

УДК 535-34

DOI: 10.18799/24131830/2025/5/5122

Шифр специальности ВАК: 1.3.6

Обзорная статья

«Микрофокус» – первая станция в России для сочетания рентгеновских когерентных и некогерентных методов в геологии и геохимии

Я.В. Ракшун^{1,2,3✉}, Ю.В. Хомяков^{2,7}, Е.И. Глушков⁴, А.С. Гоголев⁵,
М.В. Горбачев⁶, А.В. Дарьин¹, Ф.А. Дарьин⁷, И.П. Долбня⁸, С.В. Ращенко^{1,9},
В.А. Чернов², Н.И. Чхало⁴, М.Р. Шарафутдинов⁷

¹ Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева Сибирского отделения Российской академии наук,
Россия, г. Новосибирск

² Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук,
Россия, г. Новосибирск

³ Сибирский государственный университет телекоммуникаций и информатики, Россия, г. Новосибирск

⁴ Институт физики микроструктур Российской академии наук, Россия, г. Нижний Новгород

⁵ Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Россия, г. Томск

⁶ Новосибирский государственный технический университет, Россия, г. Новосибирск

⁷ Центр коллективного пользования «Сибирский кольцевой источник фотонов»
Института катализа им. Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук,
Россия, Новосибирская область, р.п. Кольцово

⁸ Diamond Light Source, Великобритания, г. Дидкот

⁹ Новосибирский национальный исследовательский государственный университет, Россия, г. Новосибирск

✉ rakshun@mail.ru

Аннотация. Строительство источника синхротронного излучения ЦКП «СКИФ» с ультрамалым эмиттансом электронного пучка открывает широкие перспективы для использования ондуляторного излучения в геологических и геохимических исследованиях. Рост яркости излучения позволяет реализовать когерентные (фазочувствительные) высоко разрешающие методы микроскопии, в том числе птихографию и птихотографию. Становится возможным исследовать тонкую структуру микрообъектов (включений, минеральных зёрен и др.) с нанометровым пространственным разрешением, что позволит восстанавливать сложные геологические истории минералов, связанные с формированием различных пород. Двух- и трёхмерное рентгенофлуоресцентное микрокартирование, в том числе в конфокальной схеме, даёт комплементарную информацию о химическом составе минералов и включений, позволяет идентифицировать отдельные фазы. Комбинация конфокальной флуоресцентной микроскопии и микро-спектроскопии XANES позволит получать дополнительную информацию о локальной структуре и валентности элементов в точке исследования, решая задачу экспрессного восстановления минерального состава руд и осадков. Кроме того, становятся доступны методы *in situ* монокристалльной микродифракции в алмазных наковальнях, актуальные для изучения высокобарических фазовых переходов и реакций, в том числе глубинных процессов рудообразования. Описан обновленный проект ондуляторной станции 1-1 «Микрофокус» ЦКП «СКИФ», включающий реализуемый набор экспериментальных методов, согласованную рентгенооптическую схему, режимы работы, сценарии эксперимента и ожидаемые параметры пучков излучения на образце. Обоснованы оптические и тепломеханические решения, оценены достижимые пространственные разрешения. Показана реализуемость сочетания «когерентных» и «традиционных» методов в жестком рентгеновском диапазоне – «мультимодальность» станции при исследовании одного образца.

Ключевые слова: микродифракция, конфокальная флуоресцентная микроскопия, спектро-микроскопия, микро-XANES, птихография

Благодарности: Работа поддержана государственными заданиями Института геологии и минералогии им. В.С. Соболева СО РАН (122041400176-0 и 122041400214-9), грантом Российского научного фонда № 23-77-10047, государственным заданием ЦКП "СКИФ" Института катализа им. Г.К. Борескова СО РАН (FWUR-2024-0042), государственным заданием Института ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН (FWGM-2025-0036).

Для цитирования: «Микрофокус» – первая станция в России для сочетания рентгеновских когерентных и некогерентных методов в геологии и геохимии / Я.В. Ракшун, Ю.В. Хомяков, Е.И. Глушков, А.С. Гоголев, М.В. Горбачев, А.В. Дарьин, Ф.А. Дарьин, И.П. Долбня, С.В. Ращенко, В.А. Чернов, Н.И. Чхало, М.Р. Шарафутдинов // Известия Томского политехнического университета. Инжиниринг георесурсов. – 2025. – Т. 336. – № 5. – С. 229–251. DOI: 10.18799/24131830/2025/5/5122

UDC 535-34

DOI: 10.18799/24131830/2025/5/5122

Review article

"Microfocus" is the first Russian beamline for combining X-ray coherent and incoherent methods for application in geology and geochemistry

Ya.V. Rakshun^{1,2,3}✉, Yu.V. Khomyakov^{2,7}, E.I. Glushkov⁴, A.S. Gogolev⁵,
M.V. Gorbachev⁶, A.V. Darin¹, F.A. Darin⁷, I.P. Dolbnya⁸, S.V. Rashchenko^{1,9},
V.A. Chernov², N.I. Chkhalo⁴, M.R. Sharafutdinov⁷

¹ V.S. Sobolev Institute of Geology and Mineralogy SB RAS, Novosibirsk, Russian Federation

² Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS, Novosibirsk, Russian Federation

³ Siberian State University of Telecommunications and Information Science, Novosibirsk, Russian Federation

⁴ Institute for Physics of Microstructures RAS, Nizhny Novgorod, Russian Federation

⁵ National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russian Federation

⁶ Novosibirsk State Technical University, Novosibirsk, Russian Federation

⁷ SRF "SKIF", Novosibirsk region, Koltsovo, Russian Federation

⁸ Diamond Light Source, Didcot, United Kingdom

⁹ Novosibirsk State University, Novosibirsk, Russian Federation

✉ rakshun@mail.ru

Abstract. Synchrotron radiation facility «SKIF» with an ultra-low electron beam emittance opens up broad prospects for the use of undulator radiation in geological and geochemical studies. The increase in the radiation brightness allows one to implement coherent (phase-sensitive) high-resolution microscopy methods, including ptychography and ptychotomography. It becomes possible to study the fine structure of micro-objects (inclusions, mineral grains, etc.) with nanometer-scale spatial resolution, which allows for reconstruction of the complex geological histories of minerals associated with the formation of various rocks. Two- and three-dimensional traditional and confocal X-ray fluorescence micromapping provides complementary information on the chemical composition of minerals and inclusions, and allows one to identify the individual phases. The combination of confocal fluorescence microscopy and XANES microspectroscopy will provide additional information on the local structure and valence of elements at the study point, solving the problem of express restoration of the mineral composition of ores and sediments. In addition, *in situ* methods of single-crystal microdiffraction in diamond anvils are becoming available, which are relevant for studying high-pressure phase transitions and reactions, including deep ore formation processes. The paper describes an updated project of the 1-1 "Microfocus" undulator-based beamline of SRF «SKIF», including a set of implemented experimental methods, a coordinated X-ray optical layout, operational modes, experimental scenarios and expected parameters of radiation beams at the sample. The authors substantiated optical and thermal-mechanical solutions, estimated achievable spatial resolutions. The paper demonstrates feasibility of combining "coherent" and "traditional" methods in the hard X-ray range, i. e. "multimodality" of the beamline.

Keywords: microdiffraction, confocal fluorescence microscopy, spectro-microscopy, micro-XANES, ptychography

Acknowledgements: This work was partially supported by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation within the governmental order for V.S. Sobolev Institute of Geology and Mineralogy SB RAS (122041400176-0 and 122041400214-9), SRF SKIF Boreskov Institute of Catalysis SB RAS (FWUR-2024-0042) and Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS (FWGM-2025-0036).

For citation: Rakshun Ya.V., Khomyakov Yu.V., Glushkov E.I., Gogolev A.S., Gorbachev M.V., Darin A.V., Darin F.A., Dolbnya I.P., Rashchenko S.V., Chernov V.A., Chkhalo N.I., Sharafutdinov M.R. "Microfocus" is the first Russian beamline for combining X-ray coherent and incoherent methods for application in geology and geochemistry. *Bulletin of the Tomsk Polytechnic University. Geo Assets Engineering*, 2025, vol. 336, no. 5, pp. 229–251. DOI: 10.18799/24131830/2025/5/5122

Введение

Достаточно высокая яркость источников синхротронного излучения (СИ) 3-го поколения дала исследователям возможность использовать когерентность рентгеновского пучка для высокоразрешающей микроскопии. Среди развитых на таких

источниках фазо-контрастных методов получения изображений особенно востребованной стала птихография [1], позволяющая получать изображения объектов с нанометровым разрешением [2], а также восстанавливать каустику субмикронных пучков [3, 4]. С появлением и вводом в строй значительно

более ярких источников СИ 4-го поколения, таких как MAX-IV (Швеция), SIRIUS (Бразилия), ESRF-EBS (Франция) и APS-U (США), эксплуатирующие когерентность рентгеновские методы становятся все более актуальными и продуктивными. При этом возможность использования когерентных методов совместно с традиционными открывает широкие перспективы для исследований в различных областях науки, в частности в геологии, геохимии и материаловедении.

Исследование структуры и состава микровключений в кристаллических зернах минералов составляет большой класс геологических задач. Особый интерес представляют магнитные минералы, содержащие информацию о геомагнитном поле в период формирования породы, что может использоваться для восстановления динамики литосферных плит. При этом чем старше исследуемый минерал, тем сложнее его геологическая история и тем выше требования к пространственному разрешению при его картировании. Птихография в жестком рентгеновском диапазоне позволяет неdestructивно восстановить распределение электронной плотности и разрешить субмикронные включения, а знание *a priori* о химическом составе образца (например, полученное с помощью рентгенофлуоресцентного анализа, англ. X-ray Fluorescence – XRF) позволяет идентифицировать отдельные фазы [5].

В птихографии исследуемый протяженный образец освещают пучком когерентного или частично-когерентного излучения с малыми по сравнению с образцом поперечными размерами. Такой пучок может быть сфокусирован как коллимирующей апертурой (пинхолом), так и фокусирующей оптикой. Образец перемещают в плоскости, расположенной под некоторым углом к пучку (обычно 90° или 45°), таким образом, чтобы освещаемые области при различных положениях образца перекрывались, при этом для каждого положения регистрируется дифракционная картина в дальнем поле, т. е. в режиме дифракции Фраунгофера. Перекрывание зон освещения при сканировании обеспечивает переопределенность информации на тех областях, где образец облучался многократно, что позволяет при решении обратной задачи дифракции реконструировать функцию пропускания образца при *a priori* неизвестной функции освещения [6]. Теоретически достижимое таким образом пространственное разрешение ограничивается не числовой апертурой фокусирующей оптики, а длиной волны излучения, что делает птихографию особенно актуальной в жестком рентгеновском диапазоне. На практике разрешение определяется эффективными размерами пиксела и динамическим диапазоном детектора, на данный момент достигнуто разрешение на уровне 4 нм [7]. Проникающая способность

рентгеновского излучения позволяет совместить птихографию и компьютерную томографию [8] для неdestructивной трехмерной высокоразрешающей визуализации объектов. Птихотомография используется, в том числе, для исследования тонкой зеренно-пористой структуры горных пород и бетонов [9, 10].

Концентрация и распределение химических элементов являются крайне важными характеристиками литосферы и используются в геологических задачах для уточнения глубинных процессов рудообразования, при анализе перспективности месторождений полезных ископаемых, в микростратиграфических исследованиях, направленных на реконструкцию условий и среды образования осадочных пород. Особую роль в таких исследованиях играет метод рентгенофлуоресцентной микроскопии (μ -XRF). Вариант этого метода в конфокальной геометрии (конфокальный μ -XRF) [11] позволяет восстанавливать двух- и трехмерные карты распределения химических элементов с высоким пространственным разрешением. Использование оптики, собирающей флуоресцентное излучение на детектор, локализует область анализа до величин порядка микрометра, значительно повышая отношение сигнал/шум, что, в свою очередь, позволяет получать максимально детализированную информацию об элементном составе объектов исследования. Комбинация конфокального метода μ -XRF и XANES-спектроскопии (от англ. X-ray Absorption Near Edge Structure) даёт дополнительную информацию о локальной структуре и валентности элементов в точке исследования, решая задачу экспрессного восстановления минерального состава руд и осадков. Кроме того, неразрушающие методы XRF не имеют аналогов при исследовании сверхмалых космических объектов (космической пыли), флюидных, расплавленных и других микровключений в минералы, а также при анализе археологических объектов.

μ -XRF микроскопия легко совмещается с традиционной сканирующей рентгеновской просвечивающей микроскопией (англ. Scanning Transmission X-ray Microscopy – STXM). Еще больше информации об образце позволяет получить комбинация μ -XRF с птихографией: в ходе птихографического сканирования флуоресцентный сигнал можно регистрировать параллельно с записью дифракционных картин. Такой мультимодальный подход дает возможность строить комплементарные карты плотности и распределения концентрации химических элементов [12].

Исследование поведения образцов различной природы *in situ* при воздействии высоких давлений представляет собой важное экспериментальное направление в таких областях знаний, как науки о

Земле и планетах, материаловедение, физика и химия твёрдого тела. Особенности наиболее распространённой в таких экспериментах техники алмазных наковален (малый объём образца и затруднённый физический доступ к нему) делают яркие пучки СИ практически безальтернативным «зондом» для получения разнообразной информации о структуре и свойствах вещества при высоких давлениях. Среди методов, особенно выигрывающих от очередного увеличения яркости СИ, следует остановиться на *монокристалльной* дифракции. Кардинальный пересмотр возможностей этого метода в высокобарическом эксперименте произошёл в конце 2010-х гг. благодаря работам [13, 14], в которых было показано, что при использовании микронной фокусировки пучка СИ, объектом исследования методом монокристалльной дифракции могут стать *индивидуальные кристаллические домены* поликристаллических образцов, сами по себе имеющие размер порядка микрометра. Именно в таком виде кристаллизуются продукты многих высокобарических фазовых переходов и реакций (например, при использовании лазерного нагрева образцов в алмазных наковальнях), кристаллические структуры которых не представлялось возможным идентифицировать ранее с использованием порошковой дифракции. Описанный подход, однако, предъявил к постановке эксперимента очень жёсткие требования, находящиеся на пределе возможностей источников СИ 3-го поколения: во-первых, микронную (а лучше субмикронную) фокусировку жёсткого рентгеновского излучения с энергией 30–40 кэВ, и, во-вторых, высокую прецизионность и воспроизводимость механических подвижек, которые должны не только вывести (суб)микронное зерно в фокус (суб)микронного же пучка СИ, но и удержать зерно в фокусе, одновременно непрерывно вращая его на угол порядка 70°. По причине столь жёстких требований нередко эксперименты с использованием описанной методики приходилось переносить со специализированных станций СИ на станции типа «нанофокус» (например, [14]).

Переход к машинам нового поколения приводит как к существенному увеличению доли когерентного потока фотонов, так и к росту тепловых нагрузок, что означает ужесточение требований на рентгенооптические элементы. В настоящей работе представлена концепция ондуляторной станции 1-1 «Микрофокус» строящегося источника СИ 4-го поколения ЦКП «СКИФ» [15] с описанием режимов работы оптики и сценариев экспериментов. Станция «Микрофокус» позволит реализовать методы конфокальной флуоресцентной микроскопии, спектро-микроскопии μ -XANES, монокристалльной микродифракции, просвечивающей сканирующей микроскопии и птихографии (в том числе в комби-

нации с μ -XRF) и, таким образом, станет первой в своем роде установкой в России, сочетающей некогерентные и когерентные методы в жестком рентгеновском диапазоне.

