



Эксперименты с СИ на ВЭПП-3 и ВЭПП-4М в 2018 г

Научная сессия ИЯФ 2019
22.02.2019

СИ – ВЭПП-4М

10 "Космос" (метрологическая станция ВУФ и мягкого рентгеновского диапазона 10-2000 эВ)

8a «Фазоконтрастная микроскопия и микротомография» и элементный анализ

8b "Взрыв-2" (наносекундная диагностика)

8c «Плазма»

3ab Прецизионная дифрактометрия и малоугловое рассеяние (в стадии запуска)

СИ - ВЭПП-3

0a LIGA-технология и рентгеновская литография

0b "Взрыв" (наносекундная диагностика)

2 Прецизионная дифрактометрия и аномальное рассеяние

3 Локальный и сканирующий рентгенофлуоресцентный элементный анализ

4 Дифрактометрия при высоких давлениях

5a Рентгеновская микроскопия и томография

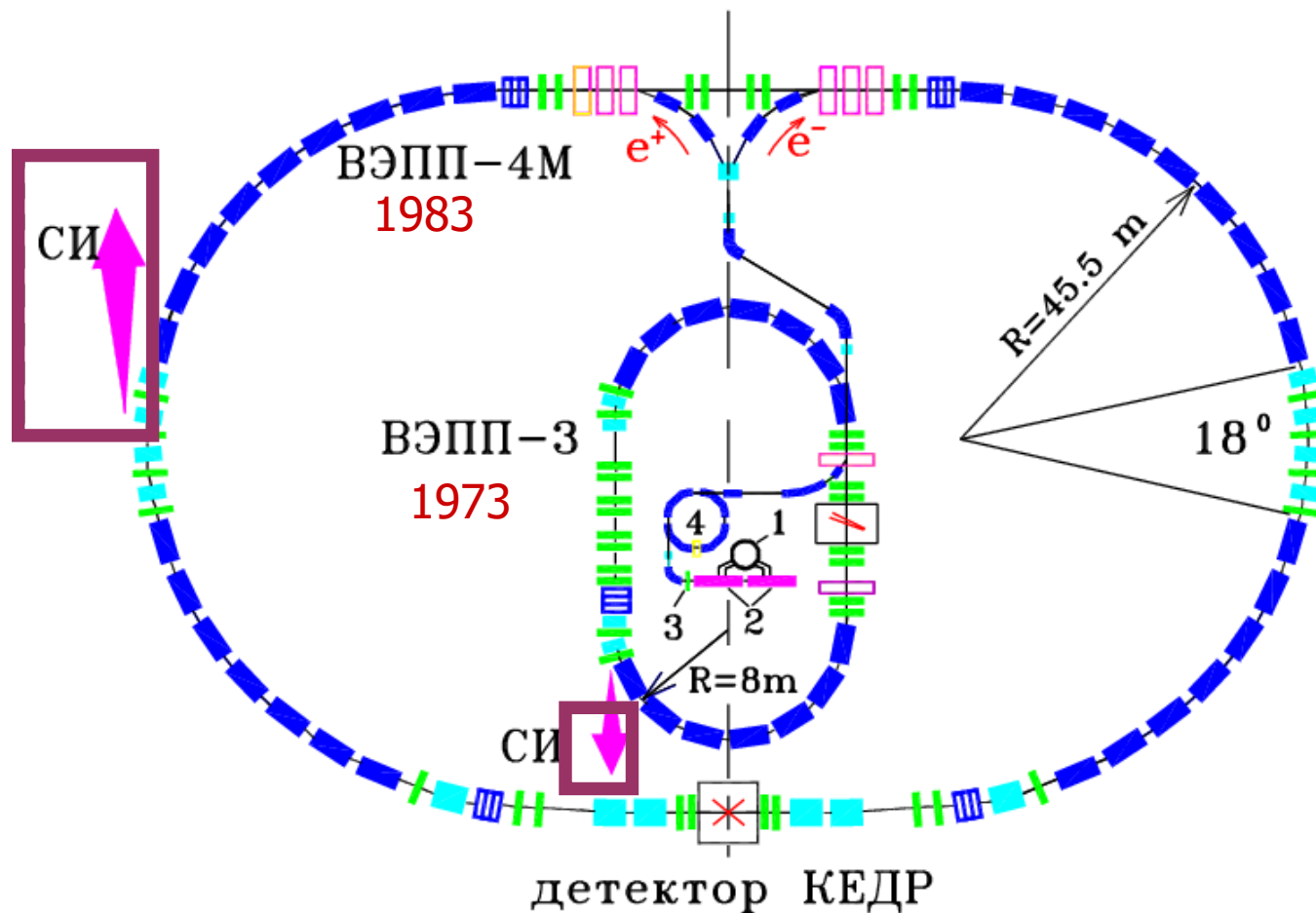
5b Малоугловое рассеяние

6a Прецизионная дифрактометрия-2

6b Спектроскопия с временным разрешением

7 [Диагностика и обратная связь](#)

8 EXAFS-спектроскопия



Календарь 2018

ЯНВАРЬ						
Пн	Вт	Ср	Чт	Пт	Сб	Вс
1	2	3	4	5	6	7
8	9	10	11	12	13	14
15	16	17	18	19	20	21
22	23	24	25	26	27	28
29	30	31	1	2	3	4
5	6	7	8	9	10	11

ФЕВРАЛЬ						
Пн	Вт	Ср	Чт	Пт	Сб	Вс
29	30	31	1	2	3	4
5	6	7	8	9	10	11
12	13	14	15	16	17	18
19	20	21	22	23	24	25
26	27	28	1	2	3	4
5	6	7	8	9	10	11

МАРТ						
Пн	Вт	Ср	Чт	Пт	Сб	Вс
26	27	28	1	2	3	4
5	6	7	8	9	10	11
12	13	14	15	16	17	18
19	20	21	22	23	24	25
26	27	28	29	30	31	1
2	3	4	5	6	7	8

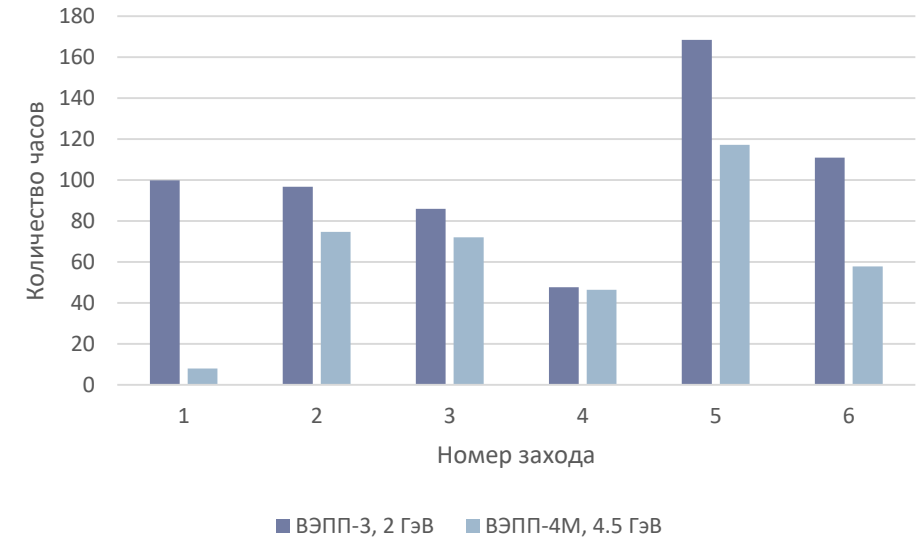
АПРЕЛЬ						
Пн	Вт	Ср	Чт	Пт	Сб	Вс
26	27	28	29	30	31	1
2	3	4	5	6	7	8
9	10	11	12	13	14	15
16	17	18	19	20	21	22
23	24	25	26	27	28	29
30	1	2	3	4	5	6

МАЙ						
Пн	Вт	Ср	Чт	Пт	Сб	Вс
30	1	2	3	4	5	6
7	8	9	10	11	12	13
14	15	16	17	18	19	20
21	22	23	24	25	26	27
28	29	30	31	1	2	3
4	5	6	7	8	9	10

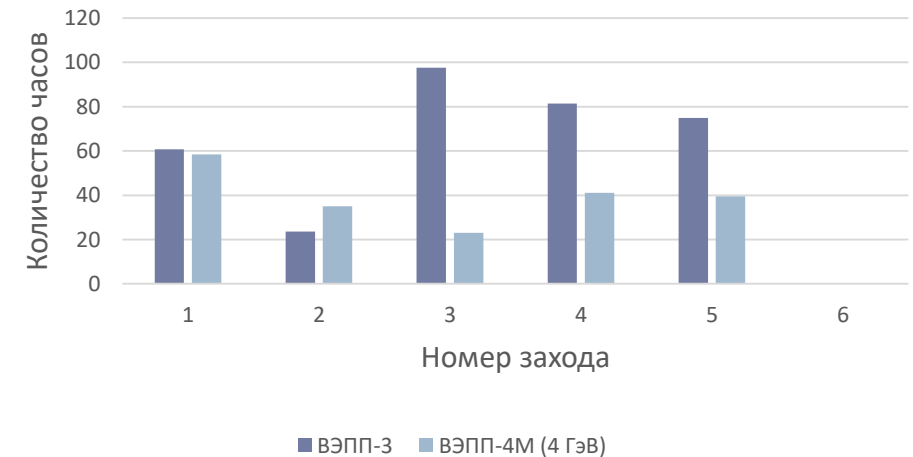
ИЮНЬ						
Пн	Вт	Ср	Чт	Пт	Сб	Вс
28	29	30	31	1	2	3
4	5	6	7	8	9	10
11	12	13	14	15	16	17
18	19	20	21	22	23	24
25	26	27	28	29	30	1
2	3	4	5	6	7	8

- Отработано 6 недельных заходов
- Отработан режим одновременной работы на ВЭПП-3 и ВЭПП-4М
- Отлажена работа с новым 9-ти полюсным вигглером
- Проведена замена источника питания главного поля ВЭПП-3
- Вакуумные аварии на ВЭПП-4М и ВЭПП-3

