

УДК 621.386.12

ПРОЕКТ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ СТАНЦИИ X-TECHNO ДЛЯ ИСТОЧНИКА СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ “СКИФ”

© 2023 г. В. П. Назьмов^{a, b, *}, Б. Г. Гольденберг^{a, c}

^aИнститут ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, Новосибирск, 630090 Россия

^bИнститут химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск, 630090 Россия

^cЦентр коллективного пользования “СКИФ” Института катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
Кольцово, 630559 Россия

*e-mail: V.P.Nazmov@inp.nsk.su

Поступила в редакцию 15.01.2023 г.

После доработки 09.02.2023 г.

Принята к публикации 09.02.2023 г.

Экспериментальные станции на источниках синхротронного излучения могут предъявлять разные и даже взаимоисключающие требования к используемому рентгеновскому пучку. В некоторых случаях требуются пучки с минимально возможным поперечным сечением для реализации зондовых методов исследования образцов в режиме картографирования. Для решения задач радиационной обработки материала или изготовления коммерческого продукта с использованием подходов рентгеновской литографии необходим рентгеновский пучок сравнительно большой площади, обеспечивающий равномерное поле экспонирования. На разрабатываемой для источника синхротронного излучения “СКИФ” экспериментальной станции, получившей наименование “X-Techno”, станет возможным формировать пучки синхротронного излучения размером в горизонтальной плоскости до 100 мм и различным спектральным составом. Такие пучки будут применяться поочередно в одной из трех исследовательских камер станции для исследования радиационных эффектов в материалах, а также формирования структур в области микро- и нано размеров. Конструкция станции позволит изучать физико-химические свойства материалов под действием рентгеновского излучения в спектральном диапазоне от 2 до 70 кэВ.

Ключевые слова: синхротронное излучение, экспериментальная станция, рентгеновский пучок, спектральные измерения, рентгеновская литография, зеркало скользящего падения, монохроматор, материаловедение, фильтр поглощения, детектор.

DOI: 10.31857/S1028096023110158, EDN: WEUQEK

ВВЕДЕНИЕ

К настоящему времени в сфере использования источников синхротронного излучения сложилось разделение функций между исследовательскими и технологическими экспериментальными станциями [1–4]. На первых решают задачу получения новых знаний о составе, структуре и функциональных характеристиках объекта исследования. При использовании вторых же преследуют цель модификации облучаемого объекта рентгеновским пучком по заданному алгоритму с учетом полученных ранее на исследовательских станциях знаний. В описываемой в настоящей статье станции впервые предложено совместить возможности проведения комплексного исследования с использованием аналитических рентгеновских методик и целенаправленного формирования поверхностных и объемных структур в диапазоне микро- и нано-размеров. Широкая апертура падающего рентгеновского пучка дает возможность

применять реализованные методики в режиме *operando*, то есть непосредственно в ходе формирования структуры или во время функционирования исследуемого устройства. Одновременное использование нескольких сигнальных каналов и, соответственно, детекторов, позволяет существенно увеличить объем информации, получаемой об анализируемом/модифицируемом объекте. В настоящей работе изложена предварительная концепция станции без ее детального описания. Поскольку станция X-Techno входит в предварительный набор станций ЦКП “СКИФ” второй очереди, работа над развитием проекта продолжается.

КОНЦЕПЦИЯ ПОСТРОЕНИЯ СТАНЦИИ X-TECHNO

Назначение станции X-Techno

Станция предназначена для проведения экспериментов в области материаловедения, радиа-

Таблица 1. Основные параметры рентгеновского излучения, используемого на станции X-Techno

Магнитное поле поворотного магнита, кГс	20
Критическая длина волны λ_c , Å	1.03
Критическая энергия E_c , кэВ	12
Ток в накопителе, мА	400
Суммарная толщина разделительных вакуумных бериллиевых окон, мкм	200
Расстояние от точки излучения до станции	55 м (до зеркала ~20 м, от зеркала до станции ~33 м)
Ширина пучка СИ на объекте в прямой линии	100 мм

