

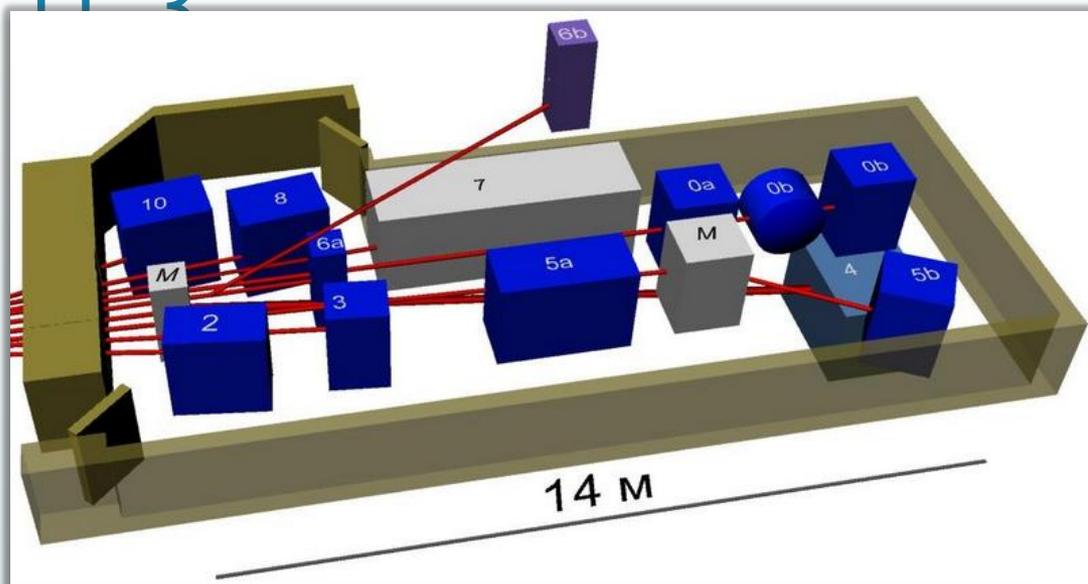


Программа эксперимен- тов с СИ на ВЭПП-3

Статус и возможности

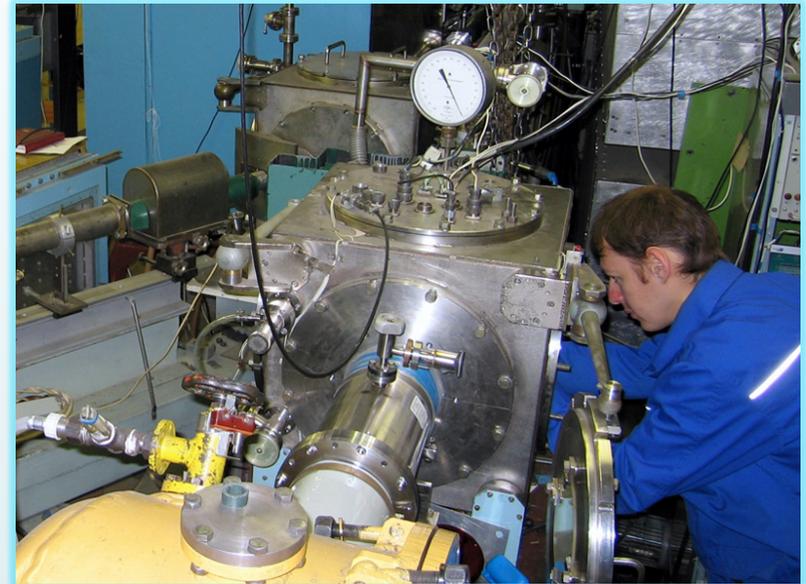
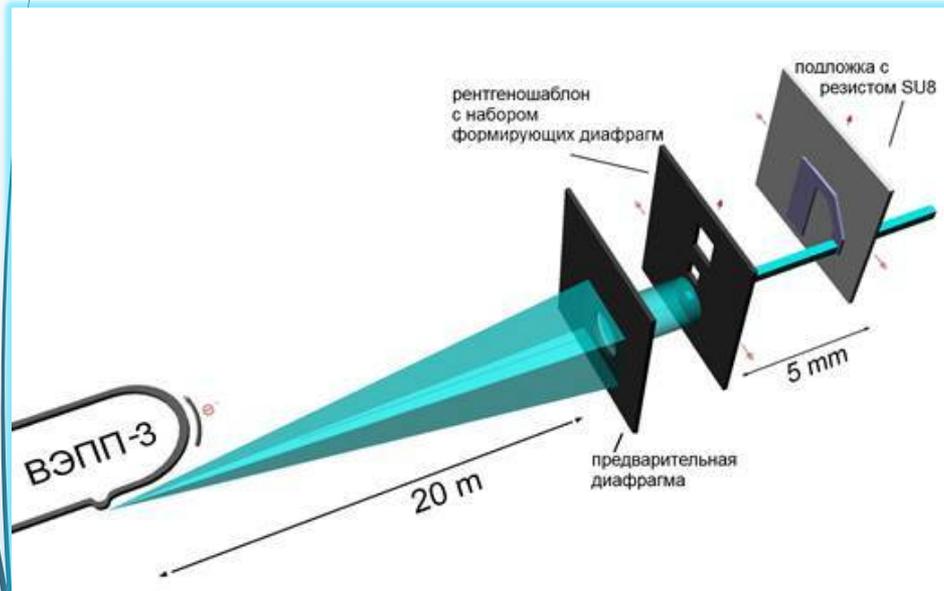
Станции СИ-

1 П 3



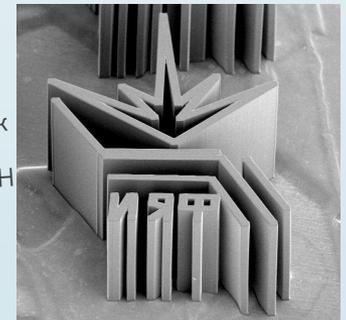
<i>N</i>	<i>Название станции</i>	<i>Ответственный</i>
0a	LIGA-технология и рентгеновская литография	Гольденберг Борис Григорьевич
0b	"Взрыв" – субмикросекундная диагностика	Толочко Борис Петрович
2	Прецизионная дифрактометрия и аномальное рассеяние	Шмаков Александр Николаевич
3	Локальный и сканирующий рентгенофлуоресцентный элементный анализ	Ракшун Яков Валерьевич
4	Дифрактометрия в жестком рентгеновском излучении	Анчаров Алексей Игоревич
5a	Рентгеновская микроскопия и микротомография	Купер Константин Эдуардович
5b	Дифракционное "кино" (дифрактометрия с временным разрешением) и малоугловое рассеяние	Шарафутдинов Марат Рашидович

Экспериментальная станция

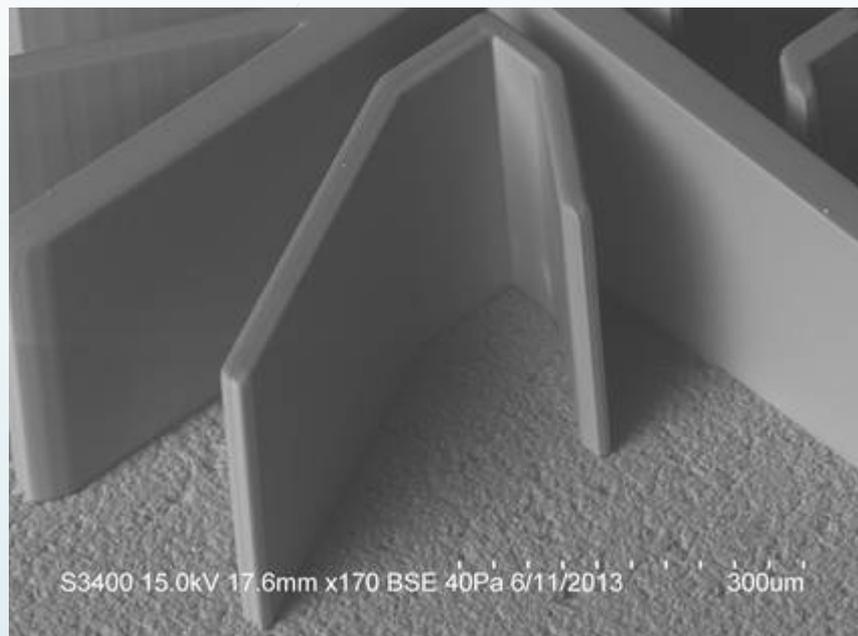


УЧАСТВУЮЩИЕ В РАБОТАХ ОРГАНИЗАЦИИ

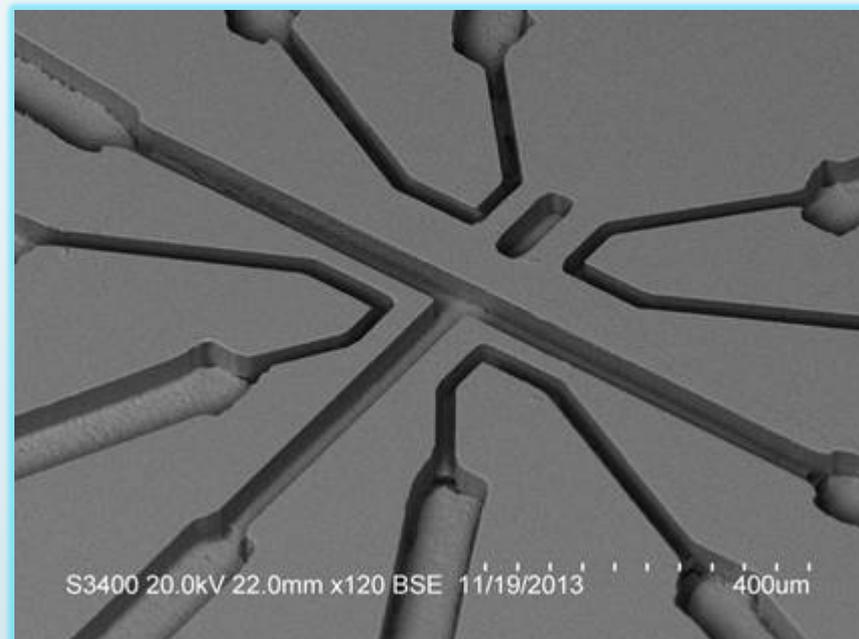
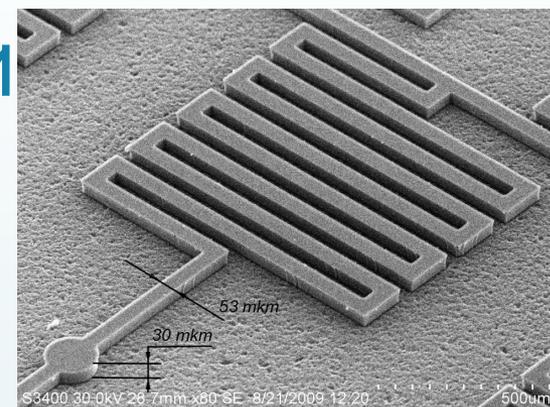
- Институт ядерной физики им. Г.И.Будкера СОРАН, Новосибирск
- Институт цитологии и генетики СОРАН, Новосибирск
- Институт химии твердого тела и механохимии СОРАН, Новосибирск
- Институт автоматики и электрометрии СОРАН, Новосибирск
- Институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СОРАН, Новосибирск



Экспериментальная станция



Высокоаспектные микроламели, изготовленные на МПРЛ прямым рисованием рентгеновским микропучком в толстом слое резиста SU-8, минимальная ширина ламелей 23 мкм, высота структуры 330 мкм.