Эффективность заходов 2018

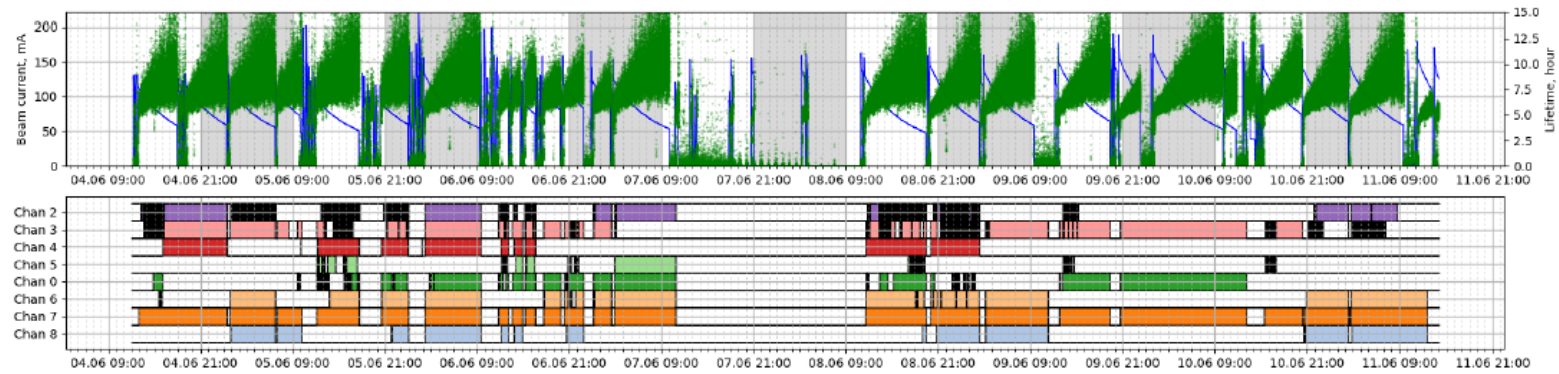


Эффективность заходов 2017

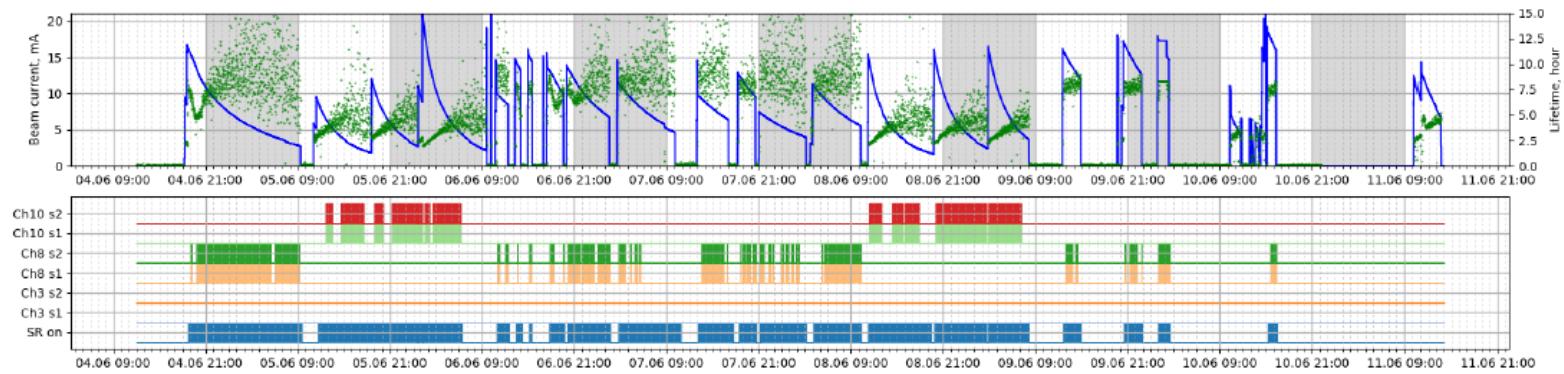


Совмещенная работа ВЭПП-3 и ВЭПП-4М

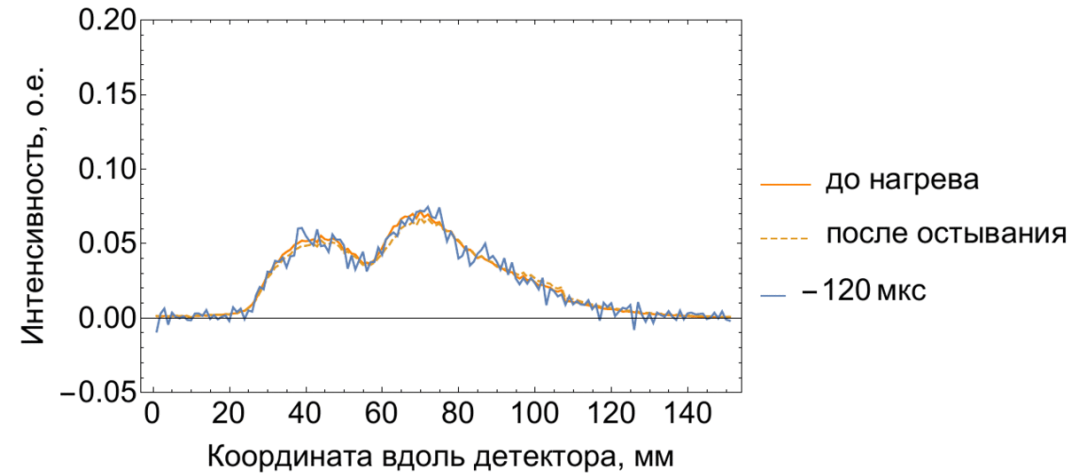
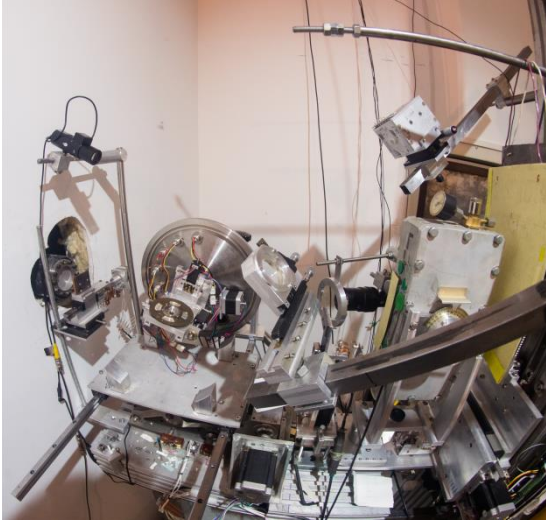
ВЭПП-3 04-11.06.2018



ВЭПП-4М 04-11.06.2018



Станция рассеяния “Плазма”



Наблюдение схождения сторон трещины при импульсном нагреве

Станция рассеяния “Пла

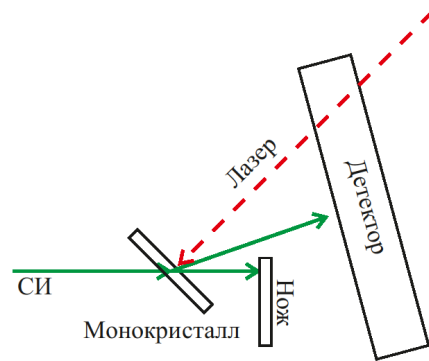


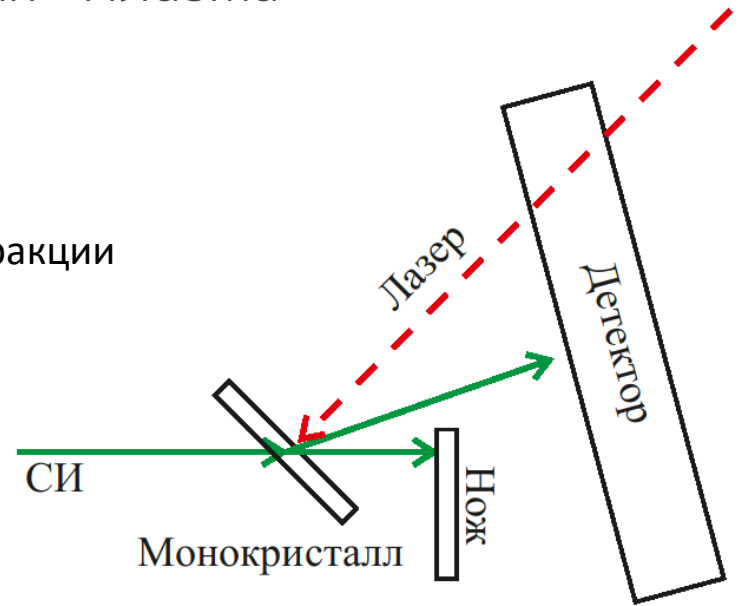
Схема дифракции

- Станция “Плазма” разрабатывалась для измерения динамики распределения деформаций и напряжений в материале при импульсном нагреве, характерном для термоядерного реактора.
- Продемонстрированы измерения динамики дифракции.
- Станция готова к новому сезону с новым детектором (на основе DIMEX с кремниевым сенсором).

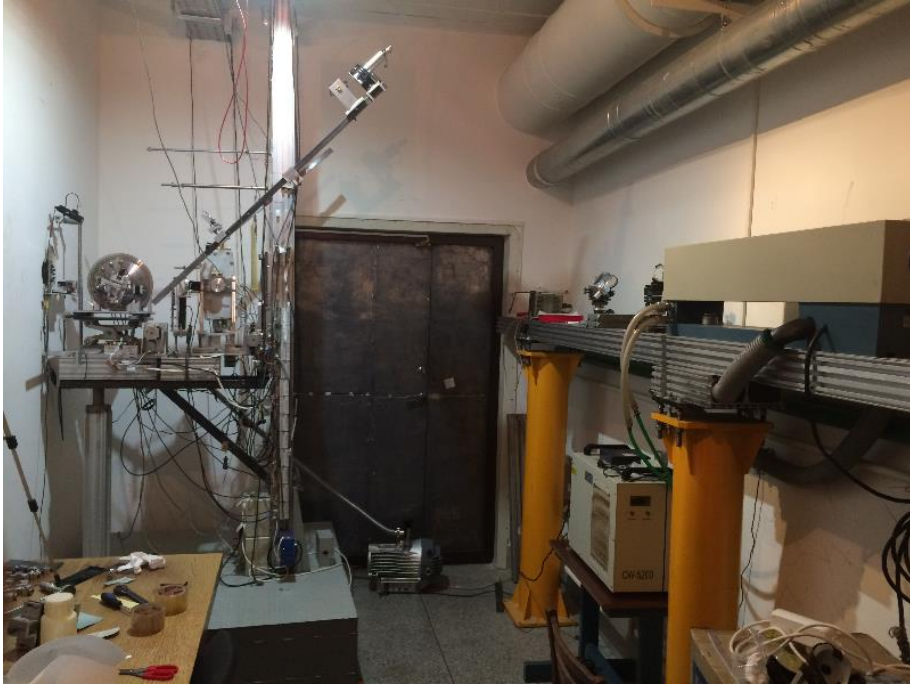


Станция рассеяния "Плазма"

Схема дифракции

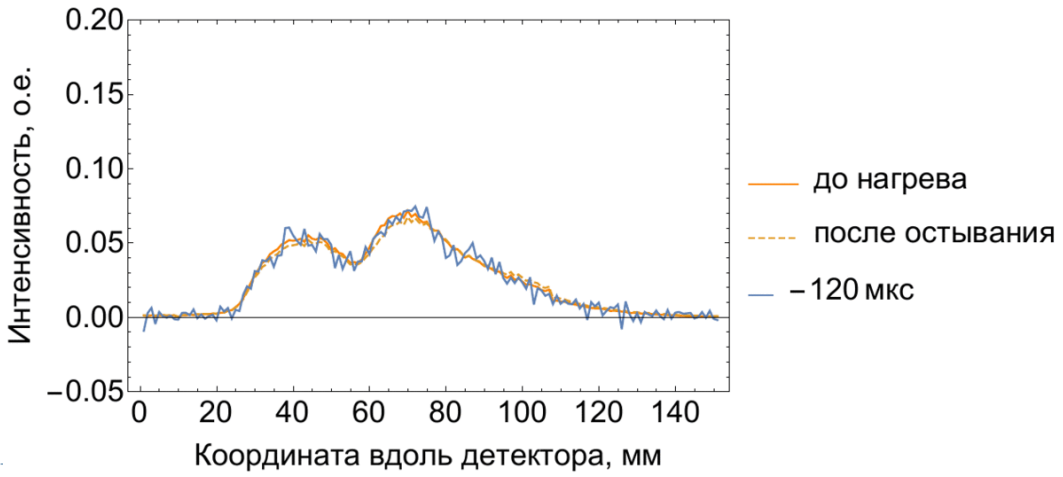


- Станция "Плазма" разрабатывалась для измерения динамики распределения деформаций и напряжений в материале при импульсном нагреве, характерном для термоядерного реактора.
- YAG лазер (энергозапас 50 Дж, длительность 140 мкс),
- Продемонстрированы измерения динамики дифракции.
- Станция готова к новому сезону с новым детектором (на основе DIMEX с кремниевым сенсором).



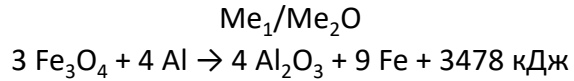
Наблюдение схождения сторон трещины при импульсном нагреве

Станция рассеяния "Плазма"



Изучение процесса горения нанотермита CuO/Al

Институт проблем химико-энергетических технологий СО РАН, Бийск
Институт гидродинамики им. М. А. Лаврентьева
Институт ядерной физики им. Будкера



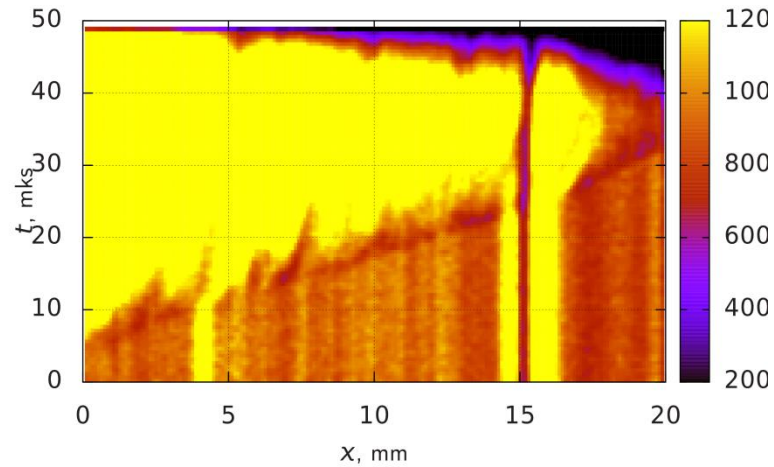
Примеры:

Al/Fe₂O₃, Al/CuO, Al/MoO₃ и т.п.