ционной и фотохимии, направленных на исследование, модификацию свойств поверхности или объемной части объекта под действием интенсивного синхротронного излучения в диапазоне энергий фотонов от 2 до 70 кэВ с целью создания новых материалов и устройств, изучения и оптимизации технологий радиационной обработки, формирования на базе полученных знаний различных топологических форм с высоким пространственным разрешением, а также высоким или даже сверхвысоким аспектным отношением (отношением глубины к характерному размеру в латеральной плоскости). К задачам, решаемым с использованием оборудования станции, можно отнести: изучение условий радиационной модификации материалов; исследование физико-химических свойств материалов под действием рентгеновского излучения высокой мощности при варьированной температуре; исследование фототальванического эффекта на поверхности и в объеме различных материалов в ходе протекания различных процессов; абсолютную калибровку рентгеновских детекторов [5]; исследование десорбции и абсорбции газов различными материалами под действием рентгеновского излучения; генерацию в материалах короткоживущих радикальных центров с целью дальнейшего исследования их физико-химических свойств методами электронного парамагнитного резонанса, ядерного магнитного резонанса, люминесцентной спектроскопии и т.п.; изучение радиационной стойкости элементов и устройств микроэлектроники, предназначенных для работы в космосе, на атомных электростанциях, электрофизических установках, генерирующих высокий уровень радиационного фона; оптимизацию условий формирования функциональных микрокомпонентов и их мелкосерийное производство для реальных устройств.

Основные параметры синхротронного излучения, планируемого к использованию на станции, представлены в табл. 1. Функционально станция подразделяется на оптическую часть и комплекс экспериментальных модулей.

Оптическая часть станции X-Techno

Оптическая часть станции X-Techno включает в себя зеркало скользящего падения и комплект абсорбционных фильтров, изготовленных из разных материалов с варьируемой толщиной: стекло-углерод от 25 до 400 мкм, сапфир от 100 до 500 мкм, алюминий от 5 до 50 мкм, титан от 2 до 50 мкм, никель от 1 до 50 мкм, платина от 1 до 50 мкм, и другие материалы.

Использование плоского зеркала позволит доставить рентгеновский луч шириной до 100 мм поочередно в один из трех экспериментальных модулей посредством выведения зеркала одно из трех соответствующих положений. С учетом угловой расходимости излучения ширина зеркала должна составлять не менее 40 мм. Предполагается использовать плоское зеркало из электрохимически полированного кремния, разделенное на две рабочие области: более широкую — зеркально отражающую — для обрезания жесткой спектральной компоненты при микро- и наноструктурировании и относительно узкую область, обладающую дисперсией и обеспечивающую развертку потока квантов по спектру, как описано в [6]. Такое совмещение функций позволит проводить комплексное исследование на одной станции, зачастую не вынимая образец из вакуумной камеры. Зеркально отражающее покрытие обеспечивается напыленным слоем металла (платины) толщиной в несколько десятков нанометров. Дисперсионным элементом служит аперийодическая многослойная система с энергетическим разрешением $\Delta E/E \sim 10^{-2}$. Технология изготовления аперийодических систем зеркал хорошо отработана [7, 8]. Так как вышеуказанный дисперсионный элемент не может быть задействован на прямом пучке СИ, в канале транспортировки СИ предусмотрена секция с дифракционной решеткой [9].

Для снижения тепловых нагрузок зеркало помещается в ванну, заполненную эвтектическим сплавом галлий–индий, жидким при комнатной температуре.

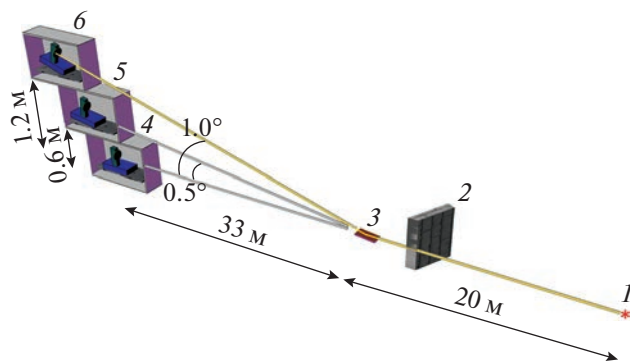


Рис. 1. Блок-схема станции: 1 — источник излучения; 2 — радиационная защита; 3 — плоское зеркало скользящего падения; 4 — модуль прямого пучка; 5 — модуль пучка, отраженного под углом 0.5° ; 6 — модуль пучка, отраженного под углом 1° .

