



**Сибирский Центр Синхротронного Излучения  
Институт ядерной физики им. Г.И.Будкера СО РАН**

Пр. Ак. Лаврентьева, 11, Новосибирск, 630090 Россия  
Тел.: (383) 339-41-67, Факс: (383) 330-71-63, E-mail: [ssrc@inp.nsk.su](mailto:ssrc@inp.nsk.su)



---

**3-я Школа Молодых специалистов  
«Синхротронное излучение в современных технологиях»  
11 – 15 октября 2010, ИЯФ СО РАН, Новосибирск**

---

---

**Понедельник 11 октября**

---

**8:30 Регистрация**

**9:30 Открытие Школы СИ-2010.**

9:45 Кулипанов Г.Н. (ИЯФ СО РАН) – Синхротронное излучение: генерация и применение.

10:30 Мезенцев Н.А. (ИЯФ СО РАН) – Действующие источники СИ и проект нового источника для сибирского центра СИ.

**11:15 Перерыв (Кофе)**

11:35 Золотарев К.В. (ИЯФ СО РАН) – Основы РФА и особенности РФА с использованием СИ. РФА в мировых центрах СИ.

12:20 Калугин И.А. (ИГМ СО РАН) – Использование РФА СИ в изучении современных озерных отложений.

**13:05 Групповое фото участников Школы СИ-2010.**

**13:20 Обеденный перерыв (Столовая ИЯФ)**

14:30 Куценогий К.П. (ИХКГ СО РАН) – Комплексный мониторинг атмосферных аэрозолей Сибири.

15:15 Силкин П.П. (Сибирский федеральный университет) – Рентгенографический, гистометрический и элементный анализ клеточной структуры годичных колец древесины хвойных.

**16:00 Перерыв (Кофе)**

16:20 Ракшун Я.В. (ИЯФ СО РАН) – Аппаратура для сканирующего микроанализа и рентгеновская оптика.

17:05 Дарьин А.В. (ИГМ СО РАН) – Микроанализ геологических образцов.

---

**Вторник 12 октября**

---

9:30 Шацкий В.С. (ИГМ СО РАН) – Использование СИ для решения задач глубинной петрологии.

10:15 Полосьмак Н.В. (ИАЭТ СО РАН) – Новые исследования в археологии центральной Азии.

**11:00 Перерыв (Кофе)**

11:20 Кочубей Д.И. (ИК СО РАН) – Принципы анализа EXAFS данных.

12:05 Кочубей Д.И. (ИК СО РАН) – Экспериментальные методики и аппаратура XAFS

**12:55 Обеденный перерыв (Столовая ИЯФ)**

14:30 Князев Б.А. (ИЯФ СО РАН) – Терагерцовый спектральный диапазон, возможности для исследования материалов и объектов.

15:15 Литасов К.Д. (ИГМ СО РАН) – Использование синхротронного излучения на линиях установки SPring-8 для изучения фазовых превращений и уравнений состояния вещества мантии и ядра Земли при давлениях до 350 ГПа.

**16:00 Перерыв (Кофе)**

16:20 Купер К.Э. (ИЯФ СО РАН) – Методы рентгеновской микроскопии и микрофотографии с использованием синхротронного излучения.

17:05 Николенко А.Д. (ИЯФ СО РАН) – Космическая погода. Исследование солнечной активности в диапазоне от 10 до 2000 эВ.

---

Среда 13 октября

---

9:30 Растигеев С.А. (ИЯФ СО РАН) – Ускорительная масс-спектрометрия.

10:15 Гольдберг Е.Л. (ИАЭТ СО РАН) – Использование элементных рядов для реконструкции климата в прошлом.

**11:00 Перерыв (Кофе)**

11:20 Болдырева Е.В. (ИХТТМ СО РАН) – Основы дифрактометрии.

12:05 Толочко Б.П. (ИХТТМ СО РАН) – Исследование экстремального состояния вещества.

**12:55 Обеденный перерыв (Столовая ИЯФ)**

14:30 Шмаков Н.А. (ИК СО РАН) – Прецизионная дифрактометрия поликристаллов на синхротронном излучении.

15:15 Анчаров А.И. (ИХТТМ СО РАН) – Дифрактометрия с использованием «жесткого» рентгеновского излучения.

16:00 Шарафутдинов М.Р. (ИХТТМ СО РАН) – Методы дифрактометрии синхротронного излучения с временным разрешением для *in situ* исследований твердофазных реакций.

**16:45 Перерыв (Кофе)**

17:00 Объявления о практических занятиях в сибирском центре синхротронного излучения.

17:05 Видеофильм о технике безопасности при проведении исследований на СИ.

17:35 Подведение итогов, комментарии, замечания.

---

Четверг 14 октября, Пятница 15 октября

---

9:30 – 17:00 Практические занятия на станциях СЦСТИ. Место сбора – холл главного корпуса ИЯФ (возле проходной).

**13:00 – 14:00 Обеденный перерыв (Столовая ИЯФ)**

## Содержание

<b>Дифрактометрия с использованием «жесткого» рентгеновского излучения.</b> Анчаров А.И.	4
<b>Сканирующий рентгенофлуоресцентный микроанализ природных образцов с использованием синхротронного излучения (СИ) из накопителя ВЭПП-3 ИЯФ СО РАН и фокусирующей рентгеновской оптики.</b> Дарьин А.В., Ракшун Я.В.	8
<b>Основы рентгенофлуоресцентного анализа (РФА), особенности РФА с использованием синхротронного излучения (СИ). РФА в мировых центрах СИ</b> К. Золотарев	16
<b>Палеорекострукции высокого разрешения по данным сканирующего рентгенофлуоресцентного микроанализа донных осадков горных озер Центрально-Азиатского региона.</b> Калугин И.А., Дарьин А.В.	21
<b>Принципы анализа EXAFS данных</b> Кочубей Д.И	24
<b>Экспериментальные методики и аппаратура XAFS</b> Кочубей Д.И	26
<b>СИНХРОТРОННОЕ ИЗЛУЧЕНИЕ: генерация и применение</b> Г.Н. Кулипанов	28
<b>Методы рентгеновской микроскопии и микротомографии с использованием синхротронного излучения.</b> Купер К.Э.	50
<b>Комплексный мониторинг атмосферных аэрозолей Сибири</b> К.П. Куценогий	54
<b>Использование синхротронного излучения на станциях установки SPring-8 для изучения фазовых превращений и уравнений состояния вещества мантии и ядра Земли при давлениях до 350 ГПа</b> Литасов К.Д.	76
<b>Источник СИ на сверхпроводящих магнитах</b> Н.А. Мезенцев	81
<b>Космическая погода. Исследование солнечной активности в диапазоне от 10 до 2000 эВ. Дистанционное зондирование.</b> Николенко А.Д.	86
<b>Рентгенографический, гистометрический и элементный анализ клеточной структуры годовых колец древесины хвойных</b> П.П. Силкин, Н.В. Екимова	90
<b>Исследование экстремального состояния вещества.</b> Толочко Б.П.	97
<b>Методы дифрактометрии синхротронного излучения с временным разрешением для in situ исследований твердофазных реакций.</b> Шарафутдинов М.Р.	104
<b>Использование СИ для решения задач глубинной петрологии</b> Шацкий В.С.	108
<b>Прецизионная дифрактометрия поликристаллов на синхротронном излучении</b> А.Н.Шмаков	111
<b>Список участников Школы</b>	118

## **Дифрактометрия с использованием «жесткого» рентгеновского излучения.**

Анчаров А.И.  
*ИХТТМ СО РАН*

С момента открытия дифракции рентгеновского излучения в качестве источника излучения использовались рентгеновские трубки. Так сложилось, что рентгеновские трубки с медным анодом наиболее широко стали использоваться в рентгеноструктурном анализе. Это связано с тем, что медный анод выдерживает самую высокую удельную мощность электронного пучка. Длина волны характеристического излучения медного анода ( $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ ) так же оказалась удобной для проведения дифракционных исследований. С появлением синхротронного излучения у исследователей появилась возможность выбирать излучение из широкого спектра длин волн и в особенности появилась возможность работать с высокоинтенсивным «жестким» излучением. Какие новые возможности дает «жесткое» излучение для рентгеновской дифрактометрии? При уменьшении длины волны используемого рентгеновского излучения, происходит уменьшение углов дифракции, и все дифракционные максимумы смещаются в область малых углов. Поэтому появляется возможность, с помощью плоского двухкоординатного детектора зарегистрировать основной набор дифракционных максимумов. Детектор *mag345* установленный на расстоянии 400 мм от образца, позволяет получать дифракционные данные в таком же диапазоне межплоскостных расстояний, какие получаются на стандартном дифрактометре, использующем характеристическое излучение меди, при сканировании в диапазоне углов  $2\theta$  от  $7^\circ$  до  $140^\circ$ . Как известно, дифрагированное от образца излучение распространяется в виде так называемых дифракционных конусов. При этом, традиционные дифрактометры регистрируют только малую часть дифрагированного излучения в телесном угле определяющем угловое разрешение дифрактометра. Для получения полного набора дифракционных данных требуется сканирование по необходимому диапазону углов дифракции. Плоским двухкоординатным детектором регистрируется всё излучение рассеянное образцом. Использование двухкоординатного детектора дает возможность получать информацию не только о положении и интенсивности дифракционных колец, но и о распределении интенсивности по кольцу. При неподвижном образце по виду дифракционных колец можно судить о размере кристаллитов и текстуре. При вращении образца рефлексы от мелких кристаллитов сливаются в кольца, а если в образце присутствуют кристаллиты с размерами соизмеримые с размером пучка используемого излучения или большими, то последовательно проходя через отражающие положения дифракционные плоскости дадут набор высокоинтенсивных дифракционных рефлексов образующих симметричную картину, то есть будет зарегистрирована дифрактограмма вращения монокристалла.

Так как дифракционная картина, при использовании «жесткого» рентгеновского излучения сосредоточена в области малых углов дифракции, удобно применять схему съемки «на просвет», при этом в формировании дифракционной картины участвует весь объем образца, сквозь который проходит пучок первичного излучения. В связи с тем, что «жесткое» рентгеновское излучение имеет высокую проникающую способность становится возможным исследовать на «просвет» образцы, состоящие из тяжелых элементов.

Сочетание высокой проникающей способности и уменьшение углов дифракции при использовании «жесткого» рентгеновского излучения позволяет исследовать образцы, помещенные в различные камеры с высокой и низкой температурой, а также между алмазными наковальнями в камере высокого давления.

При неподвижном образце, если размер кристаллитов превышает 0.1 - 1 мкм, дифракционные кольца разбиваются на отдельные рефлексы. С помощью разработанной процедуры можно наблюдать за появлением и ростом интенсивности рефлексов от отдельных кристаллитов, оценивать их размер и степень упорядочения.

Станция на 4-ом канале СИ предназначена для проведения дифракционных исследований с использованием «жесткого» рентгеновского излучения.