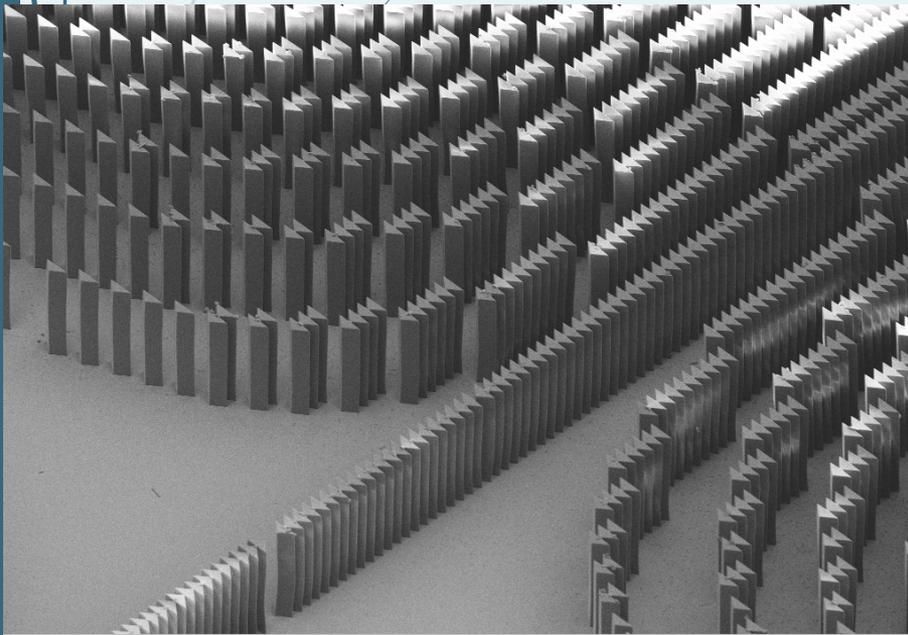
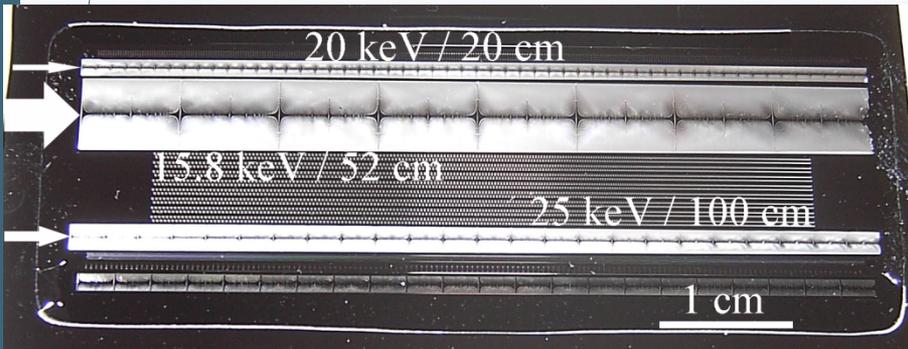
Микрофлюидный модуль, изготовленный из ПММА (листовое оргстекло марки ТОСП) методом глубокой рентгенолитографии с использованием шаблона, созданного с использованием МПРЛ после осаждения на заготовку 30 мкм слоя золота, глубина каналов в ПММА 50 мкм.

Чистая комната

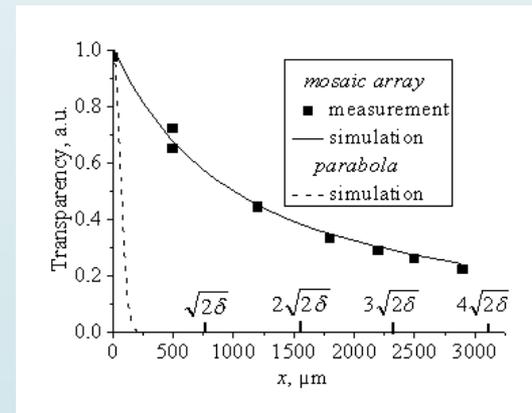


- Специализированное лабораторное помещение «Чистая комната».
- 1 – фрагмент внешнего вида «чистой комнаты».
- 2 – сканирующий электронный микроскоп Hitachi S-3400N.
- 3 – слева: установленная в вытяжном шкафу центрифуга P6700 Series Spin Coaters производства Cookson Electronics для нанесения на твердые плоские подложки диаметром от 1 до 10 см резистивных слоев. Справа: плазмохимическая установка производства EDWARDS AUTO 500 для очистки подложки и нанесения покрытий.
- 4 – установка POII-300 для шлифования и полирования подложек и IIGA-

Mosaic refractive lenses with big aperture



E, keV	F, cm	h, μm	l, μm	m	N	Micro structures number, total	Aperture, μm	Calc. transparency
20 keV	20	15	26	5 4	43	102168	1290	0.40
15.8 keV	52	12	31	8	242	470448	5820	0.29
15.8 keV	52	12	31	8	121	118096	2904	0.44
25 keV	100	20	41	2 2	33	24684	1320	0.62



IMTK/KIT S_03839 b A 004.tif WD = 17.0 mm EHT = 5.00 kV Date :18 Jan 2012 Stage at Z = 15.453 mm 20 μm
Mag = 133 X Signal A = SE2 Tilt Corr. = Off Stage at T = 45.0 °

"Экстремальные состояния

Список проводимых исследований и организаций-участников

- Изучение структуры фронта детонационных волн (ИГИЛ СО РАН, ФЯЦ ВНИИТФ).
- Изучение поведения микропористых образцов при ударноволновом воздействии (Институт теплофизики экстремальных состояний РАН).
- Изучение развития микропор при ударноволновом нагружении методом МУРР (ИХТТМ СО РАН, ИГИЛ СО РАН).
- Изучение кинетики образования детонационных алмазов in situ методом МУРР (ИХТТМ СО РАН, ИГИЛ СО РАН).
- Изучение механизма твердофазных химических реакций в экстремальных условиях высоких температур и давлений (ИХТТМ СО РАН, ИНХ СО РАН, ИГИЛ СО РАН).
- Исследование динамики фазовых превращений металлических порошков при горении (ИХТТМ СО РАН).

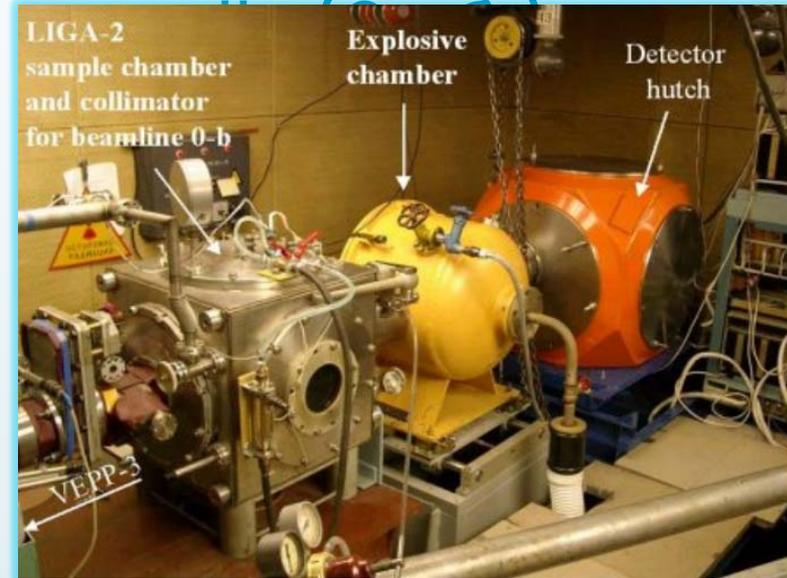


Таблица основных
технических параметров
станции
Диапазон энергии: 20–40 кэВ
Рентгенооптическая схема:
Коллиматор Кратки
Размер входного пучка (верт
х горизонт): 0,1 x 10
Время набора спектра
рассеяния: 1 нс
Интервал набора спектров:
250 нс - 1 с
Полное количество кадров:
32

Детектор: DIMEX Кремниевый

«Аномальное Рассеяние»

Основные технические параметры станции

Диапазон энергии рентгеновских квантов: 5–20 кэВ

Рентгенооптическая схема:

Монохроматор двукратного отражения в симметричной схеме, Si(111), степень монохроматизации $(3..7) \times 10^{-4}$

Размер входного пучка: $5 \times (0.1-1.5) \text{ мм}^2$

Время набора дифрактограммы: от 0.2 до нескольких часов

Монитор: Сцинтилляционный детектор

Сцинтилляционный детектор

Разрешение дифрактометра: $\Delta\theta/\theta \sim 10^{-4}$

($\theta \sim 6-15^\circ$) в режиме высокого разрешения

Объекты исследования: Твердые вещества, порошковые материалы, монокристаллы, многослойные зеркала, тонкие пленки.