Оптическая схема и оптические режимы

Состав и размещение оборудования Станции «Микрофокус» ЦКП «СКИФ» показаны на рис 1. Устройством генерации излучения является короткопериодный сверхпроводящий ондулятор с энергией фундаментальной гармоники $E_{ph[1]}=2,06$ кэВ [16]. Во фронтенде станции фиксированными масками осуществляется первичная коллимация ондуляторного излучения (ОИ), регулируемые маски задаётся угловая апертура 75×75 мкрад², первичная фильтрация производится алмазным фильтром суммарной толщиной 800 мкм.

Монохроматизация ОИ осуществляется последовательно с помощью двухзеркального многослойного монохроматора (ДЗМ) и прорезного кристалла-монохроматора (ПМ), отклоняющих пучки излучения в горизонтальной и вертикальной плоскостях соответственно. ДЗМ, обеспечивающий первичную монохроматизацию с полосой пропускания $\Delta E/E \sim 10^{-2}$ [17] и снятие тепловых нагрузок с последующей оптики, располагается в оптическом хатче станции на расстоянии 55 м от центра ондулятора. При изменении рабочей энергии, т. е. при изменении угла наклона зеркал, второе зеркало ДЗМ перемещается вдоль оптической оси так, чтобы оффсет (поперечный сдвиг) пучка сохранялся постоянным. Наличие оффсета позволяет отделить от ОИ жёсткие гамма-кванты, возникающие из-за рассеяния электронов на остаточном газе в накопителе, и поглотить их в ловушке тормозного излучения. По этой причине, а также с целью термостабилизации ДЗМ должен постоянно находиться под пучком ОИ. На энергиях выше ~ 20 кэВ при малых скользящих углах существенным становится пропускание низких гармоник ОИ вследствие эффекта полного внешнего отражения (ПВО) зеркал ДЗМ (спектры ОИ и диаграммы Дюмонда ДЗМ в разделе «Источник и оптические элементы. Моделирование»). Для подавления этих паразитных гармоник используется 100, 200 и 300 мкм пластины SiC блока охлаждаемых фильтров. Дополнительная монохроматизация ОИ при необходимости осуществляется с помощью ПМ на основе кристалла Si(111) с $\Delta E/E \sim 10^{-4}$, находящегося на расстоянии 59 м от источника. Совместное использование ДЗМ и ПМ обеспечивает эффективное взаимное подавление паразитных кратных гармоник монохроматоров [18]. Для работы обоих устройств достаточно водяного охлаждения, что существенно упрощает всю конструкцию [19].

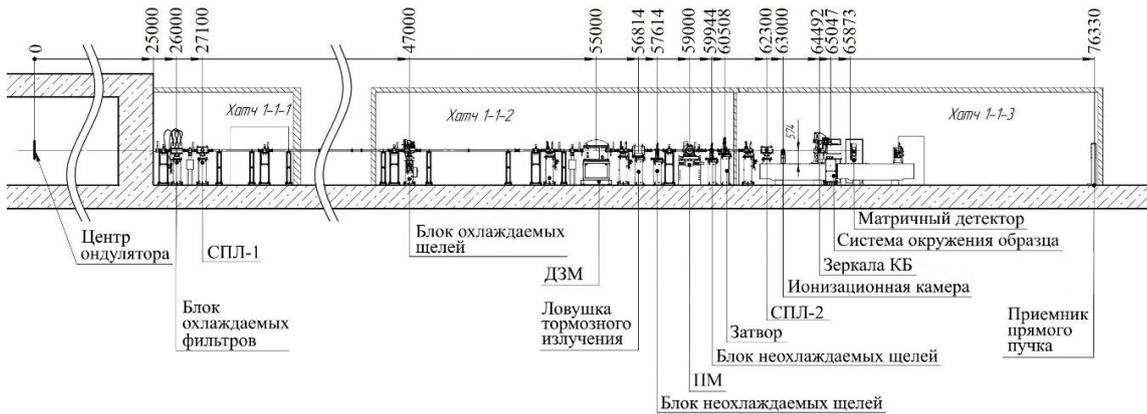


Рис. 1. Состав и размещение оборудования Станции 1-1 «Микрофокус» ЦКП «СКИФ» (указаны расстояния от центра ондулятора в мм; для ДЗМ, КБ и ПМ указаны положения центров первых зеркал и первой ламели кристалла соответственно)

Fig. 1. Equipment composition and arrangement at the 1-1 «Microfocus» beamline of SRF «SKIF» (distances from the center of the undulator in mm are indicated; for the DMM, KB and channel-cut monochromator, the positions of the centers of the first mirrors and the first lamella of the crystal are indicated, respectively)

Фокусировка ОИ выполняется парой зеркал Киркпатрика–Баеза (КБ), при этом центры вертикально и горизонтально фокусирующих зеркал располагаются на расстояниях 64,492 и 64,697 м, или двумя составными преломляющими линзами (СПЛ-1 на 27,1 м и СПЛ-2 на 62,3 м).

Ввод фокусирующих зеркал или линз [20], а также охлаждаемых и неохлаждаемых щелей позволяет реализовать три основных (рис. 2) и два дополнительных (раздел «Перспективы развития») режима работы оптики.

- *Режим микрозонда со вторичным источником* (рис. 2, а).

Режим предназначен для конфокального μ -XRF и STXM. Дополнительная информация о локальной структуре образцов может быть получена методом μ -XANES при введённом в пучок ПМ. Набором СПЛ-1 на диафрагме на 47 м (охлаждаемые щели) формируется вторичный источник, причем его размеры и форма могут быть настроены пользователем. Финальная фокусировка осуществляется набором скрещенных полимерных планарных линз (СПЛ-2). Размер пятна излучения на образце ~ 5 мкм. Применение диафрагмы в промежуточном фокусе пучка ОИ обеспечивает стабильность финального фокуса во времени. Кроме того, эта диафрагма ввиду хроматизма преломляющих линз подавляет паразитные высшие гармоники ОИ при работе на «розовом» пучке, т. е. без ПМ. Непосредственно перед образцом на 65 м располагается вторая диафрагма. Вблизи образца под прямым углом к пучку ОИ располагается энергодисперсионный детектор, регистрирующий флуоресцентный сигнал, ионизационные камеры до и после образца (устанавливаются при необходимости) используются для записи и нормировки интегральной интен-

сивности прошедшего пучка при текущем положении образца. В режиме микрозонда двумерные и трехмерные комплементарные карты распределения концентраций химических элементов и плотности образца могут строиться одновременно. В ходе каждого сканирования дополнительно можно получать поточечные XANES-спектры.

- *Режим микрозонда без вторичного источника* (рис. 2, б).

Данный режим аналогичен предыдущему за исключением того, что набор СПЛ-1 выведен из пучка, охлаждаемые щели на 47 м разведены, а для фокусировки используется только СПЛ-2. Благодаря более длинному плечу «источник–линза» размер пятна на образце уменьшается до ~ 1 мкм. Заметим, что этот режим лишен указанных выше преимуществ режима со вторичным источником, он также уступает ему в потоке фотонов на образце. С целью предотвращения преждевременной деградации СПЛ-2 под воздействием ионизирующего излучения в этом режиме предпочтительно использовать ПМ (в комбинации с ДЗМ).

- *Режим нанозонда* (рис. 2, в).

Режим предназначен для монокристалльной дифракции в алмазных наковальнях и для птихографии, в том числе в комбинации с μ -XRF. Фокусировка излучения на образце производится зеркалами КБ, размер фокусного пятна ~ 100 нм. В экспериментах по птихографии неохлаждаемые щели перед КБ выделяют площадь когерентности $\sim 100 \times 100$ мкм². Регистрация распределения интенсивности в режиме дифракции Фраунгофера осуществляется пиксельным детектором. Так же, как и в случае микрозонда, флуоресцентный сигнал регистрируется энергодисперсионным детектором, расположенным вблизи образца.

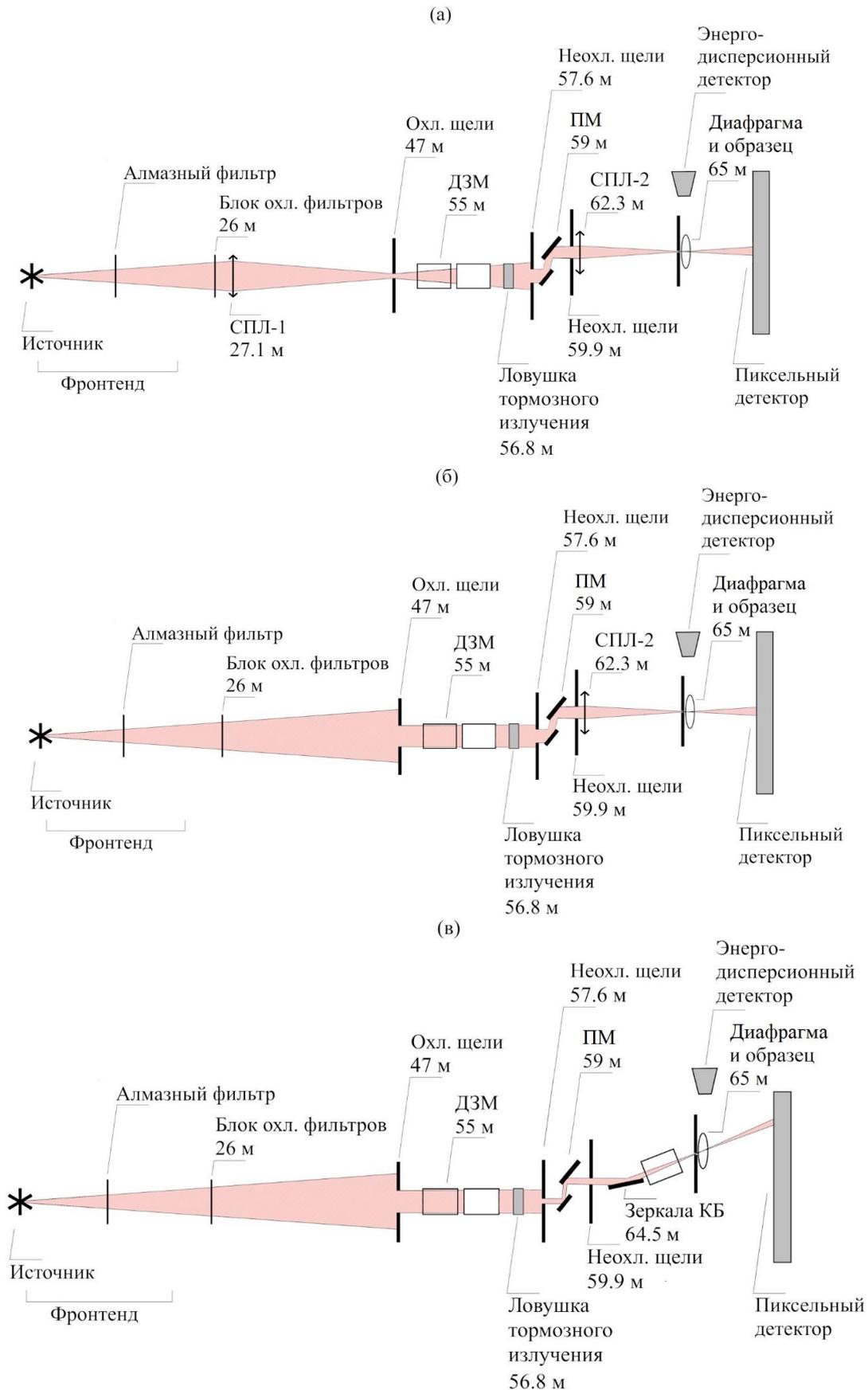


Рис. 2. Основные режимы работы оптики: а, б) микрозонд с размером фокусного пятна 5 мкм и 1 мкм соответственно; в) нанозонд

Fig. 2. Main modes of optics operation: а, б) microprobe with a focal spot size of 5 μm and 1 μm , respectively; в) nanoprobe

Сценарии экспериментов

Эксперимент с использованием метода **птихографии** предполагает следующие шаги:

- *Измерение функции освещения.* Восстановление амплитуды и фазы освещающей волны (нанозонда) осуществляется однократно путем птихографического измерения заранее известного калибровочного образца, например, «звезды Сименса».
- *Микрокартирование неизвестного образца по сигналу поглощения.* По сетке с шагом $\sim 1\text{--}10$ мкм в каждой точке измеряется интенсивность прошедшей сквозь образец волны путем интегрирования сигнала матричного детектора.
- *Выявление «областей интереса» (определение границ исследуемого образца).*
- *Птихографическое сканирование.* По тонкой сетке для всех перекрывающихся положений нанозонда в пределах выделенной на предыдущем шаге области регистрируются дифракционные картины в зоне дифракции Фраунгофера. Перекрытие двух соседних положений образца выбирается эмпирически и может достигать 50–60 % площади нанозонда.
- *Восстановление функции пропускания образца.* Для решения обратной задачи дифракции применяется итеративный алгоритм [21], при этом может использоваться априорная информация о функции освещения. В качестве первичной оценки амплитуды прошедшей через образец волны используется полученная ранее относительно грубая карта по сигналу поглощения. Доступны следующие варианты режимов сканирования:

- Классический пошаговый, “start–stop–measure”, скан, в том числе как на традиционной прямоугольной растровой сетке координат (x, y) , так и на радиальной (ρ (радиус-вектор), φ (азимутальный угол)) – так называемый спиральный скан, фактически означающий переход к полярной системе координат для функции пропускания образца.
- Непрерывный, “fly”, скан, когда образец без остановок движется с определённой скоростью вдоль как минимум одной координаты и детектор запускается в заранее заданные моменты времени и через определенные интервалы. Подобный подход позволяет существенно снизить полное время сканирования и тем самым значительно повышать общую эффективность всего процесса набора данных.

Типовой эксперимент с использованием методики **монокристалльной микродифракции** при высоком давлении предполагает следующие шаги:

- *Центрирование образца в ячейке с алмазными наковальнями на оси гониометра.* Операция

осуществляется с помощью серии сканирований на пропускание пучка при различных углах поворота гониометра.

- *Дифракционное микрокартирование образца.* По сетке с шагом ~ 1 мкм в каждой точке снимается дифракционное изображение.
- *Выявление «областей интереса», т. е. точек образца, дифракция в которых имеет характер монокристалльной и предположительно соответствует интересующей пользователя фазе.*
- *Монокристалльная съёмка в выделенных на предыдущем шаге точках.* Выбранная точка снова перемещается в фокус пучка и при непрерывном вращении гониометра в диапазоне $\pm 30\text{--}40^\circ$ детектором регистрируется серия из 120–180 дифракционных изображений.

Помимо описанной схемы методика монокристалльной дифракции может применяться и в классической схеме, т. е. для кристаллов размером в несколько десятков микрометров.

Исследования методом **конфокального μ -XRF** выполняется следующим образом:

- *Определение границ исследуемого образца (или области исследования в матрице).* Операция осуществляется с помощью оптического микроскопа, ось которого проходит сквозь конфокальный объём. При этом спектр флуоресценции регистрируется энергодисперсионным детектором.
- *Предварительное μ -XRF картирование образца.* По одно-, двух- или трёхкоординатной сетке с выбранным шагом ($\sim 1\text{--}10$ мкм) в каждой точке регистрируется спектр флуоресценции.
- *Выявление «областей интереса», т. е. точек или малых областей образца, содержащих искомые химические элементы.* Далее по одно-, двух- или трёхкоординатной сетке с выбранным шагом (~ 100 нм – 1 мкм) в каждой точке регистрируется спектр флуоресценции.

