

Винокуров З.С., Гольденберг Б.Г., Дарьин Ф.А., Завьялов А.П., Кривенцов В.В., Кулипанов Г.Н., Купер К.Э., Маликов А.Г., Назьмов В.П., Николенко А.Д., Тен К.А. Толочко Б.П., Шарафутдинов М.Р., Шмаков А. Н., Золотарев К.В.

Эксперименты с использованием СИ на ВЭПП-3 и ВЭПП-4М в 2022г.

Научная сессия ИЯФ СО РАН

2.03.2023





СИ – ВЭПП-4М

- 10 "Космос" ВУФ и МР Метрология
- 8а Жесткая рентгеноскопия
- 8b Экстремальное состояние вещества
- 8с «Плазма»
- 3 Прецизионная дифрактометрия и и рефлектометрия (в стадии запуска)
- 1 Технологическая (учебная) станция

СИ - ВЭПП-З

- 0а LIGA-технология и рентгеновская литография
- Оb Субмикросекундная диагностика
- 2 Прецизионная дифрактометрия и аномальное рассеяние
- Локальный и сканирующий рентгенофлуоресцентный элементный анализ
- 4 Дифрактометрия при высоких давлениях
- 5а Рентгеновская микроскопия и томография
- 5b Дифракционное "кино"
- 6а Прецизионная дифрактометрия-2
- 6 Люминесценция с временным разрешением
- 7 Диагностика и обратная связь
- 8 EXAFS-спектроскопия



Источники СИ в ИЯФ СО РАН

и экспериментальные станции



Статистика работ с использованьем СИ в 2022 г.

Время СИ на ВЭПП-4М



Время СИ на ВЭПП-3



	Πн	Βт	Ср	Чт	Πт	Сб	Bc			Πн	Βт	Ср	Чт	Πт	Сб	Bc	
1	27	28	29	30	31	1	2	Январь	27	27	28	29	30	1	2	3	Июль
2	3	4	5	6	7	8	9		28	4	5	6	7	8	9	10	•
3	10	11	12	13	14	15	16		29	11	12	13	14	15	16	17	•
4	17	18	19	20	21	22	23		30	18	19	20	21	22	23	24	•
5	24	25	26	27	28	29	30		31	25	26	27	28	29	30	31	•
6	31	1	2	3	4	5	6	Февраль	32	1	2	3	4	5	6	7	Август
7	7	8	9	10	11	12	13		33	8	9	10	11	12	13	14	
8	14	15	16	17	18	19	20		34	15	16	17	18	19	20	21	•
9	21	22	23	24	25	26	27		35	22	23	24	25	26	27	28	
10	28	1	2	3	4	5	6	Март	36	29	30	31	1	2	3	4	Сентябрь
11	7	8	9	10	11	12	13		37	5	6	7	8	9	10	11	
12	14	15	16	17	18	19	20		38	12	13	14	15	16	17	18	
13	21	22	23	24	25	26	27		39	19	20	21	22	23	24	25	
14	28	29	30	31	1	2	3	Апрель	40	26	27	28	29	30	1	2	Октябрь
15	4	5	6	7	8	9	10		41	3	4	5	6	7	8	9	
16	11	12	13	14	15	16	17		42	10	11	12	13	14	15	16	
17	18	19	20	21	22	23	24		43	17	18	19	20	21	22	23	
18	25	26	27	28	29	30	1	Май	44	24	25	26	27	28	29	30	
19	2	3	4	5	6	7	8		45	31	1	2	3	4	5	6	Ноябрь
20	9	10	11	12	13	14	15		46	7	8	9	10	11	12	13	
21	16	17	18	19	20	21	22		47	14	15	16	17	18	19	20	
22	23	24	25	26	27	28	29		48	21	22	23	24	25	26	27	
23	30	31	1	2	3	4	5	Июнь	49	28	29	30	1	2	3	4	Декабрь
24	6	7	8	9	10	11	12		50	5	6	7	8	9	10	11	
25	13	14	15	16	17	18	19		51	12	13	14	15	16	17	18	
26	20	21	22	23	24	25	26		52	19	20	21	22	23	24	25	
27	27	28	29	30	1	2	3	Июль	53	26	27	28	29	30	31	1	Январь

