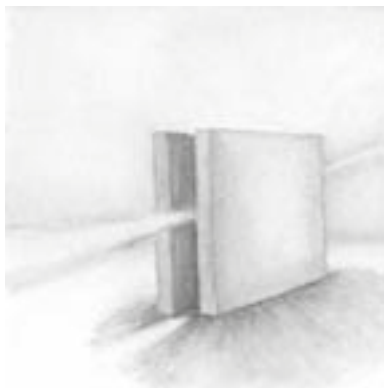


AKTIVITY U VELKÝCH INFRASTRUKTUR PŘI ZDROJÍCH SYNCHROTRONOVÉHO ZÁŘENÍ

Vladimír Cháb, Jaromír Hrdý

MĚŘICÍ STANICE PRO MATERIÁLOVÝ VÝZKUM PŘI SYNCHROTRONU ELETTRA V TERSTU



V současné době závisí úspěšnost výzkumné činnosti ve fyzice na možnosti přístupu k velkým výzkumným centrům, resp. infrastrukturám. Vznikají účelnou kumulací prostředků vynaložených pro vědecké účely, často na mezinárodní úrovni a s multidisciplinárním charakterem. Typickým příkladem jsou zdroje synchro-

tronového záření (dále jen SZ), u nichž se pořizovací cena pohybuje v řádu stovek miliard Kč a které produkují elektromagnetické vlnění v oblasti od infračerveného až po tvrdé rtg. záření s unikátními vlastnostmi, jako je laditelnost, přirozená polarizace, intenzita a svítivost řádově převyšující běžné laboratorní zdroje a časová struktura. Laditelné zdroje tohoto typu, využívané především pro spektroskopické a mikroskopické účely, sdružují pracovníky z různých odvětví fyziky, chemie, biologie, materiálových a lékařských věd. Vlastnosti zdroje umožňují zkrácení sběru dat ze dní na hodiny a provádět nové druhy experimentů, jež byly teoreticky navrženy. Je zřejmé, že práce u podobného centra vyžaduje důkladné znalosti nejen patřičné spektroskopie, ale i optiky v oboru rentgenového záření. Proto už v době projektování zdroje další generace vznikají mezinárodní týmy s adekvátními znalostmi, které navrhují nová experimentální zařízení plně využívající charakteristiky produkovaného záření. Po roce 1989 byl v ČR počet pracovníků se zkušeností z prací se SZ velmi omezen a neexistovalo pracoviště, jež by se této problematice systematicky věnovalo. Proto pracovníci Fyzikálního ústavu přivítali příležitost pro vybudování vlastní měřicí stanice u nově vznikajícího zdroje SZ Elettra v Terstu. Vědecká rada Elettry vypsal v roce 1990 soutěž o návrhy nových experimentů a pozvala k účasti přední pracovníky z různých oborů spektroskopie. Projekt vybudování měřicí