Регистрация интенсивности прошедшего через образец излучения позволяет комбинировать методы конфокального μ -XRF и STXM. Совместные исследования методами конфокального μ -XRF и μ -XANES выполняются согласно вышеописанному сценарию для конфокального μ -XRF, при этом в каждой точке, представляющей интерес для пользователя, регистрируется околосредняя структура спектра поглощения. Реализуемые на станции сценарии экспериментов позволяют также комбинировать конфокальный μ -XRF и птихографию.

Источник и оптические элементы.

Моделирование

Для оценок потока фотонов, размеров и спектральной ширины пучка ОИ, а также тепловых нагрузок на оптические элементы станции «Микро-

фокус» использованы следующие параметры накопительного кольца ЦКП «СКИФ»: энергия электронов 3 ГэВ, ток пучка 400 мА, натуральный эмиттанс 75 пм·рад, коэффициент связи 0,1, горизонтальная и вертикальная бета-функции в центре прямолинейного промежутка 15,6 и 2,4 м соответственно.

• *Ондулятор*

На станции «Микрофокус» для генерации жесткого рентгеновского излучения используется 128-периодный сверхпроводящий ондулятор с периодом $\lambda_u=15,6$ мм, максимальным магнитным полем на оси $B=1,25$ Тл и соответствующей энергией фундаментальной гармоники $E_{ph[1]}=2,06$ кэВ [16]. Устройство разработано в Институте ядерной физики им.

Г.И. Будкера СО РАН. Изображение источника и диаграммы направленности излучения приведены на рис. 3, а, б. Здесь и далее в расчетах рассматриваются крайние значения рабочего диапазона энергий фотонов: 10,3 кэВ (5-я гармоника, индекс $_{[5]}$) и 30,9 кэВ (15-я гармоника индекс $_{[15]}$). Размеры источника: $(\sigma_x \times \sigma_y)_{[5]} \approx (\sigma_x \times \sigma_y)_{[15]} = 32,9 \times 5,9$ мкм². Расходимость излучения на энергии резонанса: $(\sigma_x \times \sigma_y)_{[5]} = 9,4 \times 11$ мкрад², $(\sigma_x \times \sigma_y)_{[15]} = 5 \times 10$ мкрад². Масками во фронтенде задаётся угловая апертура 75×75 мкрад², спектр прошедшего через эту апертуру ОИ приведен на рис. 3, в. Полная мощность генерируемого излучения составляет 7,1 кВт, мощность ОИ после фронтенда с учетом стационарных алмазных фильтров – 0,15 кВт.

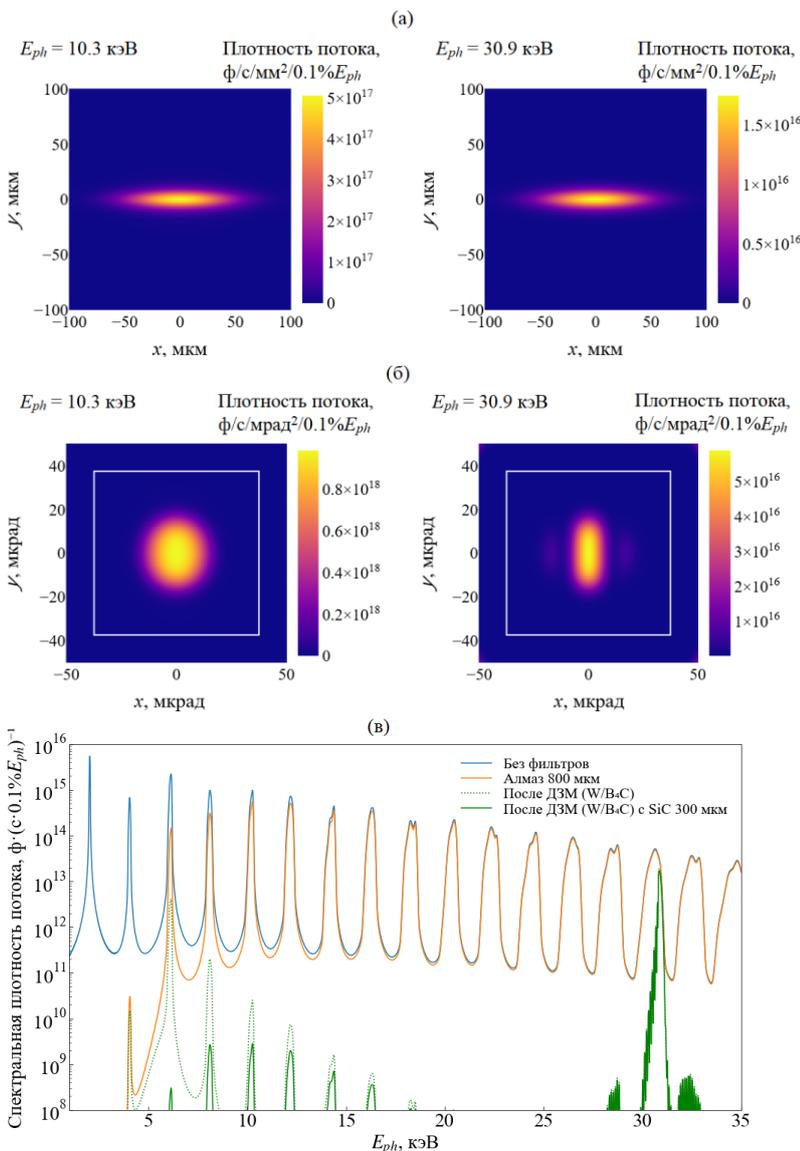


Рис. 3. Ондулятор станции «Микрофокус»: расчетные изображения источника (а) и диаграммы направленности (б) ОИ для 5-й и 15-й гармоник; спектры ОИ после фронтенда, фильтров и ДЗМ (в). Белым квадратом в (б) обозначена апертура фронтенда. Расчет выполнен с помощью Spectra [22] и XOPPY [23]

Fig. 3. Undulator of the 1-1 «Microfocus» beamline: calculated images of the source (a) and the directivity patterns (б) of the SR for the 5th and 15th harmonics; spectra of the SR after the frontend, filters and DMM (в). The white square in (б) indicates the frontend aperture. Calculated using Spectra [22] and XOPPY [23]

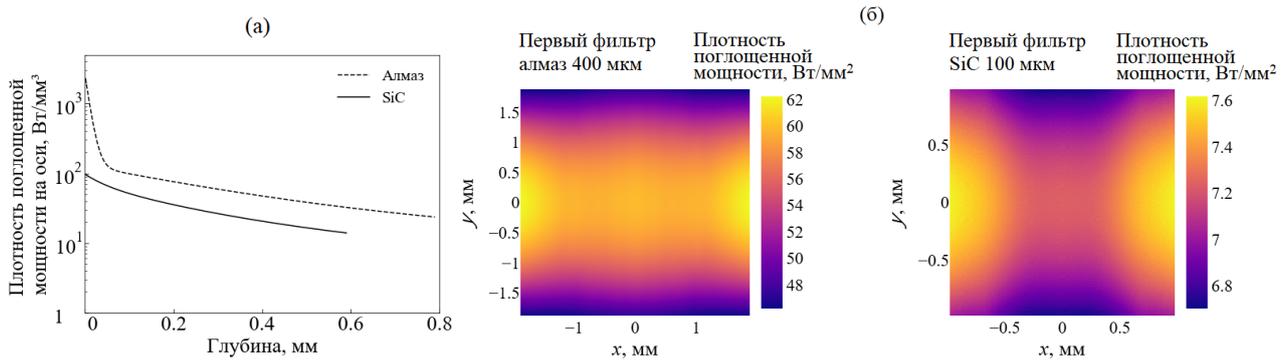


Рис. 4. Плотность мощности поглощаемого фильтрами излучения: а) объемная на оси ондулятора; б) проинтегрированная по толщине. Расчет выполнен с помощью Spectra

Fig. 4. Power density of radiation absorbed by filters: а) on-axis 3D density; б) integrated over the thickness 2D density. Calculated using Spectra

• **Фильтры**

Во фронтенде станции находятся два алмазных водоохлаждаемых вакуумных окна толщиной по 400 мкм, выполняющих роль первичных фильтров. Наиболее теплонагруженный первый алмазный фильтр располагается после фиксированной маски на расстоянии 18,6 м от центра ондулятора, соответствующий размер облучаемой области составляет $3,74 \times 3,74$ мм². Поглощаемая первым фильтром мощность – 782 Вт, пиковая плотность мощности – 2,3 кВт/мм³. При необходимости дополнительная фильтрация осуществляется вводом 100, 200 и 300 мкм пластин SiC блока охлаждаемых водой фильтров на 26 м, размер облучаемой области $1,95 \times 1,95$ мм². Одна введенная в пучок 100 мкм пластина SiC поглощает 28 Вт, все три пластины суммарной толщиной 600 мкм – 80 Вт. Зависимость объемной плотности мощности поглощаемого фильтрами излучения на оси ондулятора от глубины вещества приведена на рис. 4, а, двумерная (проинтегрированная по толщине 400 мкм для алмаза и 100 мкм для SiC) плотность мощности – на рис. 4, б, спектры ОИ с учетом фильтрации – на рис. 3, в.

Дальнейшие расчеты приводятся с учетом алмазного фильтра 800 мкм при выведенном из пучка фильтре SiC, если не указано иное.

• **СПЛ-1**

Первый набор преломляющих линз с изменяемым фокусным расстоянием, т. н. охлаждаемый трансфокатор, расположен в 27,1 м от центра ондулятора и предназначен для формирования вторичного источника на 47 м. Набор состоит из охлаждаемых параболических двояковыпуклых бериллиевых линз с радиусом кривизны при вершине R и геометрической апертурой A_{geom} : 61 линза с $R=0,5$ мм и $A_{geom}=1,4$ мм, 10 линз с $R=5$ мм и $A_{geom}=4,4$ мм. Минимальная толщина линз (перетяжка между вершинами параболических вращений) составляет 0,03

мм, максимальная толщина – 1 мм [24]. Пользователь может вводить и выводить из пучка ОИ каждую отдельную линзу, тем самым дискретно компенсируя изменение фокусного расстояния при перестройке рабочей энергии. Наличие «слабых» линз с $R=5$ мм необходимо для уменьшения шага фокусного расстояния при работе на энергиях до ~15 кэВ. Выбор бериллия в качестве материала линз обусловлен высоким отношением δ/β . Стоит отметить, что изготавливаемые по технологии порошковой металлургии бериллиевые линзы обладают зернено-пористой структурой, что приводит к малоугловому рентгеновскому рассеянию [25] и, при работе с частично-когерентным ОИ, – к паразитной интерференции [26]. Эти нежелательные эффекты, вызывающие ухудшение отношения сигнал/шум, минимизируются в схеме со вторичным источником.

Зависимость объемной плотности мощности поглощаемого излучения на оси ондулятора от глубины слоя бериллия приведена на рис. 5, а. Первой линзой ($R=0,5$ мм) трансфокатора поглощается 1,9 Вт, соответствующая карта двумерной плотности мощности приведена на рис. 5, б.

• **Монохроматоры**

Первичная монохроматизация ОИ осуществляется двухзеркальным многослойным монохроматором с фиксированным оффсетом. Устройство разработано в Институте физики микроструктур РАН (ИФМ РАН) [17]. Для работы ДЗМ в энергетическом диапазоне 10–31 кэВ используются три полосы многослойных покрытий: Mo/W₄C (до ~18 кэВ, $\Delta E/E \approx 1,6 \cdot 10^{-2}$), W/W₄C (после ~18 кэВ, $\Delta E/E \approx 10^{-2}$) и Cr/Be (после ~18 кэВ, $\Delta E/E \approx 0,4 \cdot 10^{-2}$) [28–30]. Диапазон рабочих углов скольжения зеркал ДЗМ $0,5-1^\circ$. Параметры многослойных структур приведены в табл. 1, соответствующие диаграммы Дюмонда ДЗМ – на рис. 6, а, пример спектра ОИ после ДЗМ – на рис. 3, в.

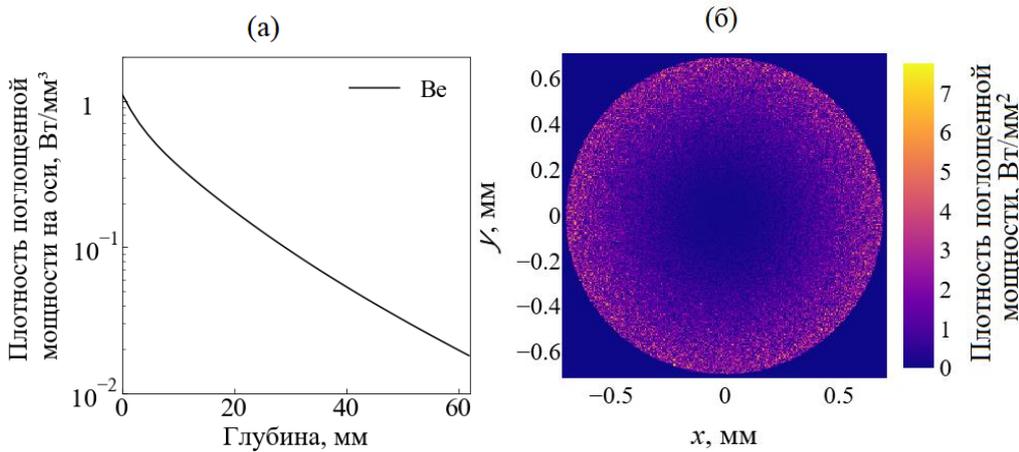


Рис. 5. Плотность мощности поглощаемого бериллием излучения: а) объемная на оси ондулятора; б) проинтегрированная по толщине первой линзы. Расчет выполнен с помощью Spectra и XRT [27]
Fig. 5. Power density of radiation absorbed by beryllium: а) on-axis 3D density; б) integrated over the thickness of the first lens 2D density. Calculated using Spectra and XRT [27]

Таблица 1. Параметры многослойных покрытий

Table 1. Multilayers parameters

Покрытие Coating	Число слоев Number of layers	Период, нм Period, nm	Отношение толщины «high-Z» подслоя к периоду «High-Z» sublayer thickness portion of layer	Среднеквадратичная шероховатость, нм RMS-roughness, nm
Mo/W ₄ C	150	3,615	0,4	$\sigma_{Mo}=0,2$ $\sigma_{W_4C}=0,3$
W/W ₄ C	300	2,1	0,38	$\sigma_W=0,25$ $\sigma_{W_4C}=0,49$
Cr/Be	300	2	0,5	$\sigma=0,43$

Подложки многослойных зеркал выполнены из монокристалла Si с проточками типа «smart-cut» [17, 19], служащими для уменьшения теплоиндуцированных деформаций. Применяется водяное охлаждение зеркал: через медные трубки, контактирующие с боковыми поверхностями подложки и составляющие несвязанные контуры охлаждения, пропускаются противонаправленные ламинарные потоки воды (рис. 6, б). Для первого зеркала в наиболее теплонагруженном случае (при $E_{ph[5]}=10,3$ кэВ) в режимах без вторичного источника (поглощаемая мощность $P_{tot}=110$ Вт, рис. 6, в) и с ним ($P_{tot}=0,8$ Вт, рис. 6, з) приведены карты тепловых нагрузок, стационарные распределения температур и поля деформаций. Соответствующие полные разбросы углов наклона рабочей поверхности деформированного зеркала вдоль пучка Δ_{\parallel} и поперек пучка Δ_{\perp} : в режимах без вторичного источника $\Delta_{\parallel} = 1$ мкрад, $\Delta_{\perp} = 11$ мкрад; в режимах со вторичным источником $\Delta_{\parallel} = 0,5$ мкрад, $\Delta_{\perp} = 0,8$ мкрад.

