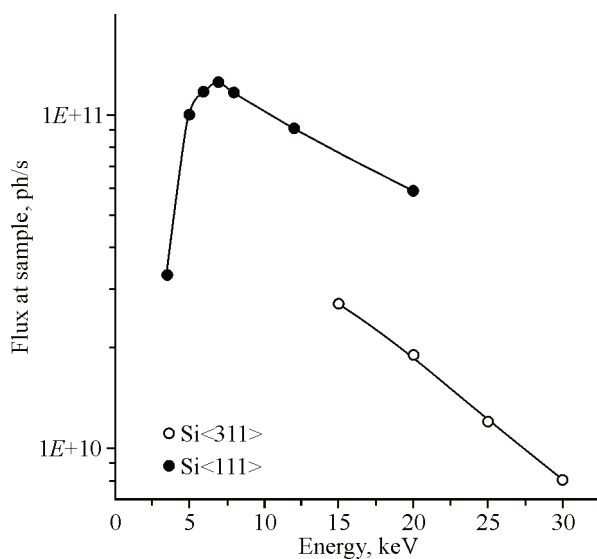


Рис. 6. Фотонный поток на образце (29 м) при заданной спектральной ширине $\Delta E/E = 3 \cdot 10^{-4}$. Линии нарисованы для наглядности

Первая будет оснащена тремя ионизационными камерами для работы в режиме пропускания и германиевым полупроводниковым дрейфовым детектором для измерения по выходу флуоресценции. С учетом спектра излучения на станции будет возможно измерять края элементов от Z 19 (K-край калия) до Z 55 (K-край цезия) и от Z 46 (L-край палладия) до Z 92 (L-край урана).

Дифракционную станцию планируется оснастить монокристалльным дифрактометром с двухкоординатным полупроводниковым детектором гибридного счета фотонов. Дифрактометр будет

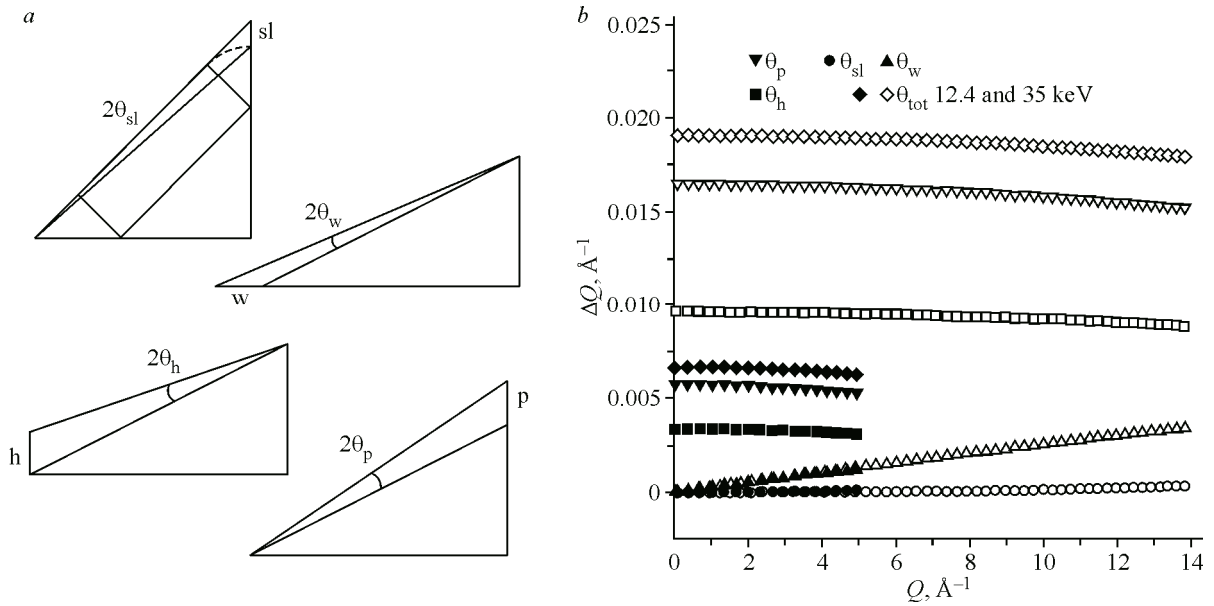


Рис. 7. Оценка различных вкладов в уширение рефлексов, исходя из простых геометрических соображений, для плоского двухкоординатного детектора (а); отдельные вклады в уширение рефлексов и общая поправка во всем диапазоне векторов рассеяния для заданной геометрии (b)