Система модулей

Модульная сборка. Падающий пучок СИ будет использован в каждом из трех экспериментальных модулей в составе станции (рис. 1). Модули отделены от канала транспортировки пучка и, тем самым, друг от друга вакуумно-плотными окнами (например, из бериллиевой фольги толщиной 50–200 мкм). Это обеспечит возможность создания индивидуальной газовой среды в каждом модуле, а также предотвратит попадание легколетучих фрагментов разложения материалов под действием высокоэнергетических квантов (в том числе, рентгеновских резистов) в соседние модули.

Зеркальное отражение рентгеновского пучка происходит в вертикальной плоскости. В частности, на расстоянии 33 м от зеркала до экспериментальной установки и наклоне зеркала на 0.5° пучок сместится вверх от плоскости орбиты приблизительно на 575 мм — на этой высоте расположен вход в модуль (5 на рис. 1). При угле наклона зеркала в 1° пучок отклонится от плоскости орбиты на 1150 мм и попадет в другой модуль (6 на рис. 1).

Если же в распространяющийся горизонтально в плоскости орбиты пучок вдвинут участок зеркала, покрытого многослойной структурой, то при наклоне зеркала на 0.5° зеркально отраженный луч попадает в модуль 5, а луч первого порядка отражения от дифракционной решетки попадает в модуль 6. В этом случае на станции возможна работа с двумя пучками одновременно.

Чтобы минимизировать затраты времени на очистку внутренней поверхности модулей от адсорбированных продуктов деструкции исследуемых материалов, станция укомплектована резервным модулем, включающим аналогичные порты подключения основных типов детектирующего оборудования.

Модуль прямого пучка. Прямой пучок СИ, падающий на объект, характеризуется высокой ин-

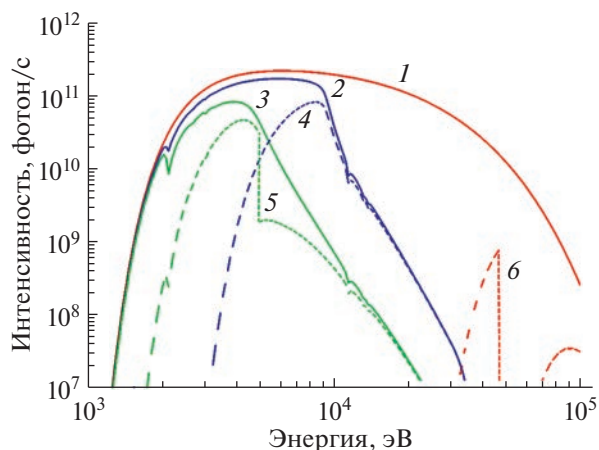


Рис. 2. Расчетная спектральная мощность СИ (в энергетической полосе $\Delta E/E = 10^{-3}$) на расстоянии 55 м от точки излучения, приходящаяся на 1 см площади по горизонтали, проинтегрированная по углу в вертикальной плоскости с учетом установленных на пути излучения окон из бериллия и фильтров. Источник излучения: поворотный магнит с напряженностью поля $H = 20$ кГс; 1 — бериллиевое окно толщиной 200 мкм; 2 — бериллиевое окно толщиной 200 мкм и зеркало с платиновым покрытием, ориентированное под углом 0.5° к горизонтали; 3 — бериллиевое окно толщиной 200 мкм и платиновое зеркало под углом 1° ; 4 — бериллиевое окно 200 мкм, алюминиевый фильтр толщиной 50 мкм и платиновое зеркало под углом 0.5° ; 5 — бериллиевое окно толщиной 200 мкм, титановый фильтр толщиной 10 мкм и платиновое зеркало под углом 1° ; 6 — бериллиевое окно толщиной 200 мкм и селективный фильтр Sm/Eu толщиной 700/200 мкм соответственно.

тенсивностью в широком диапазоне энергий квантов (2–70 кэВ, рис. 2), достаточной для того, чтобы обеспечить нагрев облучаемого объекта до нескольких сотен градусов при проведении исследований во всем вышеуказанном спектральном диапазоне. Использование излучения с невысокой степенью монохроматизации подходит как для исследований слоев образцов толщиной ~ 1 мкм, (на низкоэнергетическом участке спектра) так и для обеспечения однородности дозы в слоях объекта толщиной несколько мм (при высоких энергиях квантов и низком уровне мощности).