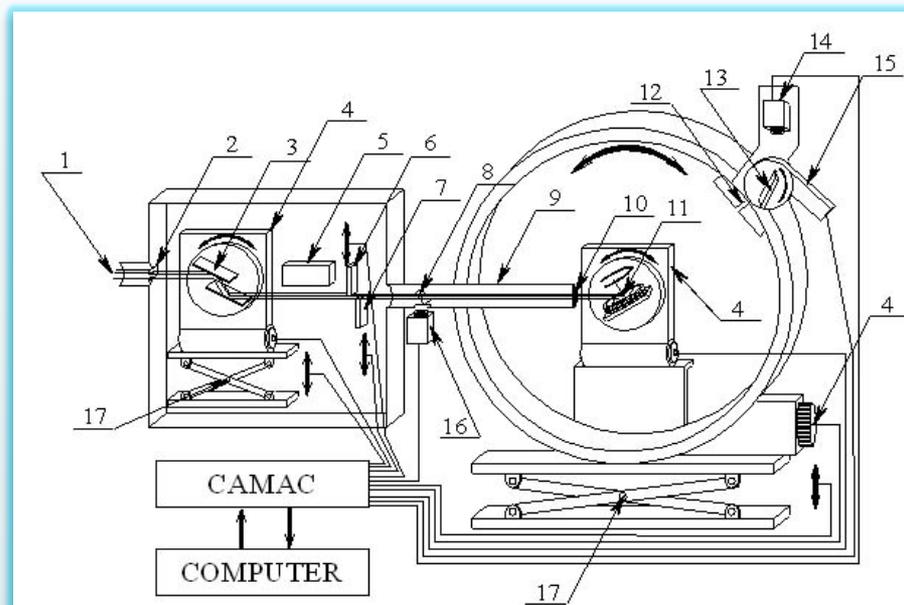
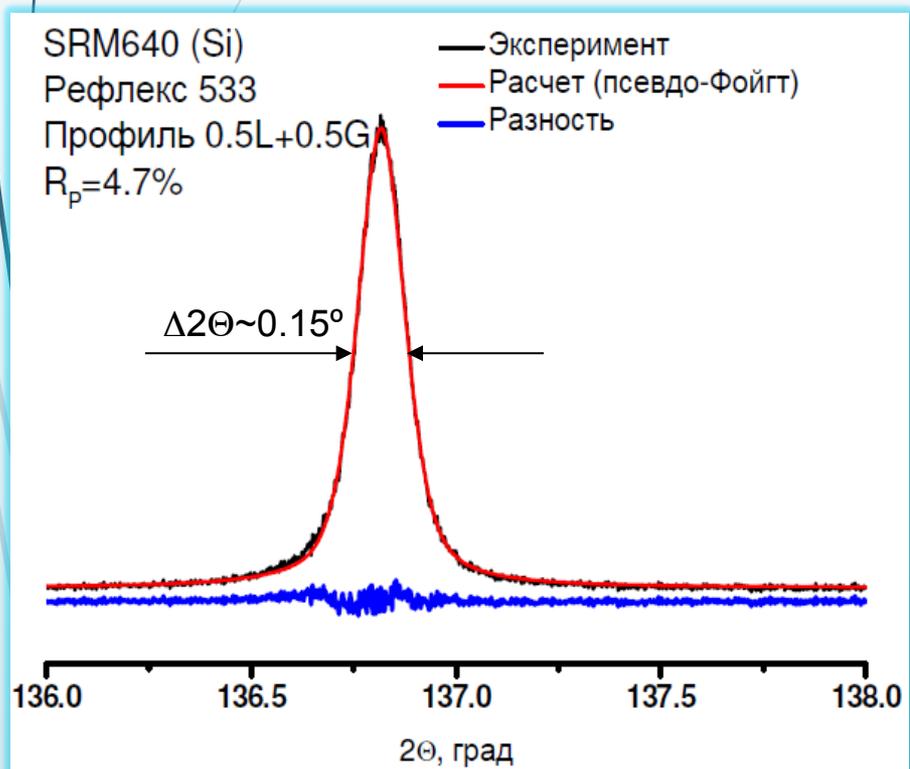


Схема станции «Аномальное Рассеяние».

1 – «белый» пучок СИ; 2 – входные щели монохроматора; 3 – кристалл-монохроматор Si(111); 4 – шаговые двигатели гониометров монохроматора и детектора; 5 – ловушка прямого пучка (Ta); 6, 7 – входные щели дифрактометра; 8 – рассеиватель; 9 – фрагмент вакуумного канала; 10 – выходное окно монохроматора (Be); 11 – образец; 12 – фоновая щель; 13 – кристалл-анализатор Ge(111); 14 – детектор; 15 – шаговый двигатель анализатора; 16 – монитор входной интенсивности; 17 – вертикальная подвижка.

«Аномальное Рассеяние»

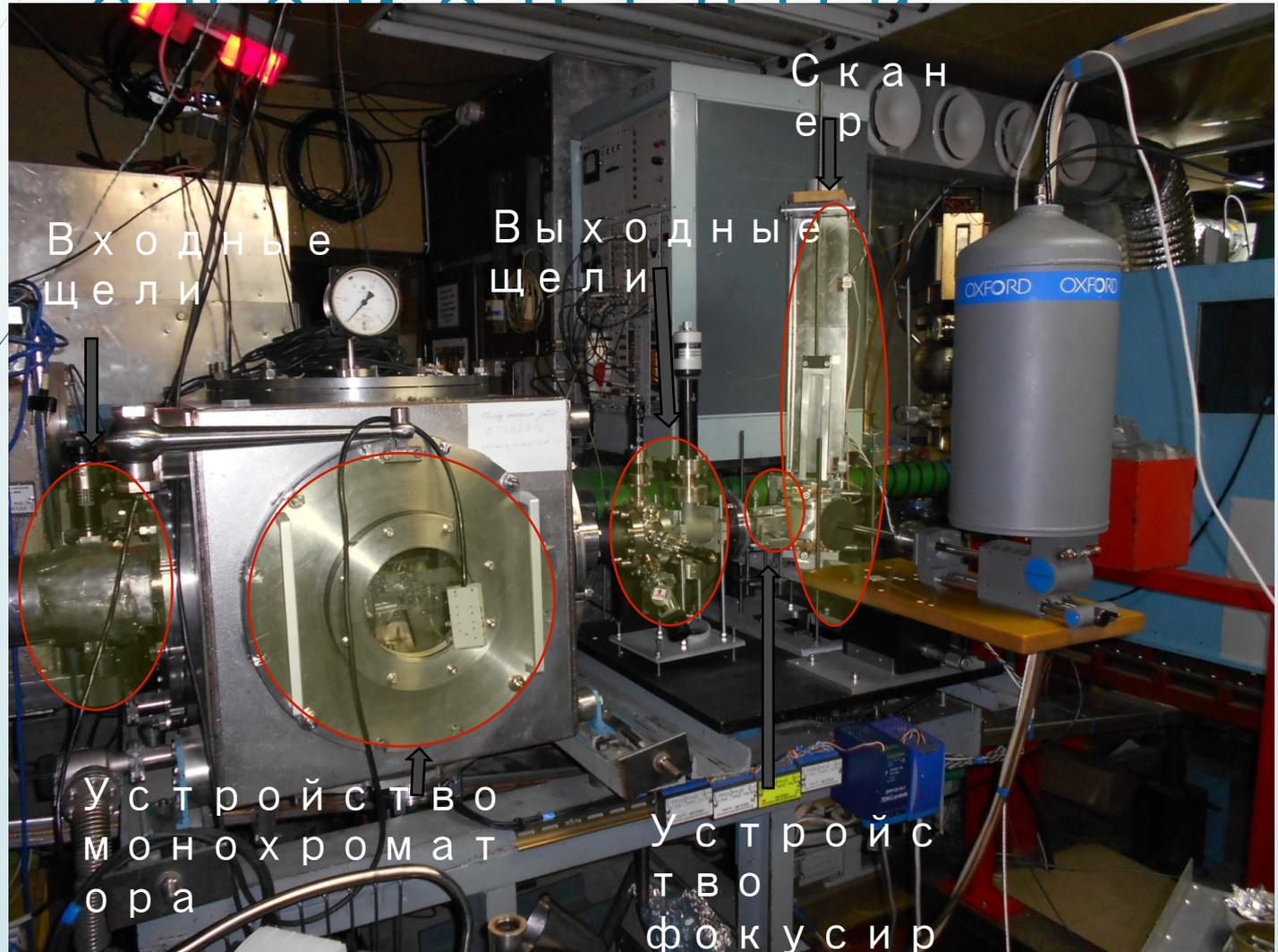
Фрагмент рентгенограммы кремния



Основные направления исследований и организации участники

- ▶ Металл-углеродные и полимер-углеродные наноконкомпозиты, содержащие многослойные углеродные нанотрубки. *Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН*
- ▶ Исследования структуры и фазового состава нанодисперсных каталитических систем методами интегрального анализа рассеянной интенсивности. *Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН*
- ▶ Структура сложных оксидов с переменным содержанием кислорода (кислородные аккумуляторы). *Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН*

«Рентгенофлуоресцентный спектрометр»



Входные
щели

Выходные
щели

Сканер

Устройство
монохромат
ора

Устройс
тво
фокусир

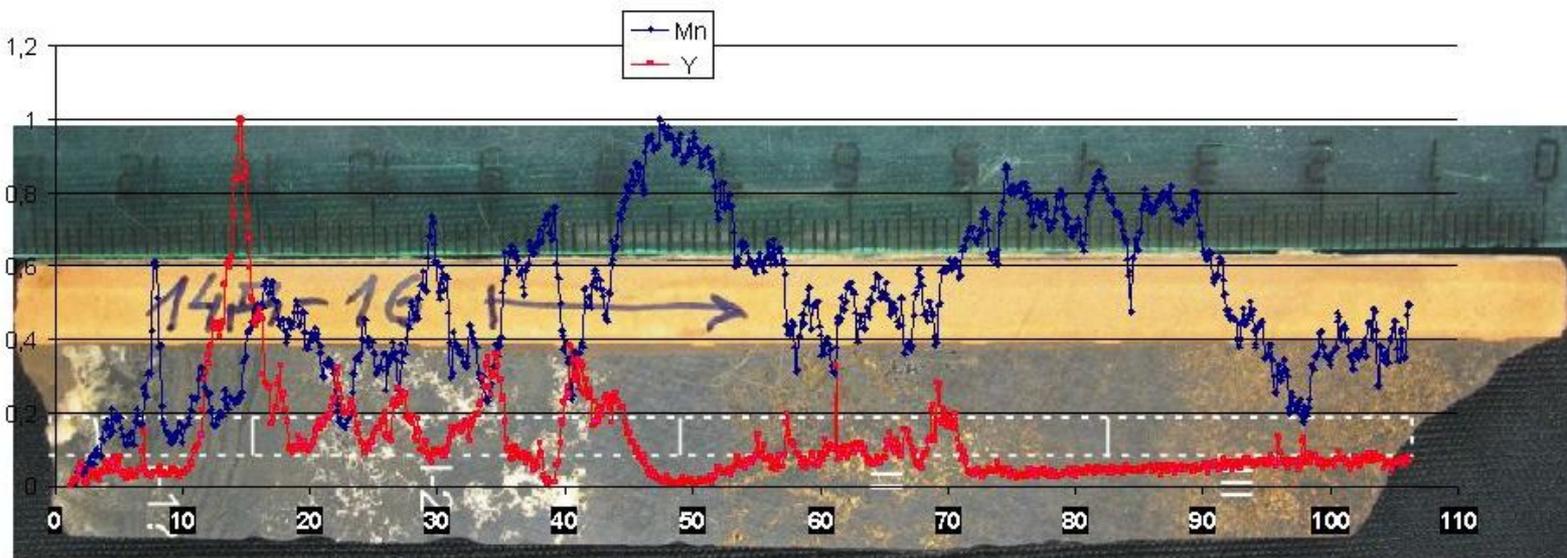
овки

Сканирующий РФА, фнализ донных осадков

Методом сканирующего РФА-СИ с использованием поликапиллярной оптики исследовано пространственное распределение элементов в образцах ЖМК с пространственным разрешением 50 мкм и пределами обнаружения 0,1 - 1 г/т. Определено содержание

руд
Cr, Ni,
U.