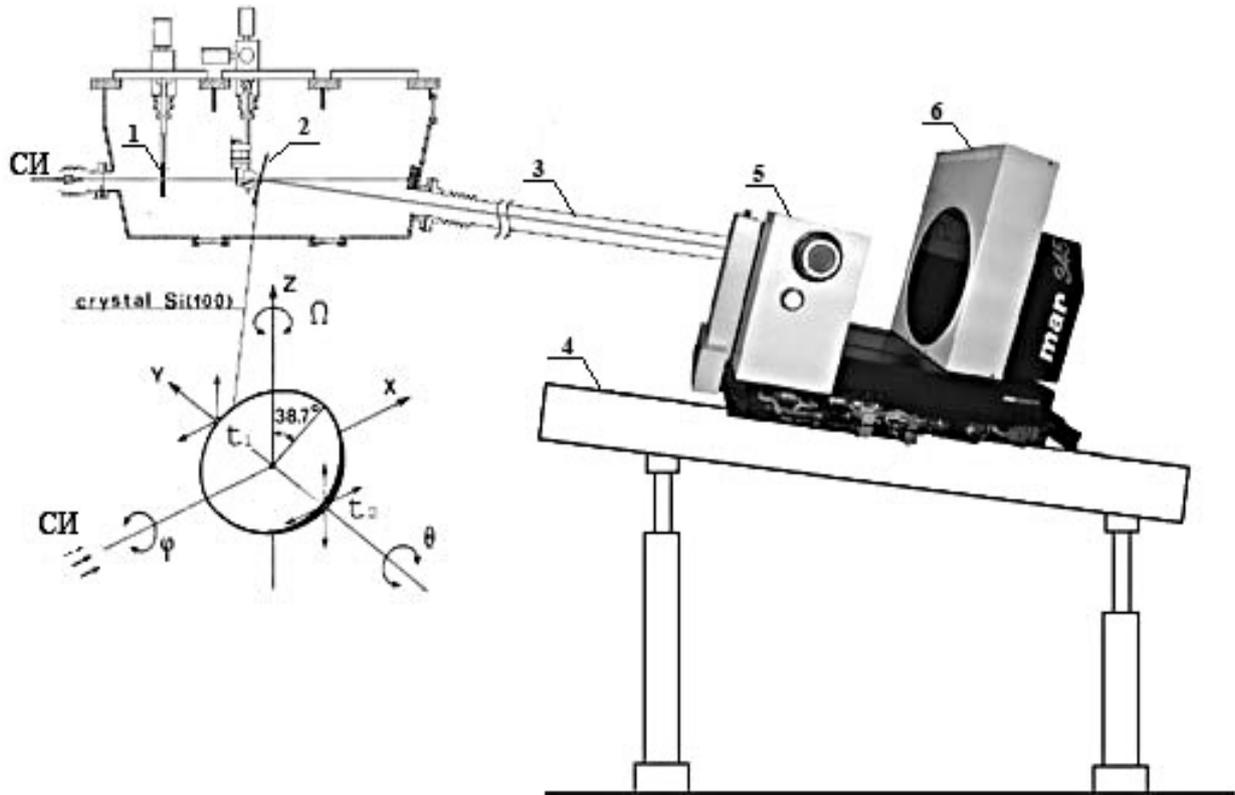


Рис.1 Схема расположения основных узлов экспериментальной станции 4-го канала СИ накопителя ВЭПП-3. 1-аттенюатор, 2-кристалл-монокроматор, 3- вакуумированный канал, 4- профилированное основание, 5-узел коллиматоров,6-двухкоординатный детектор mag345.

Излучение от трехполюсного вигглера проходит к монокроматору (рис.1). Монокроматизация излучения осуществляется плоским кремниевым кристаллом **2** в схеме по Лауэ, отражение от плоскостей (111). Монокроматор располагается в герметичном корпусе на расстоянии 9 метров от точки излучения. Перед кристаллом-монокроматором находится первичный коллиматор с алюминиевым аттенюатором **1**.

При попадании "белого" синхротронного излучения на кристалл-монокроматор происходит разогрев кристалла за счет поглощенного излучения. Поглощение излучения и разогрев кристалла происходит неравномерно по толщине. Сторона кристалла, обращенная к источнику излучения, разогревается сильнее, особенно за счет низкоэнергетического излучения. В результате образуется градиент температуры по толщине кристалла, что приводит к изгибу кристалла и смещению пучка монокроматизированного излучения. Аттенюатор выполнен в виде ребристого радиатора. В месте прохождения пучка синхротронного излучения толщина аттенюатора 1 мм. Аттенюатор ослабляет излучение с энергией 33.7 кэВ на 10% и поглощает 97% мощности падающего на него "белого" излучения, что позволяет значительно снизить тепловую нагрузку на монокроматор.

Для снижения тепловых и радиационных нагрузок пучок "белого" излучения коллимируется в горизонтальной плоскости. Горизонтальный размер первичного коллиматора 1 мм.

Поворот монохроматора на угол  $\theta$  производится актуатором. Система линейных подвижек, управляемых шаговыми двигателями, позволяет выставить кристалл-монохроматор относительно первичного пучка СИ. После монохроматора излучение по вакуумированному каналу 3 попадает на экспериментальную станцию. Все оборудование экспериментальной станции установлено на двух направляющих 4 длиной 3 метра и общей шириной 50 см. Направляющие установлены параллельно пучку монохроматизированного излучения.

Расстояние от точки излучения до монохроматора и от монохроматора до детектора равны. Таким образом, происходит автофокусировка монохроматизированного излучения в вертикальной плоскости. Трехполосный вигглер имеет две точки излучения, разнесенные в горизонтальной плоскости на несколько миллиметров. Стоящая перед монохроматором вертикальная щель шириной 1 мм работает как камера-обскура. Поэтому, перед входом на экспериментальную станцию излучение разделяется на два пучка от каждого источника излучения. На одном пучке проводятся дифракционные исследования, а второй пучок служит для определения положения пучка монохроматического излучения и для определения его интенсивности. Пучок, приходящий на станцию имеет следующие параметры: длина волны излучения  $\lambda=0.368\text{\AA}$ ;

энергетическое разрешение  $\Delta E/E=3*10^{-3}$

поток монохроматического излучения на образце =  $1.8*10^8$  фотон/сек./мм (горизон.), при энергии в накопительном кольце 2 ГэВ и токе 100 мА.

В настоящее время на станции установлен двухкоординатный детектор на основе запоминающих экранов (Image Plate detector) mar345 фирмы Marresearch. В настоящее время на станции установлен двухкоординатный детектор на основе запоминающих экранов (Image Plate detector) mar345 фирмы Marresearch. Применение запоминающих экранов для регистрации картин рентгеновской дифракции еще не стало широко используемым методом, поэтому необходимо более подробно рассмотреть их свойства.

Запоминающий экран-это порошок фотостимулированного фосфора нанесенный при помощи органической связки на полимерную пленку. В качестве фосфора чаще всего используется фторобромид бария активированный европием  $\text{BaFBr:Eu}^{2+}$ . При взаимодействии рентгеновского излучения с материалом фосфора происходят следующие процессы (рис.7). Рентгеновский фотон поглощается материалом фосфора и энергия передается  $\text{Eu}^{2+}$ .  $\text{Eu}^{2+}$  окисляется до  $\text{Eu}^{3+}$ , а фотоэлектрон забрасывается в зону проводимости. Фотоэлектрон захватывается дефектом решетки, созданным отсутствием противостоящего иона фтора или брома. Эти вакансии еще называют F-центрами. В этом состоянии фотоэлектрон может находиться достаточно долго. При облучении фосфора светом гелий-неонового лазера ( $\lambda=632$  нм) или светом лазерного светодиода ( $\lambda=658$  нм) происходит возбуждение захваченного фотоэлектрона и его рекомбинация с  $\text{Eu}^{3+}$ . Рекомбинация сопровождается испусканием люминесцентного излучения ( $\lambda=400$  нм). Длины волн возбуждающего и люминесцентного излучения достаточно различаются и могут быть легко разделены с помощью фильтров.

Сканер запоминающих экранов устроен следующим образом. Излучение от лазера фокусируется на запоминающем экране. Размер фокального пятна около 100 мкм. Фотостимулированное люминесцентное излучение собирается специальной оптической системой и направляется через фильтр на фотоприемник. Для считывания, зафиксированной на всей поверхности запоминающего экрана, информации необходимо произвести сканирование экрана. В детектирующем устройстве mar345 сканирование производится по спирали. Запоминающий экран вращается с увеличивающейся скоростью, а считывающая головка движется по радиусу от внешнего края экрана к его центру с постоянной скоростью. Это сделано для сохранения постоянным время считывания одного пиксела.

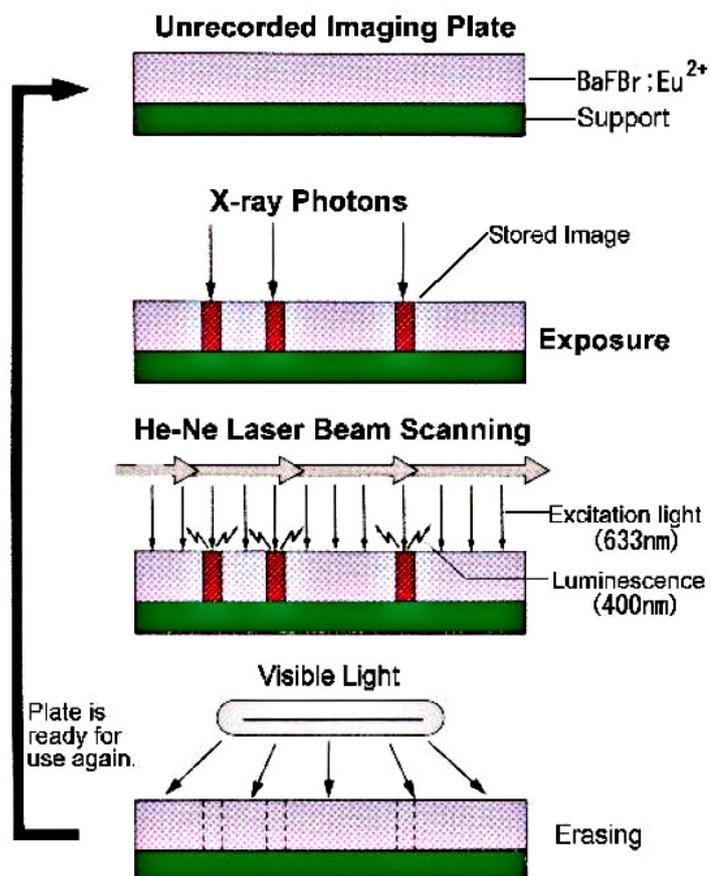


Рис.2. Процессы регистрации рентгеновского излучения запоминающим экраном, считывания изображения и очистки экрана.

Запоминающий экран имеет диаметр 345 мм. Сканирование может осуществляться с пространственным разрешением 100 мкм или 150 мкм. Программным путем выбирается пространственное разрешение и диаметр зоны сканирования-345 мм, 300 мм или 180 мм. Время считывания зависит от пространственного разрешения и диаметра зоны сканирования, и вместе со временем очистки экрана не превышает 250 секунд. Таким образом, детектор при максимальном разрешении состоит как бы из ~ 9 миллионов элементарных детекторов размером 100\*100 мкм, расположенных внутри окружности диаметром 345 мм. Чувствительность - один фотон. Динамический диапазон 0-65536 (16 бит). Гониометрическое устройство состоит из коллиматора, формирующего пучок излучения падающего на образец, держателя образца и юстировочного устройства. Коллиматор состоит из двух пар вертикальных и двух пар горизонтальных регулируемых щелей.