Режимы работы комплекса ВЭПП-3/ВЭПП-4М для экспериментов с использованием СИ

- 1. ВЭПП-3 Е=2 ГэВ, I = 120 50 мА
- 2. ВЭПП-3 Е=1.2 ГэВ, I = 100 50 мА, для экспозиций на станции «ЛИГА-технологии»
- 3. ВЭПП-4 Е=1.9 ГэВ, I = 15 5 мА, для работ на станции «Метрология»
- 4. ВЭПП-4 Е=4.5 ГэВ, I = 20 5 мА
- 5. П-4 Е=4.5 ГэВ, I = 20 5 мА
- 6. Совместная работа на ВЭПП-3 и ВЭПП-4М одновременно
- 7. ВЭПП-4 E=2.5 3.5 ГэВ, I = 20 5 мА для работы на станции «Метрология» в режиме мягкой рентгеновской спектроскопии
- 8. Работа на «Технологической станции» совместно с экспериментами «КЕДР»

Статистика работ с использованьем СИ в 2022 г.



Индикативные параметры за 2022 г

- Опубликовано 35 статей (WoS, Scopus), более 26 статьи и тезисов (РИНЦ)
- Договоры о сотрудничестве с 41 организацией
- Получен грант в форме субсидии по теме «Новые подходы к созданию источников синхротронного излучения» (336 млн. руб. , 2021-2023 гг.)
- Составлен отчет по работам 2022 г в рамках гранта по теме «Новые подходы к созданию источников синхротронного излучения», отчет принят с небольшими замечаниями
- Проведена международная конференция SFR-2022
- Участие в разработке пользовательских станций «СКИФ».

Планы на 2023 г

- Работы с использованием СИ, обеспечение потребностей пользователей ЦКП СЦСТИ
- Изучение прототипов узлов для каналов СИ и станций «СКИФ»
- Разработка пользовательских станций для проекта «СКИФ»

Конференция SFR-2022



Synchrotron and Free electron laser Radiation: generation and application (SFR-2022)



27-30 июня 2022

- 183 участника
- 80 устных докладов и 105 стендовых
- 7 секций
 - Более 60 публикаций в журналах: «Известия РАН, серия физическая» и «Поверхность, синхротронные и нейтронные исследования»
- Формат смешанный



Исследование потока микрочастиц (пыление) синхротронной радиографией.

К.А. Тен^{1,2}, Л.И. Шехтман¹, П.А. Пиминов¹, Б.П. Толочко^{1,3}.и др.

Цели и Задачи.

- **1.** С помощью регистрации СИ провести исследования потоков облака частиц вольфрама, ускоренных сильной ударной волной.
- 2. Получить <mark>динамику распределения плотности</mark> вдоль пылевого облака .
- 3. Провести одновременную запись рентгеновского кино СИ, показаний PDV (Photon Doppler Velocimetry) и пьезодатчика.



Общий вид новой станции «Субмикросекундной диагностики» на ускорителе ВЭПП-3





Постановка 1546. (а) – схема направления пучка СИ: 1 – заряд ВВ, 2 – сталь ной диск, 3 – порошок из микрочастиц вольфрама, 4 – детектор, 5 - датчики; (б) – схема расположения датчиков: 1 – пьезодатчик, 2 – индикаторная танта ловая фольга с коллиматором PDV, 3 – индикаторное кварцевое стекло с кол лиматором PDV



Результаты экспериментов. DIMEX



Слева: Постановка 1546. желтая полоса – направление пучка СИ: 1 – заряд ВВ, 2 – стальной диск, 3 – порошок из микрочастиц вольфрама, 4 – детектор, 5 - датчики; Справа: Распределение линейной массы от координаты и времени



Результаты экспериментов. DIMEX



Постановка экспериментов-2

Слева: Постановка 1547. желтая полоса – направление пучка СИ: 1 – заряд ВВ, 2 – стальной диск, 3 – порошок из микрочастиц вольфрама, 4 – детектор, 5 - датчики; Справа: Распределение линейной массы от координаты и времени

Технологическая станция СИ, ВЭПП-4М («Учебная станция»)

Технологическая станция СИ - стенд для обучения будущих специалистов основам экспериментальной работы на СИ в форматах проведения экскурсий и выполнения курсовых и дипломных работ.