Для дополнительной монохроматизации в пучок ОИ вводится прорезной кристалл-монохроматор Si(111) с водяным охлаждением. Устройство разработано в Новосибирском государственном техническом университете (НГТУ). Диаграммы Дюмонда ПМ приведены на рис. 7, а (пример при $E_{ph[5]}=10,3$

кэВ и $E_{ph[15]}=30,9$ кэВ). В наиболее теплонагруженном случае (при $E_{ph[5]}=10,3$ кэВ) в режимах без вторичного источника (поглощаемая мощность $P_{tot}=7,21$ Вт, рис. 7, б) и с ним ($P_{tot}=0,98$ Вт, введен дополнительный фильтр SiC 200 мкм, рис. 7, в) приведены карты тепловых нагрузок и стационарные распределения температур первой ламели кристалла, а также поля деформаций всего кристалла. Соответствующие полные разбросы углов наклона рабочей поверхности первой ламели деформированного кристалла вдоль пучка Δ_{\parallel} и поперек пучка Δ_{\perp} : в режимах без вторичного источника $\Delta_{\parallel} = 6,2$ мкрад, $\Delta_{\perp} = 8,5$ мкрад; в режимах со вторичным источником $\Delta_{\parallel} = 4,2$ мкрад, $\Delta_{\perp} = 5,2$ мкрад.

Для ДЗМ и ПМ расчеты тепловых нагрузок выполнены с помощью XRT, расчеты распределений температур и деформаций – с помощью модулей Fluent и StaticStructural ANSYS [31] и Simulation SOLIDWORKS [32]. Расчеты свидетельствуют о возможности применения водяного охлаждения: установившиеся теплоиндуцированные угловые деформации ДЗМ вдоль пучка сопоставимы с угловым размером источника ($2,355 \times 32,9$ мкм/59 м $\approx 1,3$ мкрад), а угловые деформации ПМ лежат в пределах ширины Дарвина $\Delta\theta_D = 26,1$ мкрад (для Si(111) при $E_{ph}=10,3$ кэВ).

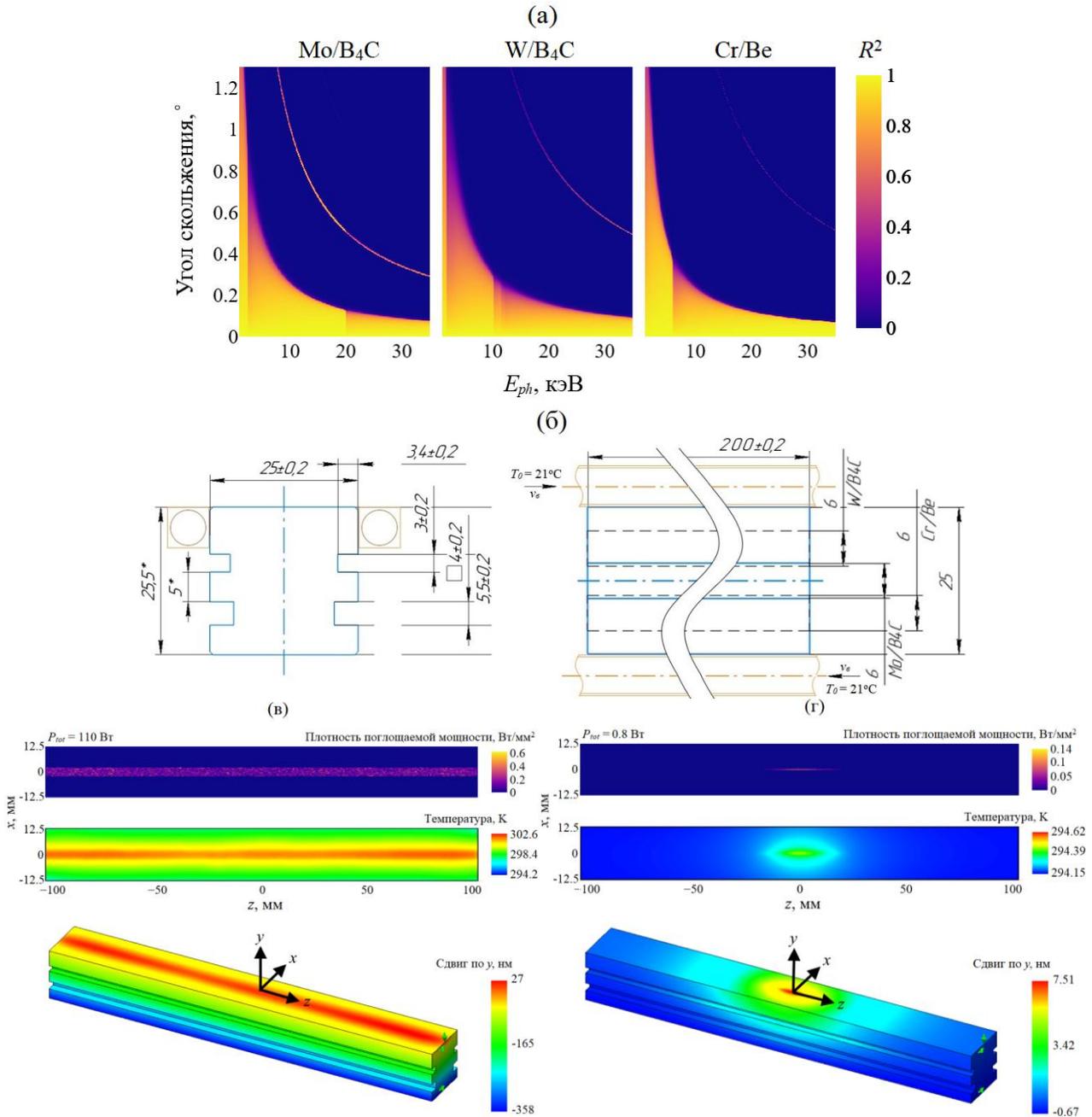


Рис. 6. Двухзеркальный многослойный монохроматор: а) диаграммы ДюМонда (R – коэффициент отражения); б) геометрия подложек и трубок охлаждения; в, г) плотность мощности поглощаемого ОИ, стационарное распределение температур и поле деформаций для первого зеркала в режимах без вторичного источника и с ним соответственно. Указаны локальные координаты

Fig. 6. Double-mirror multilayer monochromator (R – reflectivity); б) geometry of substrates and cooling tubes; в, г) power density of the absorbed SR, steady-state temperature distribution and deformation field for the first mirror in modes without and with a secondary source, respectively. Local coordinates are indicated

• Щели

На станции «Микрофокус» используются охлаждаемые щели на расстоянии 47 м (устройство разработано в Конструкторско-технологическом институте научного приборостроения СО РАН) для формирования вторичного источника, набор не охлаждаемых щелей после ДЗМ и ПМ (устройства разработаны в НГТУ). На расстоянии 65 м, непо-

средственно перед образцом, должен располагаться набор пинголов и охранные щели (составляющие диафрагму) для пространственной фильтрации пучка ОИ. Максимальные тепловые нагрузки на охлаждаемые и охранные щели приведены в табл. 2. Расчет выполнен в XRT в предположении, что пучок ОИ поглощается щелями полностью.

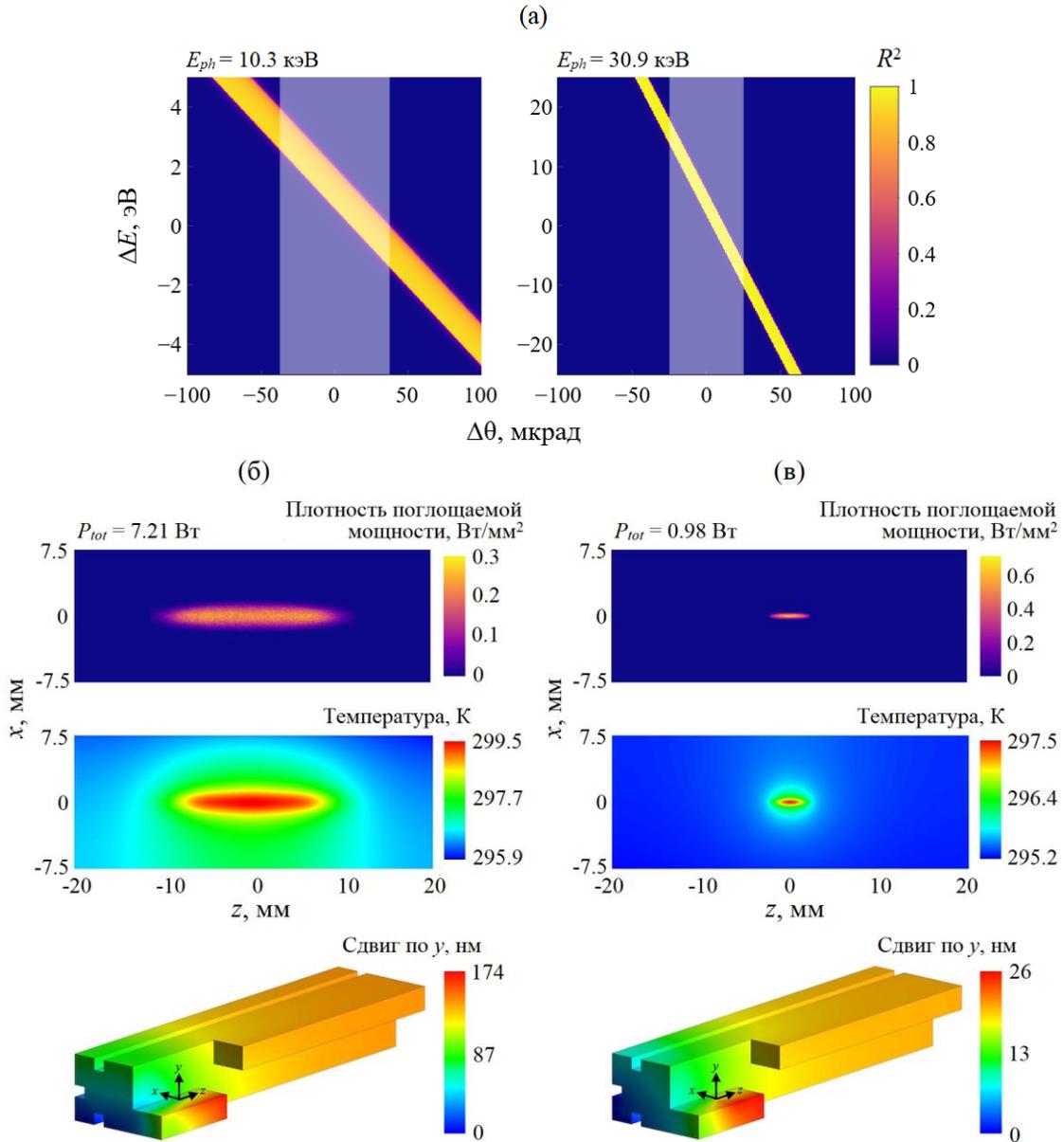


Рис. 7. Прорезной кристалл-монокроматор: а) диаграммы ДюМонда (R – коэффициент отражения кристаллов, серая вертикальная полоса – разброс углов пучка ОИ); б, в) плотность мощности поглощаемого ОИ, стационарное распределение температур и поле деформаций для режимов без вторичного источника и с ним соответственно. Указаны локальные координаты

Fig. 7. Channel-cut monochromator: а) DuMond diagrams (R – crystal reflectivity, gray vertical strip indicates SR beam angles spread); б, в) absorbed radiation power density, steady-state temperature distribution and deformation field for modes without and with a secondary source, respectively. Local coordinates are indicated

Таблица 2. Максимальные тепловые нагрузки на охлаждаемые и охранные щели

Table 2. Peak thermal loads on cooled and protective slits

Элемент/режим работы Element/operation mode	Микрозонд со вторичным источником Microprobe with a secondary source	Микрозонд без вторичного источника (введен ПМ) Microprobe without a secondary source (channel-cut is inserted)	Нанозонд Nanoprobe
Щели на 47 м Slits at 47 m	$P_{tot}=46,5$; $\rho_{max}=5,2$	-	-
Щели на 65 м Slits at 65 m	$P_{tot}=0,55$; $\rho_{max}=20$	$P_{tot}=0,0016$; $\rho_{max}=0,78$	$P_{tot}=0,22$; $\rho_{max}=4300$

P_{tot} – полная мощность, W /total power, W , ρ_{max} – пиковая плотность мощности поглощаемого излучения, $mW/\mu m^2$ /peak power density of absorbed radiation, $mW/\mu m^2$.

• *Оптика финального фокуса*

В режиме микронзонда для фокусировки ОИ на образец используются расположенные на 62,3 м наборы двояковогнутых скрещенных планарных полимерных линз (СПЛ-2). Форма поверхности линз – параболический цилиндр с радиусом при вершине $R=0,2$ мм и геометрической апертурой $A_{geom}=0,88$ мм. Минимальная толщина линз (перетяжка между вершинами парабол) составляет 0,03 мм, максимальная толщина – 1 мм. В режиме микронзонда со вторичным источником плечи фокусирующей системы составляют 15,3 м к 3,6 м, без вторичного источника – 62,3 м к 3,6 м. Наборы линз изготавливаются по LIGA-технологии из SU-8 [33] индивидуально для каждого режима работы оптики и используемой гармоники ОИ. Пользователь может переключаться между наборами с разным числом линз для компенсации изменения фокусного расстояния при перестройке рабочей энергии. Тонкая настройка положения фокуса осуществляется продольным перемещением СПЛ-2.

Описанные преломляющие полимерные линзы из SU-8 вследствие их рентgenoаморфности [34] лишены недостатков бериллиевых линз – они не вызывают паразитную интерференцию и интенсивное малоугловое рассеяние в рабочем диапазоне энергий. Тем не менее полимерные линзы подвержены деградации под воздействием ионизирующего излучения, а потому могут долговременно использоваться только в режимах с невысокой радиационной нагрузкой, то есть в режимах с ПМ и на «розовом» пучке со вторичным источником. На рис. 8 для режима микронзонда со вторичным источником при выведенном из пучка ПМ приведена карта двумерной плотности мощности ОИ, поглощаемого первым элементом составной линзы СПЛ-2. Всего первым элементом поглощается 0,31 Вт.

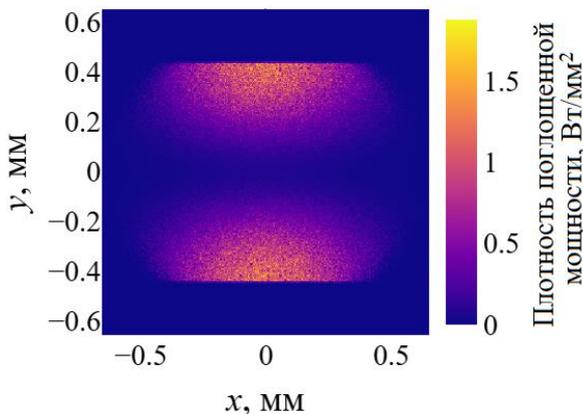


Рис. 8. Плотность мощности излучения, поглощаемого первым элементом составной линзы из SU-8. Расчет выполнен с помощью XRT

Fig. 8. Power density of radiation absorbed by the first element of a compound lens made of SU-8. Calculated using XRT

В режиме нанозонда для субмикронной фокусировки по двум координатам применяется пара изогнутых зеркал скользящего падения – система Киркпатрика–Баеза с зеркалами полного внешнего отражения. Поверхности зеркал – вогнутые эллиптические цилиндры с радиусами кривизны в центрах $R_{1,2}$, первое зеркало с $R_1 \approx 420$ м фокусирует излучение по вертикали с плечами 64,492 м к 0,555 м, второе зеркало с $R_2 \approx 266$ м – по горизонтали с плечами 64,697 м к 0,350 м. Длины зеркал – 200 мм, покрытие – Pt, скользящий угол падения пучка – $0,15^\circ$, среднеквадратичная шероховатость – 0,3 нм. На рис. 9 приведена зависимость коэффициента отражения зеркал R от энергии падающего излучения при фиксированном скользящем угле. Система зеркал КБ разработана в ИФМ РАН (ранее был изготовлен и протестирован прототип с более короткими зеркалами [35]).