stanice pro materiálový výzkum (*Materials Science Beamline*) vznikl na základě navržených experimentů pracovníky Fyzikálního ústavu a započal v roce 1991 po jeho přijetí vědeckou radou Elettry. V počátečním období byl přibrán italský partner, laboratoř INFM (*Istituto Nazionale per la Fisica dei Materiali*) v Lecce, a projekt měl být částečně financován ze zdrojů tzv. Pentagonály, předchůdkyně současné CEI (*Central European Initiative*). V důsledku politických změn v Itálii bylo rozhodnuto, že projekt opětovně podá samostatně Fyzikální ústav a v roce 1993 byl projekt znovu přijat vědeckou radou Elettry jako česká měřicí stanice. Výstavba byla v první fázi financována v rámci 3. rámcového programu, jmenovitě to byl „Návrh a výroba optické dráhy včetně nového typu monochromátoru podle specifikací MSB“. V roce 1997 se započala výroba jednotlivých částí MSB (firma Delong Instruments, Brno) a v následujícím roce byla získána další finanční podpora v rámci 4. rámcového programu a komplexního grantu GA ČR, který podstatně rozšířil participující instituce v ČR. Patří mezi ně VŠCHT Praha, Univerzita Pardubice, Ústav makromolekulární chemie AV ČR a Ústav fyziky materiálů AV ČR. V rámci těchto dvou projektů bylo vybudováno především technologické a spektroskopické zázemí MSB při zachování multidisciplinárního charakteru, včetně aplikace SZ v lékařských vědách, jak ukazuje aktivní účast pracovníků 1. lékařské fakulty Univerzity Karlovy na projektu. Specifikace vědeckého zaměření MSB vznikla na základě návrhů možných experimentů se zdrojem SZ třetí generace. Prioritním úkolem bylo spojení průmyslově významných technologií tenkých vrstev s pokud možno *in situ* analýzou chemických, strukturních a elektronových vlastností připravených materiálů. Využití SZ umožňuje ve srovnání s běžnými laboratorními podmínkami řádově zvýšit prvkovou citlivost, určit lokální atomové uspořádání a chemický stav nejen na povrchu, ale i v objemu tenké vrstvy. Hlavním přínosem je nalezení vztahu mezi fyzikálně-chemickými vlastnostmi nového materiálu a technologickými parametry jeho přípravy.

Optická dráha pro odběr záření z akumulárního prstence ve spektrálním oboru 20-1000 eV s rozlišovací schopností ($E/\Delta E$) 4000 byla dokončena v loňském roce firmou Delong Instruments, s. r. o., Brno včetně návrhu a konstrukce. Monochromátor

byl první, který firma vyrobila, a v současné době je zřejmé, že se podařilo uskutečnit jeden z hlavních cílů grantu EU - přenos náročné technologie do země bývalého východního bloku, neboť firmě se povedlo proniknout na tento lukrativní trh. V této souvislosti považujeme za vhodné podotknout, že většina klíčových pracovníků firmy pochází z Ústavu přístrojové techniky AV ČR v Brně. Po dokončení kalibrace a ověření funkce optické dráhy byl zkušebně připojen fotoelektronový spektrometr (ESCA) zapůjčený Karl-Franzens Univerzitou v Grazu a testovány jednotlivé módy provozu. V prosinci roku 2001 byla spolupráce ukončena. Ukázalo se, že tento typ spektrometru není dostatečně flexibilní pro zaměření předpokládaného výzkumu. Přesto byly úspěšně dokončeny první experimenty spojené s identifikací korozních produktů na ocelích používaných při konstrukci parogenerátorů a s adsorpcí molekul CO na povrchu Ru. V loňském roce byl vybudován vhodný spektrometr, pro který Sincrotrone Trieste poskytl vakuovou komoru s analyzátozem pro měření úhlové závislosti fotoemise a ostatním vybavením pro udržení a kontrolu vakuových podmínek a KEVT MFF UK zakoupila hemisférický analyzátor pro měření typu chemické analýzy.

Laboratoř u zdroje SZ představuje efektivní způsob využití finanční a vědecké kapacity v rámci odborné společnosti výrazně přesahující ČR. Vazba projektu na VŠ zaručuje rovněž vznik špičkového experimentálního pracoviště, dostatečně atraktivního pro studenty a doktorandy, které je garantem kvalitní výuky nejen v základním výzkumu, ale i aplikované sféře. Hlavním cílem projektu bylo vytvoření spektroskopické a mikroskopické základny s využitím SZ pro vědeckou veřejnost nejen pro fyziku pevných látek, ale i další zájemce z přírodních věd, chemie, přístrojové techniky, lékařství apod. Tento úkol není jednoduchý, protože představuje kombinaci dvou náročných odvětví: optiky v oblasti vzdáleného UV a měkkého rtg. záření a fotoelektronové spektroskopie a mikroskopie. V této fázi projektu byla uvedena do provozu měřicí stanice v následujících funkcích:

- úhlově rozlišená fotoelektronová spektroskopie (Technika, jež umožňuje přímo sledovat energetické spektrum elektronů, které vstupují přímo do vazeb, v závislosti na jejich vlnovém čísle.),
- úhlově integrovaná fotoelektronová spektroskopie (Zaměřená hlavně na prvkovou analýzu a analýzu chemického stavu. V kombinaci se SZ měří změnu vazebních energií elektronu v atomu na povrchu proti jejich objemovým hodnotám.),
- fotoelektronová difrakce (Významný prostředek určení lokálního okolí atomů a molekul adsorbovaných na povrchu i pro neuspořádané struktury.).

Testy metod byly ukončeny počátkem tohoto roku a tím byla měřicí stanice otevřena pro českou a mezinárodní vědeckou společnost pro spektroskopické využití v experimentech základního a aplikovaného výzkumu, včetně průmyslových vzorků. Důkazem věrohodnosti celého projektu je dvanáct návrhů experimentů, z toho tři mezinárodní, pro druhé pololetí roku 2003. Jejich kvalitu zaručuje výběrové řízení prováděné vědeckou radou Elettry.

Další rozvoj stanice předpokládá v první řadě rekonstrukci mechanické části monochromátoru pro dostupnost dalších dvou typů měření:

- NEXAFS (Near Edge X-ray Adsorption Fine Structure)

(Měření závisí na možnosti plynulé změny energie budícího záření a současného pozorování identického elektronu buzeného do různých konečných stavů. Jemná struktura absorpční hrany vypovídá o lokální struktuře v atomu, na kterém jsou fotony absorbovány.),

- využití části záření s kruhovou polarizací pro experimenty magnetických látek

(Mechanické vymezení části svazku SZ s kruhovou polarizací, ležícího pod nebo nad oběžnou dráhou elektronů v akumulacním prstenci, bude používáno pro měření magnetického kruhového dichroismu (MKD).).

Pokud jsou emitované fotoelektrony sbírány optikou podobnou běžnému elektronovému mikroskopu, otvírá aplikace SZ zcela nový obor mikroskopie. Zařízení je známo pod různými komerčními zkratkami, nejznámější jsou PEEM (**P**hotoelectron **E**mission **E**lectron **M**icroscopy) či různé další modifikace přibližující jiné varianty funkce mikroskopu. Podstatnou výhodou mikroskopu proti klasické fotoelektronové spektroskopii je možnost studia dynamických jevů na površích v reálném čase



1/ Pohled na českou měřicí stanici v experimentální hale zdroje synchrotronového záření ELETTRA v Terstu

s rozlišením lepším než 30 nm. Při zabudovaném energiovém analyzátoru elektronů je totéž možno provádět pro jednotlivé prvky, popř. jejich různé sloučeniny. V rámci shora uvedených programů ES a GA ČR byl navržen a zkonstruován fotoelektronový mikroskop XPLEEM. Přístroj, který je produktem spolupráce mezi AV ČR a firmou DeLong Instruments, byl doveden ze stadia laboratorních zkoušek až k finálnímu produktu, který bude představen na 22. konferenci s názvem European Conference On Surface Science konané v Praze. Probíhá závěrečná fáze ověřování funkce zobrazovacího systému před připojením mikroskopu k měřicí stanici v Terstu. Tyto práce by měly být ukončeny do konce roku 2003 včetně trvalého připojení k měřicí stanici v tandemovém uspořádání spektrometr-mikroskop s refokusačním zrcadlem mezi oběma zařízeními.