Также этот стенд удобен для тестирования новых элементов аппаратуры для синхротронных экспериментов, например, рентгеновских детекторов

В 2022 году на Станции выполняли работы: 1 диплом, 9 курсовых студентов 2 курса ФФ НГУ, науч. руководители: Б.Г. Гольденберг, Л.И. Шехтман, А.Н. Шмаков.

Примеры работ: 1) – регистрация профиля исходного и монохроматического пучка СИ;

- 2) измерение энергетического спектра СИ;
- измерение спектров пропускания вещества;
- 4) исследование влияния поляризации СИ на рассеяние;
- 5) автоматизация проведения экспериментов;
- 6) основы РФА СИ;
- 7) измерение ВАХ ионизационной камеры для мониторинга СИ







keV







Работы на станции «Космос»

Отработка схемы одновременной регистрации спектрального пропускания и флуоресценции и исследуемых образцов в MP диапазоне (2-9 кэВ)



Позволяет получать дополнительную информацию об образце. Пользователи проявляют большой интерес. За 2022 год снято более 300 флуоресцентных спектров. Разрабатывается новый специализированный детектор. Аппаратура и отработанная методика будет использованы на источнике СКИФ.



Результат измерений



Работы на станции «Космос»

Отработка гибридной оптической схемы «Многослойное зеркало+ кристалл» для МР (480-3000 эВ)



В ИФМ РАН заказаны многослойные зеркала с периодом, равным периоду органических кристаллов КАР. Зеркало устанавливается первым и исключает радиационные повреждения кристалла. Схема позволяет охватить мягкий спектр вплоть до К-края кислорода (543 эВ). Получены тестовые спектры. Пользователи проявляют большой интерес и готовят образцы. Аппаратура и отработанная методика будет использованы на источнике СКИФ.

Продемонстрирована работоспособность схемы на примере XANES спектра К-края Al (1559 эВ)





Разработка фокусирующих оптических рентгеновских схем для полихроматического СИ с использованием рефракционных линз



Схема эксперимента на канале СИ ВЭПП-4





10 – ти элементная рентгеновская линза на юстировочном столе канала СИ ВЭПП-4, изготовленная по нашему техзаданию в ВНИИНМ имени А. А. Бочвара



Энергетический диапазон фокусировки СИ на ВЭПП-4

Результаты работы:

 Впервые для полихроматического излучения зарегистрировано уменьшение размера пучка СИ в 5 раз, несмотря на неоптимальные размеры бункера СИ ВЭПП-4;

 Зарегистрировано увеличение плотности потока рентгеновских квантов в фокусе в 25 раз;
Расчет оптической схемы для СКИФ с данным набором линз показал возможность получения наноразмерных пучков СИ.



Установлена связь структурно-фазового состава лазерных сварных соединений с механическими характеристика, что позволило получить высокопрочные сварные швы





Рентгенограммы (на просвет), полученные с помощью синхротронного излучения 1 – сплав, 2 – сварной шов, 3 – сварной шов после закалки,

4 – сварной шов после искусственное старение

Маликов А.Г., Анчаров А.И. *, Купер К.Э. *, Шарафутдинов М.Р. *

Исследование *in-situ* фазового состава сварных швов алюминиевых сплавов путем нагрева лазерным излучением.



Иллюстрация эксперимента:

Красная стрелка — лазер;

Жёлтая стрелка – указывает на точку нагрева.

Детектор



500

Использование контраста на основе йода при томографических исследованиях лабораторных животных









Исследование донных отложений Чукотского моря.





The local wavelet power spectrum of stack (Zn, Nb, Y, Sr) events using the Morlet wavelet, normalized by $1/s_2$. The black contours demonstrate regions of greater than 95% confidence for a red-noise process with a lag-1 coefficient of 0.72. Yellow lines indicate the «cone of influence» where edge effects can not be neglected. (d)-the global wavelet spectrum(black solid line) and fourier power spectrum (red solid line) normalized by $N/(\sigma_2)$, The blue dashed line is the mean rednoise spectrum assuming a lag-1 of $\alpha = 0.72$. The black dashed line is the 95% confidence spectrum

В результате работы были получены распределения химических элементов вдоль керна донных отложений Чукотского моря. Изучение распределения химических элементов с помощью вейвлет и Фурье анализа(в данный момент проведен анализ только верхнего горизонта донных отложений порядка одного метра) выявило наличие в спектрах некоторых химических элементов статистически значимой периодической составляющей сигнала порядка 10-150 лет, что соответствует цикличностям выявленным для солнечной активности