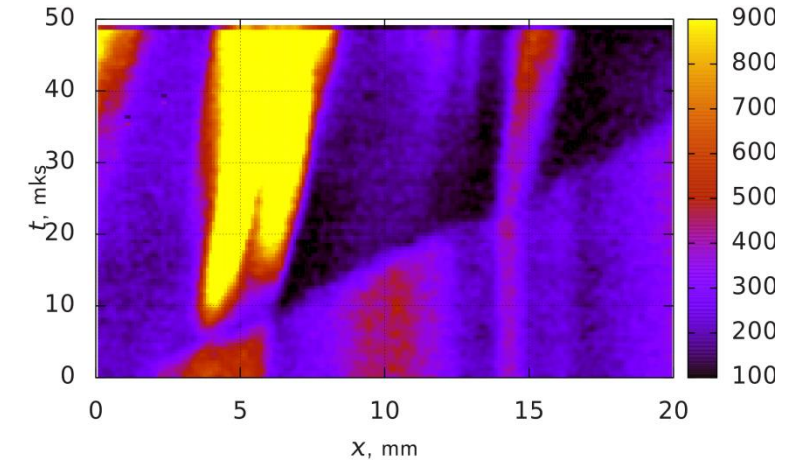
Высокая теплота и температура реакции, низкое газовыделение

Особенности нанотермитов:

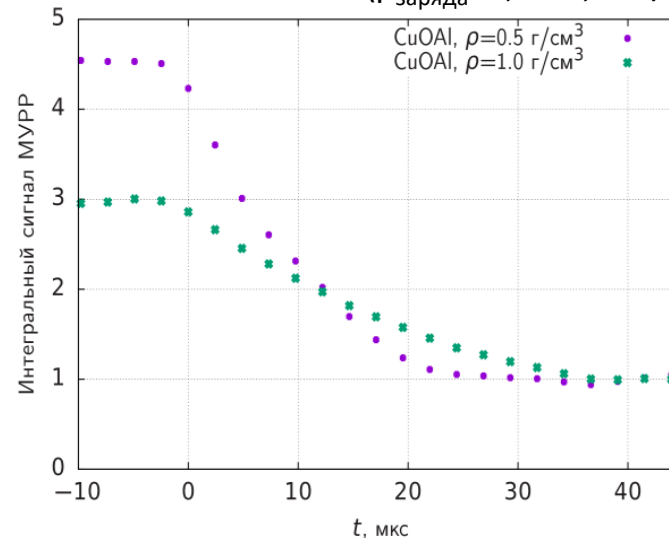
- Высокая скорость горения (до 2000 м/с);
- Малая энергия инициирования;
- Способность к горению в тонком слое (0,1мм и менее);
- Увеличение плотности заряда приводит к снижению скорости горения нанотермита.



Изменение интенсивности проходящего излучения для нанотермита CuO/Al ($\rho_{\text{заряда}}=0,50-0,60 \text{ г/см}^3$)



Изменение интенсивности проходящего излучения для нанотермита CuO/Al ($\rho_{\text{заряда}}=0,90-1,10 \text{ г/см}^3$)

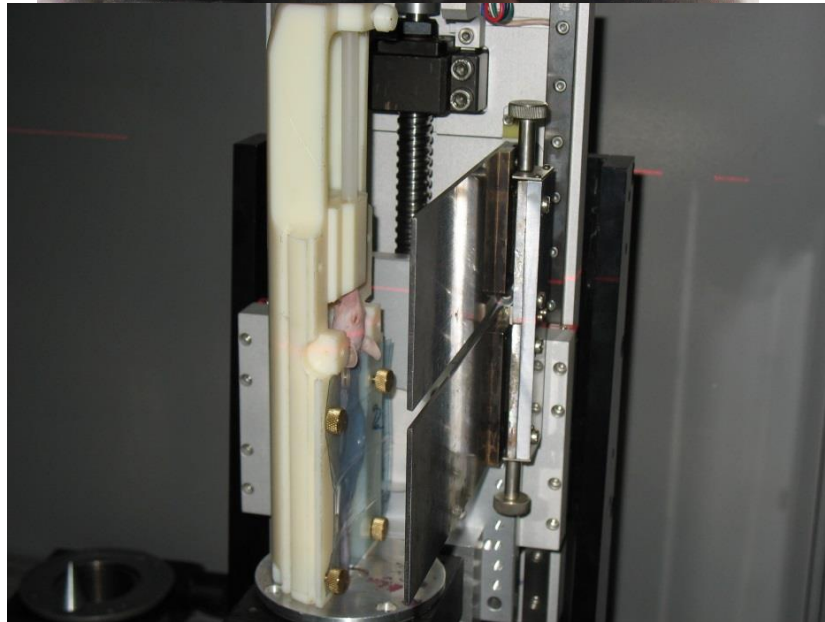


Динамика интегрального сигнала МУРР для композиции CuO/Al при разной плотности заряда

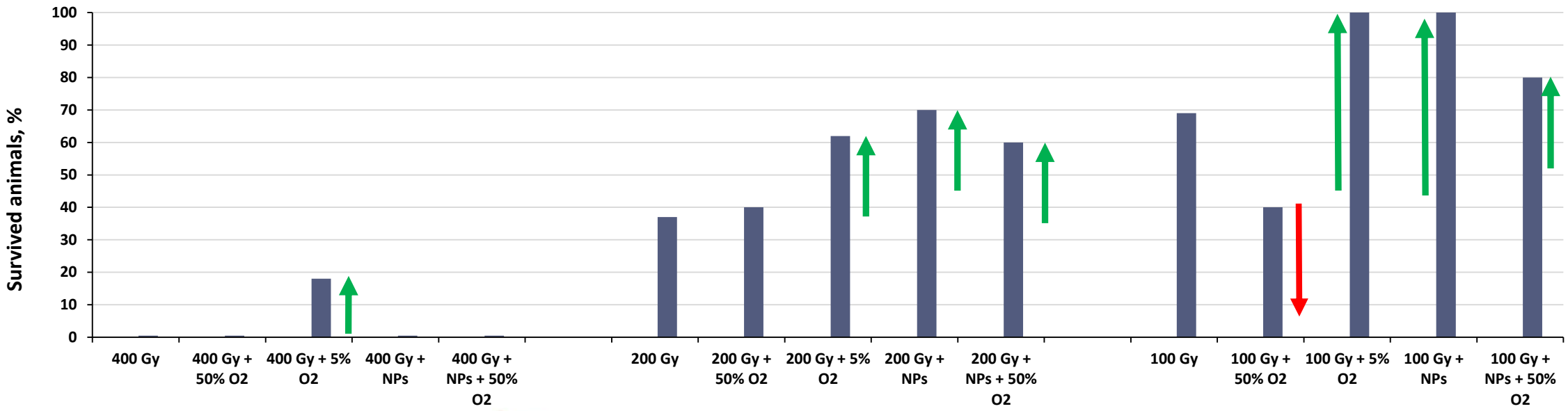
Скорость горения заряда при плотности заряда $0,50-0,60 \text{ г/см}^3$ составляет $720 \pm 50 \text{ м/с}$, при увеличении плотности заряда $0,90-1,10 \text{ г/см}^3$ процесс горения замедляется до $500 \pm 50 \text{ м/с}$.

В продуктах реакции уплотненных зарядов, наблюдается существенное количество гидроксида меди в виде пленок.

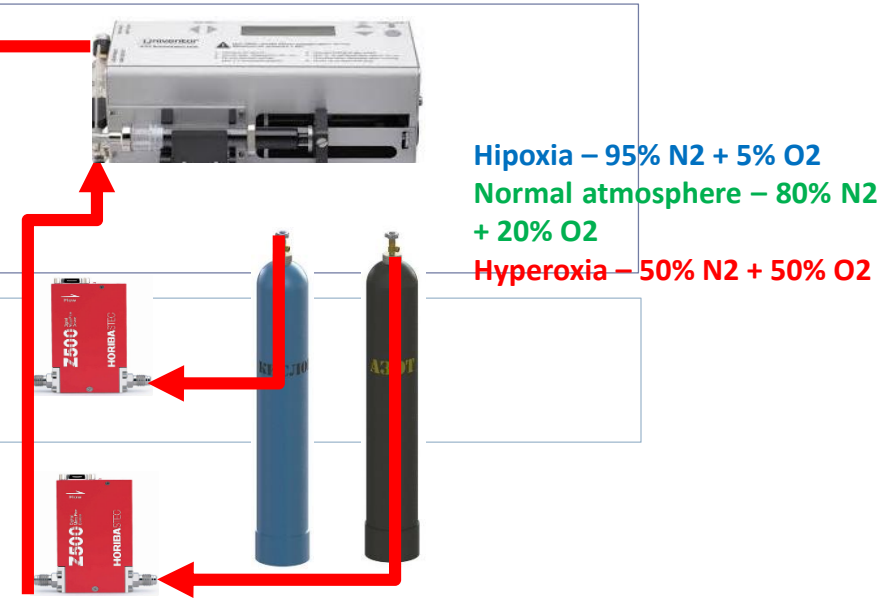
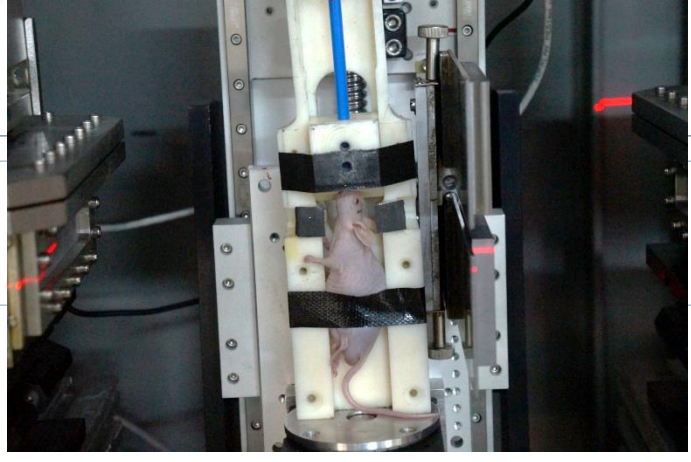
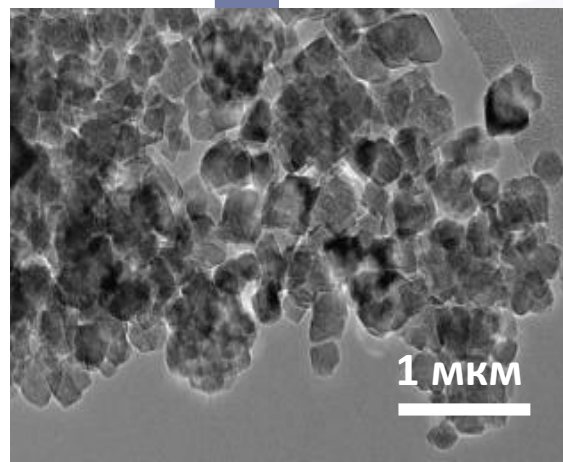
Исследования терапевтической эффективности в условиях гипоксии



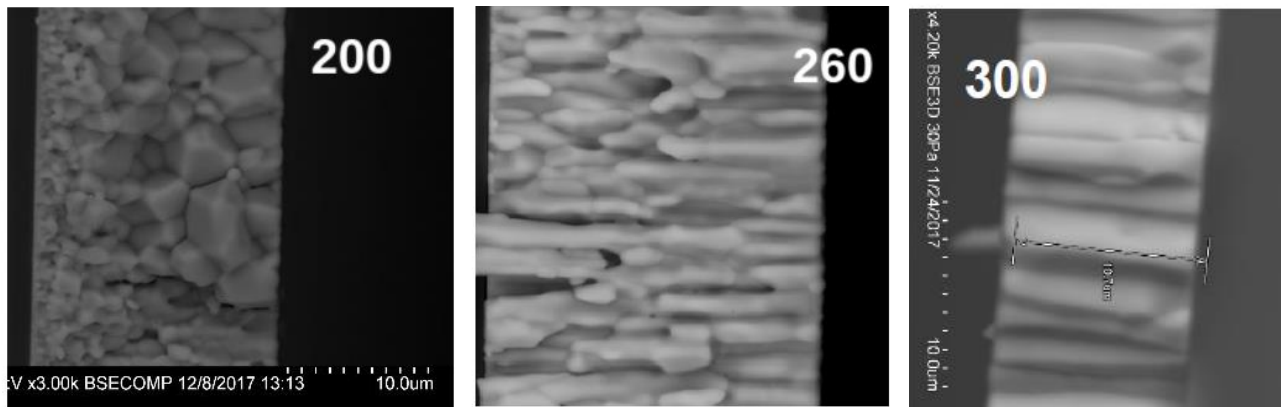
Исследования эффективности лучевой терапии в условиях гипоксии вызванной наночастицами марганца.