Использование жесткого рентгеновского излучения позволяет одновременно проводить рентгенофазовый и рентгенофлуоресцентный анализ локальных областей образца. Полупроводниковый детектор АМТЕС устанавливался над образцом, перпендикулярно оси пучка рентгеновского излучения. С его помощью регистрировалось возбуждаемое флуоресцентное излучение. Используемое излучение ( $E_{\text{кв}}=33.7$  кэВ), позволяет возбуждать флуоресцентного излучения К- или L-серии практически у всех элементов за исключением самых легких.

## **Сканирующий рентгенофлуоресцентный микроанализ природных образцов с использованием синхротронного излучения (СИ) из накопителя ВЭПП-3 ИЯФ СО РАН и фокусирующей рентгеновской оптики.**

Дарьин А.В. – ИГМ СО РАН (Новосибирск)

Ракшун Я.В. – ИЯФ СО РАН (Новосибирск)

Реализация особенностей синхротронного излучения (малая угловая расходимость и непрерывный спектр; естественная поляризованность; высокая интенсивность) с использованием современной рентгеновской оптики (поликапиллярные линзы) и регистрирующей аппаратуры (быстродействующая электроника и твердотельные детекторы) дает новое качество анализа – определение пико-граммовых содержаний широкого набора элементов с микронным пространственным разрешением. С использованием созданной экспериментальной станции и разработанных методик проведены многочисленные сканирующие микроанализы геологических и дендрохронологических природных образцов с целью получения временных рядов геохимических индикаторов палеоклимата Центрально-Азиатского региона. Пределы обнаружения, также как набор определяемых элементов, зависит от выбора условий эксперимента, и в оптимальных условиях достигает величин  $\sim 5 \times 10^{-5} \%$  с пространственным разрешением  $\sim 20-50$  мкм.

### **Постановка задачи.**

В последние десятилетия применение синхротронного излучения для аналитических исследований стало широко доступно. Это привело к созданию нового направления в рентгеноспектральном анализе – микроанализу (micro-XRF). В отличие от микрозондов с возбуждением электронным или протонным пучком, использование рентгеновского излучения не требует сложных вакуумных систем, что существенно облегчает процесс подготовки образца и проведения аналитических измерений. Достаточное представление об уровне развития микро – РФА конца XX века дают обзорные работы [1-3], где рассмотрены основные системы фокусировки возбуждающего излучения и примеры аналитических исследований. Микрокапиллярная и фокусирующая рентгеновская оптика позволяла получать пучки размерами менее 1 мкм с энергией возбуждения от 10 до 30 кэВ.

Микроанализ можно проводить также в жесткой области рентгена, так в работе [4] на энергиях возбуждения 70-100 кэВ микрокапиллярной оптикой выводили на образец пучок размером  $20 \times 30$  мкм<sup>2</sup>, что позволяло определять редкоземельные элементы (РЗЭ) с пределами обнаружения  $\sim 0,2 - 0,3$  г/т (ppm). Этот же коллектив в работе [5] показал возможности фокусирования микрокапиллярной оптикой из свинцового стекла 60 кэВ-ных квантов в пучок размерами до 4 мкм<sup>2</sup> с увеличением яркости на порядок по сравнению с коллимацией.

На ВЭПП-3 первые эксперименты по сканирующему микроанализу были проведены в период 1989 – 95 гг [6, 7, 8, 9] и продолжены в 2000-х в серии работ по сканированию озерных донных отложений [10, 11, 12].

Для реализации этого направления было создано специальное сканирующее устройство, обеспечивающее требуемые параметры эксперимента: одномерный сканер и система коллимации пучка позволяли проводить определение более 20 микроэлементов с пределами обнаружения  $\sim 1-5$  ppm в ядрах донных осадков с пространственным разрешением 100 мкм по одной координате при энергии возбуждения 15-30 кэВ [10]. Используемая экспериментальная установка позволила получить новое качество палеоклиматических реконструкций – годовое (а в ряде случаев – сезонное) временное разрешение при длине временных рядов в несколько тысяч лет [12, 13, 14, 15].

Для получения развернутой геохимической информации о вариации климатической системы Центрально-Азиатского региона в последнее тысячелетие из анализа природных архивов (донные осадки и дендробразцы) требуется доведение пространственного разрешения до  $\sim 10$ -микронного уровня с сохранением широкого набора определяемых элементов и пределов обнаружения на уровне 0,1 – 1 ppm. Мировой опыт развития показывает возможность реализации подобных аналитических систем с использованием современных источников СИ и рентгенооптических схем фокусировки возбуждающего и флуоресцентного излучений.

### Аппаратура.

На рис. 1 представлена схема станции сканирующего рентгенофлуоресцентного микроанализа, включающая в себя следующие основные блоки.

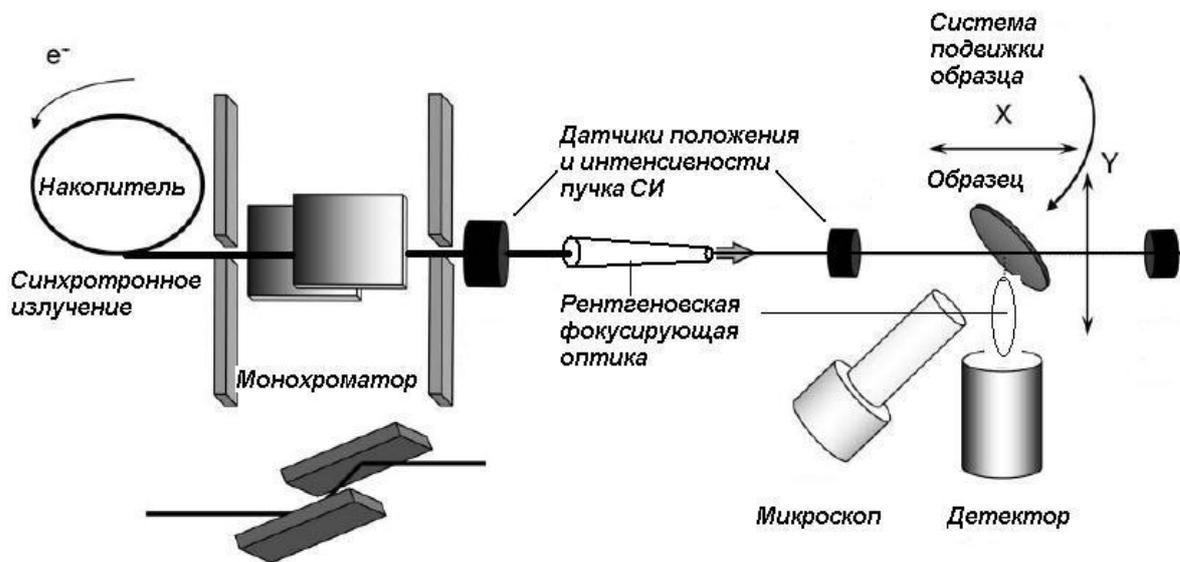


Рис.1 Схема станции сканирующего рентгенофлуоресцентного микроанализа.

1) Монохроматор – обеспечивает получение монохроматического излучения в диапазоне энергий 10 – 60 кэВ,  $dE/E \sim 10^{-2} - 10^{-3}$ . Монохроматор использует схему "Бабочка" (Channel cut) с кристаллами кремния (Si (111) и Si (113)). Горизонтальность выходного пучка, обеспечиваемая данной схемой, позволяет не менять взаимное расположение образца и фокусирующей системы при перестройке энергии. Монохроматор оборудован специальной системой смены кристаллов, что обеспечивает широкий диапазон энергий.

2) Рентгеновская фокусирующая оптика. В настоящее время используются поликапиллярные рентгеновские линзы для формирования малого фокального пятна возбуждающего излучения. В поликапиллярной оптике управление рентгеновским излучением осуществляется на основе прохождения РИ через полые трубки – монокапилляры, собранные в пучки различных конфигураций. Прохождение излучения через монокапилляры происходит благодаря полному внешнему отражению от стенок. Пучок от источника фокусируется в пятно диаметром 10 - 50 мкм при фокусном расстоянии 2 – 10 мм, что достаточно для многих приложений [16, 17].

Для эффективного использования необходимо производить точную выставку линзы и настройку фокусного пятна на образец. Учитывая маленький угловой акцептанс линзы (около 0.1 градуса) необходимо очень точно ориентировать линзу по горизонтальному и вертикальному углам. Кроме того, необходимо для точной настройки осуществлять продольное перемещение линзы вдоль оптической оси. Для осуществления всех этих процедур было сконструировано юстировочное устройство. На рис.2 представлен внешний вид используемой поликапиллярной линзы и устройства для юстировки. Фактор

увеличения яркости составляет два порядка при размере фокусного пятна  $\sim 15$  мкм на энергии возбуждения 20 кэВ.

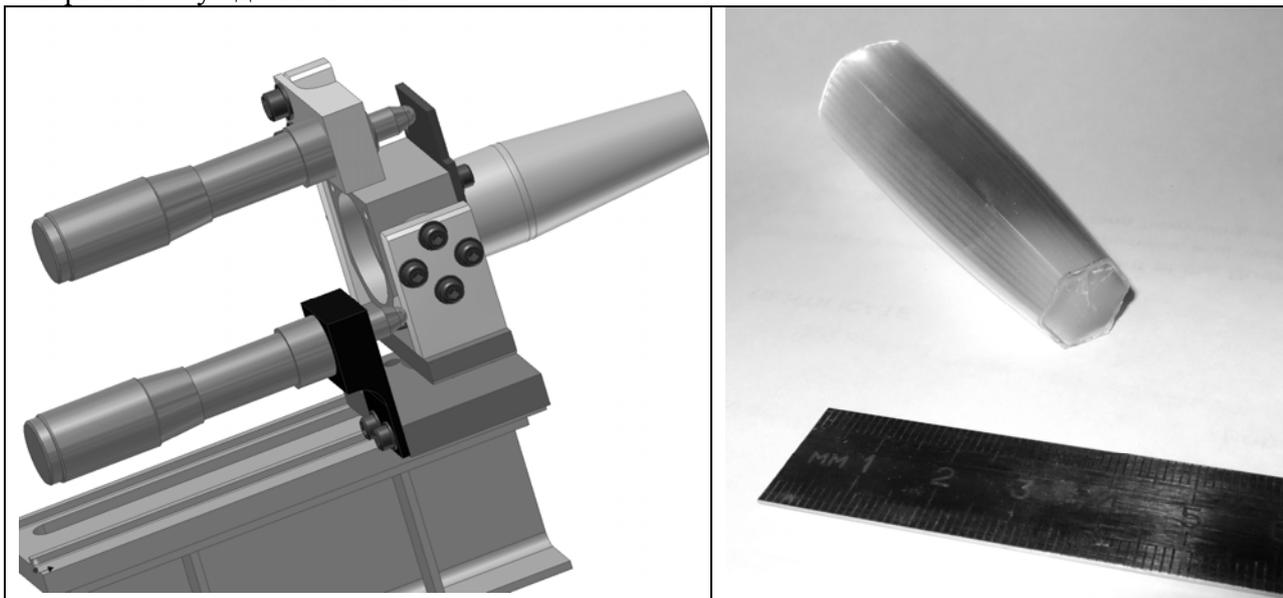


Рис. 2 Общий вид юстировочного устройства и поликапиллярная рентгеновская линза.