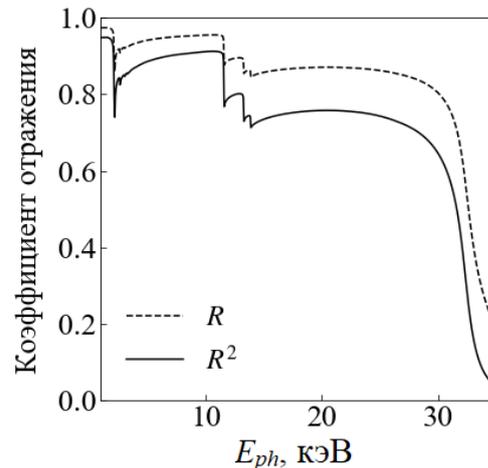


Рис. 9. Отражательная способность зеркал Киркпатрика–Баеза с Pt покрытием при скользящем угле $0,15^\circ$

Fig. 9. Reflectivity of Pt-coated Kirkpatrick-Baez mirrors at a grazing angle of $0,15^\circ$

• *Параметры излучения на образце*

Параметры излучения на образце, а именно: размеры $\sigma_x \times \sigma_y$, поток фотонов и относительная ширина спектральной полосы на полувысоте $\Delta E/E$, приведены на рис. 10 для всех режимов работы оптики при $E_{ph}=10,3$ кэВ (слева) и $E_{ph}=30,9$ кэВ (справа).

Предполагается, что для проведения исследований методом птихографии используется режим нанозонда при минимальной рабочей энергии фотонов, т. е. при $E_{ph}=10,3$ кэВ. При этом для выделения когерентной части пучка ОИ перед зеркалами КБ на расстоянии 59,9 м от источника щелями задается апертура $l_x^{coh} \times l_y^{coh} = 64 \times 355 \mu\text{м}^2$, где $l_{x,y}^{coh} = \frac{\lambda R}{2\sqrt{\pi}\sigma_{x,y}}$ – поперечная длина когерентности

гауссова источника с размерами $\sigma_{x,y}$ на расстоянии R для длины волны λ . Отметим, что эффективная апертура зеркал КБ равна поперечной длине когерентности падающего пучка, поэтому рассматриваемый случай находится на границе области применимости геометрической оптики. В действительности ожидается дифракционное уширение: распределение интенсивности в фокусе будет соответствовать дифракции на прямоугольной щели с размерами центрального пятна по расстоянию между первыми минимумами $\sim 1240 \times 350 \text{ нм}^2$.

Эксперименты по микродифракции проводятся в режиме нанозонда при энергии $E_{ph}=30,9 \text{ кэВ}$ с открытой апертурой на $59,9 \text{ м}$. В этом случае длина когерентности значительно меньше апертуры зеркал КБ 520 мкм , когерентная доля значительно меньше 100% , в связи с чем размер фокального пятна может быть оценен подходами геометрической оптики, а потому применима трассировка лучей.

Система окружения образца

Система окружения образца (СОО) представлена на рис. 11. Система включает в себя длинный оптический стол, состоящий из двух гранитных плит длиной $3,3 \text{ м}$ и шириной $0,9 \text{ м}$, на которых расположены:

- блок конфокального рентгеновского микроскопа, который служит для высокоточного позиционирования образца по трем линейным и трем угловым координатам в режимах микрозонда и нанозонда для экспериментальных исследований методом конфокального $\mu\text{-XRF}$ (в т. ч. в комбинации с $\mu\text{-XANES}$, STXM или птихографией);
- блок высокого давления, который служит для вращения образца вокруг вертикальной оси и позиционирования по трем линейным координатам, а также его нагрева и сжатия в режиме нанозонда для экспериментальных исследований методом микродифракции;
- системы детектирования.

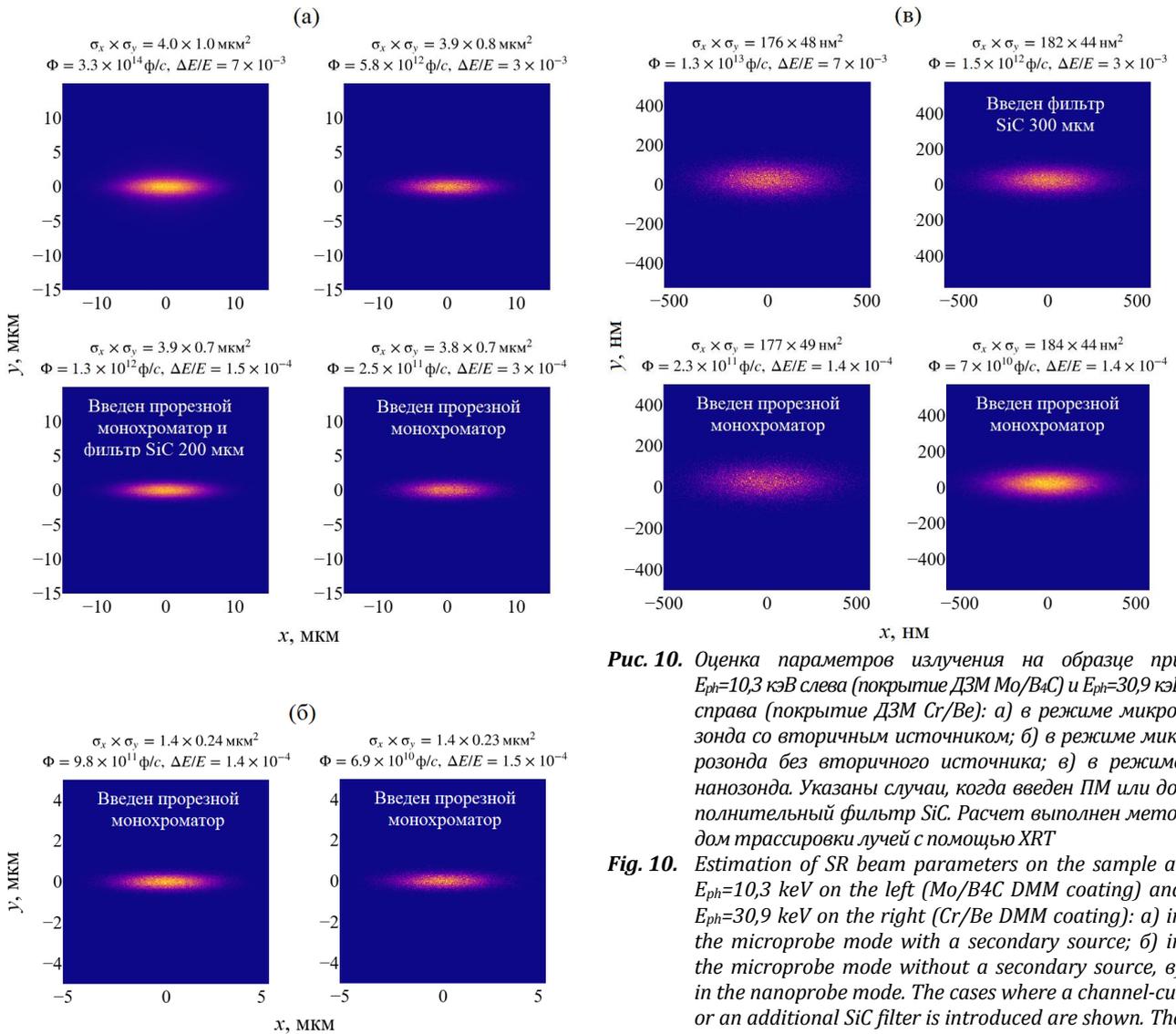


Рис. 10. Оценка параметров излучения на образце при $E_{ph}=10,3 \text{ кэВ}$ слева (покрытие ДЗМ Mo/B₄C) и $E_{ph}=30,9 \text{ кэВ}$ справа (покрытие ДЗМ Cr/Be): а) в режиме микрозонда со вторичным источником; б) в режиме микрозонда без вторичного источника; в) в режиме нанозонда. Указаны случаи, когда введен ПМ или дополнительный фильтр SiC. Расчет выполнен методом трассировки лучей с помощью XRT

Fig. 10. Estimation of SR beam parameters on the sample at $E_{ph}=10,3 \text{ keV}$ on the left (Mo/B₄C DMM coating) and $E_{ph}=30,9 \text{ keV}$ on the right (Cr/Be DMM coating): а) in the microprobe mode with a secondary source; б) in the microprobe mode without a secondary source, в) in the nanoprobe mode. The cases where a channel-cut or an additional SiC filter is introduced are shown. The calculation was performed by ray tracing using XRT

Кроме того, в составе СОО имеется высокоразрешающий оптический микроскоп для наблюдения за образцом и контроля его положения при исследовании конфокальным μ -XRF, μ -XANES, STXM. На оптический стол также устанавливается оптика финального фокуса (система зеркал КБ и линзы СПЛ-2). Блоки конфокального рентгеновского микроскопа и высокого давления являются сменными, т. е. в процессе эксперимента используется только один из них, а второй выводится из пучка.

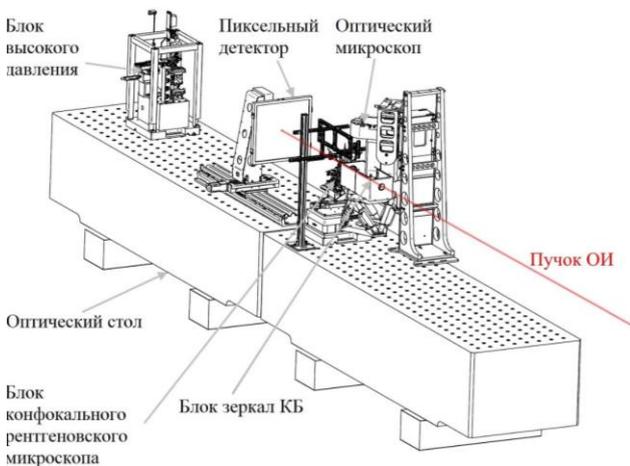


Рис. 11. Система окружения образца (СПЛ-2 на рисунке не указана)

Fig. 11. Sample environment (CRL-2 is not indicated)

Системы детектирования

- Система детектирования для монокристалльной дифракции при высоком давлении

Поскольку в монокристалльном дифракционном эксперименте при высоком давлении сбор данных происходит за одно «омега-сканирование» (т. е. вращение ячейки высокого давления с образцом вокруг вертикальной оси в заданном угловом диапазоне), угловая апертура детектора должна соответствовать условию $\sin\theta_{\min}/\lambda \geq 0,6$ (минимальное межплоскостное расстояние $0,83 \text{ \AA}$), необходимому для качественной расшифровки и уточнения кристаллических структур. Таким образом, детектор должен полностью охватывать конус дифракции не менее $\pm 28^\circ$.

Количество пикселей детектора при этом определяется необходимым разрешением в обратном пространстве. Если в качестве последнего брать значение $0,02 \text{ \AA}^{-1}$, соответствующее максимальной периодичности кристаллической решётки в 50 \AA и достаточное для работы с неорганическими соединениями и «малыми» органическими молекулами, угловой размер пикселя детектора не должен превышать $0,8 \text{ мрад}$, так что на дифракционных картинах центры соседних рефлексов будут разделены

как минимум десятью пикселями. Сопоставляя это значение с приведённым выше требованием к угловой апертуре детектора, можно получить минимальный размер его матрицы, составляющий порядка 1200×1200 пикселей.

Для работы со сравнительно простыми структурами может использоваться дифракционный детектор с динамическим диапазоном порядка 16 бит, например, плоскочастотный или CCD, однако для проведения передовых исследований, связанных с анализом диффузного рассеяния, сверхструктурных и спутанных рефлексов и т. п. понадобится низкофоновый фотон-счётный детектор типа HPAD, имеющий динамический диапазон порядка 20 бит и выше.

- Система детектирования для птихографии

В экспериментах по птихографии для выделения площади когерентности на расстоянии $59,9 \text{ м}$ от источника устанавливают щели с апертурой $64 \times 355 \text{ мкм}^2$, которые обеспечивают сходимость пучка в фокусе $0,194 \times 0,69 \text{ мрад}^2$ с прямоугольным угловым распределением.

Пусть образец имеет особенность с характерным размером δ_s , которой в дальнем поле соответствует угол дифракции λ/δ_s . Согласно теореме Котельникова для восстановления особенности δ_s детектор должен регистрировать дифракционную картину в диапазоне углов как минимум $\pm \frac{\lambda}{2\delta_s} = \frac{N\delta_d}{2R_d}$, где N и δ_d – число и размер пикселей детектора соответственно (по одной координате), R_d – расстояние между образцом и детектором. Иначе говоря, в когерентной дифракционной микроскопии существует связь между потенциально достижимым разрешением и параметрами детектора: $\delta_d = \frac{\lambda R_d}{N\delta_a}$.

Описанная ранее схема позволит реконструировать изображение исследуемого объекта до разрешения на уровне $4\text{--}5 \text{ нм}$ в случае использования детектора с матрицей $\sim 600 \times 600$ пикселей, регистрирующего рассеянное излучение в конусе $\pm 14 \text{ мрад}$ ($\pm 0,8^\circ$). Учитывая, что размер пикселя подходящих детекторов составляет не менее $50\text{--}75 \text{ мкм}$, такой детектор должен быть помещён на расстоянии $1\text{--}2 \text{ м}$ от образца. С учётом требований к динамическому диапазону и фону детектора для измерений требуется низкофоновый фотон-счётный детектор типа HPAD с динамическим диапазоном от 20 бит.

Стоит отметить, что необходимое число фотонов на пиксел детектора n быстро растёт по мере улучшения разрешения: $n \propto 1/\delta_s^2$ [36]. Работа на «розовом» пучке, т. е. с применением только ДЗМ без ПМ, даст существенный выигрыш в потоке фотонов, тем не менее измерения на предельном пространственном разрешении потребуют значительных временных затрат. В случае такого типового

объекта с высоким контрастом как медные контуры в кремниевом полупроводнике для получения трёхмерной реконструкции фрагмента размером $10 \times 10 \times 10$ мкм с разрешением 5 нм понадобится не менее суток суммарной экспозиции. Последнее также накладывает ограничения на допустимые дрейфы положения пучка и воспроизводимость точной механики на временных промежутках длительностью в часы и десятки часов.

- Система детектирования для конфокального μ -XRF

Флуоресцентное излучение от образца собирается поликапиллярной линзой, устанавливаемой на одноэлементный энергодисперсионный детектор, работающий в счетном режиме (частота счета $9 \times 10^5 \text{ c}^{-1}$, энергетическое разрешение на уровне 140 эВ при 5,9 кэВ). При этом ось линзы располагается в горизонтальной плоскости перпендикулярно падающему пучку возбуждающего излучения.

- Система детектирования для STXM и XANES

Для регистрации опорного сигнала используется ионизационная камера, располагаемая перед образцом (рис. 1, б). Интенсивность прошедшего излучения может регистрироваться второй ионизационной камерой, вводимой после образца, или пиксельным детектором, работающем в режиме интегрирования сигнала. Также для XANES-спектроскопии возможен вариант использования энергодисперсионного детектора для регистрации флуоресцентного сигнала от образца.