Intravenous
MnO 45 mg/kg



Тонкоплёночные сцинтилляционные экраны для прецизионной вычислительной рентгеновской томографии гидратосодержащих образцов



Зависимость структуры плёнки от температуры подложки

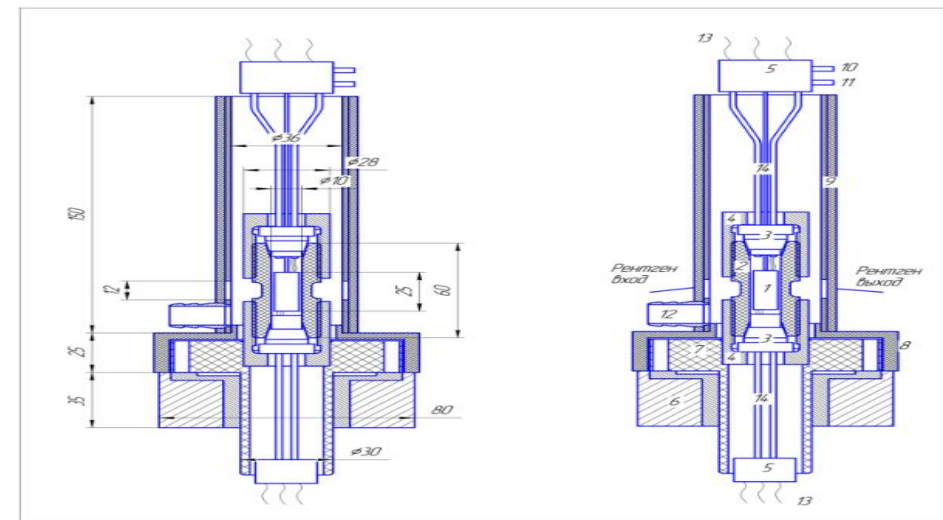
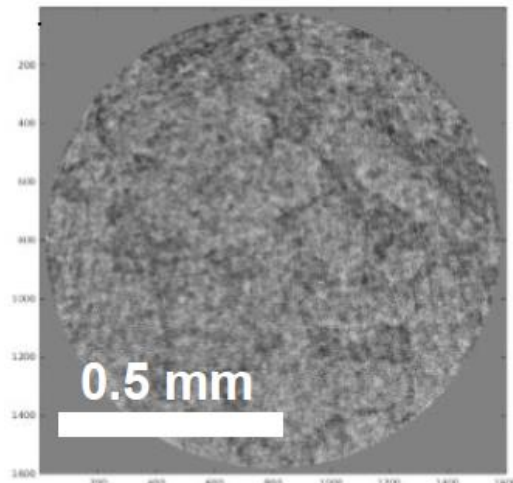
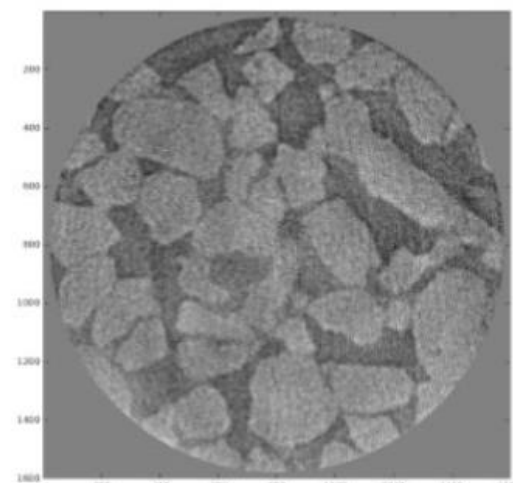


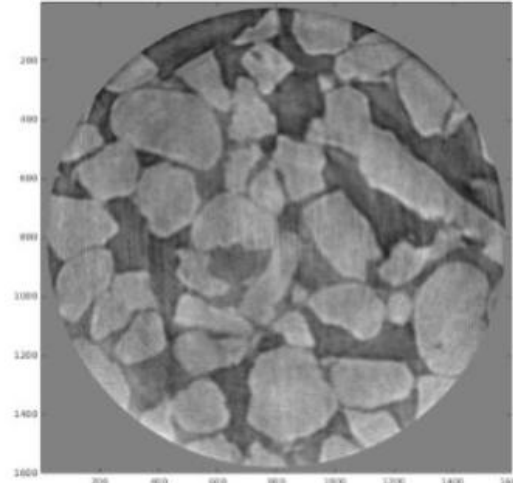
Схема ячейки высокого давления для проведения исследований методами рентгеновской томографии



180 проекций



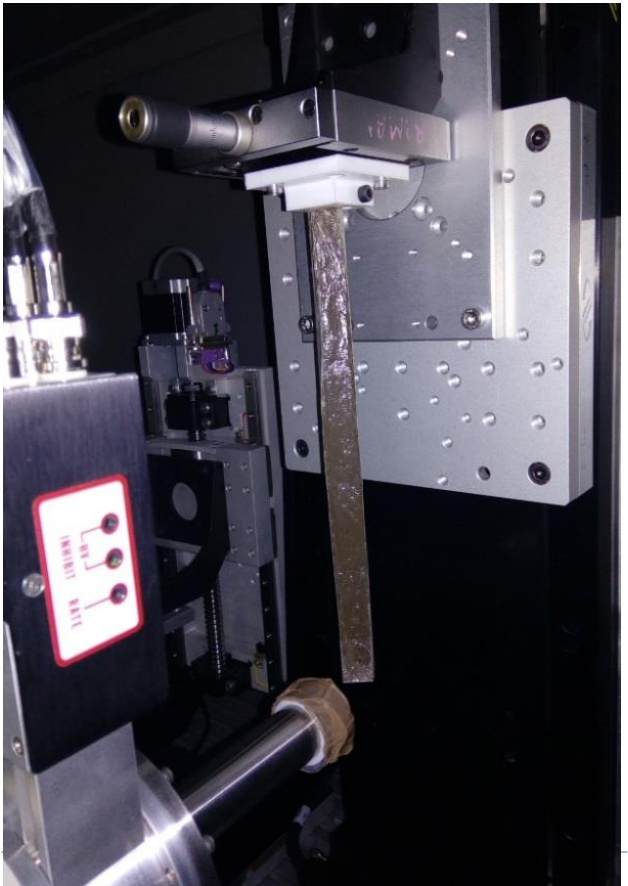
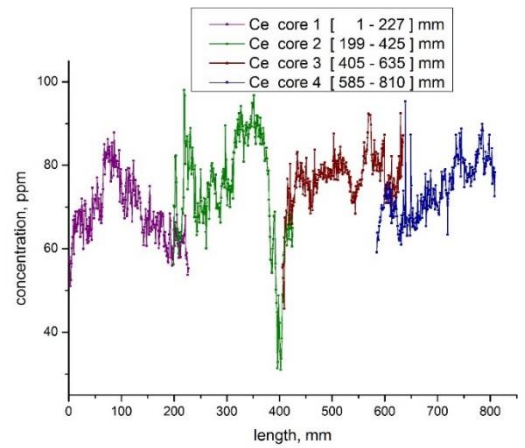
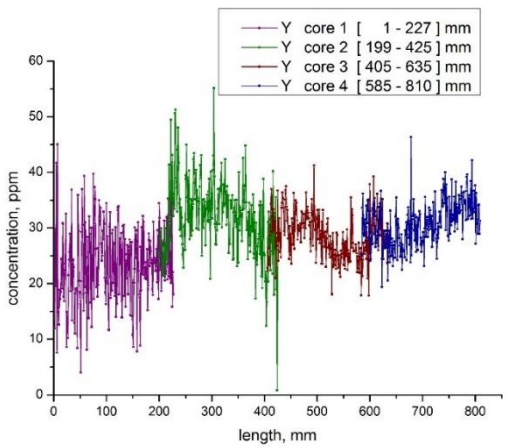
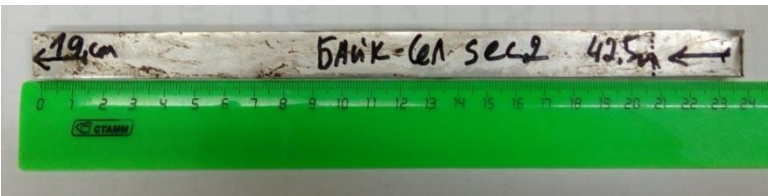
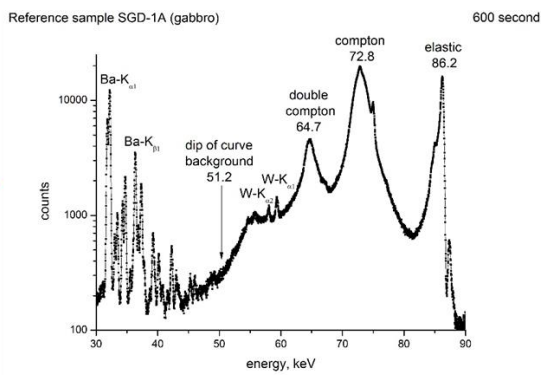
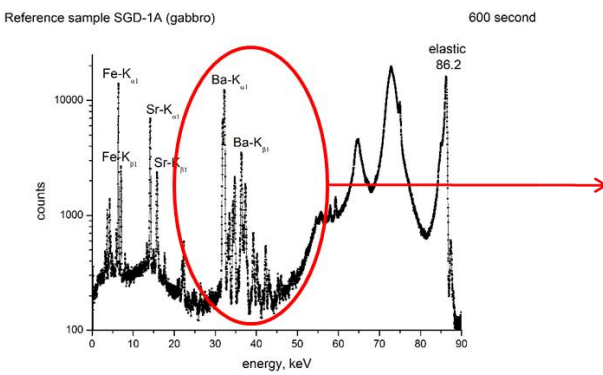
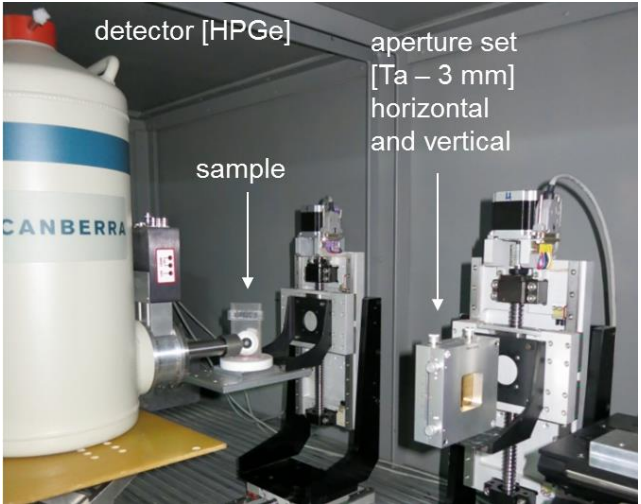
720 проекций



7200 проекций

Распределение песководной среды в экспериментальной ячейке для наработки газогидратов полученное методом локальной томографии

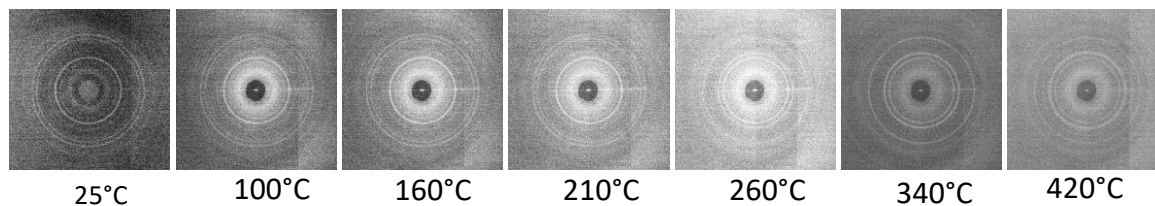
РФА-СИ на ВЭПП-4М



In Situ исследование процессов восстановления Co_3O_4 в сверхкритическом изопропанолe с использованием жёсткого синхротронного излучения

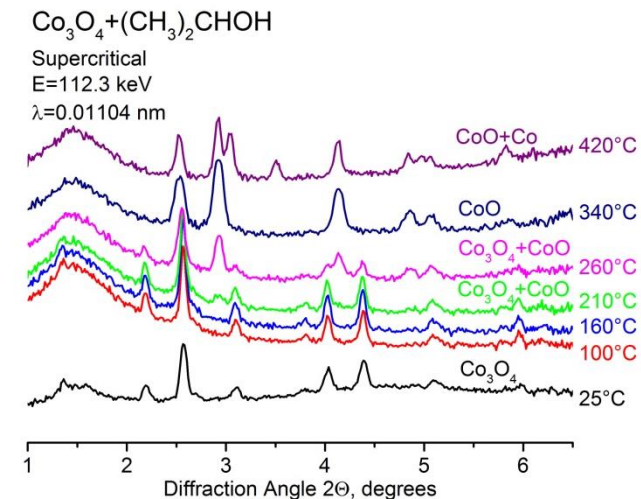
В связи с развитием химической технологии, появлением новых материалов и совершенствованием инженерных решений технологии сверхкритических флюидов (СКФ) становятся все более экономически привлекательными для проведения различных химических процессов (экстракция, сепарация, химические реакции). Подходы, использующие СК состояние вещества, позволяют создавать уникальные функциональные материалы, которые сложно, а иногда и невозможно получить с помощью традиционных подходов. Известно, что изопропанол в СК состоянии ($T_{\text{crit}} = 235^\circ\text{C}$, $P_{\text{crit}} = 53$ бар) позволяет восстанавливать оксид кобальта (Co_3O_4) при температурах ниже, чем при использовании в качестве восстановителя водорода [1]. В частности, методом ферромагнитного резонанса показано, что эта особенность СК изопропанола позволяет избежать высокотемпературного спекания металлических частиц при восстановлении и делает СК изопропанол перспективным восстановителем для получения дисперсных металлических кобальтовых катализаторов [2].