3) Сканирующее устройство позволяет осуществлять протяжку длинных (до 40 см) образцов через пучок СИ с минимальным шагом 10 мкм. Возможно выбирать ориентацию образца для реализации методов анализа в обычном режиме, а также в скользящем падении возбуждающего излучения (glancing incidence) и в скользящем выходе (glancing exit). Данные возможности позволяют получать дополнительные данные о глубинном распределении элементного состава. Система подвижки образца представляет собой устройство (рис.3), позволяющее перемещать образец относительно пучка СИ по одной угловой (в плоскости пучка) и трём линейным координатам. Перемещение перпендикулярно медианной плоскости падающего пучка СИ (ось Z) автоматизировано, перемещение по другим координатам (X, Y) и углу ( $\varphi$ ) носит характер подстроечных и осуществляется при помощи ручных микровинтов. Шаговый двигатель, работающий вдоль оси Z, управляется от компьютера и осуществляет полный оборот вала за 200 шагов. Двигатель оборудован легко заменяемым редуктором, вращающим гайку. Винт с накатанной резьбой М8, шаг 1.25мм, совершает поступательное движение внутри гайки. На винт закреплена направляющая,двигающаяся между двумя парами роликов, расположенными сверху и снизу от экспериментального отсека. Предельная теоретическая точность позиционирования по оси Z с данным редуктором составляет 4 мкм. Реальная - 10мкм. Максимальное перемещение по оси Z составляет 320 мм.Подстройка в плоскости XY осуществляется при помощи микровинтов с нониусной шкалой 10мкм. Точность позиционирования не хуже 20мкм. Максимальное перемещение по оси X вдоль направления пучка составляет +/- 10мм, по оси Y +/- 2мм. Угловая подстройка осуществляется таким же микровинтом, расположенным на расстоянии 80 мм от центра вращения на угол +/- 6 градусов. На теле камеры расположены 4 отверстия: для падающего излучения, для наблюдения за областью взаимодействия образца и излучения под углом 45 градусов к первому отверстию в медианной плоскости, для измерения сигнала флуоресценции при работе в стандартном режиме – под углом 90 градусов и для детектирования проходящего через образец сигнала (а также в режим ПВО) – под углом 180 градусов. Результаты исследований показали, что сканер обеспечивает точность позиционирования образца  $\sim 10$  мкм.

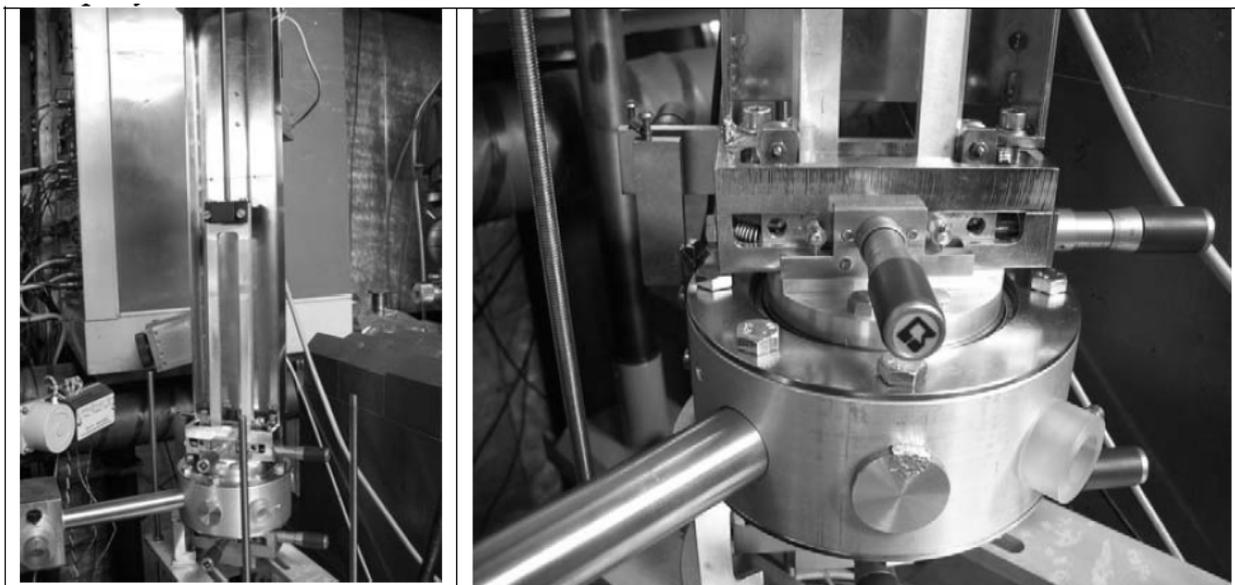


Рис.3 Сканер, слева – общий вид, справа – камера для измерений с устройством для закрепления образцов, отверстиями для возбуждающего и регистрируемого излучений, микроскопа и подстроечными винтами.

4) Детектор PentaFET (Oxford Instruments) и спектрометрический тракт обеспечивают регистрацию флуоресцентного излучения с энергетическим разрешением  $\sim 135$  эВ (по линии 5.9 кэВ) при нагрузках до 100 кГц. Спектрометрический тракт соединен с ПК. Регистрируемые спектры сохраняются в автоматическом режиме в выбранной пользователем директории. Полученные файлы содержат информацию о времени набора спектра, текущем токе и т.д. и совместимы с программой автоматической обработки спектров AXIL.

Управление станцией осуществляется при помощи ПЭВМ с использованием специального программного обеспечения. Программа осуществляет продвижение образца через пучок СИ а также осуществляет съемку и архивирование РФА спектров для последующей количественной обработки. Так как время набора данных для длинных образцов превышает время жизни электронного пучка в накопителе ВЭПП-3, программа производит оперативный мониторинг параметров пучка в накопителе и прекращает набор на время сброса и накопления нового пучка.

#### **Объекты исследования, пробоподготовка, методика анализа.**

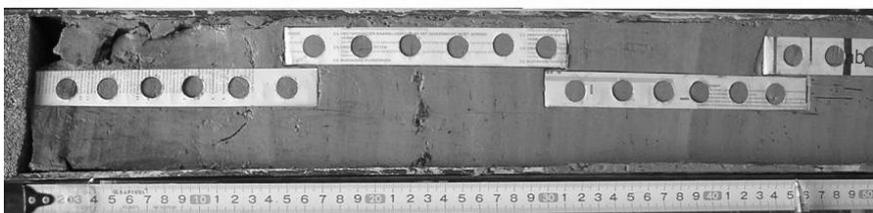
Геохимическая специфика озерных отложений обусловлена составом пород питающей провинции. Твердый терригенный сток меняется во времени в зависимости от гипсометрического уровня и соотношений геоморфологических элементов водосбора, что прямо отражается в составе отдельных слоев и ритмов в осадках в конечном бассейне. Другим фактором, контролирующим состав осадков, является соленость озерной воды, определяющая наличие характерных аутигенных примесей. Важным компонентом служит автохтонное и аллохтонное органическое вещество со специфическим набором микроэлементов и значительным влиянием на многие свойства осадка. Для аридных регионов, особенно вблизи пустынь, необходимо учитывать эоловую составляющую осадков. Природные вариации вышеперечисленных факторов приводят к формированию тонкой слоистой структуры осадка, несущей информацию о состоянии окружающей среды.

Непрерывные осадочные разрезы с высокими скоростями седиментации являются идеальными для получения высокоразрешающих климатических (температура и

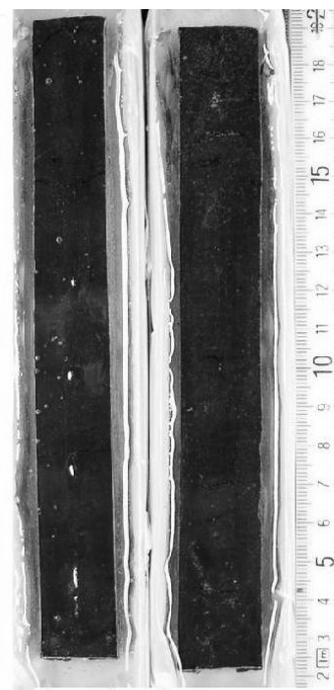
влажность) записей из донных отложений и по детальности могут быть сравнимы с лучшими дендрохронологическими записями, но значительно превосходят последние по перекрываемому возрастному интервалу. Отбор осадков осуществляется при помощи гравитационных трубок-пробоотборников, обеспечивающих получение ненарушенных колонок длиной до 2 м, что при скорости осадконакопления ~ 1 мм/год перекрывает возрастную интервал 2000 лет.

Пробоподготовка кернов для микроанализа – одна из важных методических задач. В ИГМ СО РАН разработана методика изготовления твердых препаратов из влажного керна, включающая три этапа: наложение бокса из алюминиевой фольги на поверхность осадка и извлечение его из керна; замораживание в жидком азоте и сушка в лиофильной камере; насыщение полимером – смесью эпоксидной смолы и ацетона. Для ускорения полимеризации эпоксидной смолы образцы выдерживали в сушильном шкафу при 60°C в течение 3-4 суток. Полученные препараты пригодны для длительного хранения, изготовления шлифов для изучения в оптическом микроскопе, для рентгеновских и других современных методов микроанализа (рис.4).

а) наложение бокса из алюминиевой фольги на поверхность осадка и извлечение его из керна



б) боксы с влажным керном



в) твердые образцы, пропитанные эпоксидной смолой

Рис.4. Изготовление твердых препаратов из керна донных осадков.

В качестве основного объекта дендрохронологических исследований использованы образцы кернов с годичными кольцами лиственницы сибирской и сосны обыкновенной. Керны с живых деревьев брались возрастным буром по двум радиусам на высоте 0,3-1,3 м, затем помещались в специальные бумажные контейнеры, что позволяло предохранить образцы от возможных механических повреждений при транспортировке. В лабораторных условиях полученный керн приклеивался на деревянную подложку и использовался для аналитических исследований. На рис. 5 представлен пример распределения цинка вдоль профиля дендрообразца.