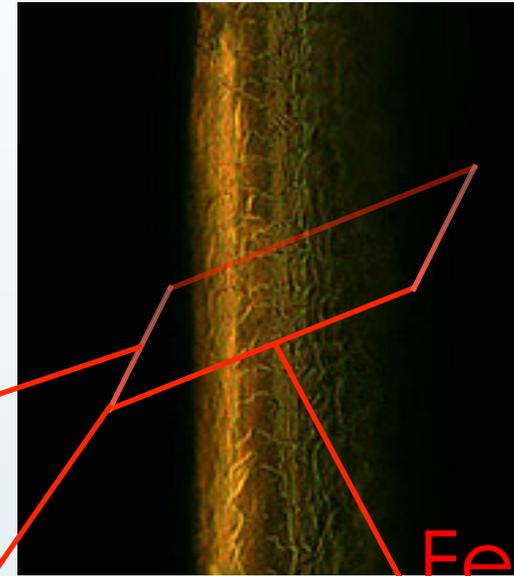
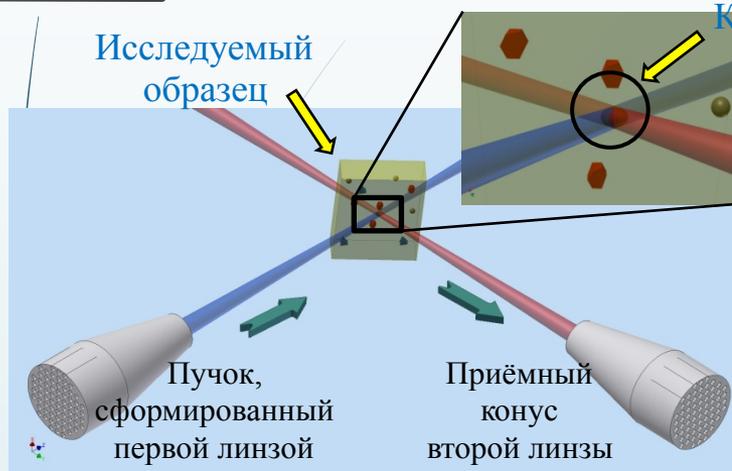
.ч. V,
Pb, Th,



Распределение Mn и Y вдоль профиля сканирования образца 14Д16.

Полученная информация будет использована как для решения фундаментальных проблем генезиса ЖМК, так и для прикладных задач, связанных с технологическими проблемами добычи и переработки данного вида минерального сырья.

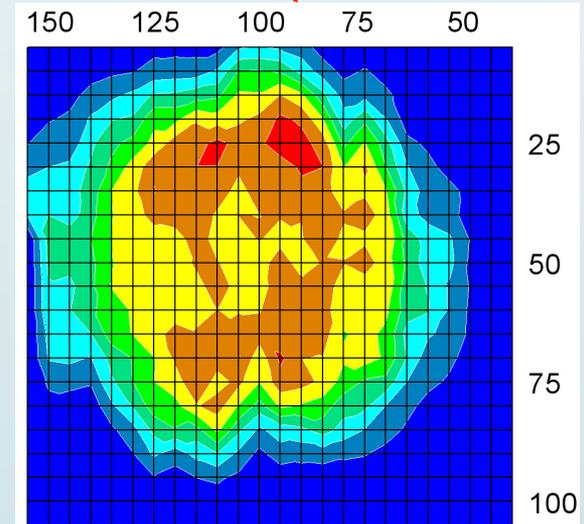
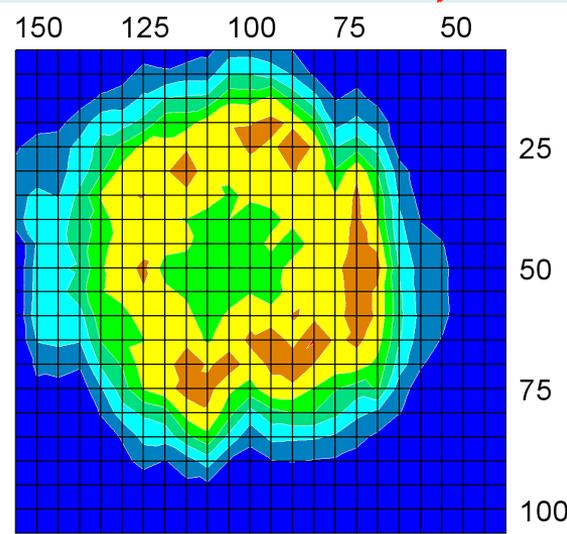
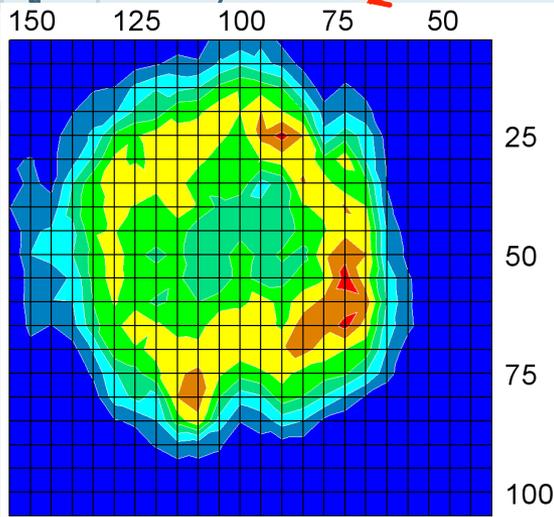
РФА-СИ Сканирующий конфокальный микроанализ



Hg

Cu

Fe



Настоящие исследования

1. Реконструкция динамики ледника Перетолчина (Восточные Саяны, Восточная Сибирь) в позднем голоцене на основе высокоразрешающих био-геохимических летописей из донных осадков прогляциального озера. *Институт неорганической химии СО РАН, Лимнологический институт СО РАН, Институт ядерной физики СО РАН.*

2. Комплексное изучение носителей культуры хунну из элитных и рядовых погребений Северо-Восточной Монголии и Забайкалья. *Институт археологии и этнографии СО РАН, Институт неорганической химии СО РАН*

3. Исследования в области медицины с целью изучения микроэлементного состава печени и легких для диагностики заболеваний внутренних органов на различных этапах их развития с последующим планированием профилактических мероприятий. *Институт региональной патологии и патоморфологии СО РАМН (ФГБУ НИИ СО РАМН), НГУ, Институт неорганической химии СО РАН*

4. Каталитическая гидроочистка и переработка тяжелой нефти: влияние физикохимических свойств носителей на каталитическую активность и стабильность $\text{CoMo}(\text{Ni})$ катализаторов. *Институт катализа СО РАН, Институт неорганической химии СО РАН*

Планируемые исследования

плодородия почв. *Институт*

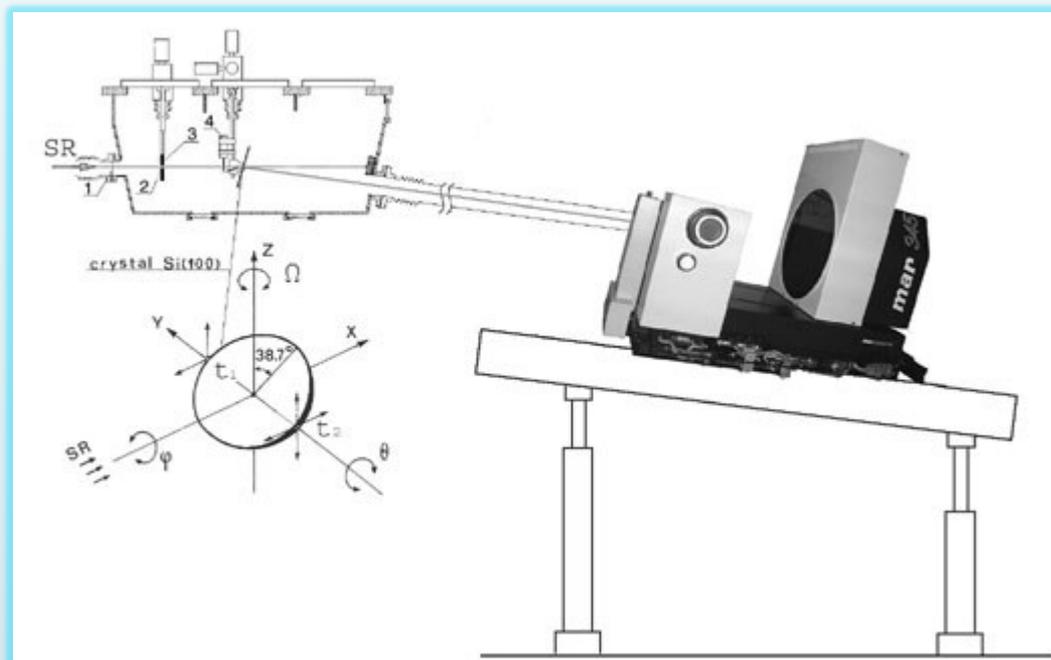
«Дифрактометрия в «жестком»

рентгеновском диапазоне» (4)

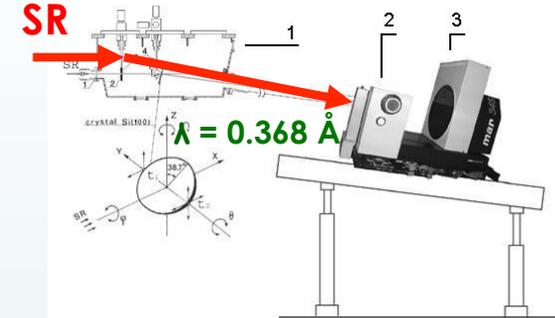
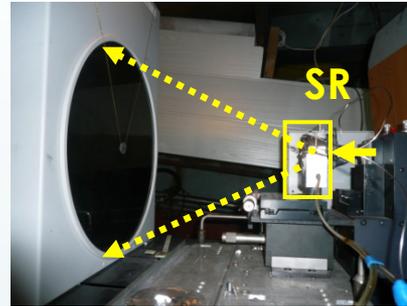
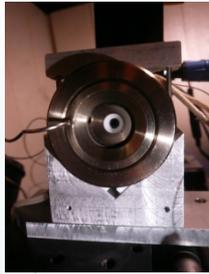
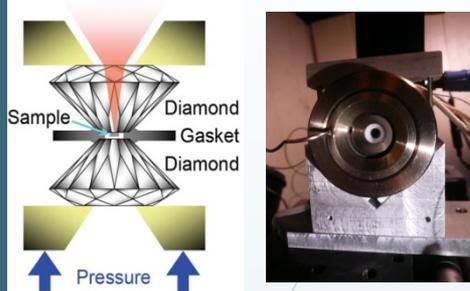
а) проведение дифракционных исследований в ходе химических реакций;
б) проведение дифракционных исследований в процессе интенсивных физических воздействий (высокие давления и/или температуры).

ОСНОВНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ СТАНЦИИ

- Детектирующая система на основе запоминающего экрана mar345 фирмы Marresearch. Образец может быть установлен на гониометрическую головку и отъюстирован при помощи встроенной телевизионной камеры.
- Камеры высокого давления с алмазными наковальнями изготовленные в институтах СО РАН и две камеры производства фирмы D'Anvils и камера с мембранным приводом фирмы Easy Lab.
- Спектрометр фирмы Betsa для измерения давления



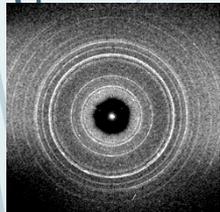
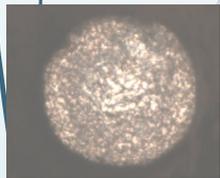
Equipment for XRD experiments with high pressure and high temperature Beamline 4, VEPP-3



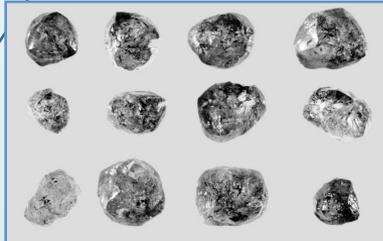
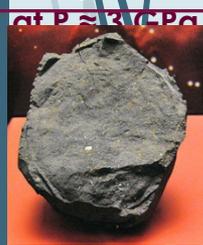
High pressure diamond anvil cell and general view for the diffraction experiment

Stability of hydrocarbon compounds at high pressures and temperatures and implications for the deep structure of the Earth and planets

polycyclic aromatic hydrocarbons - important components of inclusions in the deep minerals and meteorites

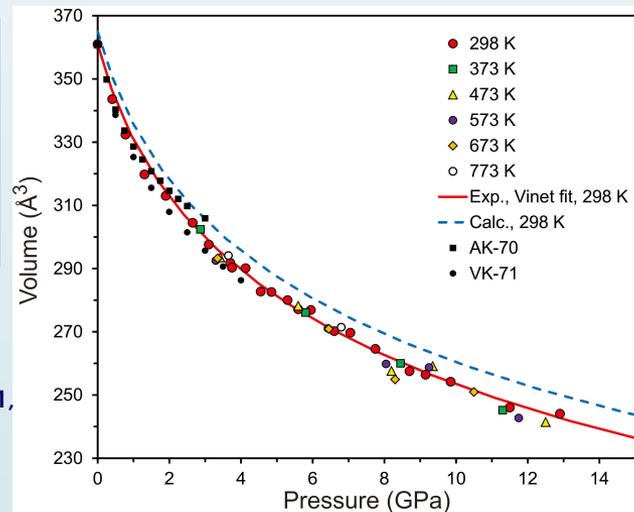


View in the chamber and the pattern of powder sample

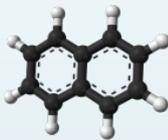


polyphase inclusions hydrocarbons in diamonds from deposits north-east Siberian platform (Томиленко и др., 2001, Доклады РАН).

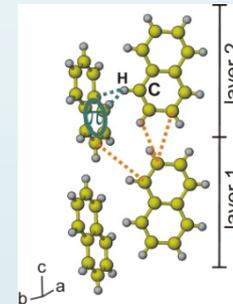
Murchison meteorite
Aromatic hydrocarbons predominate in hydrocarbon matter of meteorites (Pering, 1971, Science)



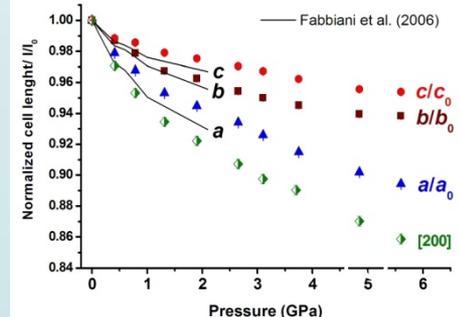
Pressure dependence of the unit cell volume of naphthalene $C_{10}H_8$ at 298-773 K.



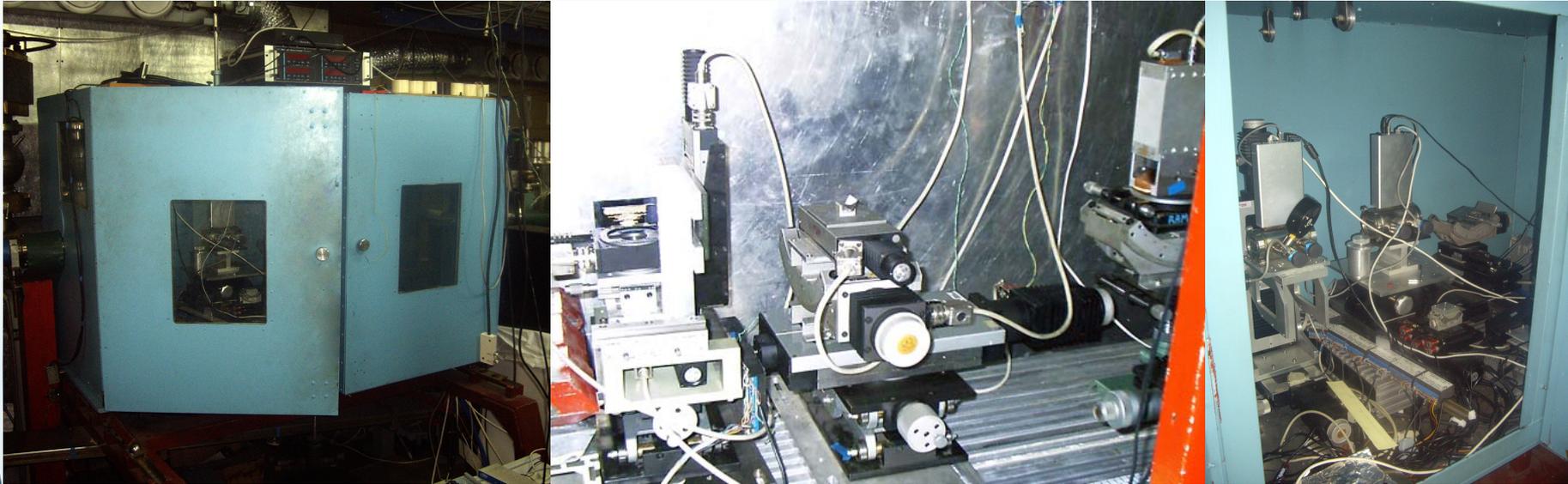
molecule naphthalene



Structure and anisotropic compressibility naphthalene 0-6 GPa



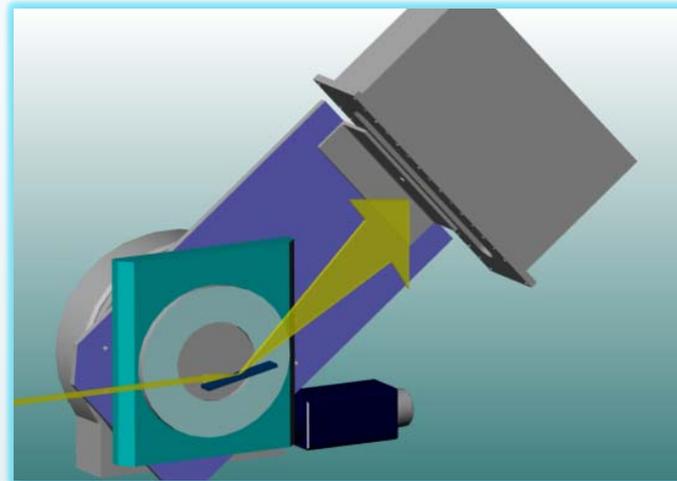
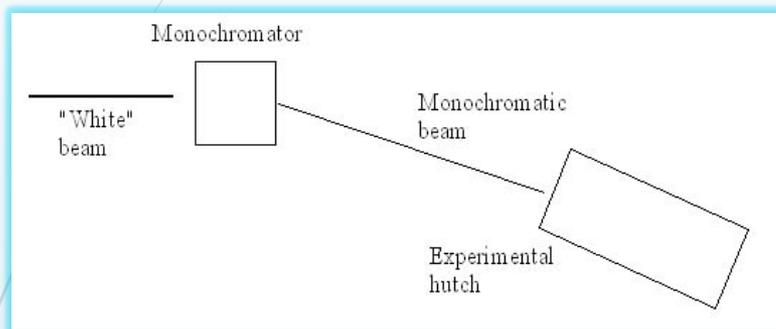
«Микроскопия и микротомографи»



Выполнение задач связанных с неразрушающими исследованиями объектов археологии, геологии и материаловедения, требующих трехмерного анализа внутренней структуры объектов с высоким пространственным разрешением. Второй класс задач связан с аттестацией и внедрением рентгеновской оптики в экспериментах с использованием синхротронного излучения.

«Дифракционное кино» (5-6)

Исследование фазовых превращений в процессе химических реакций с высоким временным разрешением, съемка слабодифрагирующих объектов



Монохроматор

Из «белого» пучка синхротронного излучения с помощью изогнутого кристалла Si(111) вырезается и фокусируется на детектор монохроматическое излучение с $\Delta E/E \sim 10^{-3}$. На текущий момент длина волны составляет $\sim 1.5 \text{ \AA}$.

Детектор

Беспараллаксный детектор ОД-3 с фокусным расстоянием 350 мм имеет 3328 каналов, угол регистрации ~ 30 градусов, максимальную загрузку – около 10 МГц, минимальное время кадра – 1 мкс, максимальное кол-во кадров – 64 (при максимальном угловом разрешении). Двухкоординатный детектор ДЕД-5 является плоским, что позволяет варьировать угловое разрешение изменяя расстояние детектор – образец. Параметры его таковы – число каналов – 256×256 , размер ячейки – 1.5×1.5 мм, минимальное время кадра – 100 мкс, максимальное кол-во событий в режиме кино – 2×10^6 .

Список проводимых исследований и организаций-участников (2004-2005)

Исследование СВС в наноразмерных пленках (*ИСМАН*).

Исследование СВС в мехактивированных смесях (*ИХТТИМСОРАН*).

Исследование фазовых переходов в карбоксилатах серебра и висмута (*ИХТТИМСОРАН*).

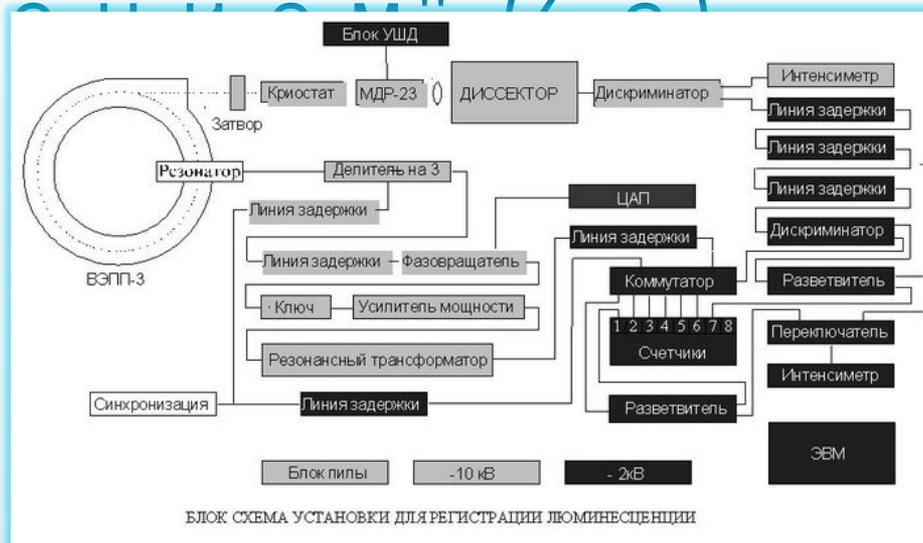
Исследование образования твердых растворов благородных и редких

"Рентгеновская спектроскопия с временным разрешением"

Исследования спектрально-кинетических характеристик твердых тел в интервале температур от 77 К до 300 К при возбуждении синхротронным излучением.