также оснащен быстрым затвором (~ 1 мс) и видеомикроскопом для центрирования образцов малых размеров (~ 10 мкм). В схеме эксперимента с двухкоординатным детектором, исходя из простых геометрических соображений (рис. 7а), вклад в уширение рефлексов и точность определения их положения будут вносить следующие поправки: размер пикселя детектора – p , $2\theta_p$; поправка, связанная с не ортогональным расположением детектора по отношению к рассеянному излучению – sl , $2\theta_{sl}$; размер образца продольный – w , $2\theta_w$ и поперечный – h , $2\theta_h$; расходимость рассеянного излучения – δ . Соответственно, свертка всех этих вкладов в профиль Гаусса дает следующее выражение для общей поправки:

$$\Delta 2\theta_{tot} = (2\theta_p^2 + 2\theta_{sl}^2 + 2\theta_w^2 + 2\theta_h^2 + \delta^2)^{0.5}. \quad (1)$$

Дифрактометрическая система, которую планируется установить, позволяет менять расстояние образец–детектор от 25 мм до 375 мм. Это дает возможность проводить РРА эксперименты вплоть до 35\AA^{-1} (расстояние образец–детектор 25 мм, энергия 35 кэВ). Рис. 7b показывает оценку для инструментального вклада в уширение рефлексов по формуле (1) для расстояния образец–детектор 375 мм, размера образца 0.1 мм, размера пучка 0.1 мм, размера детектора 170 мм, размера пикселя детектора 0.172 мм, энергии излучения 12.4 кэВ и 35 кэВ (вкладом расходимости при заданных параметрах можно пренебречь). Максимально достижимое разрешение в данном режиме съемки при использовании слабо расходящегося пучка составит для расстояния 375 мм $\Delta d/d \approx 1.2 \cdot 10^{-4}$ (для энергии 12.4 кэВ). Также дифрактометр оборудован к-гонометром для проведения стандартного монокристаллического эксперимента со следующими характеристиками: поворот по оси ω от -90° до $+90^\circ$, поворот по оси ϕ от -360° до $+360^\circ$, поворот по оси χ от -72° до $+72^\circ$ и по θ от -100° до $+25^\circ$; при этом минимальный шаг позиционирования по осям составляет 0.0001° .

Для проведения исследований *in situ* возможно будет дополнительно установить поточные криостаты или нагреватели. Это также откроет возможность съемки белковых кристаллов и других органических макромолекулярных систем. Наличие жесткого спектра (более 20 кэВ) оставляет возможность проводить эксперименты в закрытых ячейках (температурных камерах, реакторах и пр.).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Анализ международного и российского опыта образовательных программ на базе источников синхротронного излучения выявляет многообразие форм реализации учебно-научных инициатив. Данные инициативы показали свою эффективность как в обучении студентов, так в привлечении новых пользователей и популяризации науки. В работе представлена концепция научно-образовательных программ НГУ–ЦКП «СКИФ»: (1) мероприятия, интегрированные в учебный процесс НГУ и включающие проведение практикумов и лабораторных работ студентами, выполнение дипломных работ студентов и аспирантов; (2) дополнительное образование: организация школ, курсов повышения квалификации, тематических конференций; (3) стажировки для выполнения научных или образовательных задач с использованием экспериментальных возможностей станции. Одной из основ сотрудничества НГУ и ЦКП «СКИФ» в области образования станет создание станции 1-7 ЦКП «СКИФ»–НГУ «Базовые методы синхротронной диагностики для образовательной, исследовательской и инновационной деятельности студентов». Планируется, что станция 1-7 ЦКП «СКИФ»–НГУ будет введена в эксплуатацию в 2025 г. сразу после ускорительного комплекса и экспериментальных станций первой очереди. Отличающие данную станцию характеристики – универсальность, гибкость при определении хода исследования, разнообразие и наглядность методов. Устройство станции и реализуемые на ней методики помогут в решении задач из разных областей науки и позволят приобрести практические навыки, необходимые при проведении экспериментов, применении программного обеспечения для обучающихся разных специальностей, выполнение курсовых и квалификационных работ на высоком уровне. Разрабатываемая станция отличается универсальностью и возможностью проведения исследований комплексом дифракционных и спектральных методов, включающих порошковую и монокристалльную рентгеновскую дифракцию, спектроскопию рентгеновского поглощения и рентгенофлуоресцентного анализа. Станция 1-7 должна стать базой, осуществляющей практическую подготовку научных и научно-технических кадров для проведения синхротронных исследований в различных областях науки: физике, биологии, химии, геологии, археологии, медицине.