Перспективы развития

Кроме описанных режимов микро- и нано-зонда станция «Микрофокус» позволит также реализовать перспективные полнопольные когерентные техники получения изображений объекта: когерентный дифракционный имаджинг (англ. Coherent Diffraction Imaging – CDI) и фазо-контрастную микроскопию на основе спекл-интерферометрии (англ. Speckle-Based Phase Contrast X-ray Imaging – SB-PCXI).

Техника CDI в рентгеновском диапазоне [37] предшествовала птихографии и является для нее родственной. В CDI используется аналогичный ранее описанному подход к решению фазовой задачи, однако в отличие от птихографии ограничение здесь накладывается не на размер зонда, а на размер исследуемого объекта. В экспериментах по CDI изолированный тонкий (слабо меняющий фазу) образец освещают относительно широким когерентным пучком и регистрируют дифракционную картину в дальнем поле. Полученное распределение интенсивности содержит в себе информацию о больших векторах рассеяния, а восстанавливаемая из этого распределения карта образца потенциально может иметь разрешение, ограниченное длиной волны рентгеновского излучения. Иначе говоря,

CDI позволяет картировать образец с высоким разрешением без фокусирующей оптики с высокой числовой апертурой, что, как и в случае с птихографией, особенно актуально в жестком рентгеновском диапазоне. При этом для восстановления фазы также используется ранее упомянутый итеративный алгоритм, который в данном случае требует «избыточности» дискретизации дифракционной картины в Фурье-пространстве, а потому CDI подходит только для малых образцов – при фиксированном разрешении необходимый размер пиксела детектора обратно пропорционален размеру образца. Эксперименты по одночастичному когерентному имаджингу широко распространены в кристаллографии и являются рутинными для рентгеновских лазеров на свободных электронах [38], однако редко проводятся на источниках СИ 3-го поколения. Значительный рост когерентного потока фотонов при переходе на источники СИ 4-го поколения делает метод CDI более доступным и практичным, позволяя визуализировать процессы в динамике с высоким пространственным разрешением [39].

Рентгеновская фазо-контрастная спекл-микроскопия дает возможность визуализировать относительно большие слабо поглощающие образцы, практически не видимые в случае традиционного абсорбционного контраста. В SB-PCXI образец освещают широким полностью или частично когерентным пучком, причем перед образцом или после него вводят генератор спеклов – мембрану со случайными флуктуациями показателя преломления, например, лист абразивной бумаги [40], и записывают дифракционную картину в ближнем поле, т. е. в режиме дифракции Френеля. Референсное измерение проводят с выведенным из пучка образцом. Анализ вызванных образцом изменений дифракционной картины, а именно поперечных сдвигов, аттенюации и размытия спеклов, позволяет строить мультимодальные комплементарные карты по сигналам фазового контраста, абсорбционного контраста и малоуглового рассеяния соответственно [41]. Как и CDI, техника SB-PCXI не требует фокусирующей оптики с высокой числовой апертурой, разрешение определяется эффективными размерами пиксела детектора. Более того, SB-PCXI принципиально допускает искажения волнового фронта оптическими элементами. На современных источниках СИ SB-PCXI может использоваться для безлинзовой визуализации процессов в динамике, например деформации материалов, с выдержкой < 1 мс [42], а также для метрологии рентгеновских зеркал и линз на рабочей длине волны [43, 44], в т. ч. с целью изготовления фазовых корректоров.

CDI и SB-PCXI могут использоваться как в «безлинзовом» режиме, так и в режиме со вторичным источником рис. 12, а, б, соответственно [20].

В первом случае вся фокусирующая оптика выводится из пучка ОИ, а во втором – бериллиевые линзы (СПЛ-1) фокусируют пучок ОИ на диафрагме, расположенной на расстоянии 47 м от источника (охлаждаемые щели), образуя вторичный источник. Диафрагмой перед образцом выделяется площадь когерентности. В режиме со вторичным источником поперечная длина когерентности на образце может быть настроена путем регулировки диафрагмы на 47 м. Размер пятна излучения на образце ~100–1000 мкм, разрешение ~10 нм для CDI и ~1 мкм для SB-PCXI.

«Дорожная карта»

В рамках первой очереди создания экспериментальных станций ЦКП «СКИФ» на станции «Микрофокус» будет введен в эксплуатацию основной

канал, совпадающий с осью пучка СИ. Инженерная инфраструктура станции спроектирована и изготовлена с учетом ее развития и возможности ввода до трех дополнительных специализированных боковых каналов для рутинных дифракционных исследований на выделенных линиях, когда требуются исследования при больших выборках образцов и за ограниченное время.

Завершение изготовления оборудования станции запланировано на конец 2024 г. Начало монтажа ограничительных конструкций и инженерных систем ожидается в мае–июне 2025 г., завершение монтажа научного оборудования и запуск станции планируется на октябрь 2025 г. Рутинная эксплуатация станции, в том числе в интересах индустрии, ожидается в 2026 г.

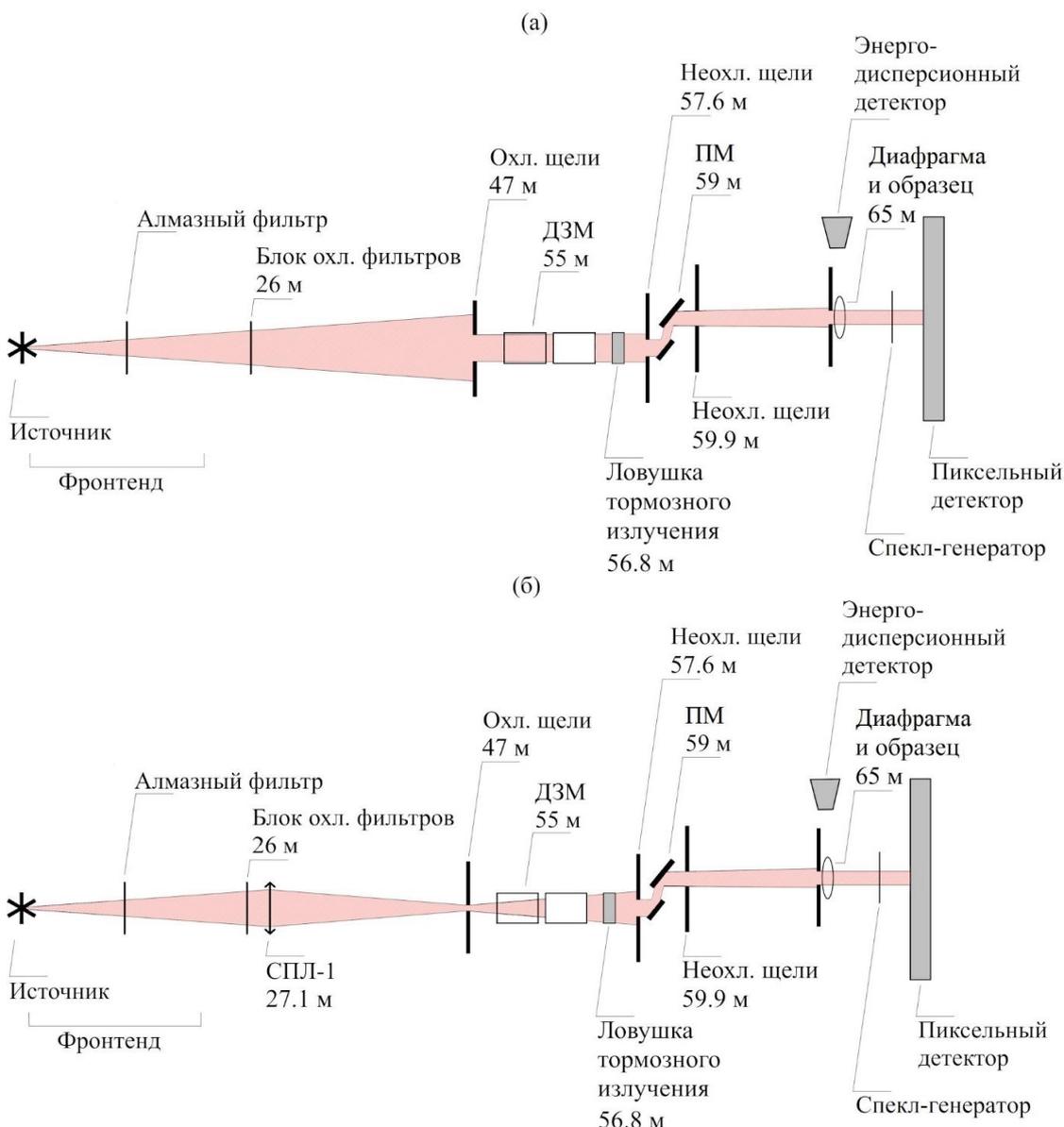


Рис. 12. Режимы работы оптики для полнопольной микроскопии: а) безлинзовый; б) со вторичным источником
Fig. 12. Modes of optics operation for full-field microscopy: a) lensless; б) with a secondary source

Заключение

Фокусирующая оптика экспериментальной станции 1-1 «Микрофокус» ЦКП «СКИФ» позволит варьировать размеры пучка ондуляторного излучения на образце в диапазоне от ~100 нм до ~10 мкм и достигать чрезвычайно высокой интенсивности. При этом также будут доступны режимы относительно широкого пучка ~100–1000 мкм (безлинзовый и со вторичным источником). Монохроматизация пучков будет осуществляется с помощью двухзеркального многослойного монохроматора и прорезного кристалла-монохроматора, обеспечивающих в диапазоне энергий 10–31 кэВ спектральную ширину излучения $\Delta E/E$ на уровне $\sim 10^{-3}$ – 10^{-2} и $\sim 10^{-4}$ соответственно.

Предложенные решения позволят реализовать целый ряд экспериментальных методов: конфокальный μ -XRF, μ -XANES, μ -XRD, STXM и пtyхографию, а также их сочетания. Конфигурация станции открывает новые возможности в исследовании структуры вещества при высоком и сверхвысоком давлении, что является крайне актуальным для отечественных и зарубежных научных групп, активно работающих в области высокобарической минералогии и материаловедения. В частности, высокая востребованность станции ожидается для исследо-

вания высокобарических полигидридов – новых высокотемпературных сверхпроводников, поведения соединений, слагающих недра Земли и планет, возможностей управления с помощью давления свойствами функциональных материалов. Исследование химического состава веществ с высоким пространственным разрешением (двух- и трёхмерное картирование) позволит детально исследовать малые и сверхмалые объекты (пылинки, в том числе космические, зёрна минералов микронных размеров, включения различных типов) и получать новую информацию в микростратиграфических исследованиях, направленных на реконструкцию условий и среды образования осадочных пород, уточнять процессы рудообразования. Комбинация μ -XRF с XANES-спектроскопией и/или пtyхографией даёт исследователям новый инструмент для максимально полного изучения структуры, химического и минерального состава, а также валентности объекта в каждой его точке.

В результате станция 1-1 «Микрофокус» станет первой в своем роде установкой в России, позволяющей использовать когерентность рентгеновского излучения в жестком спектральном диапазоне и комбинировать когерентные экспериментальные методы с традиционными.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. High-resolution scanning x-ray diffraction microscopy / P. Thibault, M. Dierolf, A. Menzel, O. Bunk, C. David, F Pfeiffer. // *Science*. – 2008. – Vol. 321. – № 5887. – P. 379–382. DOI: <https://doi.org/10.1126/science.1158573>
2. High-resolution non-destructive three-dimensional imaging of integrated circuits. / M. Holler, M. Guizar-Sicairos, E. Tsai, R. Dinapoli, E. Müller, O., Bunk J. Raabe, G. Aeppli // *Nature*. – 2017. – Vol. 543. – № 7645. – P. 402–406. DOI: <https://doi.org/10.1038/nature21698>
3. Ptychographic characterization of the wavefield in the focus of reflective hard X-ray optics / M. Kewish, P. Thibault, M. Dierolf, O. Bunk, A. Menzel, J. Vila-Comamala, K. Jefimovs, F. Pfeiffer // *Ultramicroscopy*. – 2010. – Vol. 110. – № 4. – P. 325–329. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2010.01.004>
4. Focusing hard x rays beyond the critical angle of total reflection by adiabatically focusing lenses / J. Patommel, S. Klare, R. Hoppe, S. Ritter, D. Samberg, F. Wittwer, A. Jahn, K. Richter, C. Wenzel, J.W Bartha., M. Scholz, F. Seiboth, U. Boesenberg, G. Falkenberg, C.G. Schroer // *Appl. Phys. Lett.* – 2017. – Vol. 110. – № 10. DOI: <https://doi.org/10.1063/1.4977882>
5. Nanoscale imaging of Fe-rich inclusions in single-crystal zircon using X-ray ptycho-tomography / V.S.C. Kuppili, M. Ball, D. Batey, K. Dodds, S. Cipiccia, K. Wanelik., R. Fu, C. Rau, R.J. Harrison // *Sci. Rep.* – 2024. – Vol. 14. – № 1. – Article number 5139. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41598-024-55846-4>
6. Fienup J.R. Reconstruction of an object from the modulus of its Fourier transform // *Opt. Lett.* – 1978. – Vol. 3. – № 1. – P. 27–29. DOI: <https://doi.org/10.1364/OL.3.000027>
7. High-performance 4-nm-resolution X-ray tomography using burst ptychography / T. Aidukas, N.W. Phillips, A. Diaz, E. Poghosyan, E. Müller, A.F.J. Levi, G. Aeppli, M. Guizar-Sicairos, M. Holler // *Nature*. – 2024. – Vol. 632. – № 8023. – P. 81–88. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41586-024-07615-6>
8. Ptychographic X-ray computed tomography at the nanoscale / M. Dierolf, A. Menzel, P. Thibault, P. Schneider, C.M. Kewish, R. Wepf, O. Bunk, F. Pfeiffer // *Nature*. – 2010. – Vol. 467. – № 7314. – P. 436–439. DOI: <https://doi.org/10.1038/nature09419>
9. Characterization of composition and structure of clay minerals in sandstone with ptychographic X-ray nanotomography / W. de Boever, A. Diaz, H. Derluyn, T. de Kock, J. van Stappen, J. Dewanckele, T. Bultreys, M. Boone, T. de Schryver, E.T.B. Skjønsvjell, M. Holler, D.W. Breiby, V. Cnudde // *Appl. Clay Sci.* – 2015. – Vol. 118. – P. 258–264. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.clay.2015.09.020>
10. Density mapping of hardened cement paste using ptychographic X-ray computed tomography / P. Trtik, A. Diaz, M. Guizar-Sicairos, A. Menzel, O. Bunk // *Cem. Concr. Compos.* – 2013. – Vol. 36. – P. 71–77. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2012.06.001>
11. Дарьин Ф.А. Развитие метода конфокальной рентгеновской микроскопии для исследования микровключений в различные геологические матрицы: дисс. ... канд. техн. наук. – Новосибирск, 2022. – 141 с.
12. X-ray ptychographic and fluorescence microscopy of frozen-hydrated cells using continuous scanning / J. Deng, D.J. Vine, S. Chen, Q. Jin, Y.S.G. Nashed, T. Peterka, S. Vogt, C. Jacobsen // *Sci. Rep.* – 2017. – Vol. 7. – № 1. – Article number 445. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41598-017-00569-y>