Для выявления последовательности фазовых превращений в процессе восстановления Co_3O_4 в условиях СК изопропанола проведен рентгеноструктурный эксперимент с использованием излучения высокой энергии на канале № 8 источника синхротронного излучения ВЭП-4М с энергией электронов 4,5 ГэВ. Взвесь порошка оксида кобальта в изопропанолe была помещена в стеклянный отпаянный капилляр с наружным диаметром 1 мм и внутренним диаметром 0.5 мм, который располагался на расстоянии 650 мм от детектора рентгеновского излучения. Образец нагревали потоком горячего воздуха до температуры 420°C . Для минимизации поглощения излучения в стенках капилляров энергия излучения дифракционного эксперимента составила 112,3 кэВ ($\lambda=0,01104$ нм).



В условиях сверхкритического изопропанола восстановление Co_3O_4 начинается при 210°C и преобразуется в оксид кобальта CoO при температуре $210\div 340^\circ\text{C}$. При более высокой температуре появляется металл Co с кубической структурой.

Проведенный эксперимент демонстрирует возможность исследования методами рентгеновской дифракции в жестком диапазоне энергий фотонов



1. Gubin, S.P., Buslaeva, E.Y.: Supercritical isopropanol as a reducing agent for inorganic oxides. // *Russ. J. Phys. Chem. B.* **3**, 1172–1186 (2009).
2. Nesterov, N.S., Simentsova, I.I., Yudanov, V.F., Martyanov, O.N.: A comparative FMR study of the reduction of Co-containing catalysts for the Fischer–Tropsch process in hydrogen and supercritical isopropanol. // *J. Struct. Chem.* **57**, 90–96 (2016).

Станция прецизионной дифрактометрии в жестом рентгеновском диапазоне



- Исследование поликристаллических материалов с высоким угловым разрешением и с использованием эффекта резонансного рассеяния.
- Исследование поликристаллических и аморфных материалов методами интегрального анализа дифрагированной интенсивности.
- Исследование упорядоченных структур, тонких пленок, многослойных покрытий, структуры поверхности в условиях скользящего падения излучения на образец.



Работы на метрологической станции «Космос» на ВЭПП-4

Калибровка кристаллов для ВНИИТЭФ (г. Снежинск)

область использования – наблюдение за высокотемпературной плазмой
 Методом кривой качания измерено спектральное разрешение и коэффициент отражения

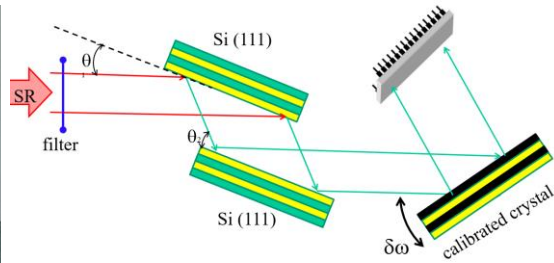
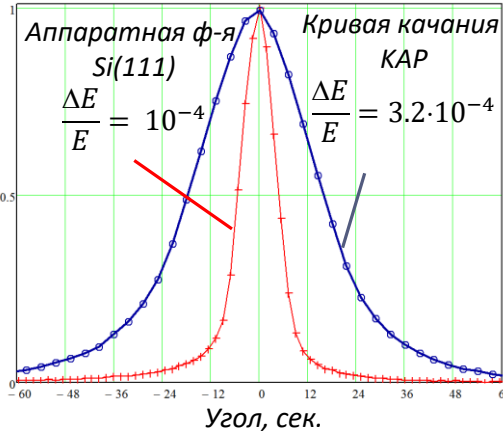
Калибровка ПЗС для ВНИИЭФ (г. Саров)

область использования – установка класса «мегасайенс» УФЛ-2М,
 наблюдение за плазмой
 Методом эталонного детектора измерена абсолютная чувствительность.



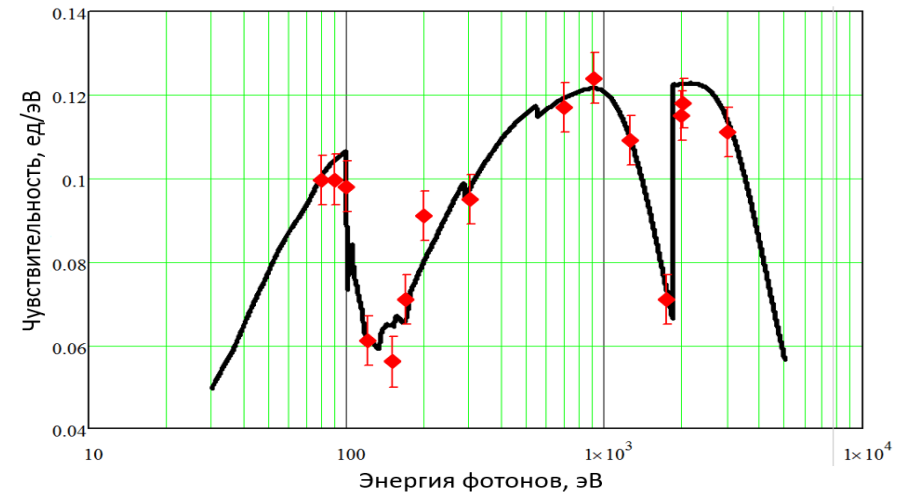
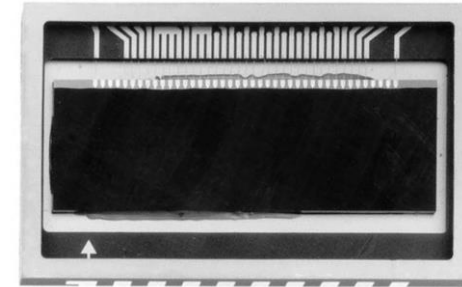
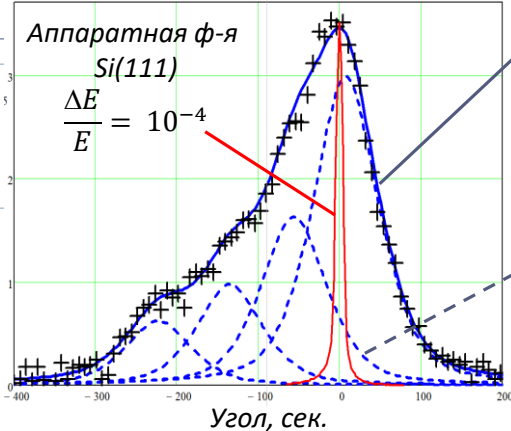
Бифталат калия (КАР)
 $E = 3$ кэВ

$R_{max} = 35\%$



Слюда
 $E = 3$ кэВ

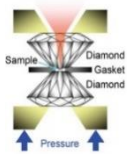
$R_{max} = 2.2\%$



♦ - экспериментальные точки

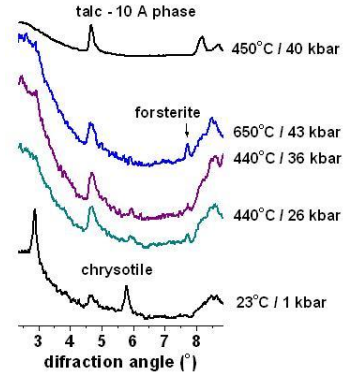
— аппроксимация параметрической функцией вида

$$S(E) = S_0 \cdot \left(e^{-\frac{d_C}{\lambda_C(E)}} \cdot e^{-\frac{d_{SiO_2}}{\lambda_{SiO_2}(E)}} \cdot e^{-\frac{d_{Al}}{\lambda_{Al}(E)}} \right) \cdot \left(e^{-\frac{d_{Si}}{\lambda_{Si}(E)}} \cdot \left(1 - e^{-\frac{D_{Si}}{\lambda_{Si}(E)}} \right) + K \cdot \left(1 - e^{-\frac{D_{Si}}{\lambda_{Si}(E)}} \right) \right)$$

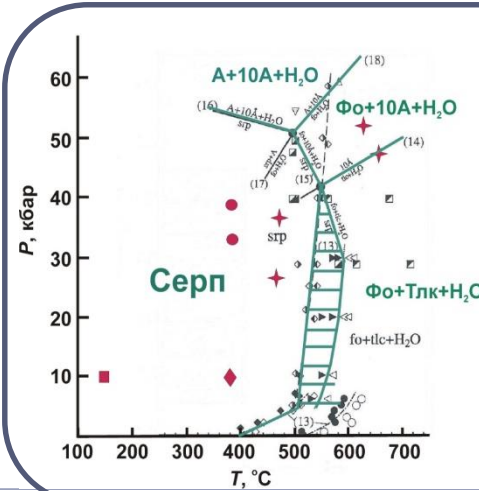


1. Экспериментальное моделирование реакции дегидратации серпентина $Mg_3Si_2AlO_5(OH)_4$ в присутствии водно-солевого флюида в связи с проблемами метаморфизма в зонах субдукции

РФФИ 18-05-00312-а



Дифрактограммы серпентина (хризотила) и продуктов его разложения (форстерит, тальк)



Соотношение полей устойчивости серпентина (Серп) и продуктов его разложения (высокобарические фазы «10 Å» и «А», тальк (Тлк), форстерит (Фo)), по данным Ulmer 1999.

Р-Т условия наших экспериментов:

- необратимая аморфизация хризотила при «сухой» загрузке
- ◆ начало разложения хризотила в избытке H_2O
- и в присутствии NaCl
- ★ разложение хризотила на форстерит и талькоподобную фазу

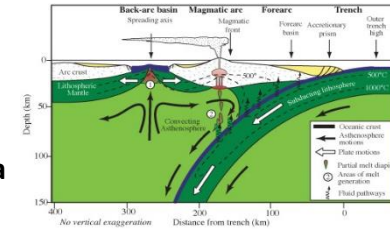


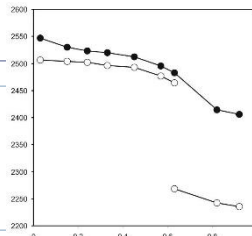
Схема субдукции литосферной плиты

Уменьшение активности H_2O во флюиде в присутствии NaCl приводит к снижению температуры дегидратации серпентина более чем на 200°C и образованию только безводных фаз – продуктов разложения. Наблюдаемый температурный сдвиг может быть поводом для пересмотра тепловых градиентов внутри субдуцирующей литосферной плиты.