Работа выполнена при финансовой поддержке программы стратегического академического лидерства «Приоритет-2030» в Новосибирском государственном университете, государственного задания Института катализа СО РАН (проект АААА-А21-121011390011-4).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. A. Lanzirotti. Focus on Synchrotron Education Initiatives. *Synchrotron Radiat. News*, **2013**, 26(1), 2–4. <https://doi.org/10.1080/08940886.2013.753768>
2. T.L. Walker, R.I.R. Blyth. Inquiry for Inspiration: The Students on the Beamlines Program at the Canadian Light Source. *Synchrotron Radiat. News*, **2013**, 26(1), 21–24. <https://doi.org/10.1080/08940886.2013.753778>
3. A. Lanzirotti, S. Bronson, L. Miller, K. Nasta. Using the NSLS for Introducing Synchrotrons into the Classroom (InSynC). *Synchrotron Radiat. News*, **2013**, 26(1), 30–34. <https://doi.org/10.1080/08940886.2013.753786>
4. N. Mills. Synchrotron education down under. *Synchrotron Radiat. News*, **2013**, 26(1), 16–20. <https://doi.org/10.1080/08940886.2013.753776>
5. F. Mosselmans. Synchrotron radiation school at diamond light source. *Synchrotron Radiat. News*, **2011**, 24(1), 16–18. <https://doi.org/10.1080/08940886.2011.550552>
6. I. Halasz, S.A.J. Kimber, P.J. Beldon, A.M. Belenguer, F. Adams, V. Honkimäki, R.C. Nightingale, R.E. Dinnebier, T. Friščić. In situ and real-time monitoring of mechanochemical milling reactions using synchrotron X-ray diffraction. *Nat. Protoc.*, **2013**, 8(9), 1718–1729. <https://doi.org/10.1038/nprot.2013.100>
7. T. Rathmann, H. Petersen, S. Reichle, W. Schmidt, A.P. Amrute, M. Etter, C. Weidenthaler. In situ synchrotron X-ray diffraction studies monitoring mechanochemical reactions of hard materials: Challenges and limitations. *Rev. Sci. Instrum.*, **2021**, 92(11), 114102. <https://doi.org/10.1063/5.0068627>
8. H. Petersen, S. Reichle, S. Leiting, P. Losch, W. Kersten, T. Rathmann, J. Tseng, M. Etter, W. Schmidt, C. Weidenthaler. In situ synchrotron X-ray diffraction studies of the mechanochemical synthesis of ZnS from its elements. *Chem. – Eur. J.*, **2021**, 27(49), 12558–12565. <https://doi.org/10.1002/chem.202101260>

9. J. Munn, P. Barnes, D. Häusermann, S.A. Axon, J. Klinowski. In-situ studies of the hydrothermal synthesis of zeolites using synchrotron energy-dispersive X-ray diffraction. *Phase Transitions*, **1992**, 39(1–4), 129–134. <https://doi.org/10.1080/01411599208203476>
10. J. Chen, J. Bai, H. Chen, J. Graetz. In situ hydrothermal synthesis of LiFePO₄ studied by synchrotron X-ray diffraction. *J. Phys. Chem. Lett.*, **2011**, 2(15), 1874–1878. <https://doi.org/10.1021/jz2008209>
11. M. Rehan, X. Lai, G.M. Kale. In-situ investigation of hydrothermal synthesis of TiO₂ nanoparticles using synchrotron radiation X-ray diffraction. In: Proc. 17th Int. Symp. Ind. Cryst., Maastricht, Netherlands, Sept. 14–17, 2008 / Eds. P.J. Jansens, J. Ulrich. Maastricht, Netherlands: EFCE, **2008**. <https://doi.org/10.13140/2.1.3512.3526>
12. Tekhnologicheskaya infrastruktura sibirskogo koltsevogo istochnika fotonov «SKIF» (Technological Infrastructure of Synchrotron Radiation Facility SKIF) / Ed. K.I. Shefer. Novosibirsk: Boreskov Institute of Catalysis, **2022**, Vol. 2: Uskoritel'nyi Kompleks (Accelerating Complex). (In Russ.)
13. T. Tanaka. Universal representation of undulator phase errors. *Phys. Rev. Accel. Beams*, **2018**, 21(11), 110704. <https://doi.org/10.1103/physrevaccelbeams.21.110704>
14. K. Klementiev, R. Chernikov. Powerful scriptable ray tracing package XRT. In: Advances in Computational Methods for X-Ray Optics III: Proc. SPIE, Vol. 9209, San Diego, California, USA, Sept. 5, 2014 / Eds. M. Sanchez del Rio, O. Chubar. Washington, USA: SPIE, **2014**, 92090A. <https://doi.org/10.1117/12.2061400>