13. Dubrovinskaia N., Dubrovinsky L. Crystallography taken to the extreme // *Phys. Scr.* – 2018. – Vol. 93. – № 6. – 062501 p. DOI: <https://doi.org/10.1088/1402-4896/aabf25>
14. Synthesis of FeN₄ at 180 GPa and its crystal structure from a submicron-sized grain / M. Bykov, S. Khandarkhaeva, T. Fedotenko, P. Sedmak, N. Dubrovinskaya, L. Dubrovinsky // *Acta Crystallogr. E.* – 2018. – Vol. 74. – № 10. – P. 1392–1395. DOI: <https://doi.org/10.1107/S2056989018012161>
15. Lattice optimization of a fourth-generation synchrotron radiation light source in Novosibirsk / G. Baranov, A. Bogomyagkov, I. Morozov, S. Sinyatkin, E. Levichev // *Phys. Rev. Accel. Beams.* – 2021. – Vol. 24. – № 12. – 120704 p. DOI: <https://doi.org/10.1103/PhysRevAccelBeams.24.120704>
16. Superconducting wigglers and undulators for synchrotron radiation generation at the SKIF storage ring / V.A. Shkaruba, A.V. Bragin, A.A. Volkov, A.I. Erokhin, A.V. Zorin., F.P. Kazantsev, P.V. Kanonik, N.A. Mezentssev, A.N. Safronov, A.A. Sedov., O.A. Tarasenko, S.V. Khrushchev, V.M. Tsukanov // *Phys. Part. Nucl. Lett.* – 2023. – Vol. 20. – № 4. – P. 904–908. DOI: <https://doi.org/10.1134/S1547477123040623>
17. Optimization of the design and parameters of a double-mirror monochromator for the fourth-generation SKIF synchrotron light source / E.I. Glushkov, I.V. Malyshev, E.V. Petrakov, N.I. Chkhalo, Yu.V. Khomyakov, Ya.V. Rakshun, V.A. Chernov, I.P. Dolbnya // *J. Surf. Invest. X-ray.* – 2023. – Vol. 17. – № Suppl 1. – P. S233–S238. DOI: <https://doi.org/10.1134/S1027451023070133>
18. Double multilayer monochromator to tailor bending magnet radiation spectrum / T. Bigault, E. Ziegler, C. Morawe, R. Hustache, J.Y. Massonnat, G. Rostaing // *Proc. SPIE.* – 2003. – Vol. 5195. – 12 p. DOI: <https://doi.org/10.1117/12.515980>
19. A concept of “materials” diffraction and imaging beamline for SKIF: Siberian circular photon source / V.A. Chernov, I.A. Bataev, Ya.V. Rakshun, Yu.V. Khomyakov, M.V. Gorbachev, A.E. Trebushinin, N.I. Chkhalo, D.A. Krasnorutskiy, V.S. Naumkin, A.N. Sklyarov, N.A. Mezentssev, A.M. Korsunsky, I.P. Dolbnya // *Rev. Sci. Instrum.* – 2023. – Vol. 94. – № 1. DOI: <https://doi.org/10.1063/5.0103481>
20. Хомяков Ю.В., Ракшун Я.В., Чернов В.А. О корректном применении преломляющих линз для микроскопии с высоким пространственным разрешением на источниках синхротронного излучения четвертого поколения // *ЖТФ.* – 2024. – Т. 94. – № 7. DOI: <https://journals.ioffe.ru/articles/58351>
21. Pfeiffer F. X-ray ptychography // *Nat. Photonics.* – 2018. – Vol. 12. – № 1. – P. 9–17. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41566-017-0072-5>
22. Tanaka T. Major upgrade of the synchrotron radiation calculation code SPECTRA // *J. Synchrotron Radiat.* – 2021. – Vol. 28. – № 4. – P. 1267–1272. DOI: <https://doi.org/10.1107/S1600577521004100>
23. Del Rio M.S., Dejus R. XOP v2.4: recent developments of the x-ray optics software toolkit // *Proc. SPIE.* – 2011. – Vol. 8141. – P. 368–372. DOI: <https://doi.org/10.1117/12.893911>
24. RXOPTICS. URL: <https://www.rxoptics.de/> (дата обращения: 21.03.2025).
25. X-ray laminography and SAXS on beryllium grades and lenses and wavefront propagation through imperfect compound refractive lenses / T. Roth, L. Helfen, J. Hallmann, L. Samoylova, P. Kwaśniewski, B. Lengeler, A. Madsen // *Proc. SPIE.* – 2014. – Vol. 9207. – Article number 920702. DOI: <https://doi.org/10.1117/12.2061127>
26. Optics for coherent X-ray applications / M. Yabashi, K. Tono, H. Mimura, S. Matsuyama, K. Yamauchi, T. Tanaka, H. Tanaka, K. Tamasaku, H. Ohashi, S. Goto, T. Ishikawa // *J. Synchrotron Radiat.* – 2014. – Vol. 21. – № 5. – P. 976–985. DOI: <https://doi.org/10.1107/S1600577514016415>
27. Klementiev K., Chernikov R. Powerful scriptable ray tracing package xrt // *Proc. SPIE.* – 2014. – Vol. 9209. – P. 60–75. DOI: <https://doi.org/10.1117/12.2061400>
28. Investigation of structural and reflective characteristics of short-period Mo/B₄C multilayer X-ray mirrors / R. Shaposhnikov, V. Polkovnikov, S. Garakhin, Y. Vainer, N. Chkhalo, R. Smertin, K. Durov, E. Glushkov, S. Yakunin, M. Borisov // *J. Synchrotron Radiat.* – 2024. – Vol. 31. – № 2 – P. 268–275. DOI: <https://doi.org/10.1107/S1600577524000419>
29. Ultra-short period X-ray mirrors: production and investigation / M.S. Bibishkin, N.I. Chkhalo, A.A. Fraerman, A.E. Pestov, K.A. Prokhorov, N.N. Salashchenko, Yu.A. Vainer // *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A.* – 2005. – Vol. 543. – № 1. – P. 333–339. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.nima.2005.01.251>
30. Intrinsic roughness and interfaces of Cr/Be multilayers / R. Pleshkov, N. Chkhalo, V. Polkovnikov, M. Svechnikov, M Zorina // *J. Appl. Crystallogr.* – 2021. – Vol. 54. – № 6. – P. 1747–1756. DOI: <https://doi.org/10.1107/S160057672101027X>
31. Madenci E., Guven I. The finite element method and applications in engineering using ANSYS. – NY: Springer, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1007/978-1-4899-7550-8>
32. Akin J.E. Finite element analysis concepts: via SolidWorks. – New Jersey: World Scientific, 2010. – 348 p. DOI: <https://doi.org/10.1142/7785>
33. Planar sets of cross x-ray refractive lenses from SU-8 polymer. / V.P. Nazmov, E.F. Reznikova, A. Somogyi, J. Mohr, V. Saile // *Proc. SPIE.* – 2004. – Vol. 5539. – P. 235–243. DOI: <https://doi.org/10.1117/12.562615>
34. Scanning high-sensitive x-ray polarization microscopy. / B. Marx-Glowna, B. Grabiger, R. Löttsch, I. Uschmann, A.T. Schmitt, K.S. Schulze, A. Last, T. Roth, S. Antipov, H.-P. Schlenvoigt, I. Sergueev, O. Leupold, R. Röhlberger, G.G. Paulus // *New J. Phys.* – 2022. – Vol. 24. – № 5. – 053051 p. DOI: <https://doi.org/10.1088/1367-2630/ac6e80>
35. Stand for certification of X-ray optical elements and systems for synchrotron applications. / D.G. Reunov, A.D. Akhsakhalyan, E.I. Glushkov, I.G. Zabrodin, I.V. Malyshev, M.S. Mikhailenko, E.V. Petrakov, A.K. Chernyshev, N.I. Chkhalo // *J. Surf. Invest. X-ray.* – 2024. – Vol. 18. – № Suppl 1 – P. S38–S44.
36. Upscaling X-ray nanoimaging to macroscopic specimens. / M. Du, Z. Di, D. Gürsoy, R.P. Xian, Y. Kozorovitskiy, C. Jacobsen // *J. Appl. Crystallogr.* – 2021. – Vol. 54. – № 2. – P. 386–401. DOI: <https://doi.org/10.1107/S1600576721000194>
37. Extending the methodology of X-ray crystallography to allow imaging of micrometre-sized non-crystalline specimens. / J. Miao, P. Charalambous, J. Kirz, D. Sayre // *Nature.* – 1999. – Vol. 400. – № 6742. – P. 342–344. DOI: <https://doi.org/10.1038/22498>
38. Current status of single particle imaging with X-ray lasers. / Z. Sun, J. Fan, H. Li, H. Jiang // *Appl. Sci.* – 2018. – Vol. 8. – № 1. – Article number 132 – P. 1–28. DOI: <https://doi.org/10.3390/app8010132>

39. Thibault P., Guizar-Sicairos M., Menzel A. Coherent imaging at the diffraction limit. Erratum. // *J. Synchrotron Radiat.* – 2014. – Vol. 21. – № 5. – P. 1011–1018. DOI: <https://doi.org/10.1107/S1600577515001575>
40. Morgan K.S., Paganin D.M., Siu K.K.W. X-ray phase imaging with a paper analyzer. // *Appl. Phys. Lett.* – 2012. – Vol. 100. – № 12. DOI: <https://doi.org/10.1063/1.3694918>
41. Multimodal intrinsic speckle-tracking (MIST) to extract images of rapidly-varying diffuse X-ray dark-field. / S.J. Alloo, K.S. Morgan, D.M. Paganin, K.M. Pavlov // *Sci. Rep.* – 2023. – Vol. 13. – № 1. – Article number 5424. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41598-023-31574-z>
42. Exploring experimental parameter choice for rapid speckle-tracking phase-contrast X-ray imaging with a paper analyzer. / I.A. Aloisio, D.M. Paganin, C.A. Wright, K.S. Morgan // *J. Synchrotron Radiat.* – 2015. – Vol. 22. – № 5. – P. 1279–1288. DOI: <https://doi.org/10.1107/S1600577515011406>
43. Berujon S., Wang H., Sawhney K.J.S. At-wavelength metrology using the X-ray speckle tracking technique: case study of a X-ray compound refractive lens. // *J. Phys.: Conf. Ser.* – 2013. – Vol. 425. – № 5. – 052020 p. DOI: <https://doi.org/10.1088/1742-6596/425/5/052020>
44. At-wavelength metrology of hard X-ray mirror using near field speckle. / S. Berujon, H. Wang, S. Alcock, K. Sawhney // *Opt. Express.* – 2014. – Vol. 22. – № 6. – P. 6438–6446. DOI: <https://doi.org/10.1364/OE.22.006438>

Информация об авторах

Яков Валерьевич Ракшун, кандидат физико-математических наук, заведующий кафедрой систем автоматизированного проектирования, Сибирский государственный университет телекоммуникаций и информатики, Россия, 630102, г. Новосибирск, ул. Кирова, 86. <https://orcid.org/0000-0001-7444-4200>, rakshun@mail.ru

Юрий Вадимович Хомяков, инженер-исследователь сектора 8-21, Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук, Россия, 630090, г. Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, 11. <https://orcid.org/0000-0001-9501-7179>, yu.v.khomyakov@yandex.ru

Егор Ильич Глушков, младший научный сотрудник, лаборатория коротковолновой прецизионной оптики и перспективного приборостроения, Институт физики микроструктур Российской академии наук, Россия, 603950, г. Нижний Новгород, ГСП-105; eglushkov@ipmras.ru

Алексей Сергеевич Гоголев, кандидат физико-математических наук, проректор по науке и стратегическим проектам, Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Россия, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30. <https://orcid.org/0000-0002-7067-0478>, gogolev@tpu.ru

Максим Викторович Горбачев, кандидат технических наук, заведующий кафедрой технической теплофизики, Новосибирский государственный технический университет, Россия, 630073, г. Новосибирск, пр. К. Маркса, 20. <https://orcid.org/0000-0002-9747-3554>, m.gorbachev@corp.nstu.ru

Андрей Викторович Дарьин, кандидат геолого-минералогических наук, старший научный сотрудник, лаборатория литогеодинимики осадочных бассейнов (220), Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева Сибирского отделения Российской академии наук, Россия, 630090, г. Новосибирск, пр. Академика Коптюга, 3; avd@igm.nsc.ru

Федор Андреевич Дарьин, кандидат технических наук, старший научный сотрудник. Центр коллективного пользования "Сибирский кольцевой источник фотонов" Института катализа им. Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук, Россия, 630559, Новосибирская область, р.п. Кольцово, пр. Никольский, 1; f.a.darin@inp.nsk.su

Игорь Петрович Долбня, Ph.D, ответственный за линию луча Diamond Light Source, Великобритания, OX11 0DE, Оксфордшир, г. Дидкот, Харвеллский научный и инновационный кампус; igor.dolbnya@diamond.ac.uk

Сергей Владимирович Ращенко, кандидат геолого-минералогических наук, старший научный сотрудник, лаборатория метаморфизма и метасоматизма, Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева Сибирского отделения Российской академии наук, Россия, 630090, г. Новосибирск, пр. Академика Коптюга, 3; rashchenko@igm.nsc.ru

Владимир Александрович Чернов, ведущий инженер, Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук, Россия, 630090, г. Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, 11; v.a.chernov@mail.ru

Николай Иванович Чхало, доктор физико-математических наук, заведующий отделом многослойной рентгеновской оптики, Институт физики микроструктур Российской академии наук, Россия, 603950, г. Нижний Новгород, ГСП-105; chkhalo@ipm.sci-nnov.ru

Марат Рашидович Шарафутдинов, кандидат химических наук, старший научный сотрудник, Центр коллективного пользования "Сибирский кольцевой источник фотонов" Института катализа им. Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук, Россия, 630559, Новосибирская область, р.п. Кольцово, пр. Никольский, 1; marat@solid.nsc.ru