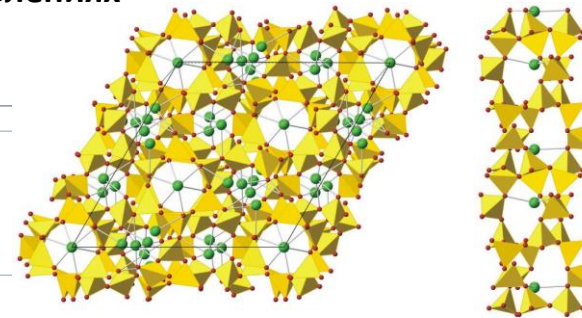
А.Ю. Лихачева, С.В. Горяйнов, С.В. Ращенко, О.Г. Сафонов (2019) Известия РАН. Серия физическая (в печати)

2. Изучение механизмов деформации микропористых силикатов и стабилизирующей роли молекул H_2O в их структуре при высоких давлениях

РФФИ 16-05-00401-а



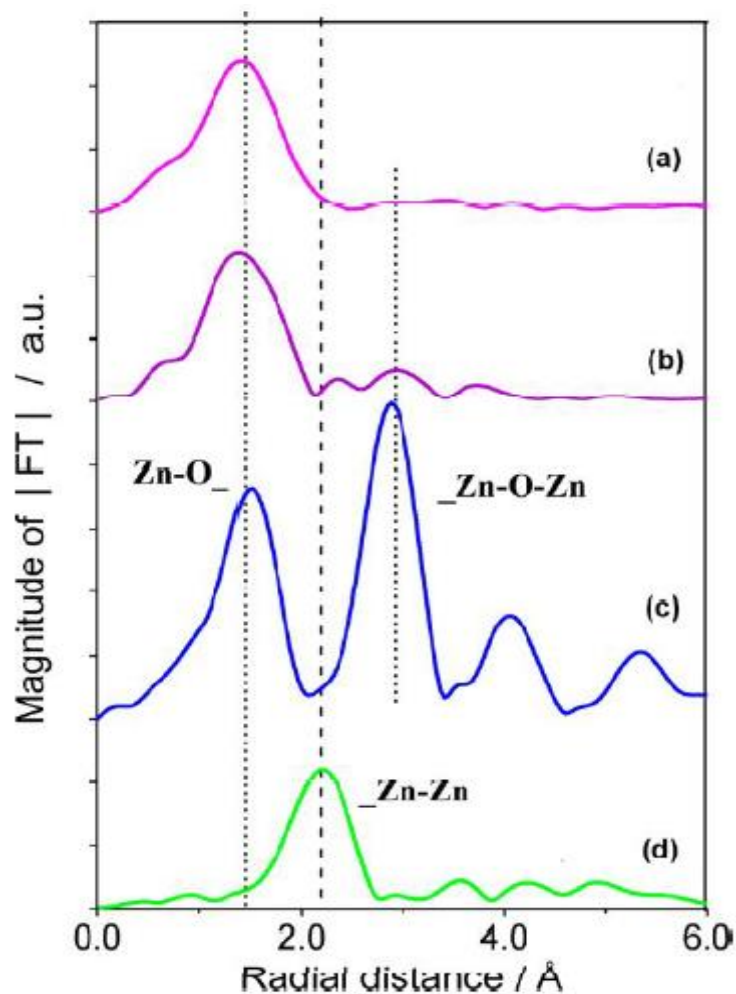
Объем э.я. исходного вайракита (●) и его дегидратированной формы (○) в зависимости от давления



Структурная модель фазы высокого давления дегидратированного вайракита $Ca_2[Al_2Si_4O_{12}]$: (а) – проекция вдоль с-оси; (б) – трубчатый фрагмент каркаса с катионами Ca^{2+} на оси трубки.

Тригональное искажение структуры дегидратированного вайракита $Ca_2[Al_2Si_4O_{12}]$ с миграцией внекаркасных катионов Ca^{2+} в крупные полости – типичная реакция каркасных структур типа ANA на сжатие в отсутствие опорных молекул H_2O .

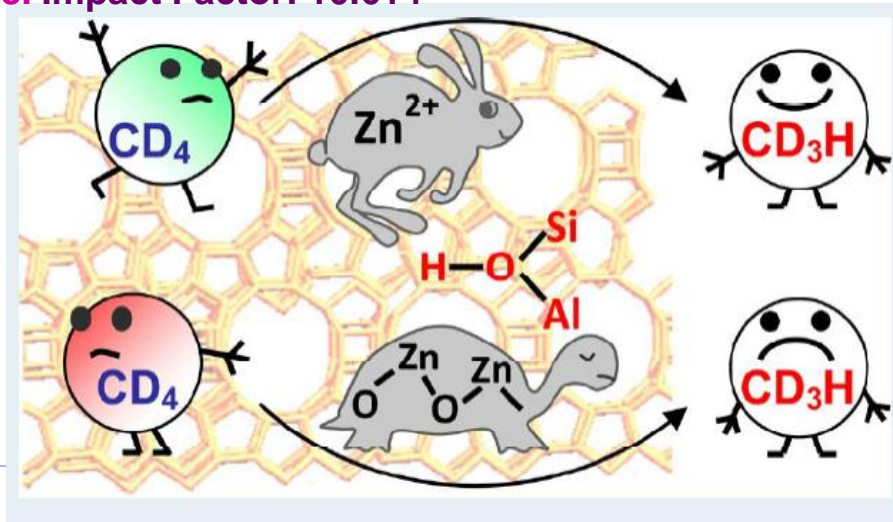
Исследование катализаторов активации метана – модифицированные цинком нанесенные системы на цеолиты (ZSM-5)

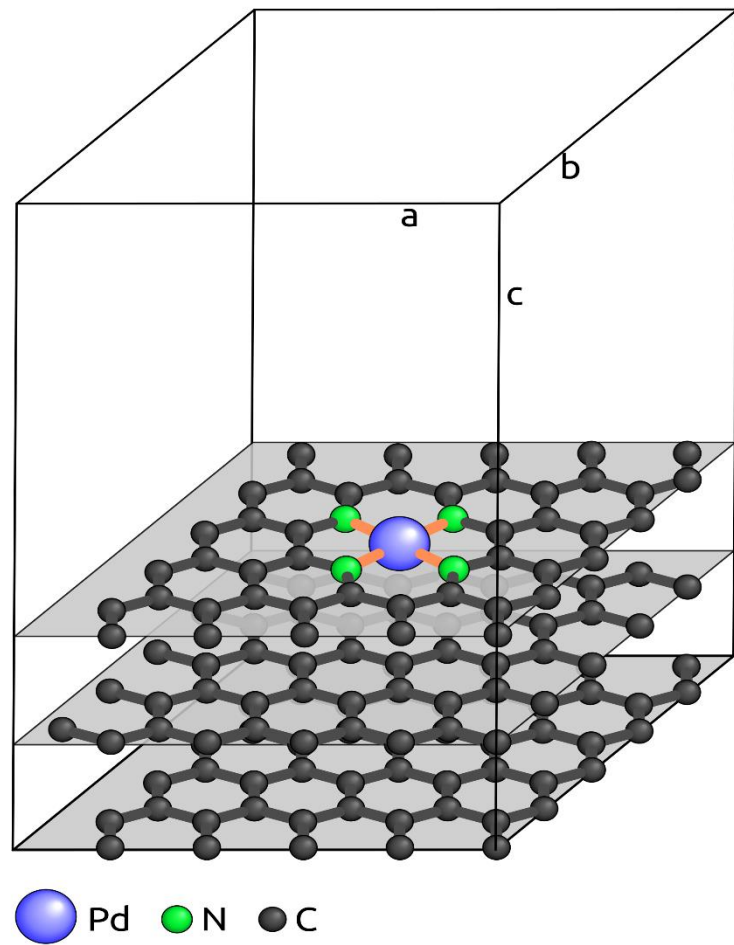


ФРРА локального окружения цинка для исследованных образцов: а) $Zn(2+)/ZSM-5$; б) $ZnO/ZSM-5$; в) ZnO - оксид; д) Zn - фольга.

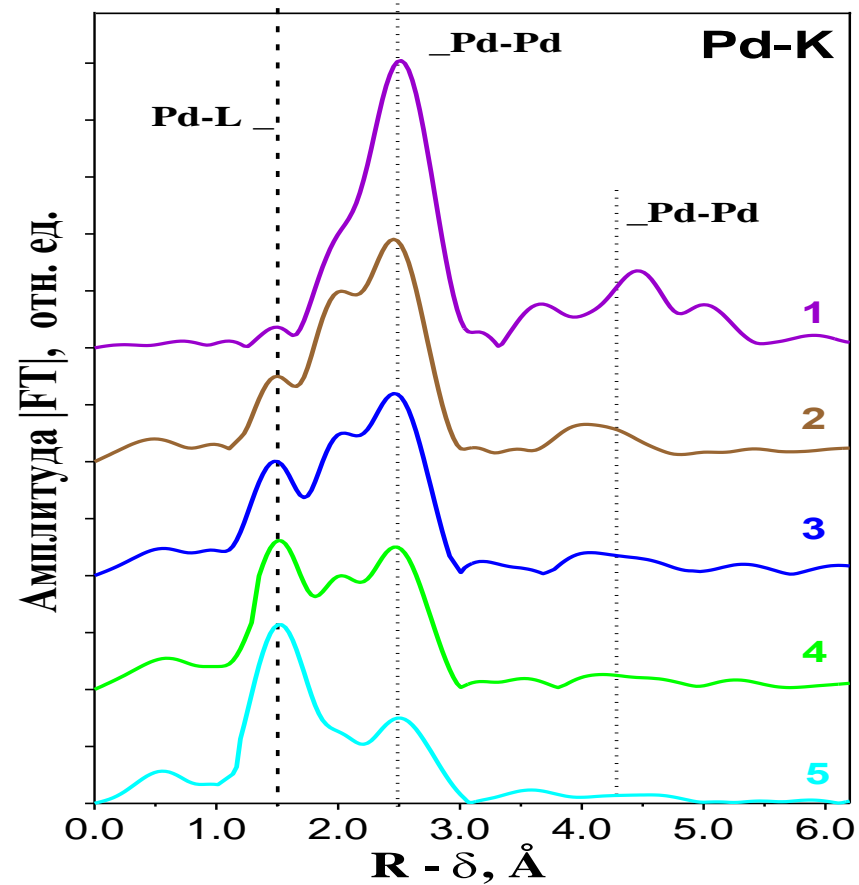
Методом EXAFS спектроскопии выполнено исследование локальной структуры и генезиса каталитических наносистем $\sim 1\%Zn/ZSM-5$, перспективных для активации метана. Показано присутствие изолированных ионов $Zn(2+)$ и/или оксидных наноструктур ZnO в нанесенном активном компоненте в зависимости от способа приготовления и предыстории образца. Установлено, что только катионы $Zn(2+)$ в Zn -модифицированном цеолите могут эффективно активировать метан для реакции ароматизации метана с высшими алканами.

Gabrienko A.A., Arzumanov S.S., Kriventsov V.V. et al. Different Efficiency of Zn^{2+} and ZnO Species for Methane Activation on Zn -Modified Zeolite. ACS Catalysis. 2017. V.7. N3. P.1818. Impact Factor: 10.614





Функции РРА для исследованных образцов : 1) Pd фольга (*0.25); 2) 0.6% Pd/N-УНВ; 3) 0.3% Pd/N-УНВ; 4) 0.15 Pd/N-УНВ; 5) 0.05% Pd/N-УНВ.



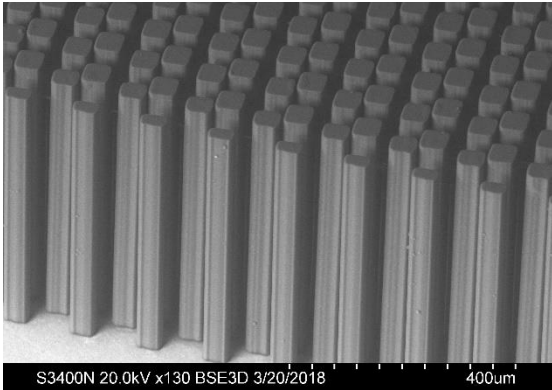
Исследована природа активных центров низкопроцентных (0,05-0,6%) Pd/N-УНВ (азот-содержащих углеродные нановолокна) катализаторов. Установлено, что Pd находится в двух состояниях, соотношение определяется концентрацией Pd. При низких (0,05-0,15%) концентрациях Pd находится в виде отдельных атомов, стабилизированных взаимодействием с поверхностными атомами N-УНВ. Предложена модель углеродной структуры, которая содержит в графеновом слое дефекты с четырьмя атомами азота наподобие порфирина. С помощью расчетов показано, что такие дефекты прочно взаимодействуют с атомами Pd и поэтому могут быть центрами стабилизации атомарного палладия. Увеличение концентрации Pd на поверхности N-УНВ выше 0.15 масс.% приводит к формированию преимущественно металлических наночастиц.

Станция “Глубокая рентгенолитография и LIGA”

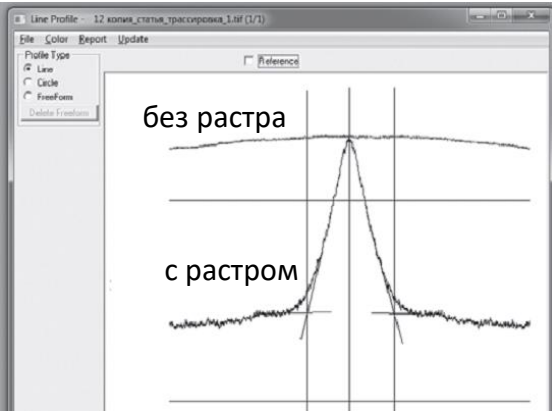
РФФИ 17-42-540396 р_а (ИЯФ СО РАН, ИГиЛ СО РАН)

Цель проекта – разработка метода изготовления антирассеивающих растров для повышения качества рентгенографии.