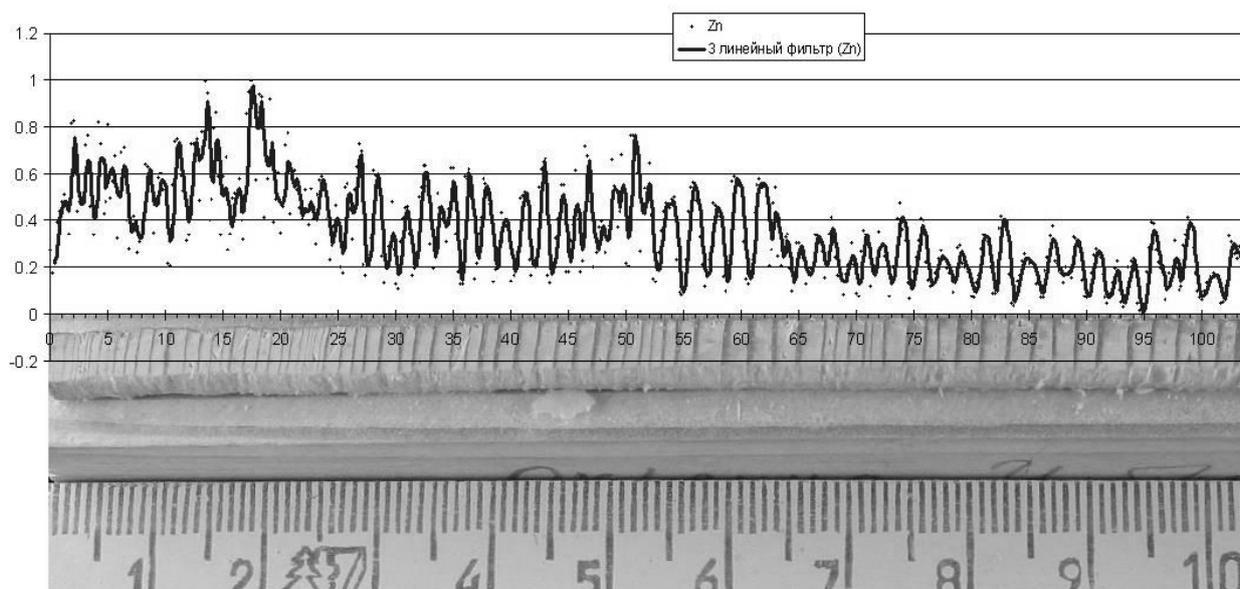


Рис.5. Распределения цинка (относительные единицы) вдоль профиля дендрообразца.

Измерение содержаний микроэлементов вдоль профиля образцов керна проводилось при энергиях возбуждения 18 и 24 кэВ, с шагом 0.1, 0.2 или 0.5 мм. Время измерения в точке составляло от 5 до 25 сек, в зависимости от уровня содержаний анализируемых элементов и решаемых задач. Одновременно определялось от 15 до 25 элементов с пределами обнаружения до 0.5 г/т ( $\text{г/т} = 10^{-4}$  вес.%).

Обработка спектров производится методом нелинейной оптимизации по методу наименьших квадратов. В качестве базовых функций подгонки используются наборы гауссовских мультиплетов в которых положение и взаимные интенсивности отдельных пиков выбираются с использованием фундаментальных таблиц об энергиях и интенсивностях флуоресцентных линий различных элементов.

Проведенные исследования показали, что кроме получения профилограмм распределения микроэлементов с пространственным разрешением  $\sim 100$  мкм, необходимо также проводить более детальные (с расширенным набором определяемых элементов и низкими пределами обнаружения) исследования локальных областей размерами  $\sim 20 - 30$  мкм в шлифах и пластинах твердых препаратов изучаемых образцов.

Актуальность подобных исследований возросла после успешного применения методики изготовления «тонких» (толщина образца соизмерима с мощностью годового слоя) пластин твердых препаратов кернов донных отложений. Использование для аналитических исследований тонких препаратов позволяет уменьшить интерференционные взаимодействия, обусловленные геометрическими факторами, связанными с мощностями отдельных слоев осадка. При толщине образца, превышающем ширину монослоя в осадке, одновременно происходит регистрация излучения от двух и более слоев. Для тонкого образца возможен детальный анализ монослоев, т.е. изучение геохимии внутригодового цикла осадкообразования (рис.6).

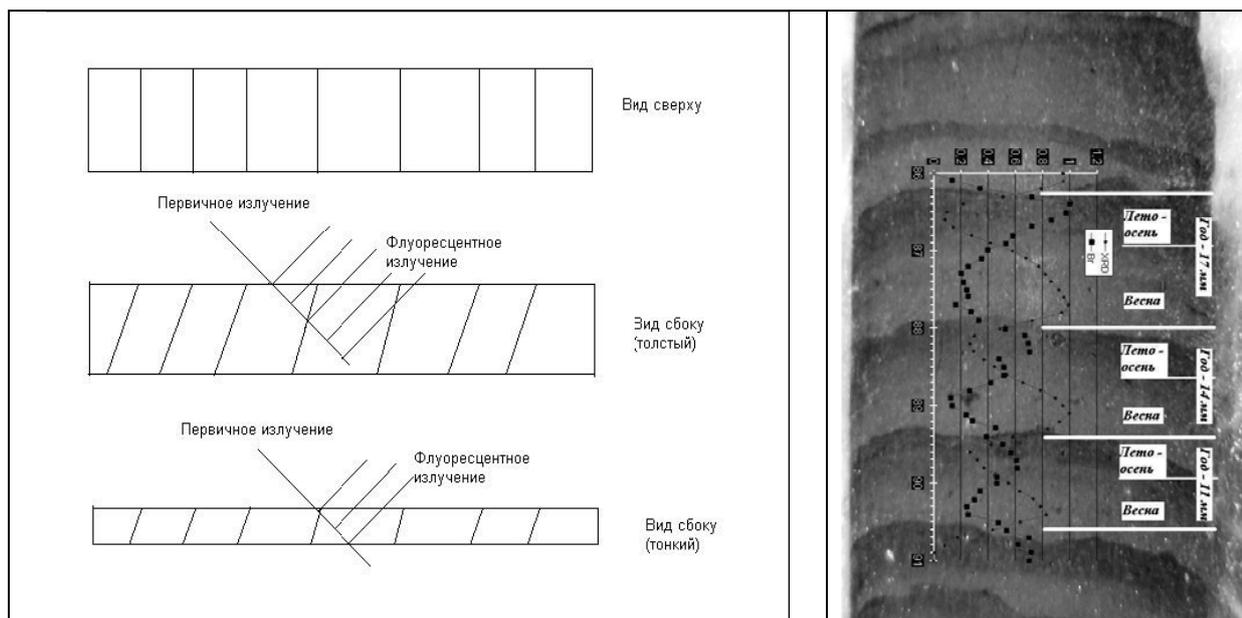


Рис.6. Использование тонкого (<2 мм) образца при проведении сканирующих исследований позволяет уменьшить интерферирующее влияние соседних слоев осадка. Справа – пример внутригодовых (сезонных) вариации геохимических параметров цикла осадкообразования.

### Результаты.

Разработана и реализована экспериментальная установка, позволяющая осуществлять сканирующий рентгенофлуоресцентный микроанализ с использованием в качестве источника возбуждения синхротронное излучение из накопителя ВЭПП-3 ИЯФ СО РАН с определением более 25 элементов (от Cl до Nb по K-сериям, Pb, Th, U – по L-сериям) с пределами обнаружения до  $5 \times 10^{-5}$  % с пространственным разрешением ~ 20-50 мкм.

Разработана методика анализа природных образцов (кернов донных осадков и денро-кернов), включающая отбор и подготовку образцов, микроанализ с пространственным разрешением 50 – 100 – 500 мкм, обработку РФА спектров, получение временных рядов геохимических индикаторов палеоклимата Центрально-Азиатского региона.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект №09-05-13505-офи\_ц) и Президиума СО РАН (интеграционный проект №92 и комплексный №122).

### Литература.

- 1 P.Chevallier, P.Dhez, A. Erko, A. Firsov, F. Legrand, P. Populus X-ray microprobes // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, Volume 113, Issues 1-4, 1 June 1996, Pages 122-127
- 2 Natsou Fukumoto, Yoshinori Kobayashi, Masayasu Kurahashi, Isao Kojima X-ray fluorescent spectroscopy with a focused X-ray beam collimated by a glass capillary guide tube and element mapping of biological samples // Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy, Volume 54, Issue 1, 4 January 1999, Pages 91-98
- 3 S.H. Sie. Nuclear microprobe in geological applications: Where do we go from here? // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, Volume 130, Issues 1-4, 2 July 1997, Pages 592-607
- 4 [K. Janssens, et all, Fresenius Journal of Analytical Chemistry (1999) 363 :413–420]
- 5 [K. Janssens et all, Journal of Analytical Atomic Spectrometry, May 1998, Vol. 13 (339–350)]

- 6 Baryshev V. B.; Gavrilov N. G.; Daryin A. V.; Zolotarev K. V.; Kulipanov G. N.; Mezentsev N. A.; Terekhov Ya. V. Scanning x-ray fluorescent microanalysis of rock samples // Review of Scientific Instruments.-1989. V. 60. N 7. Pt II. P. 2456-2457
- 7 Baryshev V. B.; Gavrilov N. G.; Daryin A. V.; Zolotarev K. V.; Kulipanov G. N.; Mezentsev N. A.; Terekhov Ya. V. Status of X-ray fluorescence elemental analysis at VEPP-3 // Nuclear instruments and methods, A282, 1989, p.570-575.
- 8 Daryin A. V.; Baryshev V. B.; Zolotarev K. V. Scanning X-ray fluorescence microanalysis of phosphorites from the underwater mountains of the Pacific // Nucl. Instrum. and Meth. Phys. Res. A - 1991. - Vol. 308. - N 1-2. - С. 318-320. - ISSN 0168-9002
- 9 I. P. Dolbnya, A.V. Golubev, K.V. Zolotarev, V. A. Bobrov, I. A. Kalugin Scanning synchrotron radiation X-ray fluorescence trace element analysis of microlayers of Fe---Mn nodules; new data on ore forming processes in the Ocean // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, Volume 359, Issues 1-2, 1 May 1995, Pages 327-330
- 10 K.V. Zolotarev, E. L. Goldberg, V. I. Kondratyev, G. N. Kulipanov, E. G. Miginsky, V. M. Tsukanov, M. A. Phedorin, Yu. P. Kolmogorov Scanning SR-XRF beamline for analysis of bottom sediments // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, Volume 470, Issues 1-2, 1 September 2001, Pages 376-379
- 11 E.L. Goldberg, M.A. Grachev, E.P. Chebykin, M.A. Phedorin, I.A. Kalugin, O.M. Khlystov, K.V. Zolotarev Scanning SRXF analysis and isotopes of uranium series from bottom sediments of Siberian lakes for high-resolution climate reconstructions // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, Volume 543, Issue 1, 1 May 2005, Pages 250-254
- 12 A.V. Daryin, I.A. Kalugin, N.V. Maksimova, L.G. Smolyaninova, K.V. Zolotarev Use of a scanning XRF analysis on SR beams from VEPP-3 storage ring for research of core bottom sediments from Teletskoe Lake with the purpose of high resolution quantitative reconstruction of last millennium paleoclimate // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, Volume 543, Issue 1, 1 May 2005, Pages 255-258
- 13 Дарьин А.В., Гольдберг Е.Л., Калугин И.А., Федорин М.А., Золотарев К.В., Максимова Н.В. Отношение интенсивностей упруго- и неупругорассеянного на образце синхротронного излучения – климатически коррелированный палеосигнал в историческом слое (1860-1996 гг) донных осадков оз.Телецкое // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2003, № 12, С. 53-55.
- 14 Ivan Kalugin, Andrey Daryin, Lyubov Smolyaninova, Andrei Andreev, Bernhard Diekmann, Oleg Khlystov. 800-yr-long records of annual air temperature and precipitation over southern Siberia inferred from Teletskoye Lake sediments. // Quaternary Research. 67 (2007) 400–410.
15. Калугин И.А., Дарьин А.В., Бабич В.В. 3000-летняя реконструкция среднегодовых температур Алтайского региона по литолого-геохимическим индикаторам донных осадков оз. Телецкое // Докл. РАН, 2009, 426, № 4, С. 520-522
- 16 А.Ю.Романов, Письма в ЖТФ, 2005, том 31, вып.5, 47-51
- 17 А.Ю.Романов и др., Поверхность, 2005, №2, 17-22

# Основы рентгенофлуоресцентного анализа (РФА), особенности РФА с использованием синхротронного излучения (СИ). РФА в мировых центрах СИ

К. Золотарев  
ИЯФ СО РАН

## Принципы РФА

В 1913 в серии блестящих экспериментов английский физик Генри Мозли установил зависимость между частотой спектральных линий характеристического рентгеновского излучения и атомным номером излучающего элемента. Зависимость была названа в честь первооткрывателя законом Мозли. Это фундаментальное открытие имело огромное значение для установления физического смысла периодической системы элементов и атомного номера и для подтверждения правильности концепции планетарного атома. По словам американского физика Р. Милликена, открытие Мозли «всегда будет одним из десятка наиболее блестящих по замыслу, изяществу исполнения и информативности в истории науки». Также это открытие можно назвать и началом эры рентгенофлуоресцентного анализа (РФА).