ZDROJ RENTGENOVÉHO SYNCHROTRONOVÉHO ZÁŘENÍ V GRENOBLU

Rentgenová strukturní analýza a rentgenová spektroskopie mají v naší zemi dlouholetou tradici se širokou základnou asi 300 pracovníků organizovaných v Krystalografické společnosti. Pro rozvoj krystalografie je rozhodující přístup ke zdrojům SZ s energií podstatně vyšší, než je Elettra, aby produkovaly dostatečně tvrdé rtg. záření s vysokou svítivostí. Takovým zdrojem je 6GeV zdroj rentgenového synchrotronového záření - *European Synchrotron Radiation Facility* (ESRF) v Grenoblu, na jehož realizaci se podílelo dvanáct evropských zemí: Francie, Německo, Itálie, Spojené království, Belgie, Holandsko, Španělsko, Švýcarsko, Dánsko, Finsko, Norsko a Švédsko. Po japonském Spring 8 a americkém APS je to největší zdroj SZ v rtg. spektrálním oboru.

Uvedení ESRF do provozu stimulovalo některé další země k hledání způsobu začlenění do struktury členských států. V roce 1996 vznikla myšlenka konsorcia střeoevropských zemí, zejména České republiky, Maďarska, Polska, Rakouska a Slovenska, s názvem Centralsync a v roce 1998 byl problém financování našeho členství vyřešen prostřednictvím programu INGO. V Maďarsku se jednání vyvíjelo podobně, na rozdíl od Polska a Rakouska, kde financování zůstávalo nejasné, podobně jako na Slovensku. Proto vznikla dohoda s ESRF o uzavření

tzv. střednědobé dohody, než bude ustanoven Centralsync, nejvýše však na dva roky. Partnerem ESRF se stal FZÚ AV ČR, který v ESRF reprezentoval komunitu uživatelů SZ pro krystalografické účely. V rámci dohody si každý může podat do ESRF žádost o provedení experimentu. Experimenty jsou hodnoceny nezávislou mezinárodní komisí a úspěšným experimentátorům jsou uhrazeny cestovní náklady, ubytování a diety během experimentu. Naši experimentátoři mají stejná práva a výhody jako experimentátoři z členských zemí.

Z ostatních potenciálních členů konsorcia jen Maďarsko vyřešilo finanční problém a mohlo později uzavřít s ESRF podobnou dohodu jako my. Bohužel, pouze s Maďarskem jsme nebyli schopni naplnit požadované 1 % členského podílu. Navíc, Rakousko se rozhodlo stát se nezávislým přidruženým členem. Nezbylo, než podepsat druhou (2001 - 2002) a posléze třetí střednědobou dohodu s ESRF na léta 2003-2004. Vzhledem k tomu, že naši experimentátoři byli velice úspěšní a počet přidělených směn několikrát převyšoval počet odpovídající našemu členskému poplatku, byli jsme požádáni o zvýšení členského podílu nejprve na 0,35 %. Aby se částečně zmenšila stále existující disproporce mezi stupněm našeho využívání ESRF a naším členským příspěvkem, bylo dohodnuto další zvýšení našeho členského podílu na 0,38 % pro rok 2003 a 0,41 % pro rok 2004.

Vědečtí pracovníci z České republiky provedli v ESRF celou řadu úspěšných experimentů. Oborově lze provedené experimenty rozdělit na fyzikální (většina), biologické, a to především na strukturu proteinů, geologické, ale i chemické a mineralogické. Podíl studia struktury proteinů je však menší, než odpovídá světovému trendu. Experimentátoři byli jednak z ústavů AV ČR (Fyzikální ústav, Ústav makromolekulární chemie, Ústav molekulární genetiky, Ústav elektrochemie a polarografie J. Heyrovského), jednak ze školství (Matematicko-fyzikální fakulta UK, Přírodovědecká fakulta UK, Masarykova universita v Brně, Technická universita v Ostravě, Palackého univerzita v Olomouci, Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská ČVUT). S potěšením lze konstatovat, že do experimentů byli zapojeni i doktorandi a studenti.

Po pěti letech existence dohody s ESRF je možno uvést, že úsilí zaměřené k zpřístupnění největšího evropského zdroje synchrotronového záření našim uživatelům bylo správné a pro naši vědu přínosné.