СЭМ-фотография заготовки для гальванического изготовления высокоаспектного антирассеивающего растра – массив 40 мкм столбиков высотой 380 мкм из резиста SU-8 на проводящей подложке, получен на СИ ВЭПП-3



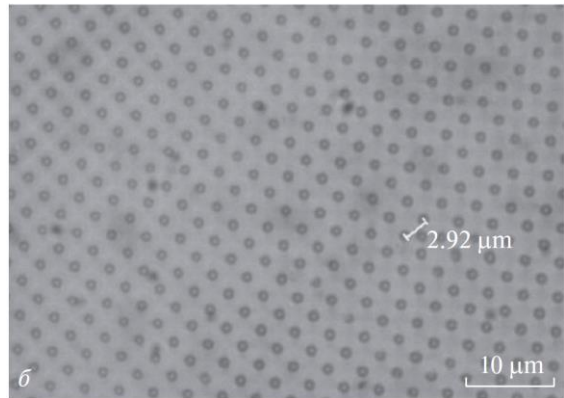
С июля 2018 года ВЭПП-3 не работал как источник синхротронного излучения. Как следствие, довести работы до получения полноценных высокоаспектных золотых решеток не удалось. Поэтому для отработки методик исследований влияния антирассеивающих растров на излучение рентгеновских аппаратов и рентгенографических экспериментов использовались изготовленные ранее по подобной технологии растры из никеля.



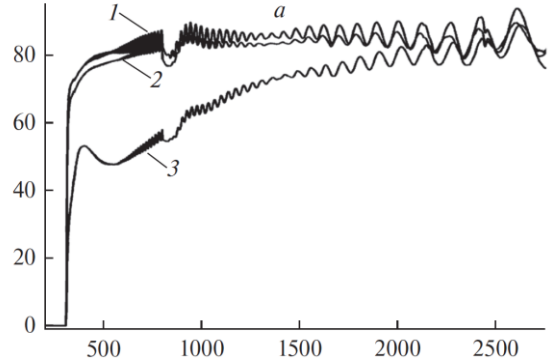
Влияние антирассеивающего растра из Ni на распределение в дальнем поле излучения трубки с гауссовским фокусом.

РФФИ 18-29-20090 (ИК им. А.В.Шубникова РАН, ИЯФ СО РАН)

Цель проекта – создание новых оптических элементов на основе периодически расположенных субволновых столбчатых и острых структур типа фазированной антенной решетки с целью повышения эффективности регистрации и нелинейно-оптического преобразования ИК-излучения. Маской для выращивания таких структур будут пленки ПЭТ (лавсан) толщиной 10 мкм с регулярными массивами пор диаметром 1 мкм.

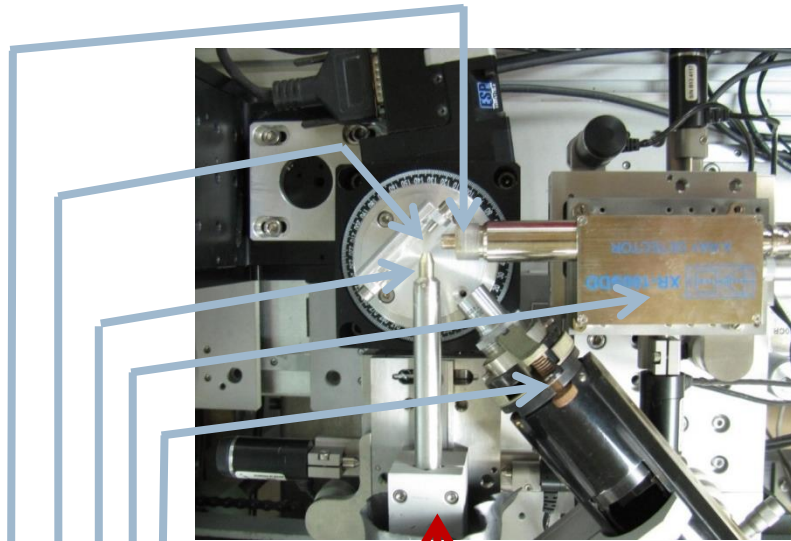


Пористая пленка ПЭТ с периодической Структурой пор ~1 мкм, полученная после облучения на СИ ВЭПП-3 в режиме 1.2 ГэВ



Спектры пропускания: 1 – исходная пленка; 2 – облученная пленка; 3 – пленка с порами.

Перенос модуля «Конфокальный Рентгеновский Микроскоп»
со станции «РФА-СИ» ЦКП СЦСТИ (ИЯФ СО РАН) на станции КИСИ (НИЦ «Курчатовский институт»):
«РКФМ» и «РТ-МТ»



↑ СИ

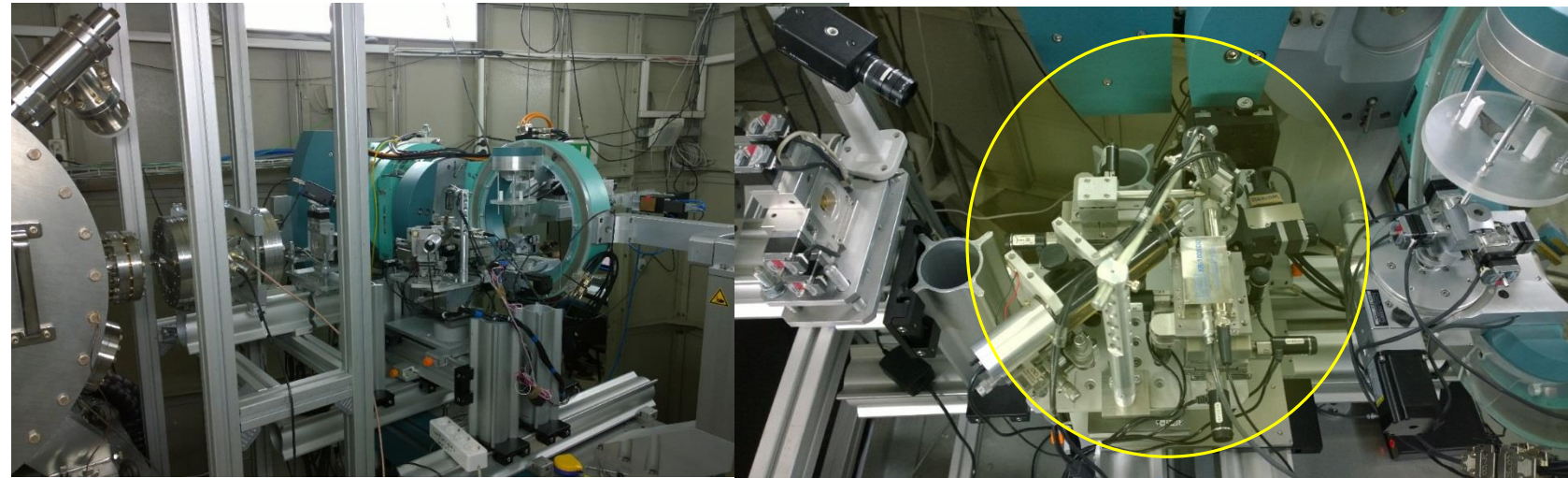
- Микроскоп с видеокамерой
- Детектор рентгеновского излучения
- Первая (фокусирующая СИ) поликапиллярная линза
- Образец (в фокусе модуля)
- Коллиматор или вторая (собирающая флуоресценцию) рентгеновская поликапиллярная линза

Свойства модуля:

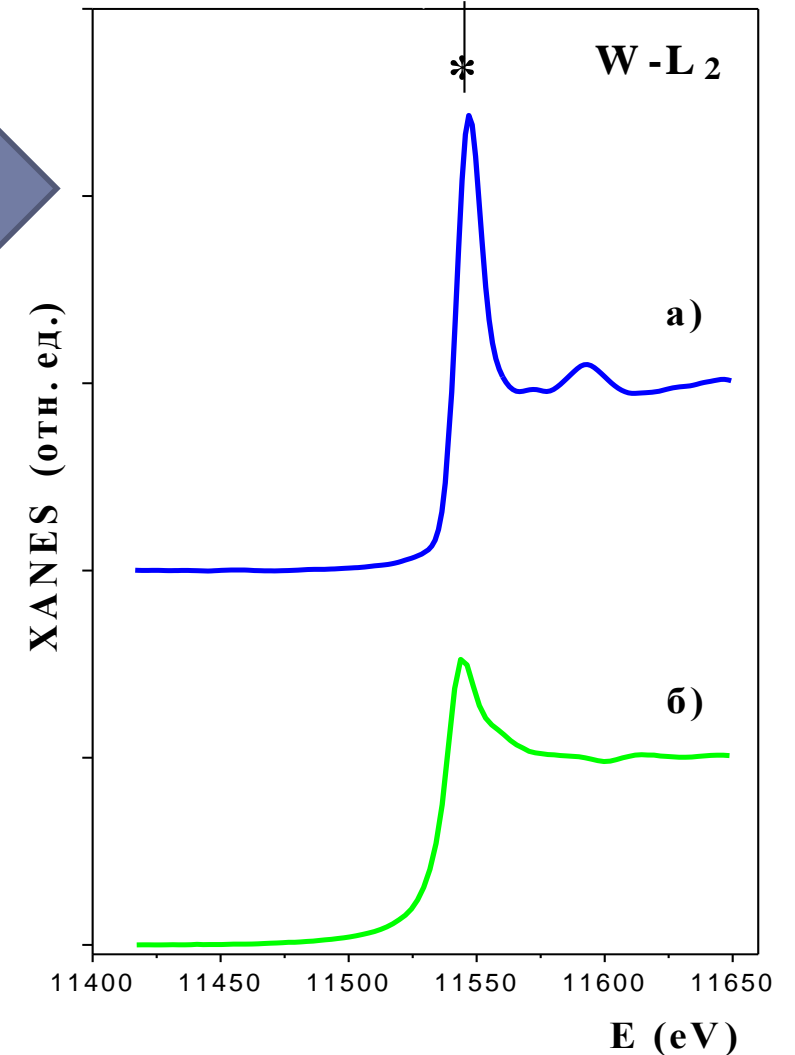
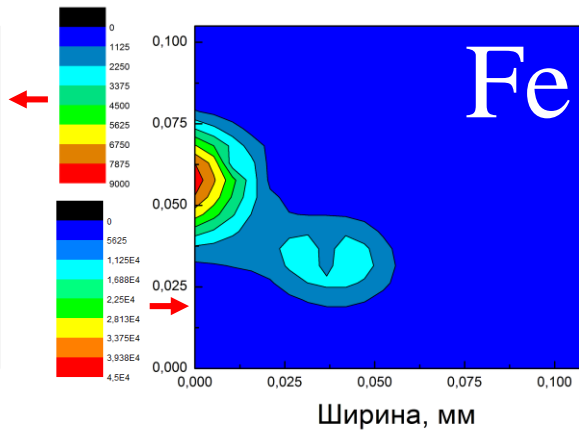
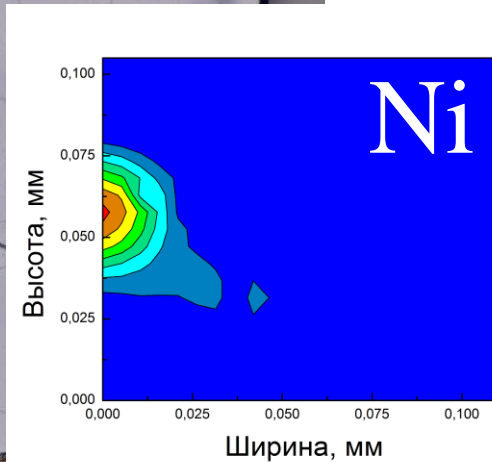
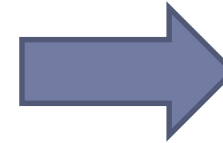
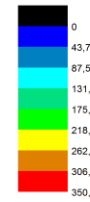
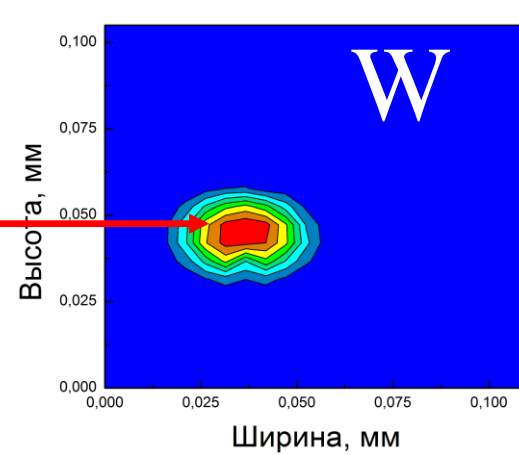
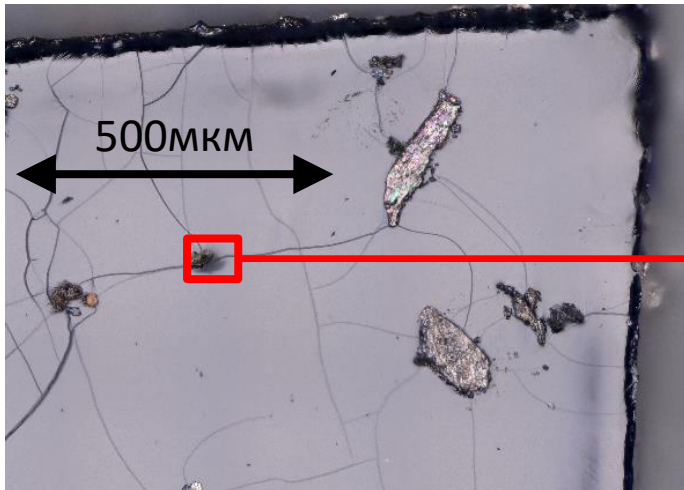
Перемещение образца: по 3 координатам, ± 12.5 мм (± 0.1 мкм)