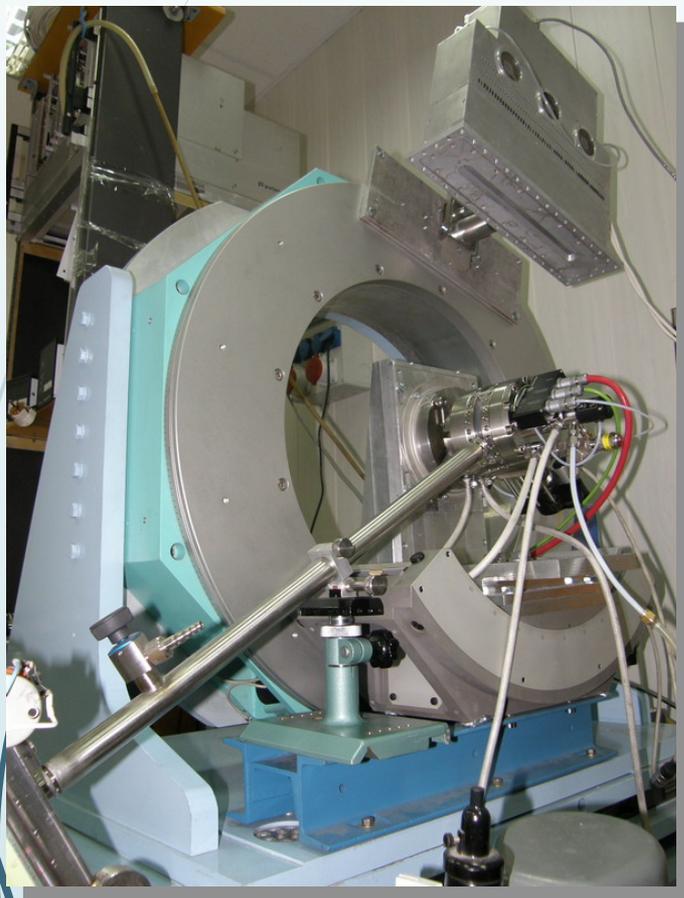


фото 1



Для регистрации стационарных спектров, исследования времен затухания люминесценции и записи мгновенных спектров люминесценции используется метод электронно-оптической хронографии на основе диссектора ЛИ-602. В этом режиме диссектор обеспечивает временное разрешение не хуже 50 пс. Для обеспечения высокой чувствительности и большого динамического диапазона сигнал диссектора регистрируется методом счета фотоэлектронов. Реальное временное разрешение установки определяется длительностью импульса синхротронного излучения накопителя ВЭПП-3 (около 1 нс) и при использовании деконволюции может достигать 200 пс.

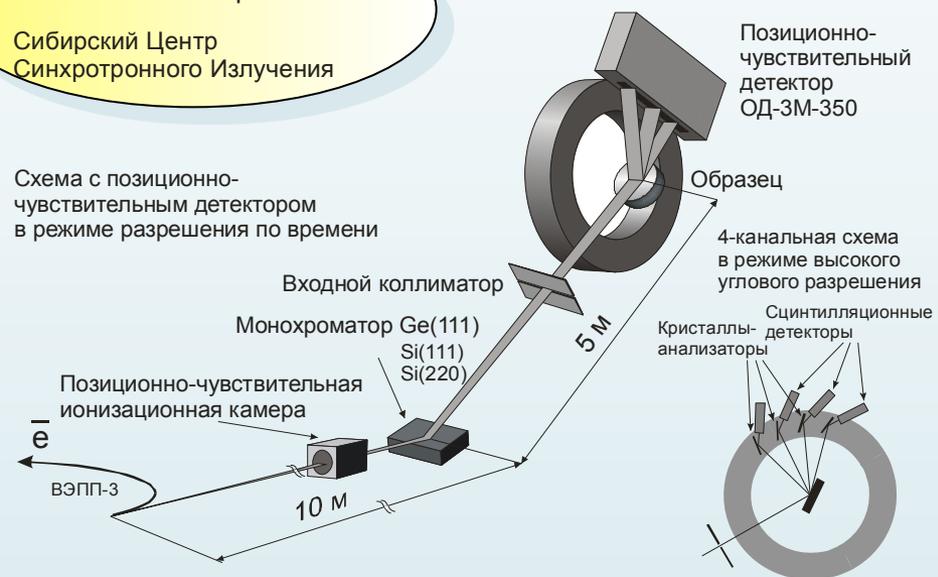
Прецизионная дифрактометрия , "in situ"



Канал СИ №6
накопителя электронов ВЭПП-3

Сибирский Центр
Синхротронного Излучения

Схема с позиционно-
чувствительным детектором
в режиме разрешения по времени

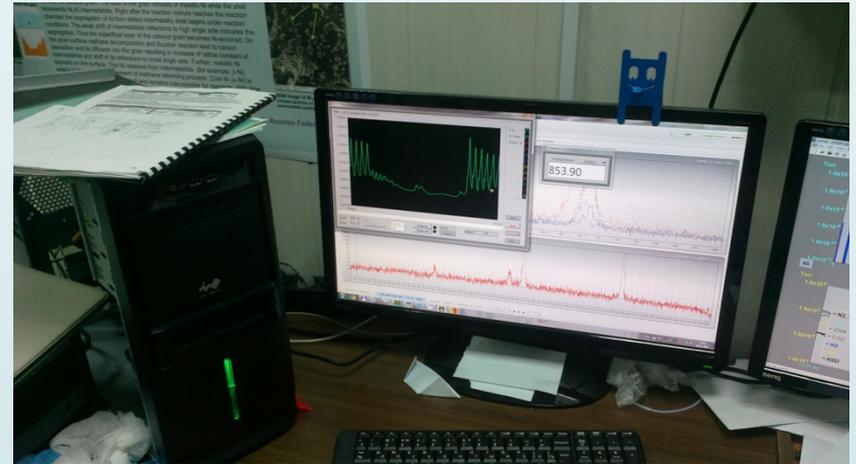
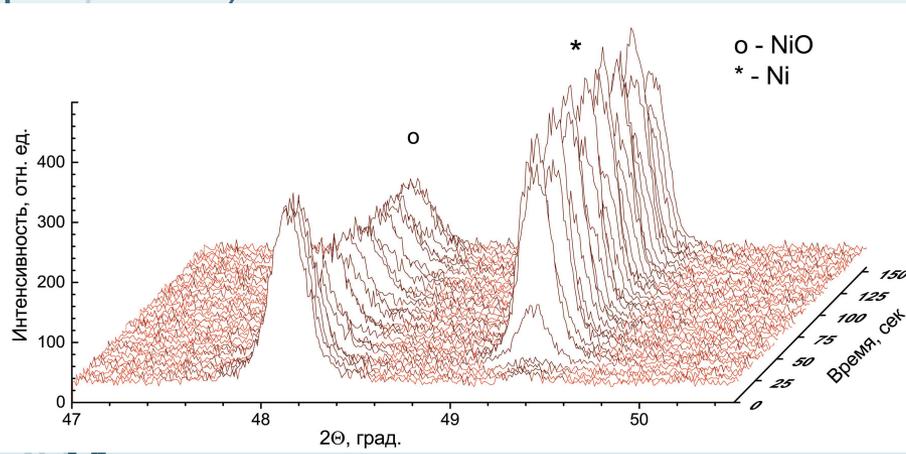
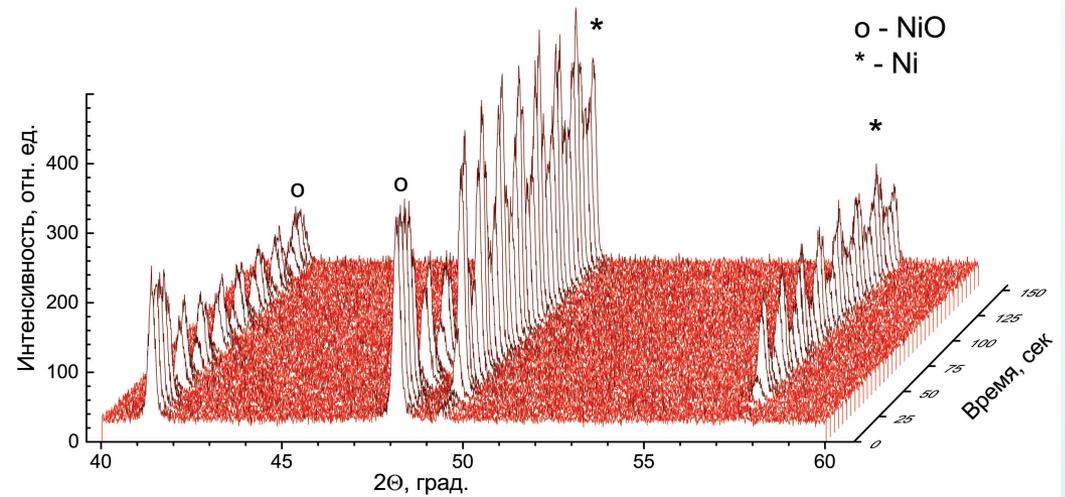
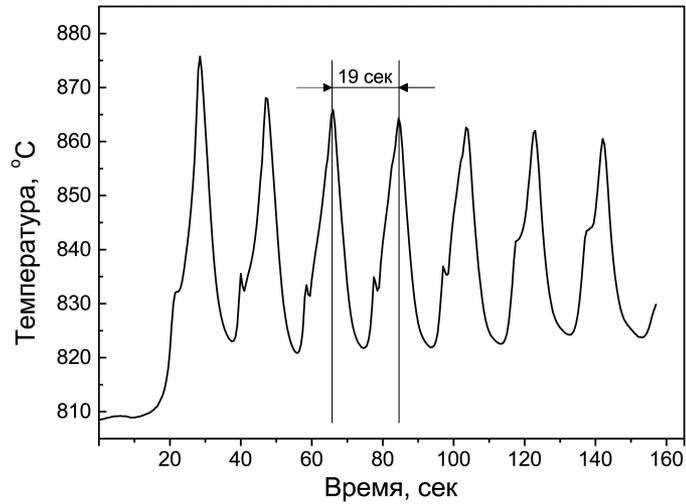