Поступила в редакцию: 10.04.2025

Поступила после рецензирования: 30.04.2025

Принята к публикации: 30.04.2025

REFERENCES

1. Thibault P., Dierolf M., Menzel A., Bunk O., David C., Pfeiffer F. High-resolution scanning x-ray diffraction microscopy. *Science*, 2008, vol. 321, no. 5887, pp. 379–382. DOI: <https://doi.org/10.1126/science.1158573>
2. Holler M., Guizar-Sicairos M., Tsai E., Dinapoli R., Müller E., Bunk O., Raabe J., Aeppli G. High-resolution non-destructive three-dimensional imaging of integrated circuits. *Nature*, 2017, vol. 543, pp. 402–406. DOI: <https://doi.org/10.1038/nature21698>
3. Kewish M., Thibault P., Dierolf M., Bunk O., Menzel A., Vila-Comamala J., Jefimovs K., Pfeiffer F. Ptychographic characterization of the wavefield in the focus of reflective hard X-ray optics. *Ultramicroscopy*, 2010, vol. 110, Iss. 4, pp. 325–329. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2010.01.004>
4. Patommel J., Klare S., Hoppe R., Ritter S., Samberg D., Wittwer F., Jahn A., Richter K., Wenzel C., Bartha J.W., Scholz M., Seiboth F., Boesenberg U., Falkenberg G., Schroer C.G. Focusing hard x rays beyond the critical angle of total reflection by adiabatically focusing lenses. *Appl. Phys. Lett.*, 2017, vol. 110, Iss. 10, article number 101103. DOI: <https://doi.org/10.1063/1.4977882>
5. Kuppili V.S.C., Ball M., Batey D., Dodds K., Cipiccia S., Wanelik K., Fu R., Rau C., Harrison R.J. Nanoscale imaging of Fe-rich inclusions in single-crystal zircon using X-ray ptycho-tomography. *Sci. Rep.*, 2024, vol. 14, Article number 5139. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41598-024-55846-4>
6. Fienup J.R. Reconstruction of an object from the modulus of its Fourier transform. *Opt. Lett.*, 1978, vol. 3, Iss. 1, pp. 27–29. DOI: <https://doi.org/10.1364/OL.3.000027>
7. Aidukas T., Phillips N.W., Diaz A., Poghosyan E., Müller E., Levi A.F.J., Aeppli G., Guizar-Sicairos M., Holler M. High-performance 4-nm-resolution X-ray tomography using burst ptychography. *Nature*, 2024, vol. 632, pp. 81–88. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41586-024-07615-6>
8. Dierolf M., Menzel A., Thibault P., Schneider P., Kewish C.M., Wepf R., Bunk O., Pfeiffer F. Ptychographic X-ray computed tomography at the nanoscale. *Nature*, 2010, vol. 467, pp. 436–439. DOI: <https://doi.org/10.1038/nature09419>
9. De Boever W., Diaz A., Derluyn H., De Kock T., Van Stappen J., Dewanckele J., Bultreys T., Boone M., De Schryver T., Skjønsvjell E.T.B., Holler M., Breiby D.W., Cnudde V. Characterization of composition and structure of clay minerals in sandstone with ptychographic X-ray nanotomography. *Appl. Clay Sci.*, 2015, vol. 118, pp. 258–264. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.clay.2015.09.020>
10. Trtik P., Diaz A., Guizar-Sicairos M., Menzel A., Bunk O. Density mapping of hardened cement paste using ptychographic X-ray computed tomography. *Cem. Concr. Compos.*, 2013, vol. 36, pp. 71–77. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2012.06.001>
11. Darin F.A. *Development of the confocal X-ray microscopy method for studying microinclusions in various geological matrices*. Cand. Diss. Novosibirsk, 2022. 141 p. (In Russ.)
12. Deng J., Vine D.J., Chen S., Jin Q., Nashed Y.S.G., Peterka T., Vogt S., Jacobsen C. X-ray ptychographic and fluorescence microscopy of frozen-hydrated cells using continuous scanning. *Sci. Rep.*, 2017, vol. 7, Article number 445. DOI: <https://doi.org/10.1038/101038-017-00569-y>
13. Dubrovinskaja N., Dubrovinsky L. Crystallography taken to the extreme. *Phys. Scr.*, 2018, vol. 93, no. 6, Article number 062501. DOI: <https://doi.org/10.1088/1402-4896/aabf25> EDN: MEEUJF
14. Bykov M., Khandarkhaeva S., Fedotenko T., Sedmak P., Dubrovinskaya N., Dubrovinsky L. Synthesis of FeN₄ at 180 GPa and its crystal structure from a submicron-sized grain. *Acta Crystallogr. E.*, 2018, vol. 74, P. 10, pp. 1392–1395. DOI: <https://doi.org/10.1107/S2056989018012161> EDN: FVMSOG
15. Baranov G., Bogomyagkov A., Morozov I., Sinyatkin S., Levichev E. Lattice optimization of a fourth-generation synchrotron radiation light source in Novosibirsk. *Phys. Rev. Accel. Beams.*, 2021, vol. 24, Article number 120704. DOI: <https://doi.org/10.1103/PhysRevAccelBeams.24.120704>
16. Shkaruba V.A., Bragin A.V., Volkov A.A., Erokhin A.I., Zorin A.V., Kazantsev F.P., Kanonik P.V., Mezentsev N.A., Safronov A.N., Sedov A.A., Tarasenko O.A., Khrushchev S.V., Tsukanov V.M. Superconducting wigglers and undulators for synchrotron radiation generation at the SKIF storage ring. *Phys. Part. Nucl. Lett.*, 2023, vol. 20, pp. 904–908. DOI: <https://doi.org/10.1134/S1547477123040623>
17. Glushkov E.I., Malyshev I.V., Petrakov E.V., Chkhalo N.I., Khomyakov Yu.V., Rakshun Ya.V., Chernov V.A., Dolbnya I.P. Optimization of the design and parameters of a double-mirror monochromator for the fourth-generation SKIF synchrotron light source. *J. Surf. Invest. X-ray*, 2023, vol. 17, Suppl 1, pp. S233–S238. DOI: <https://doi.org/10.1134/S1027451023070133>
18. Bigault T., Ziegler E., Morawe C., Hustache R., Massonnat J.Y., Rostaing G. Double multilayer monochromator to tailor bending magnet radiation spectrum. *Proc. SPIE*, 2003, vol. 5195. DOI: <https://doi.org/10.1117/12.515980>
19. Chernov V.A., Bataev I.A., Rakshun Ya.V., Khomyakov Yu.V., Gorbachev M.V., Trebushinin A.E., Chkhalo N.I., Krasnorutskiy D.A., Naumkin V.S., Sklyarov A.N., Mezentsev N.A., Korsunsky A.M., Dolbnya I.P. A concept of “materials” diffraction and imaging beamline for SKIF: Siberian circular photon source. *Rev. Sci. Instrum.*, 2023, vol. 94, Article number 013305. DOI: <https://doi.org/10.1063/5.0103481>
20. Khomyakov Yu.V., Rakshun Ya.V., Chernov V.A. On the correct use of refractive lenses for microscopy with high spatial resolution at fourth-generation synchrotron radiation facilities. *Technical Physics*, 2024, vol. 94, Iss. 7, pp. 1146–1157. (In Russ.) DOI: <https://doi.org/10.61011/JTF.2024.07.58351.134-24>
21. Pfeiffer F. X-ray ptychography. *Nature Photon*, 2018, vol. 12, pp. 9–17. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41566-017-0072-5>
22. Tanaka T. Major upgrade of the synchrotron radiation calculation code SPECTRA. *J. Synchrotron Radiat.*, 2021, vol. 28, pp. 1267–1272. DOI: <https://doi.org/10.1107/S1600577521004100>

23. Del Rio M.S., Dejus R. XOP v2.4: recent developments of the x-ray optics software toolkit. *Proc. SPIE*, 2011, vol. 8141, Article number 814115. DOI: <https://doi.org/10.1117/12.893911>
24. *RXOPTICS*. Available at: <https://www.rxoptics.de/> (accessed: 21 March 2025).
25. Roth T., Helfen L., Hallmann J., Samoylova L., Kwaśniewski P., Lengeler B., Madsen A. X-ray laminography and SAXS on beryllium grades and lenses and wavefront propagation through imperfect compound refractive lenses. *Proc. SPIE.*, 2014, vol. 9207, Article number 920702. DOI: <https://doi.org/10.1117/12.2061127>
26. Yabashi M., Tono K., Mimura H., Matsuyama S., Yamauchi K., Tanaka T., Tanaka H., Tamasaku K., Ohashi H., Goto S., Ishikawa T. Optics for coherent X-ray applications. *J. Synchrotron Radiat.*, 2014, vol. 21, P. 5, pp. 976–985. DOI: <https://doi.org/10.1107/S1600577514016415>
27. Klementiev K., Chernikov R. Powerful scriptable ray tracing package xrt. *Proc. SPIE*, 2014, vol. 9209, Article number 92090A. DOI: <https://doi.org/10.1117/12.2061400>
28. Shaposhnikov R., Polkovnikov V., Garakhin S., Vainer Y., Chkhalo N., Smertin R., Durov K., Glushkov E., Yakunin S., Borisov M. Investigation of structural and reflective characteristics of short-period Mo/B4C multilayer X-ray mirrors. *J. Synchrotron Radiat.*, 2024, vol. 31, P. 2, pp. 268–275. DOI: <https://doi.org/10.1107/S1600577524000419>
29. Bibishkin M.S., Chkhalo N.I., Fraerman A.A., Pestov A.E., Prokhorov K.A., Salashchenko N.N., Vainer Yu.A. Ultra-short period X-ray mirrors: production and investigation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 2005, vol. 543, Iss. 1, pp. 333–339. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.nima.2005.01.251>
30. Pleshkov R., Chkhalo N., Polkovnikov V., Svechnikov M., Zorina M. Intrinsic roughness and interfaces of Cr/Be multilayers. *J. Appl. Crystallogr.*, 2021, vol. 54, pp. 1747–1756. DOI: <https://doi.org/10.1107/S160057672101027X>
31. Madenci E., Guven I. *The finite element method and applications in engineering using ANSYS*. NY, Springer New York, 2015. 657 p. DOI: <https://doi.org/10.1007/978-1-4899-7550-8>
32. Akin J.E. *Finite element analysis concepts: via SolidWorks*. New Jersey, World Scientific, 2010. 348 p. DOI: <https://doi.org/10.1142/7785>
33. Nazmov V.P., Reznikova E.F., Somogyi A., Mohr J., Saile V. Planar sets of cross x-ray refractive lenses from SU-8 polymer. *Proc. SPIE*, 2004, vol. 5539, pp. 235–243. DOI: <https://doi.org/10.1117/12.562615>
34. Marx-Glowna B., Grabiger B., Löttsch R., Uschmann I., Schmitt A.T., Schulze K.S., Last A., Roth T., Antipov S., Schlenvoigt H.-P., Sergueev I., Leupold O., Röhlberger R., Paulus G.G. Scanning high-sensitive x-ray polarization microscopy. *New J. Phys.*, 2022, vol. 24, no. 5, Article number 053051. DOI: <https://doi.org/10.1088/1367-2630/ac6e80>
35. Reunov D.G., Akhsakhalyan A.D., Glushkov E.I., Zabrodin I.G., Malyshev I.V., Mikhailenko M.S., Petrakov E.V., Chernyshev A.K., Chkhalo N.I. Stand for certification of X-ray optical elements and systems for synchrotron applications. *J. Surf. Invest. X-ray*, 2024, vol. 18, Suppl 1, pp. S38–S44. DOI: <https://doi.org/10.1134/S1027451024701842>
36. Du M., Di Z., Gürsoy D., Xian R.P., Kozorovitskiy Y., Jacobsen C. Upscaling X-ray nanoimaging to macroscopic specimens. *J. Appl. Crystallogr.*, 2021, vol. 54, P. 2, pp. 386–401. DOI: <https://doi.org/10.1107/S1600576721000194>
37. Miao J., Charalambous P., Kirz J., Sayre D. Extending the methodology of X-ray crystallography to allow imaging of micrometre-sized non-crystalline specimens. *Nature*, 1999, vol. 400, pp. 342–344. DOI: <https://doi.org/10.1038/22498>
38. Sun Z., Fan J., Li H., Jiang H. Current status of single particle imaging with X-ray lasers. *Appl. Sci.*, 2018, vol. 8, no. 1, pp. 132. DOI: <https://doi.org/10.3390/app8010132>
39. Thibault P., Guizar-Sicairos M., Menzel A. Coherent imaging at the diffraction limit. Erratum. *J. Synchrotron Radiat.*, 2014, vol. 21, no. 5, pp. 1011–1018. DOI: <https://doi.org/10.1107/S1600577515001575>
40. Morgan K.S., Paganin D.M., Siu K.K.W. X-ray phase imaging with a paper analyzer. *Appl. Phys. Lett.*, 2012, vol. 100, Iss. 12, Article number 124102. DOI: <https://doi.org/10.1063/1.3694918>
41. Alloo S.J., Morgan K.S., Paganin D.M., Pavlov K.M. Multimodal intrinsic speckle-tracking (MIST) to extract images of rapidly-varying diffuse X-ray dark-field. *Sci. Rep.*, 2023, vol. 13, no. 1, Article number 5424. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41598-023-31574-z>
42. Aloisio I.A., Paganin D.M., Wright C.A., Morgan K.S. Exploring experimental parameter choice for rapid speckle-tracking phase-contrast X-ray imaging with a paper analyzer. *J. Synchrotron Radiat.*, 2015, vol. 22, pp. 1279–1288. DOI: <https://doi.org/10.1107/S1600577515011406>
43. Berujon S., Wang H., Sawhney K.J.S. At-wavelength metrology using the X-ray speckle tracking technique: case study of a X-ray compound refractive lens. *J. Phys.: Conf. Ser.*, 2013, vol. 425, article number 052020. DOI: <https://doi.org/10.1088/1742-6596/425/5/052020>
44. Berujon S., Wang H., Alcock S., Sawhney K. At-wavelength metrology of hard X-ray mirror using near field speckle. *Opt. Express.*, 2014, vol. 22, Iss. 6, pp. 6438–6446. DOI: <https://doi.org/10.1364/OE.22.006438>

Information about the authors

Yakov V. Rakshun, Cand. Sc., Head of the CAD Department, Siberian State University of Telecommunications and Information Science, 86, Kirov street, Novosibirsk, 630102, Russian Federation. <https://orcid.org/0000-0001-7444-4200>, rakshun@mail.ru

Yuri V. Khomyakov, Research Engineer, sector 8-21, Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS, 11, Academician Lavrentyev avenue, Novosibirsk, 630090, Russian Federation; <https://orcid.org/0000-0001-9501-7179>, yu.v.khomyakov@yandex.ru

Egor I. Glushkov, Junior Researcher, Institute for Physics of Microstructures RAS, GSP-105, Nizhny Novgorod, 603950, Russian Federation; eglushkov@ipmras.ru

Alexey S. Gogolev, Cand. Sc., Vice-Rector for Science and Strategic Projects, National Research Tomsk Polytechnic University, 30, Lenin avenue, Tomsk, 634050, Russian Federation. <https://orcid.org/0000-0002-7067-0478>, gogolev@tpu.ru

Maxim V. Gorbachev, Cand. Sc., Head of the of Technical Thermal Physics Department, Novosibirsk State Technical University, 20, K. Marks avenue, Novosibirsk, 630073, Russian Federation. <https://orcid.org/0000-0002-9747-3554>, m.gorbachev@corp.nstu.ru

Andrey V. Darin, Cand. Sc., Senior Researcher, V.S. Sobolev Institute of Geology and Mineralogy SB RAS, 3, Academician Koptyug avenue, Novosibirsk, 630090, Russian Federation; avd@igm.nsc.ru

Fedor A. Darin, Cand. Sc., Senior Researcher, Center for Collective Use “Siberian Ring Photon Source” of the Institute of Catalysis SB RAS, 1, Nikolsky avenue, Koltsovo, Novosibirsk region, 630559, Russian Federation; f.a.darin@inp.nsk.su

Igor P. Dolbnya, PhD, Diamond Light Source Beamline Responsible Person, Harwell Science and Innovation Campus, Didcot, Oxfordshire, OX11 0DE, United Kingdom; igor.dolbnya@diamond.ac.uk

Sergey V. Rashchenko, Cand. Sc., Senior Researcher, V.S. Sobolev Institute of Geology and Mineralogy SB RAS, 3, Academician Koptyug avenue, Novosibirsk, 630090, Russian Federation; rashchenko@igm.nsc.ru

Vladimir A. Chernov, Leading Engineer, Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS, 11, Academician Lavrentyev avenue, Novosibirsk, 630090, Russian Federation; v.a.chernov@mail.ru

Nikolay I. Chkhalo, Dc. Sc., Head of the Multilayer X-ray Optics Department, Institute for Physics of Microstructures RAS, GSP-105, Nizhny Novgorod, 603950, Russian Federation; chkhalo@ipm.sci-nnov.ru

Marat R. Sharafutdinov, Cand. Sc., Senior Researcher, Center for Collective Use “Siberian Ring Photon Source” of the Institute of Catalysis SB RAS, 1, Nikolsky avenue, Koltsovo, Novosibirsk region, 630559, Russian Federation; marat@solid.nsc.ru

Received: 10.04.2025

Revised: 30.04.2025

Accepted: 30.04.2025