Модуль прямого пучка (4 на рис. 1) оснащен следующим измерительным оборудованием: масс-спектрометр, детектор полного поглощения рентгеновского излучения, позиционно-чувствительный детектор для измерения угловой зависимости рассеянного излучения, измеритель теплоемкости объекта, датчик измерения электропроводности объекта, СКВИД-магнитометр, детектор отраженного рентгеновского излучения, детектор фотоэлектронного тока, детектор тока ионизации на базе вторичного электронного умножителя, микростриповый детектор, болометр для измерения температуры объекта, фото-электронного умно-

жителя для детектирования люминесцентного излучения объекта, линия лазер—детектор для измерения коэффициента отражения объекта, инфракрасный спектрофотометр для измерения спектров комбинационного рассеяния и спектров отражения, оптический микроскоп. Часть вышеназванного инструментария может быть состыкована с любым из трех экспериментальных модулей станции.

Прямолинейный участок станции X-Techno предназначен для исследования процессов фотодесорбции, фотоабляции, радиационной стойкости, радиационного отжига, целенаправленного введения радиационных дефектов и т.п. Станция является уникальной для разработки новых радиационно-стойких материалов и устройств для атомной энергетики, химической промышленности, космических исследований. Сосредоточение взаимодополняющей измерительной аппаратуры на станции позволит эффективно реализовать на ней исследовательские задачи в рамках выпускных квалификационных работ студентов и аспирантов. В этом модуле будут созданы наиболее подходящие условия для формирования микроструктурированных объектов с ультравысоким аспектным отношением при энергиях квантов свыше 10 кэВ.

Модуль отраженного пучка с энергий квантов 2–15 кэВ. Ширина спектра определяется величиной угла наклона зеркала от плоскости орбиты источника излучения. При наклоне зеркала на 0.5° (5 на рис. 1) относительно плоскости орбиты источника излучения диапазон оптимизирован для проведения исследований и переноса изображения оригинальной топологии с субмикронным пространственным разрешением методом глубокой рентгеновской литографии [10–13] в толстые слои (до 10 мм) материалов. Оптимизация спектрального потока необходима для достижения максимума функции, выражающей в первом приближении произведением коэффициента поглощения слоя рентгеновского резиста и коэффициента пропускания рентгеновской маски, что обеспечит наивысшую производительность при минимальной радиационной дозе от рассеянного рентгеновского излучения и вторичных электронов. На станции возможна реализация обширной программы в области разработки и формирования рентгеновских линз [4], дифракционных решеток для исследований слабоконтрастных объектов на базе эффекта фазового контраста, антирассеивающих сеток [14], сеток с калиброванной по размеру ячейкой, электролитных перфорированных мембран, структурированных рентгеновских экранов, коллиматоров излучения рентгеновского диапазона, хроматических оптических элементов для инфракрасного и терагерцевого спектральных диапазонов.

Экспериментальный модуль станции оборудован системой автоматизированных линейных трансляторов, для перемещения/сканирования объекта в вертикальной плоскости. Для снижения интенсивности потока СИ без искажения спектральных характеристик пучка в канале необходима установка обтюратора, обеспечивающего кратное снижение потока фотонов в экспериментальную вакуумную камеру без изменения спектра падающего излучения.

Для обеспечения квазиплоского квазикогерентного фронта излучения при передаче изображения в режиме интерференции возможно применение дифракционных решеток пропускания.

Другие решаемые задачи аналогичны вышеупомянутым для модуля прямого пучка.

Модули, описанные выше, являются усовершенствованной версией станции LIGA, работающей в составе Сибирского центра синхротронного и терагерцевого излучения [15].

Модуль отраженного пучка с энергий квантов 2–6 кэВ. В отраженных пучках при угле наклона зеркала на 1° относительно плоскости орбиты источника излучения (6 на рис. 1) создаются оптимальные условия для проведения исследований и переноса изображения оригинальной топологии с субмикронным пространственным разрешением методом глубокой рентгеновской литографии [9–11] в тонкие слои (до 100 мкм) материалов. Спектр СИ для рассматриваемого модуля оптимизирован для формирования промежуточных рентгеновских масок, разработки и изготовления мелких серий электронных и электро-механических приборов с микронными и субмикронными топологическими размерами, таких как тестовые структуры больших интегральных схем, искусственные дендриты литиевых батарей, хроматические нано-оптические элементы, регулярные фильтры, матрицы для самоорганизующихся наносистем, массивы магнитных наноточек и др. методами интерференционной голографии или прямого репродуцирования. Методом рентгеновской литографии с использованием рентгеновского излучения могут быть изготовлены штыревые микросистемы [16, 17], большие массивы которых при излучении или поглощении радиоволн обладают свойствами фазированных антенных решеток, представляющей интерес для радиолокации.