Атмосферный аэрозоль в высокоширотных районах Мирового океана: физико-химический состав, географическое распределение, основные источники и факторы изменчивости

Проблема исследований природной среды Арктики относится к числу приоритетных и включена в стратегические направления научно-технологического развития Российской Федерации. В последние годы морские экспедиции в Северном Ледовитом океане (СЛО) приобрели регулярный характер. Кроме того, исследования аэрозоля в Российском секторе Арктики проводятся с использованием данных наблюдений на полярных станциях (Баренцбург, Тикси, Мыс Баранова), в самолетных экспедициях. Совокупность получаемой информации позволяет восполнять дефицит данных о характеристиках аэрозоля в атмосфере над СЛО.







В феврале-декабре 2022 г. были проведены камеральные работы по определению элементного состава образцов атмосферных аэрозолей (AA) из российского сектора Арктики и других регионов. Было проанализировано около 400 проб AA, отобранных на арх. Северная земля (о. Большевик), в морских экспедициях 2022, в Новосибирской и Иркутской областях. Данная информация дает возможность изучить пространственно-временную изменчивость аэрозоля высоких широт и определить основные источники его формирования.

Кроме того, проведенные работы позволяют провести сравнительный анализ элементов в образцах аэрозолей на тефлоновых, ацетилцеллюлозных и фильтрах Whatman, определенных альтернативными методами (РФА-СИ и ИСП-МС), используя стандартный раствор высокой чистоты ICP-MS-68A-A-100.

Работы выполняются в рамках проектов Российского научного фонда № 21-77-20025 и проекта «Фундаментальные исследования физико-химических и биохимических свойств частиц в нано-, субмикронном и микронном диапазонах размеров» (АААА-А21-121011390039-8).

1. С.М. Сакерин, И.А. Круглинский, Д.М. Кабанов, Д.А. Калашникова, М.Д. Кравчишина, В.И. Макаров, С.А. Попова, А.О. Почуфаров, Г.В. Симонова, Ю.С. Турчинович, Ф.А. Дарьин. Пространственно-временная изменчивости характеристик атмосферного аэрозоля над Карским, Баренцевым, Норвежским и Гренландским морями (экспедиции 2018-2021 гг.) // Оптика атмосферы и океана. 2022. Т. 35. № 06. С. 447–455.

2. S.A. Popova, V.I. Makarov, F.A. Darin, I.A. Kruglinsky, D.S. Sorokoletov, M.D. Kravchishina. Elemental composition of aerosol in 80th/84th cruises of RV "Akademik Mstislav Keldysh" and at station "Cape Baranov" in 2019-2020 // Proc. SPIE 12341, 28th International Symposium on Atmospheric and Ocean Optics: Atmospheric Physics, 1234143 (7 December 2022).



Nd/Ca

Ni/Cu

В

Maksimchuk, T.; Filonova, E.; Mishchenko, D. et al. High-Temperature Behavior, Oxygen Transport Properties, and Electrochemical Performance of Cu-Substituted Nd1.6Ca0.4 NiO4+δ Electrode Materials. Appl. Sci. 2022, 12, 3747. https://doi.org/10.3390/app12083747

Влияние скорости нагрева на фазообразование продуктов окисления порошка Al-2.3%V в сравнении с Al, применяемым на 3D-принтерах



Методами термогравиметрии с дифференциальной сканирующей калориметрией и рентгенодифракционным с использованием синхротронного излучения проанализированы окислительная особенность и последовательность образования фаз исходного алюминия и сплава Al-2.3%V на воздухе со скоростями нагрева до 100 °C/мин. Установлено, что увеличение скорости нагрева модифицированного порошка Al не оказывает значительного изменения на его термическую устойчивость, которая сопоставима при нагреве со скоростью 10 °C/мин. Наличие в структуре сплава Al3V и Al10V, малое количество γ-Al2O3 должно способствовать консолидации частиц металла и снижению пористости получаемого изделия при селективном лазерном сплавлении.