В современной интерпретации закон Мозли может быть сформулирован так:

$$\sqrt{\frac{E}{R}} = \frac{Z - S_n}{n} \quad (1)$$

где  $Z$  – заряд ядра в атоме определенного элемента,  $R$  — постоянная Ридберга ( $R=13.6$  эВ),  $S_n$  — постоянная экранирования,  $n$  — главное квантовое число (K-, L-, M- и т. д. серии, соответствующие значениям  $n = 1, 2, 3, \dots$ ).

Позже эмпирические выводы Мозли были полностью подтверждены квантовомеханической теорией.

Таким образом, измеряя рентгенофлуоресцентный спектр по положению флуоресцентных линий можно определять элементы из которых состоит образец а по их интенсивности концентрации соответствующих элементов. Впервые описание метода количественного РФА было опубликовано в 1928 году учеными Глокером и Шрайбером, а сам рентгенофлуоресцентный прибор был создан только в 1948 году Фридманом и Берксом.

К основным особенностям РФА можно отнести следующие моменты:

1. простота спектров обусловленная небольшим количеством линий и очень слабой зависимостью положений линий от химического окружения;
2. простота пробоподготовки и измерений;
3. панорамность, возможность одновременного определения многих элементов;
4. достаточно высокой чувствительность, хорошая точность и воспроизводимость.

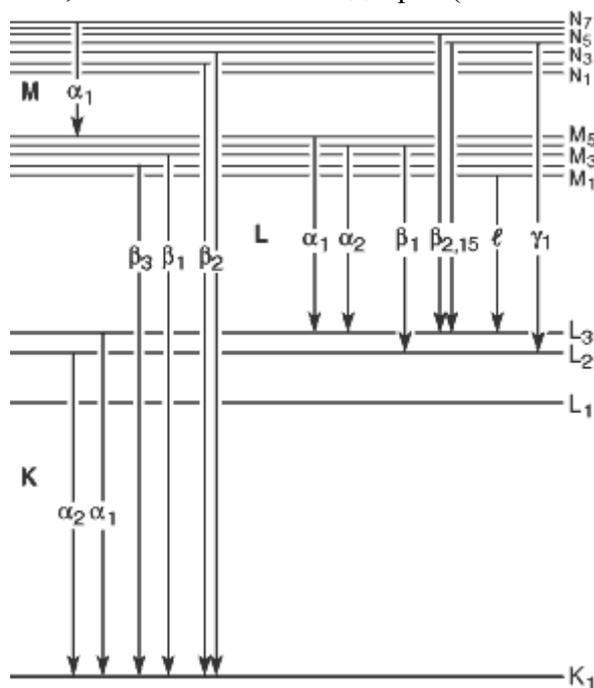


Рис. 1. Внутренние энергетические уровни атома и возможные переходы сопровождаемые высвечиванием характеристических квантов

Указанные моменты предопределили большую популярность и быстрый прогресс методов РФА.

Процесс излучения флуоресценции может быть разбит на две стадии:

- 1) образование вакансии на одном из внутренних энергетических уровнях атома (см. Рис. 1);
- 2) высвечивание флуоресцентного кванта при заполнении образовавшейся вакансии переходом электрона с одного из вышележащих уровней.

Хотя образование вакансий может вызываться разными причинами в РФА используется явление фото-эффекта, т.е. выброс электрона при взаимодействии атома с рентгеновским квантом с энергией достаточной для удаления электрона. В большинстве случаев сечение такого процесса существенно больше, чем сечение ионизации вызываемой высокоэнергичными заряженными частицами (электронами или протонами).

### Основы количественного анализа

Количество зарегистрированных характеристических квантов в одной флуоресцентной линии можно определить по следующей формуле от атомов расположенных в слое толщиной  $dx$  в образце на глубине  $x$  (см. Рис.2) может быть выражено следующей формулой:

$$dN_f = N_0 e^{-\mu_0 \frac{x}{\sin \theta_0}} C_e \rho \sigma_e \frac{dx}{\sin \theta_0} T_{e,l} \frac{S_{e,n} - 1}{S_{e,n}} \omega_{e,n} R(E_{e,l}) e^{-\mu_{e,l} \frac{x}{\sin \theta_l}} \frac{\Delta \Omega}{4\pi} \quad (2)$$

В данной формуле приняты следующие обозначения:  $N_0$  - количество квантов

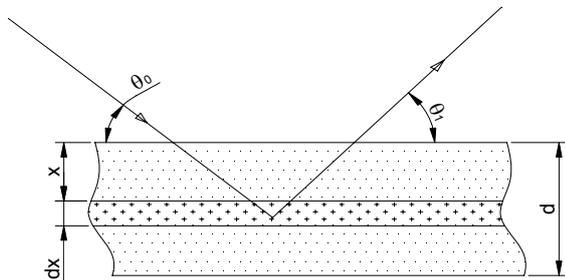


Рис. 2. Геометрия для определения параметров количественного анализа.

возбуждающего излучения,  $\mu_0$  и  $\mu_{e,l}$  - линейные коэффициенты поглощения первичного (возбуждающего) и флуоресцентного излучения в матричном составе образца [ $\text{см}^{-1}$ ],  $C_e$  - концентрация регистрируемого элемента в образце [г/г],  $\rho$  - плотность образца [ $\text{г}/\text{см}^3$ ],  $\sigma_e$  - массовое сечение фотоэффекта для регистрируемого элемента  $e$  на энергии возбуждения [ $\text{см}^2/\text{г}$ ],  $T_{e,l}$  - относительная интенсивность регистрируемой флуоресцентной линии  $l$ ,  $S_{e,n}$  - величина скачка поглощения для

регистрируемого элемента и соответствующего края поглощения  $n$ ,  $\omega_{e,n}$  - флуоресцентный выход регистрируемого элемента и соответствующего уровня  $n$ ,  $R(E_{e,l})$  - эффективность регистрации квантов с характеристической энергией детектором,  $\Delta \Omega$  - телесный угол детектора.

Для получения полного потока формулу (2) необходимо проинтегрировать по всей толщине образца и результат может быть выражен в следующей форме:

$$N_f = N_0 C_e \rho \sigma_e \frac{d^*}{\sin \theta_0} T_{e,l} \frac{S_{e,n} - 1}{S_{e,n}} \omega_{e,n} R(E_{e,l}) \frac{\Delta \Omega}{4\pi} \quad (3)$$

где  $d^*$  - эффективная анализируемая толщина образца, определяемая поглощением возбуждающего и флуоресцентного излучения и может быть выражена следующим образом:

$$d^* = \frac{1}{\mu_0 / \sin \theta_0 + \mu_1 / \sin \theta_1} \cdot \left[ 1 - \exp \left( -\frac{\mu_0 d}{\sin \theta_0} - \frac{\mu_1 d}{\sin \theta_1} \right) \right] \quad (4)$$

На основе (3) можно обосновать все упрощенные способы количественного анализа с использованием эталонных стандартных образцов сравнения, однако, в последнее время, все большую популярность приобретает безэталонный метод количественного анализа с использованием табличных значений фундаментальных параметров представленных в формулах (3) и (4).

Более подробно в фундаментальные параметры для различных элементов и энергий возбуждающих квантов показываются в лекции.

### Способы регистрации рентгеновской флуоресценции

Существует два способа регистрации спектров рентгеновской флуоресценции: дисперсионный с использованием кристаллических анализаторов и энергодисперсионный с применением полупроводниковых или газо-люминисцентных детекторов.

Первые приборы были основаны на дисперсионном принципе. Наиболее распространенные схемы устройства таких спектрометров, а также их сравнительные характеристики рассматриваются в лекции.

В энергодисперсионном методе, используется свойство пропорциональности числа возникших свободных зарядовых носителей в среде при поглощении кванта энергии этого кванта. Например в кристалле кремния при поглощении рентгеновского кванта образуется достаточно большое количество электронно-дырочных пар, которые в последствии могут быть разделены электрическим полем и их суммарный заряд может быть измерен с хорошей точностью.

В отличие от дисперсионного метода, где для сканирования по длине волны необходимо, как правило, совершать механическое движение (например, вращение кристалла и перемещение детектора) использование энергодисперсионных детекторов не требует каких либо механических движений. За счет этого достигается простота анализа и надежность регистрирующей системы. В последнее время из-за впечатляющего прогресса в развитии полупроводниковых технологий, достигнуто очень хорошее энергетическое разрешение в полупроводниковых детекторах. По сравнению с методами в энергодисперсионных легко достигается панорамность, т.е. возможность одновременной регистрации флуоресценции от многих элементов. К недостаткам такого способа можно отнести худшее энергетическое разрешение и ограниченное быстродействие регистрации из-за медленного дрейфа носителей при их растаскивании.

Все эти моменты и количественные данные сообщаются в лекции.

### Особенности РФА с использованием СИ

Синхротронное излучение (СИ) по сравнению с традиционными источниками рентгеновского излучения (рентгеновскими трубками и радиоактивными изотопами) имеет следующие преимущества:

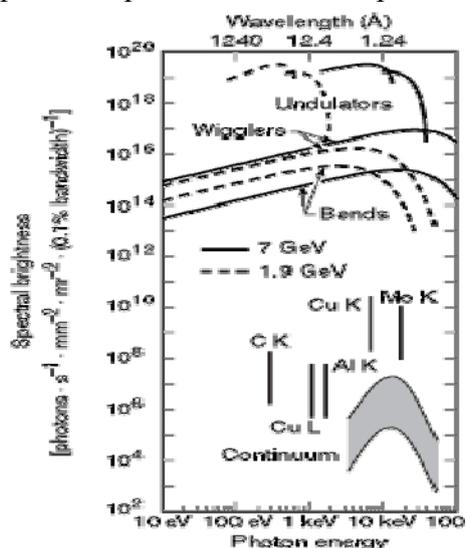


Рис. 3. Спектральная яркость источников СИ в сравнении с традиционными генераторами рентгеновского излучения.

- высокая интенсивность и высокая спектральная яркость источников (см. Рис.3);
- широкий спектр и возможность выбора энергии квантов с помощью хорошо развитых методов монохроматизации СИ;
- малая угловая расходимость, естественная коллимация, многочисленные способы фокусировки СИ;
- линейная или регулируемая поляризация;
- четкая временная структура связанная со структурой электронных пучков в накопителе.