**На станции канала СИ №6 выполняются
рентгенодифракционные эксперименты:**

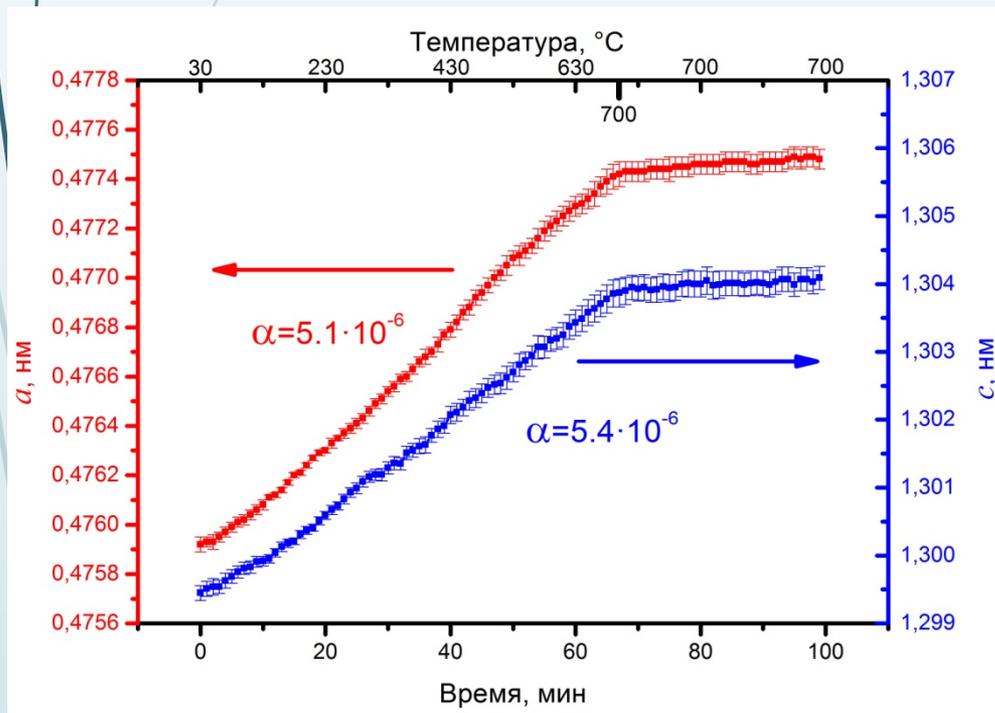
- с разрешением по времени в условиях высоких температур (до 1400°C на воздухе, до 2000°C в вакууме);
- с разрешением по времени в условиях реакционной среды (до 900°C, при давлениях газа от 0.1 мбар до 10 бар);

"Precision Diffractometry" Beamline Activity

Reaction Rate Self-oscillations in Oxidation of Methane over Nickel



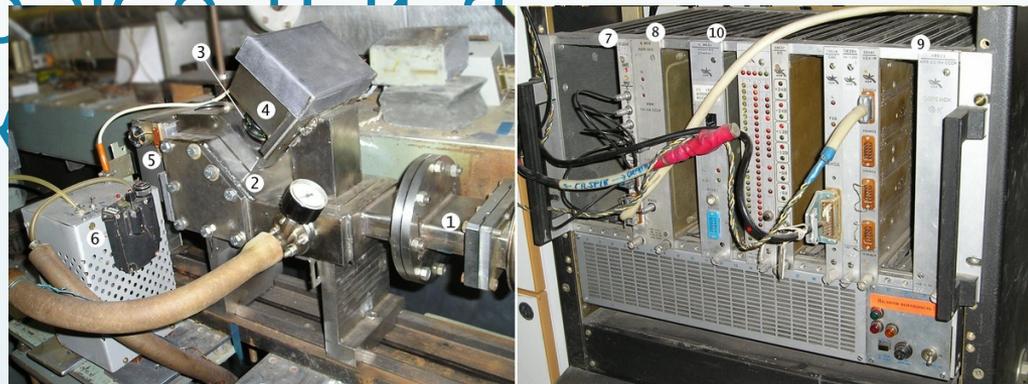
Изменение параметров решетки корунда при нагреве в инертной атмосфере



1. Автоколебания в реакциях окисления легких углеводородов на металлических катализаторах. *Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, НГУ*
2. Кинетика объемной диффузии кислорода в сложных оксидах со структурой перовскита и флюорита. *Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, НГУ*
3. Co-Al катализаторы синтеза Фишера-Тропша. Процессы активации и восстановления в потоке водорода. *Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН*
4. Поведение металл-углеродных и полимер-углеродных наноконструкций при высоких температурах. *Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН*

превращения в

Станция стабилизации положения пучка



Рентгеновские пучки СИ двух источников (вигглера и поворотного магнита) поступают через бериллиевое окно выходного фланца (1) канала СИ в вакуумный объем (2) детектора, где их интенсивности выравниваются двумя фильтрами-ослабителями, и далее преобразуются в свет на люминесцентном экране (45-градусная алюминиевая призма с покрытием Ga₂O₂S:Tb).

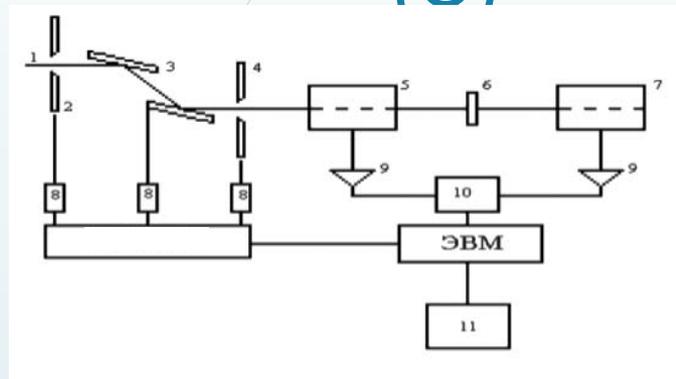
Через вакуумно-плотное оптическое окно и объектив (3) изображения пучков проецируются на два 2000-элементных линейных фотоприемника (приборы с зарядовой связью - ПЗС типа ILX511 фирмы Sony), размещенных в радиационно-защищенном блоке (4).

Электромеханический затвор (5) позволяет выводить из детектора неиспользуемую часть пучка вигглера; автомат откачки (6) (содержащий дифференциальный манометр и электромагнитный клапан) служит для подсоединения откачиваемого объема детектора к вакуумной магистрали.

Выходные сигналы ILX511 обрабатываются в модуле управления линейными ПЗС Б0604 (7), преобразуются в цифровую форму АЦП-101S (8), и далее обрабатываются в КАМАК-микроЭВМ "Одренок" (9). Вычисленные в микроЭВМ положения центров тяжестей обоих пучков СИ и их ширины передаются через модуль связи Ethernet (10) в управляющую ЭВМ комплекса ВЭПП-3.

Как детектор, так и вся электроника обрaмления и программное обеспечение станции (включая микроЭВМ и операционную систему) созданы в ИЯФ СО РАН.

"EXAFS- спектроскопия" (8)



Основные характеристики станции:

- разрезной кристалл-монокроматор Si(111) - энергетическое разрешение 6000
- рабочий шаг - 0.4 угловых секунды
- подавление гармоник - зеркало полного внешнего отражения в монохроматическом пучке
- рабочая область энергий рентгеновского излучения (кэВ) - 4-32
- погрешность измерения коэффициента поглощения излучения - менее 0.1%
- изучаемые химические элементы - начиная с титана
- рабочие концентрации изучаемого элемента - 0.01-100% масс.
- область измеряемых межатомных расстояний - 1.5-8 Å



XAFS исследование модельных биметаллических палладиевых катализаторов предшественников компактных мембранно-каталитических наносистем

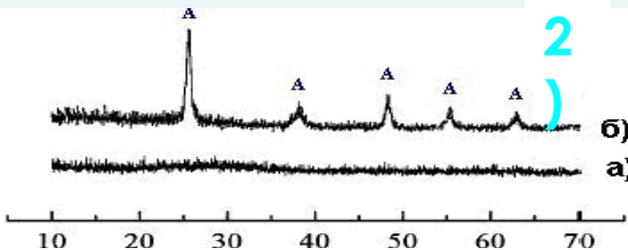
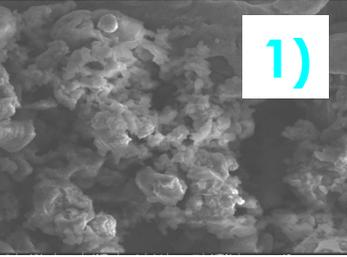
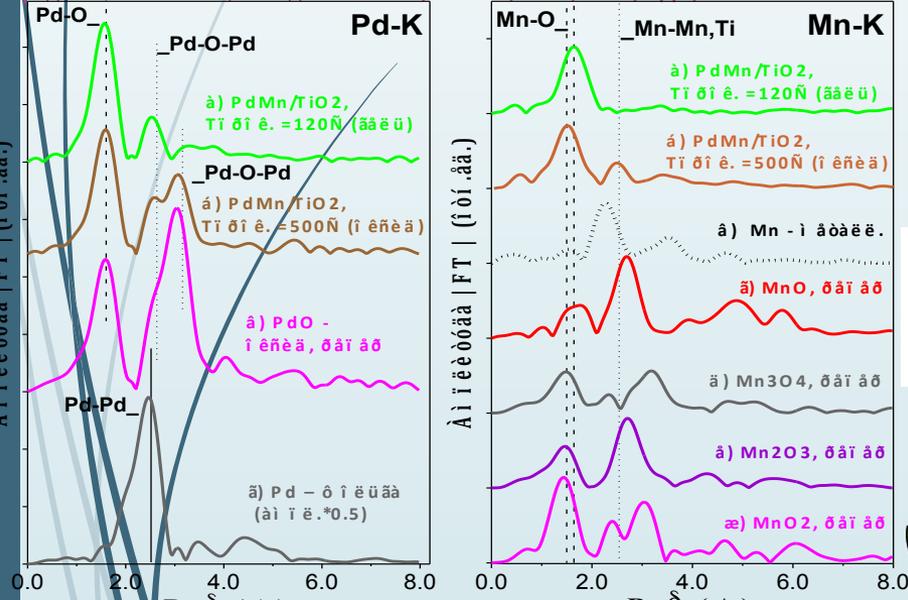
Сегодня компактные мембранные системы на основе моно- и биметаллических низкопроцентных Pd катализаторов активно применяются для конверсии CH₄ в синтез-газ, переработки углеводородов в органическое топливо (альтернативный путь нефтяному направлению), для локальной очистки токсичных газовых выбросов ТЭЦ, стоков промышленных производств и др. Применение пористых мембранных систем значительно повышает селективность и снижает энергопотребление. Поэтому значительное внимание уделяется разработке направленного формирования наноструктурированных металлооксидных моно- и биметаллических катализаторов, обладающих высокой организацией структуры и пористости.