Для обеспечения квазиплоского квазикогерентного фронта излучения при передаче изображения в режиме интерференции возможно применение дифракционных решеток пропускания.

Высокоаспектные преломляющие линзы рентгеновского диапазона, выполненные из полимерного материала, характеризующегося сравнительно низкими сечением поглощения рентгеновского излучения [18, 19], радиационно-стойкие преломляющие рентгеновские линзы, выполненные из

металла [20], датчики положения пучка, апертурные диафрагмы, создаваемые методами глубокой рентгеновской литографии, смогут найти применение на других экспериментальных станциях источника СИ “СКИФ”.

Другие решаемые задачи аналогичны вышеупомянутым для модуля прямого пучка.

ВЫВОДЫ И ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Представленный проект синхротронной экспериментальной станции X-Techno уникален тем, что позволит реализовать технологии полного цикла в области микроструктурирования. Исследования материалов, проводимые на станции, станут фундаментом для разработки и мелкосерийного изготовления микроструктурированных изделий с пространственным субмикронным разрешением. Проектируемая станция будет представлять интерес для выпускающих кафедр университетов, а также организаций, занимающихся исследованиями и разработками в области создания элементов микроструктурной техники, микрооптики, микро- и наноэлектромеханических систем.

БЛАГОДАРНОСТИ

В работе использовано оборудование ЦКП “СЦСТИ” на базе УНУ “Комплекс ВЭПП-4 – ВЭПП-2000” в ИЯФ СО РАН. Работа частично выполнена в рамках Соглашения с Минобрнауки России № 075-15-2021-1359 и Гранта РФФИ № 19-29-12045.