В применении к РФА СИ позволяет осуществить следующие важные улучшения классического метода:

- высокая яркость и техника фокусировки СИ позволяют существенно уменьшить анализируемую область для проведения локального анализа, сканирующего анализа и анализа микроскопических образцов;
- высокая интенсивность СИ позволяет снизить время набора спектра, что имеет большое значение для проведения сканирующего анализа;
- поляризация СИ позволяет существенно уменьшить фон от рассеянного на образце излучения и тем самым улучшить чувствительность метода за счет улучшения отношения "сигнал-фон";
- широкий спектр СИ совместно с техникой монохроматизации позволяет проводить, во многих случаях, эффективное (иногда селективное) возбуждение интересующих аналитика элементов с подавлением возбуждения фоновых элементов;
- малая угловая расходимость пучка СИ позволяет использовать особенности взаимодействия параллельных пучков с веществом, что часто позволяет увеличить поверхностную чувствительность метода, например в способе полного внешнего отражения;
- также, в ряде случаев, большую пользу приносить комплексное исследование образцов с использованием комбинации методов реализуемых с использованием СИ, например когда рассматриваются корреляции данных РФА с дифракционными или XAFS данными о локальном строении.

Наибольшее распространение в использовании РФА-СИ получил метод сканирующего элементного анализа. Данный метод позволяет получать дву- и трехмерные карты распределения элементов в различных образцах, что по сравнению с локальным или усредненным по объему образца часто несет очень существенную информацию.

В настоящее время достигнуто разрешение около 10 нм, что позволяет изучать распределение элементов внутри биологических клеток и механизмы биологического обмена веществ.

Для получения микроскопического фокуса рентгеновского излучения в последнее время бурно развиваются методы фокусировки. Для этого применяются асферические (эллипсоидальные или тороидальные) зеркала, скрещенные системы зеркал, Френелевские или поликапиллярные (Кумаховские) и планарные киноморфные линзы. В лекции дается краткое описание и сравнение возможностей различных систем фокусировки, а также примеры их использования.

Другой популярной реализацией РФА-СИ является анализ в скользящем падении позволяющий существенно увеличить флуоресценцию от поверхностных слоев вещества на границе раздела сред. Это достигается тем, что при малоугловом взаимодействии параллельного пучка с границей раздела, практически все излучение на проходит внутрь вещества а отражается от него. Если на границе раздела находятся тонкие слои изучаемого вещества, то можно добиться, что вклад в флуоресцентный сигнал будут вносить только они а не материала подложки.

Более того, немного изменяя угол, можно изменять положение пучностей стоячих волн, которые образуются в результате интерференции падающей и отраженной волны. Перемещая, таким образом, пучности по исследуемым слоям и изучая флуоресцентный отклик, можно изучать важные особенности распределения элементов по глубине слоев.

Такого же эффекта можно добиться, если наблюдать флуоресцентное излучение под малым углом к поверхности раздела. Такая методика называется "скользящий выход" и она позволяет дополнительно к изучению глубинной структуре слоев, изучать еще и латеральные распределения на плоскости границы раздела.

Примеры применения этих методик даются в лекции.

# Палеорекострукции высокого разрешения по данным сканирующего ретгенофлуоресцентного микроанализа донных осадков горных озер Центрально-Азиатского региона.

Калугин И.А., Дарьин А.В.

*Институт геологии и минералогии им Н.В.Соболева СО РАН, Новосибирск.*

Непрерывные осадочные последовательности современных горных озер расположенных в Центрально-Азиатском регионе вдоль 45-55 параллелей от Алтая до Тихого Океана (рис.1), исследовались методом сканирующего РФА на пучках СИ из накопителя ВЭПП-3 (ИЯФ СО РАН) для получения развернутой геохимической информации с целью построения количественных реконструкций климатических параметров последних тысячелетий.

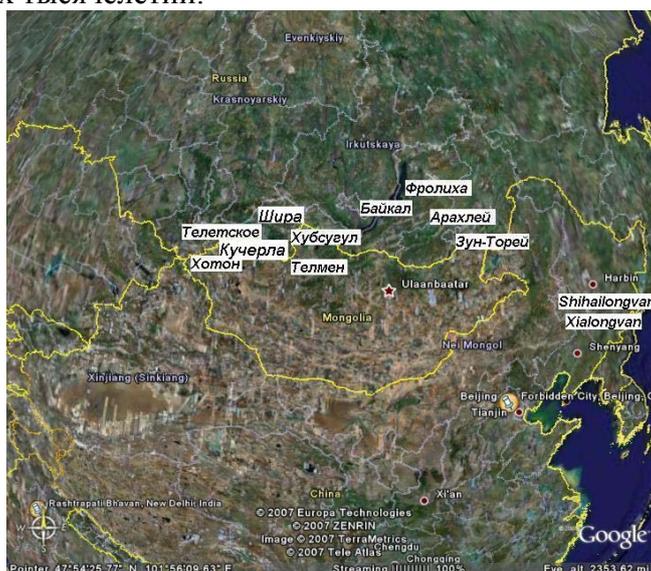


Рис.1. Локализация объектов исследования.

Керны осадков длиной от 20 до 300 см получены с использованием ящичного пробоборника и гравитационных трубок с научно-исследовательских судов, со льда и мобильного пробоборного комплекса.

Протокол исследования осадков включал:

- 1) Вскрытие керна в лабораторных условиях с измерением магнитной восприимчивости, фотографированием и описанием осадка;
- 2) Опробование половинки керна с шагом 5 мм, определение влажности осадка, подготовка образцов для изотопных исследований (определение возраста);
- 3) Из второй половины керна готовились образцы для сканирования – слэбы размерами 160x20x10 мм переносились в алюминиевые кюветы без нарушения последовательности слоев осадка (рис.2);



Рис.2. Образцы влажного осадка.



Рис.3. Твердые препараты осадка.

- 4) После лиофильного высушивания образцы пропитывались эпоксидной смолой. Из твердых препаратов выпиливались пластины толщиной 2 мм, поверхность образцов шлифовалась с использованием алмазной пасты (рис.3);
- 5) Сканирование проводилось в Сибирском центре синхротронного излучения на энергиях возбуждения от 14 до 40 кэВ, с определением содержания более 35 элементов, одновременно определялась рентгеновская плотность и отношение упруго-неупруго рассеянного на образце излучения. Шаг сканирования  $\sim 1$  года подбирался, исходя из данных по скорости осадконакопления (рис.4);



Рис.4. Вариации содержаний брома и рентгеновской плотности вдоль ядра осадков оз.Телмен.

- б) Полученный набор данных сопоставлялся с инструментальными метеонаблюдениями для региона исследования с целью поиска климатически коррелированных геохимических индикаторов (кластофильных – Rb, Sr, Y, Zr, REE и органофильных элементов – Br, I, U, Mo, Zn) (рис.5);

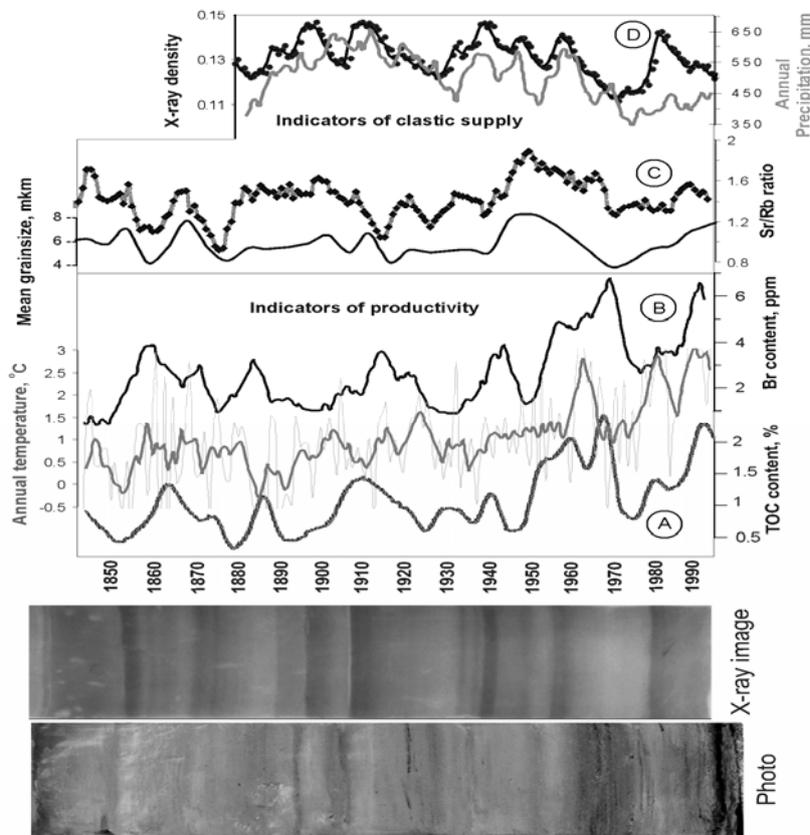


Рис. 5 Сравнение инструментальных метеонаблюдений в интервале 1850-2000 гг. с геохимическими данными для осадков оз.Телецкое.

- 7) На историческом участке (последние 100-150 лет) строилась трансферная функция, устанавливающая связь состава (свойств) осадка с климатическими параметрами (температура, влажность). Аппроксимация функции на всю глубину керна позволяет проводить количественную реконструкцию палеоклимата региона с временным разрешением  $\sim 1$  года. Полученные результаты показали хорошее совпадение с региональными дендрохронологическими данными и глобальными реконструкциями для Северного полушария.

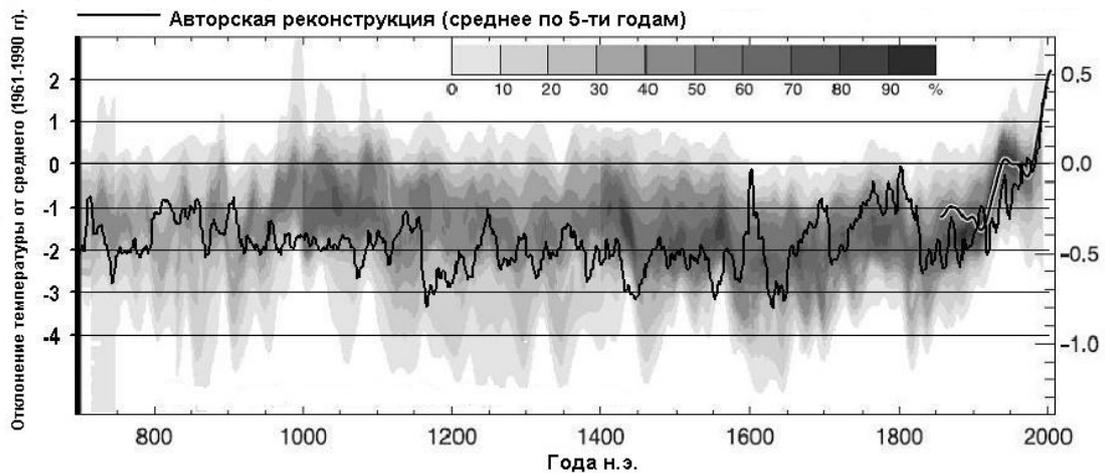


Рис.\_. График реконструированной температуры (как отклонения от среднего регионального значения за период 1961-1990 гг., жирная линия), наложенный на температурные реконструкции для Северного полушария за 1300 лет (оттенки серого, пропорциональные совмещению исходных кривых). Отдельная кривая на интервале 1856-2005 гг. – данные инструментальных наблюдений температуры для Северного полушария.