Размер пятна возбуждения: регулируемый – от 10 мкм до 70 мкм

Диапазон энергий возбуждающих и флуоресцентных фотонов: 6 – 25 кэВ



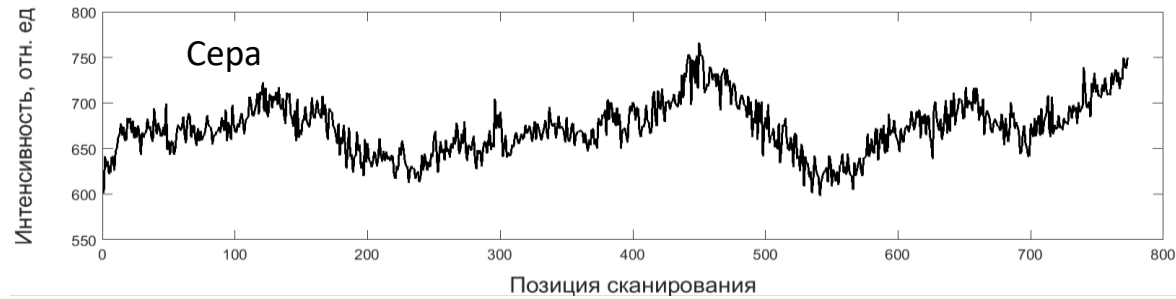
Методика исследования микрообъектов



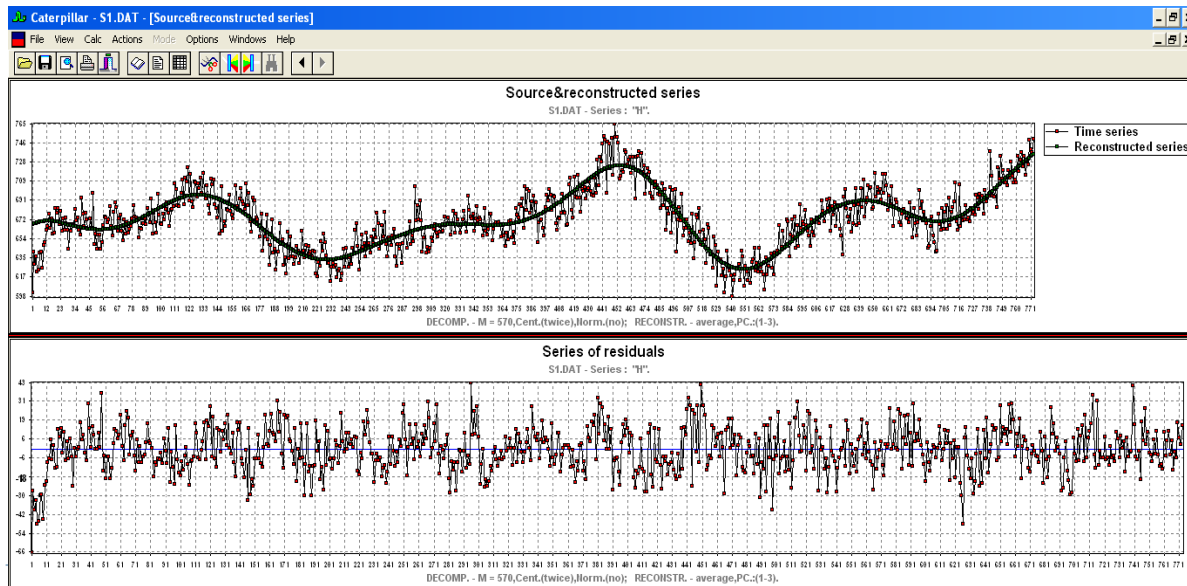
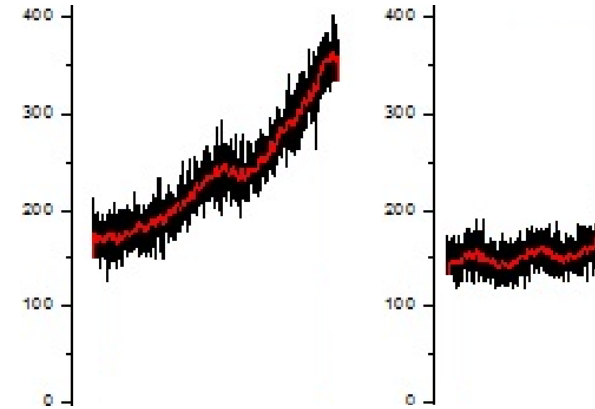
E=15кэВ, 21*22 точки, шаг 5 мкм, время набора в точке 60 секунд

Нормированные спектры XANES (W-L₂ край) для исследованных образцов: а) образец частицы метеорита, б) W – фольга, репер.

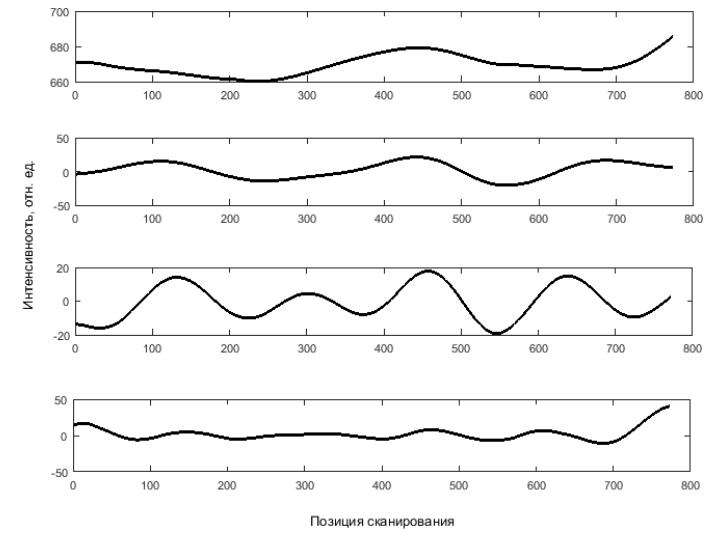
Отработка методики анализа биологических циклов по периодическим колебаниям химических элементов в волосах человека



Экспериментальное распределение серы в волосе

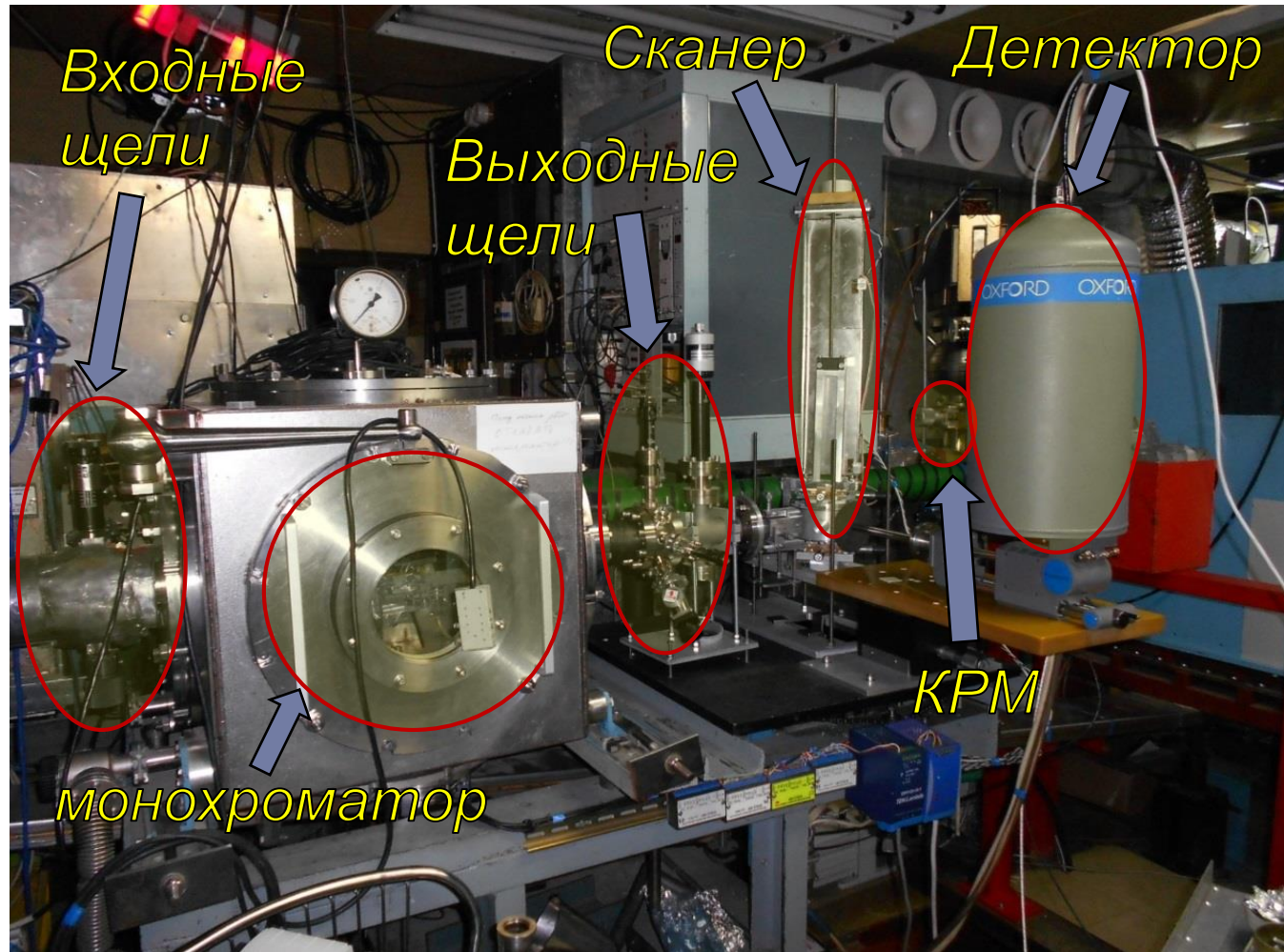


Математическая обработка методом SSE (программа «Гусеница 1.0»)



Выявленные характерные циклические колебания, соответствующие различному масштабу

Экспериментальная станция «РФА-СИ»



Основные характеристики:

- Монохроматор: кристалл Si (111)
- Диапазон энергий: 6 – 41 кэВ
- Выходные щели:
Горизонталь: 0,05 – 11 мм
Вертикаль: 0,05 – 2 мм
- Детектор: Oxford Instruments
- Максимальный ход сканера: 300 мм

В 2018 году опубликовано по результатам работ на 3 канале ВЭПП-3:

	РИНЦ	Scopus	WOS
Статьи	9	3	5
Тезисы	16		

Дела, мероприятия и индикативные параметры 2018 г

- ▶ SFR 2018, 25-28 августа 2018 г, более 150 участников, около 20 иностранных участников



- ▶ Выполнение плановых действий, завершение и отчет по проекту поддержки ЦКП Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения (СЦСТИ)
- ▶ Публикации для отчетов по проектам РНФ, ЦКП и государственному заданию (более 50 статей WOS, SCOPUS, РИНЦ).
- ▶ Работы по разработке ускорительных систем, пользовательской инфраструктуры и станций для проекта источника СИ СКИФ



Планы на 2019 г.

- ▶ Реализация существующих соглашений по обеспечению возможностей проведения исследований с использованием СИ для сторонних пользователей в рамках ЦКП Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения (СЦСТИ)
- ▶ Запуск новых станций
 - ▶ «Прецизионная дифрактометрия и рефлектометрия в жестком рентгеновском диапазоне»
 - ▶ Станция для обучения методикам с использованием СИ
- ▶ Запуск и эффективное использование оборудования приобретенного в рамках проекта поддержки ЦКП СЦСТИ
- ▶ Общее количество ожидаемых публикаций не меньше 11
- ▶ Участие в работах по разработке нового источника СИ СКИФ и пользовательских станций