Конфликт интересов: Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. ANKA Instrumentation Book (2005) Germany, Karlsruhe, <http://www.fzk.de/anka/> November 2005.
2. Meng X., Yu H., Wang Y., Ren J., Xue C., Yang S., Guo Z., Zhao J., Wu Y., Tai R. // J. Synchrotron Rad. 2021. V. 28. P. 902. <https://www.doi.org/10.1107/S1600577521003398>
3. Shukla R., Kannoja H.K., Mukherjee C., Sankar P.R., Thakur B.S., Sinha A.K., Pandey D. // ISSS J. Micro Smart Systems. 2020. V. 9. P. 173. <https://www.doi.org/10.1007/s41683-020-00064-z>
4. Kong J.R., Leonard Q.J., Vladimirovsky Y., Bourdillon A.J. // Proc. of SPIE. 2000. V. 3997. P. 721. <https://www.doi.org/10.1117/12.390044>
5. Subbotin A.N., Gaganov V.V., Kalutsky A.V., Pindyurin V.F., Nazmov V.P., Nikolenko A.D., Krasnov A.K. // Metrologia. 2000. V. 37. № 5. P. 497. <https://www.doi.org/10.1088/0026-1394/37/5/34>
6. Chkhalo N.I., Garakhin S.A., Malyshev I.V., Polkovnikov V.N., Toropov M.N., Salashchenko N.N., Ulasevich B.A., Rakshun Ya.V., Chernov V.A., Dolbnya I.P., Raschenko S.V. // Tech. Phys. 2022. Iss. 8. P. 1075. <https://www.doi.org/10.21883/TP.2022.08.54576.100-22>
7. Kolachevskii N.N., Pirozhkov A.S., Ragozin E.N. // Quantum Electron. 2000. V. 30. № 5. P. 428. <https://www.doi.org/10.1070/QE2000v030n05ABEH001736>
8. Рогозин Е.Н., Вишняков Е.А., Колесников А.О., Пирожков А.С., Шатохин А.Н. Аперiodические элементы в оптике мягкого рентгеновского диапазона. М.: Физматлит, 2018. 136 с.
9. Weitkamp T., Zanette I., Schulz G., Bech M., Rutishauser S., Lang S., Donath T., Tapfer A., Deyhle H., Bernard P., Valade J.-P., Reznikova E., Kennntner J., Mohr J., Müller B., Pfeiffer F., David C., Baruchel J. // AIP Conf. Proc. 2011. V. 1365. P. 28. <https://www.doi.org/10.1063/1.3625297>
10. El-Kholi A., Mohr J., Nazmov V. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A. V. 448. Iss. 1–2. P. 497. [https://www.doi.org/10.1016/S0168-9002\(00\)00239-4](https://www.doi.org/10.1016/S0168-9002(00)00239-4)
11. Wallrabe U., Saile V. LIGA technology for R&D and industrial applications. // MEMS: A practical guide to design, analysis and applications / Ed. Korvink J.G., Paul O. Berlin, Heidelberg: Springer, 2006. P. 853. https://www.doi.org/10.1007/978-3-540-33655-6_16
12. Nazmov V., Reznikova E., Mohr J., Schulz J., Voigt A. // J. Mater. Process. Technol. 2015. V. 225. № 11. P. 170. <https://www.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2015.05.030>
13. Nazmov V.P., Mezentseva L.A., Pindyurin V.F., Petrov V.V., Yakovleva E.N. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A. 2000. V. 448. № 1–2. P. 493. [https://www.doi.org/10.1016/S0168-9002\(00\)00238-2](https://www.doi.org/10.1016/S0168-9002(00)00238-2)
14. Goldenberg B.G., Nazmov V.P., Lemzyakov A.G. // Bull. RAS: Phys. 2019. V. 83. № 2. P. 124. <https://www.doi.org/10.3103/S106287381902014X>
15. Goldenberg B.G., Lemzyakov A.G., Nazmov V.P., Pindyurin V.F. // Phys. Procedia. 2016. V. 84. P. 205. <https://www.doi.org/10.1016/j.phpro.2016.11.036>
16. Reznikova E., Mohr J., Boerner M., Nazmov V., Jakobs P.-J. // Microsyst. Technol. 2008. V. 14. № 9. P. 1683. <https://www.doi.org/10.1007/s00542-007-0507-x>
17. Nazmov V., Goldenberg B., Vasiliev A., Asadchikov V. // J. Micromech. Microeng. 2021. V. 31. № 5. P. 055011. <https://www.doi.org/10.1088/1361-6439/abf331>
18. Nazmov V., Reznikova E., Last A., Mohr J., Saile V., Simon R., DiMichiel M. // AIP Conf. Proc. 2007. V. 879. P. 770. <https://doi.org/10.1063/1.2436174>
19. Simon M., Reznikova E., Nazmov V., Last A., Jark W. // Proc. of SPIE. 2008. V. 7077. P. 70771Q. <https://www.doi.org/10.1117/12.795423>
20. Nazmov V., Reznikova E., Last A., Mohr J., Saile V., DiMichiel M., Gottert J. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A. 2007. V. 582. № 1. P. 120. <https://www.doi.org/10.1016/j.nima.2007.08.076>

The SKIF X-Techno Beamline Project

V. P. Nazmov^{1, 2, *} and B. G. Goldenberg^{1, 3}

¹*Budker Institute of Nuclear Physics of SB RAS, Novosibirsk, 630090 Russia*

²*Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry of SB RAS, Novosibirsk, 630090 Russia*

³*Shared-Use Center "SKIF" at the Boreskov Institute of Catalysis of SB RAS, Koltsovo, 630559 Russia*

**e-mail: V.P.Nazmov@inp.nsk.su*

Beamlines nowadays installed at synchrotron radiation centers typically pose different and sometimes even incompatible requirements to X-ray beams being utilized. Some techniques require minimum attainable beam cross-sections in order to enable microbeam techniques with the sample mapping. To the contrary, relatively broad X-ray beams with the uniform intensity distribution are needed to address problems related to X-ray irradiation-based processing of materials or fabrication of components and devices with X-ray lithography approaches. The present paper describes the concept of a novel beamline named X-Techno proposed for the synchrotron radiation facility SKIF. It would use synchrotron beams as wide as 100 mm in the horizontal plane in different spectral ranges with either out of three experimental chambers to study materials and manufacture micro and nanostructures. The beamline will be specifically suitable for studies of physico-chemical properties of materials under intense X-ray irradiation within the spectral range from 2 to 70 keV.

Keywords: synchrotron radiation, experimental beamline, X-ray beam, spectral measurements, X-ray lithography, grazing incidence mirror, monochromator, materials science, absorption filter, detector.