Пример мембранных реакторов.
D_{пор.} = 2-200nm.

Перспективен подход на основе алкокс-метода. Ранее были получены мембранно-каталитические системы на основе н-бутилата титана и гетерометаллических ацетатных комплексов, которые из коллоидных стабилизированных растворов наносили на внутреннюю поверхность микроканалов керамических мембран. Аналогично приготовленные, Pd, Pd-Mn мембранные наноструктурированные каталитические системы проявляют высокую активность в риформинге CH₄ в синтез-газ. Показано, что системы, из бинарных комплексов имеют активность существенно выше, чем аддитивная активность систем из отдельных моно-компонентов.

Для исследования наноструктурированных мембранно-каталитических Pd, PdMn систем были получены модельные металлооксидные катализаторы (в виде порошков) на основе оригинальных ацетатных Pd, PdMn комплексов. Выполнено комплексное исследование модельных катализаторов, особенностей активного компонента, генезиса и физико-химических характеристик, локальной структуры, зарядового состояния, методами EXAFS, XANES, РФА, СЭМ, ЭДА, РФЭС.



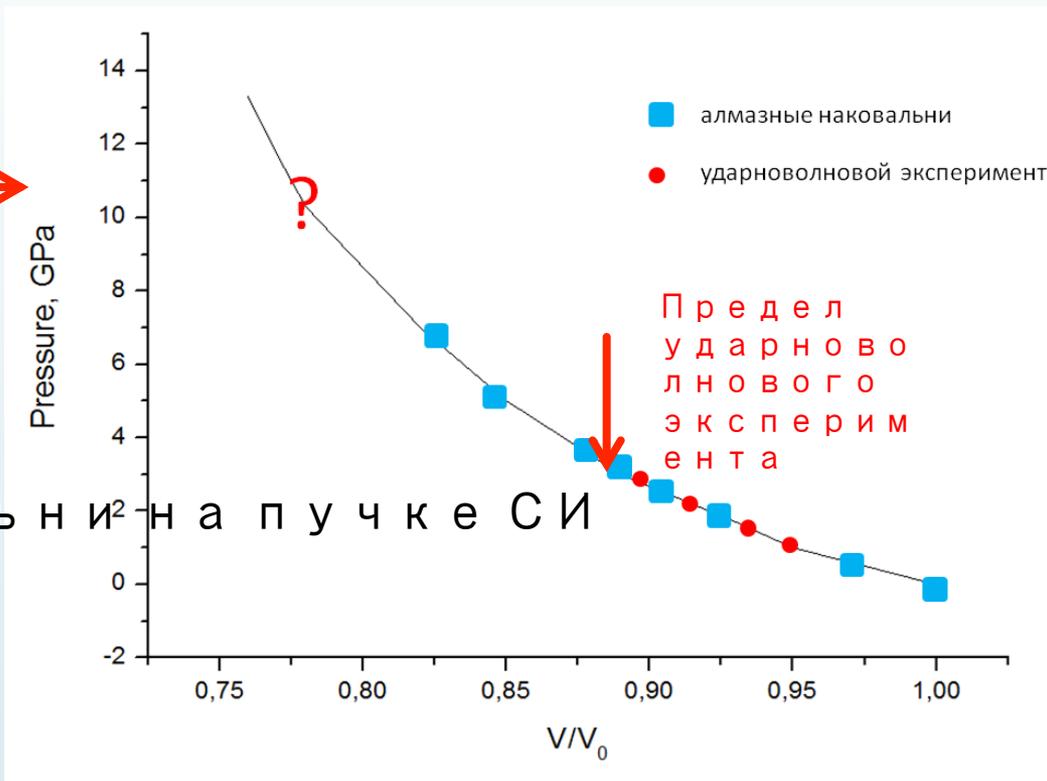
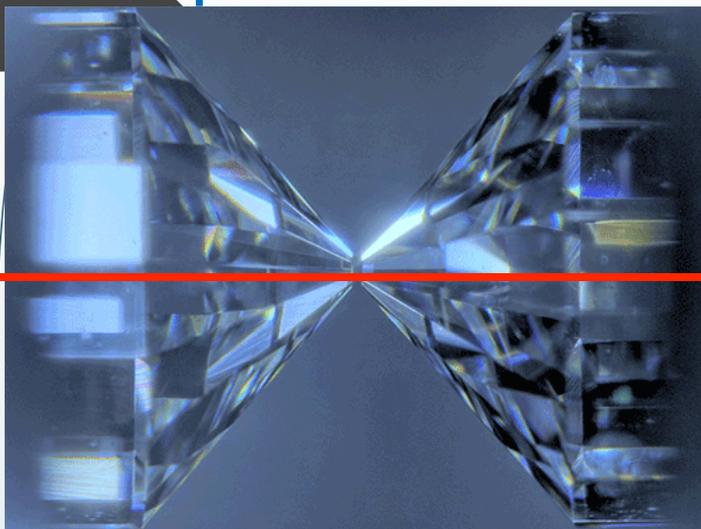
- 1) Данные СЭМ – пористая структура керамической мембраны.
- 2) Данные РДА для PdMn катализаторов: а) T=120С; б) T=500С.
- 3) Модель распределения активного компонента в микроканалах керамической мембраны.



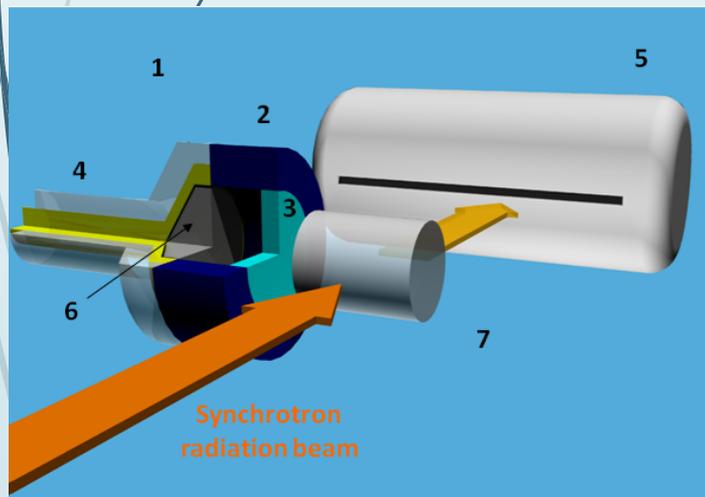
Отработаны оригинальные методики синтеза (из Pd, PdMn ацетатных комплексов и н-бутилата титана), приготовлены образцы моно- и биметаллических модельных низкопроцентных Pd катализаторов, при варьировании условий синтеза и термообработки. Проведено комплексное исследование приготовленных модельных низкопроцентных Pd, PdMn катализаторов. Установлены особенности состояния и генезиса активного компонента модельных катализаторов. Показана возможность направленного варьирования состояния оксидных наноструктур Pd, сформированных на поверхности носителя, от практически атомарно-диспергированного до наночастиц PdO. Для PdMn катализаторов показана роль Mn и TiO₂ для стабилизации наночастиц активного компонента. Полученная для Pd модельных катализаторов, новая информация о состоянии и генезисе активного компонента, позволит оптимизировать методы приготовления и активации компактных мембранных каталитических систем с определенными структурно-функциональными характеристиками, что приведет к повышению их технико-экономической эффективности.

Уравнения состояния взрывчатых веществ ВНИИТФ

СИ



Алмазные наковальни на пучке СИ



Экспериментально
полученная кривая
уравнения состояния ТАТБ
методами ударноволнового
нагружения и сжатием в
алмазных наковальнях

Схема ударноволнового эксперимента

Изучение находок органического происхождения из древних погребений народности хунну (Монголия, I в. до н.э. – I в. н.э.)

Исследование проводится совместно:

- Институтом археологии и этнографии СО РАН,

Институтом элементарной спектроскопии и физики волос человека из погребений. А. В. Нумедом (ФФРАСН) (станция элементного рентгенофлуоресцентного анализа) было обнаружено аномально

Будкера СО РАН

высокое содержание Cu во всех образцах. В связи с чем к исследованию был привлечен ряд дополнительных методов анализа:

- метод рентгеновской компьютерной томографии с высоким разрешением (экспериментальная станция "Томографии и Микроскопии"),

- метод энергодисперсионной спектроскопии (EDS with SEM),

- метод XAFS (станция EXAFS-спектроскопии)

Установлен элементный состав и содержание химических элементов в образцах волос и других органических находок; определена морфологическая

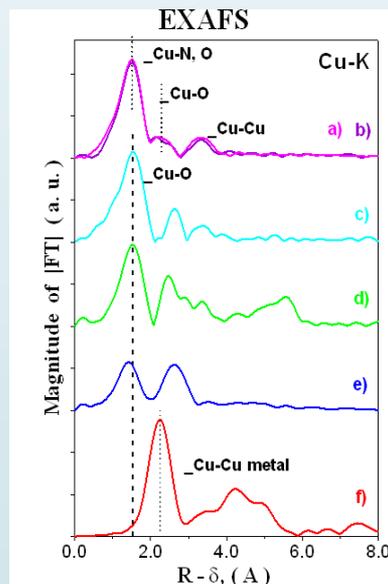
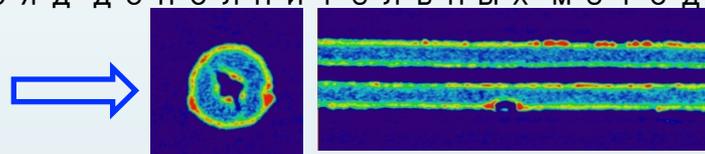


Fig. 3. RDFs describing the local arrangement of Cu

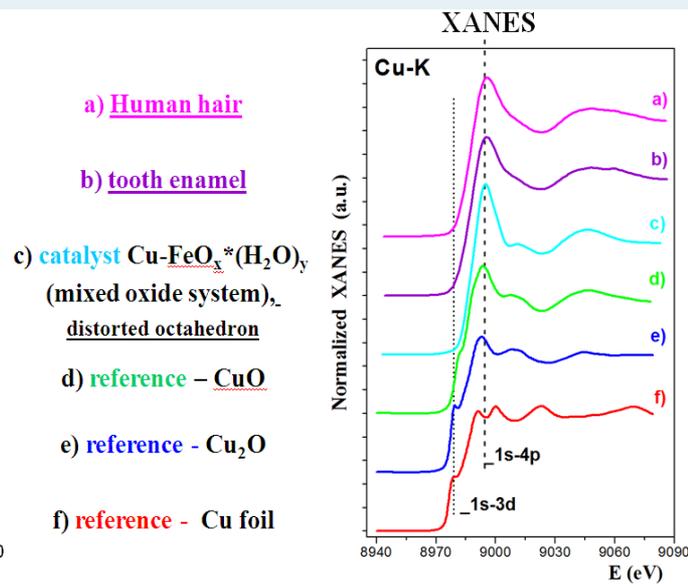


Fig. 4. XANES spectra

С п а с и б о з а
в н и м а н и е