Планируется к отправке в ФГВ В.Г. Шевченко, Д.А. Еселевич, Н.А. Попов, М.Н. Бакланов, З.С. Винокуров, Г.А. Ким

Оптимизация режима искрового плазменного спекания (ИПС) бифазной керамики Al₂O₃–Ce:YAG и Al₂O₃–Ce:(Y,Gd)AG с привлечением методик СИ





Результаты представлены на SFR-2022, а также в принятой к публикации работе:

Kosyanov D.Yu., Vornovskikh A.A., Shichalin O.O., Papynov E.K., Kosianova A.A., Fedorets A.N., Leonov A.A., Zavjalov A.P., Tikhonov S.A., Liu X., Li J. Reactive SPS of Al_2O_3 -RE:YAG (RE=Ce; Ce+Gd) composite ceramic phosphors // Journal of Advanced Ceramics. IF WoS 2021 = 6.707 (Q1)IF Scopus 2021 = 11.534 (Q1)

α-Al₂O₃ + Y₂O₃ + Gd₂O₃ + CeO₂ или α-Al₂O₃ + Y₂O₃ + CeO₂



Оптимизация режима искрового плазменного спекания (ИПС) бифазной керамики Al₂O₃–Ce:YAG и Al₂O₃–Ce:(Y,Gd)AG с привлечением методик СИ



H A

Λ

ЕХАFS исследование легированных ТіТа слоев, полученных электронно-лучевым способом, после обработки в HNO₃



Данная работа посвящена EXAFS исследованию поверхности легированных танталом слоев титана, сформированных электронно-лучевой наплавкой, после длительной обработки в кипящем растворе HNO3. Методом EXAFS детально исследована локальная структура системы Ti-Ta.

Установлено, что увеличение концентрации Та приводит к неупорядоченному состоянию системы. Образование неупорядоченных структур связано с неравновесностью поверхностного процесса и быстрым охлаждением наплавленных слоев.

Показано влияние концентрации тантала на стойкость исследуемых образцов к окислению.



ЕХАFS исследование Pt-N/графен катализаторов для разложения муравьиной кислоты

Водород является перспективным источником энергии, который мог бы заменить используемые сегодня природный газ или нефть. Однако использование водорода сопряжено с трудностями, связанными с его хранением и транспортировкой. Получение водорода из различных органических соединений с относительно высоким содержанием водорода является современной тенденцией в катализе. Платина способна образовывать одиночные атомы (Single atoms) на поверхности легированного азотом графена, которые могут быть активными центрами в реакции разложения муравьиной кислоты для получения H₂.



Изучены свойства нового катализатора Pt-N/графен получения водорода, путем газофазного разложения муравьиной кислоты. В качестве углеродного носителя использовался графен, легированный атомами азота. Методы РФЭС, ПЭМВР, EXAFS использовались для характеризации синтезированных катализаторов. Установлено, что осаждение платины на N-графен из предшественника H2PtCl6 приводит к получению атомарно-диспергированной платины (Singleatom system), стабилизированной на поверхности N-графена для образцов с концентрацией ~ 0.1 до 2.0%.

Радиационно - химический синтез нового «негазящего» пластика СВМ ПММА для изготовления вакуумных камер ускорителей методом фронтовой полимеризации



Заготовка для вакуумного фланца



Заготовки для передачи ВМФ

Полимер обладает уникальными свойствами: 1) не «пылит в вакууме»; 2) химически стоек ко всем органическим растворителям. В вакуумном объеме, ограниченном изготовленным из СВМ-ПММА фланцем, был получен вакуум 10⁻⁷ Торр. Год назад значения были 10⁻³ Торр. В 2023 г планируем получить 10⁻⁸ Торр.

Проведен анализ молекулярной массы заготовок из CBM-ПММА с использованием метода гель-проникающей хроматографии. Средневесовые молекулярные массы, Мw, и коэффициентов полидиспрености,, составляли соответственно Mw=13421100; D = 3,497.

Особенность полимера - из него можно изготавливать детали больших размеров - до полуметра толщиной - и практически любой формы. Это мировой рекорд. Еще одно свойство материала будущего - это его хорошие механические свойства (приближается к свойствам стали-3). Все дело в особой Его структуре. молекулярная масса составляет 15 миллионов. Вычислять массу с помощью хроматографического метода дальше просто невозможно.



Изготовление вакуумного тест-объема ускорителя. Стадия изготовления – полимеризация объема вместе с фланцами.