## Принципы анализа EXAFS данных

Кочубей Д.И

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН*

Анализ EXAFS данных можно разбить на три этапа. На первом этапе производится предварительный анализ путем выделения осциллирующей части спектра поглощения и построения модуля его Фурье-образа. Данный этап нужен для визуализации полученных данных, предварительного анализа возможных моделей и выбора условий для дальнейшей обработки. К этим условиям относится спектральный интервал волновых чисел используемый для анализа данных и вид анализируемого спектра. Оба эти параметра влияют на пространственное разрешение получаемых данных и соотношение сигнал/шум. Спектральный интервал со стороны малых волновых чисел  $k$  лимитируется областью применимости приближения однократного рассеяния используемого в формализме EXAFS и составляет 2.5-3.5  $\text{Å}^{-1}$ . Со стороны больших волновых чисел спектральный интервал определяется уровнем шума и редко превышает 14  $\text{Å}^{-1}$  для спектров снятых при комнатной температуре для тяжелого рассеивающего атома. Сигнал затухает с ростом  $k$  примерно как  $k^2$  и для таких атомов как кислород, азот исчезает уже при  $k$  равном 10-12  $\text{Å}^{-1}$ . Вид данных заключается в использовании множителей  $k^1$ ,  $k^2$  или  $k^3$  на которые домножается экспериментальная функция  $\chi(k)$ . Большая степень дает лучшее разрешение но хуже соотношение сигнал/шум.

Дальнейший анализ ведется путем моделирования экспериментального спектра  $k^x\chi(k)$  набором координационных сфер. Для каждой координационной сферы для описания данных EXAFS необходимы четыре параметра. Это межатомное расстояние, координационное число разброс расстояний вокруг среднего положения (фактор Дебая-Уоллера) и начало координат, т.е. потенциал ионизации. Все эти параметры являются переменными при моделировании. Следует учесть что такое количество параметров является избыточным, поскольку для моделирования куска синусоиды, которой по сути является экспериментальный спектр, необходимо только три параметра: период, амплитуда и начальная фаза. Поэтому результаты моделирования могут быть неоднозначны и существует корреляция между парами переменных расстояние и потенциал ионизации и координационное число и фактор Дебая. Для уменьшения числа переменных в процедуре моделирования в большинстве программ используется один общий потенциал ионизации для всех координационных сфер.

Имеется еще один параметр, который не моделируется, а исходно закладывается в модель для анализа - это природа рассеивающего атома. Положение пиков на модуле Фурье-преобразования может отличаться от истинного расстояния на величину до 0.4 $\text{Å}$  в зависимости от типа рассеивающего атома, а координационное число может различаться в кратное число раз. Таким образом все количественные данные получаемые методом EXAFS привязаны к закладываемой модели и верны только для нее. Выбор модели зависит от использования дополнительной информации и только от квалификации исследователя.

Существует достаточное количество программ позволяющих провести моделирование спектров. Заложная модель в свою очередь требует наличия квантовохимических расчетов вероятности рассеяния и его параметров определяющих период осцилляций в EXAFS спектре. Существует две таких программы интегрированные с программой моделирования. Это EXCURV и GNXAS и одна программа рассчитывающая только параметры рассеяния, которые потом могут использоваться в других программах моделирования - это FEFF. Ознакомиться со списком программ как доступных свободно так и коммерческих можно на сайте ESRF <http://www.esrf.eu/UsersAndScience/Experiments/TBS/SciSoft/Links/xafs>.

Для каждого метода существенным является точность определения получаемых данных. Для EXAFS спектроскопии общепринятым является, что погрешность измерения расстояний составляет 0.5-1%. Эта погрешность определяется протяженностью анализируемых данных, т.е. порядковым номером рассеивающего элемента. Расстояния до легких лигандов (кислород, углерод) определяются с погрешностью 0.5% до остальных элементов 1%. Такие расстояния могут быть определены для соседних с центральным атомом элементов тяжелее бора в интервале расстояний от 1.5 до примерно 6Å. При этом следует иметь в виду что под расстоянием понимается средневзвешенное расстояние при предположении, что распределение атомов вокруг этого расстояния имеет гауссову форму. При отклонении распределения расстояний от гауссовой формы (измерения при высоких температурах) или при наборе близко лежащих дискретных расстояний вопрос о соответствии определяемого расстояния данным других методов в каждом случае требует специального рассмотрения. Координационные числа определяются с погрешностью около 10% и фактор Дебая с погрешностью 40%. Метод, в принципе, по форме огибающей описывающей зависимость вероятности рассеяния от энергии фотоэлектрона позволяет установить химическую природу рассеивающего атома, но при достаточно большой разнице в атомном номере. Достоверно по результатам моделирования удается отличить природу рассеивающих атомов отличающихся по атомному номеру на 6-10.

При выборе модели следует учитывать ограничение на число независимых параметров, которое может быть определено из спектра имеющего конечную протяженность. Такое ограничение определяется теорией информации и является общим для всех методов. Для EXAFS спектроскопии число независимых параметров  $N$  равно  $2\Delta k\Delta R/\pi$ . При использовании большего числа параметров спектры могут быть промоделированы, но полученный результат будет не единственно возможным.

Существует международное сообщество исследователей занимающихся XAFS спектроскопией International X-ray Absorption Society в рамках которого действует специальный комитет по "стандартам и критериям" в представлении EXAFS данных с рекомендациями которого можно ознакомиться на сайте <http://ixs.iit.edu>.

## Экспериментальные методики и аппаратура XAFS

Кочубей Д.И

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН*

Основные требования к аппаратуре для регистрации рентгеновских спектров поглощения для задач XAFS спектроскопии.

Спектральный диапазон для задач EXAFS составляет от примерно 4 кэВ до 35 кэВ. Нижняя граница определяется требованием, чтобы регистрируемая протяженность спектра за краем поглощения составляла не менее 600 эВ. При меньших энергиях это, в большинстве случаев, невозможно из-за наложения краев поглощения других химических элементов входящих в исследуемые объекты. Верхняя граница диапазона регистрации спектров XAFS определяется шириной ионизируемого уровня. Для К уровня серебра ширина уровня составляет 6эВ и для йода 10эВ. Это приводит к "замытию" EXAFS осцилляций. Такой диапазон энергий позволяет проводить регистрацию XAFS спектров по К или L краям поглощения всех химических элементов начиная с кальция.

Требования к энергетическому разрешению. Для задач EXAFS спектроскопии требуется энергетическое разрешение от одного до нескольких эВ. Для XANES спектроскопии около 0.2 эВ. В рабочей области энергий выделение требуемой энергии может быть обеспечено только за счет использования дифракции на монокристаллах. Монокристаллы отличаются эффективностью отражения и энергетическим разрешением. Наиболее часто используются монокристаллы кремния. Для грани Si(111) энергетическое разрешение ( $\Delta E/E$ ) составляет 8000, для грани Si(220) 17000. Т.е. на энергии 8 кэВ при использовании монохроматора Si(111) предельно достижимое разрешение будет 1эВ. Поэтому в области больших энергий предпочтительно использовать монохроматор Si(220).

За исключением методики быстрой регистрации кинетики процессов все системы регистрации спектра работают по схеме последовательной развертки со съемкой спектров "точка за точкой". Как правило используется двухкристальный монохроматор. В этом случае направление монохроматического пучка совпадает с направлением исходного пучка и резко упрощается механическая часть спектрометра.

Спектры снимаются в режиме двухлучевого спектрофотометра. Мониторинг спектра на интенсивность исходного монохроматического поглощения производится с использованием в качестве детектора "пропорциональной камеры" измеряющей ток при прохождении через не рентгеновского излучения. Камера мониторинга поглощает малую часть излучения. Желательно около 5%. При регистрации спектров в режиме, когда излучение проходит через образец (методика "на пропускание" (transmission)) в качестве второго детектора используется другая камера с большим поглощением падающего излучения за счет выбора заполняющего камеру газа. Требуемая точность измерения сигнала в обоих детекторах (отношение шума к полезному сигналу) составляет не менее  $10^{-4}$ . Излучение, попадающее на образец, распространяется в горизонтальной плоскости и представляет собой прямоугольник с малой величиной расхождения и размерами до 2мм по вертикали и до 15мм по горизонтали.

Существует несколько основных методик регистрации XAFS спектров.

Методика на пропускание описана выше. Эта методика составляет до 80% всех выполняемых работ. Методика требует чтобы оптическая толщина образца обеспечивала прохождение через него рентгеновского излучения необходимой энергии. Обычно это означает что массовый коэффициент суммарного поглощения образца, включающий поглощение всех элементов системы, не превышал  $4\text{см}^2/\text{г}$ . При этом регистрация спектров EXAFS изучаемого химического элемента с необходимой точностью возможна при величине скачка поглощения (разность коэффициентов поглощения до и за краем

поглощения данного уровня энергии) не менее 0.1. Это определяет чувствительность методики.

Второй по распространенности методикой является методика измерения интенсивности вторичного рентгеновского флюоресцентного излучения возникающего при поглощении первичного пучка. Интенсивность этого излучения существенно меньше интенсивности первичного пучка и для его регистрации используются детекторы другого типа. К таким детекторам относятся системы счета фотонов разного типа в качестве основной, или системы использующие сцинтилляторы работающие в "токовом" режиме. Из-за ограничений на скорость счета квантов измерение спектров по методике флюоресценции требует существенно (на порядок) большего времени. Область применения этой методики заключается в ее большей чувствительности к исследуемому химическому элементу. Чувствительность может быть повышена в 10-50 раз. Второй областью применения является исследование технологических образцов, поскольку в этом случае не требуется готовить оптически прозрачные образцы.

Существующий набор экспериментальных методик не исчерпывается вышеперечисленными. Существуют еще методики: полного внешнего отражения, измерения фототока, энергодисперсионной спектроскопии и другие имеющие более специальные области приложения.

Требования к образцам. Основные требования к оптической толщине образца и величине скачка поглощения изложены выше. Требуемая величина скачка и полного поглощения определяет необходимую толщину образца. Коэффициент поглощения образца складывается из коэффициентов поглощения входящих в него элементов пропорционально их концентрации. Коэффициенты поглощения можно найти на сайте <http://www.csrr.iit.edu/periodic-table.html>.

Образцы могут быть твердыми, жидкими, газообразными. Существенным является однородность толщины образца поскольку от этого зависит достоверность регистрируемого спектра. Для порошкообразных образцов в области прохождения излучения должна быть обеспечена однородность толщины не менее  $10^{-3}$ , что задает допустимые размеры частиц в зависимости от концентрации исследуемого элемента.

## СИНХРОТРОННОЕ ИЗЛУЧЕНИЕ: генерация и применение

Г.Н. Кулипанов\*

*Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН*

Я постараюсь рассказать вам про синхротронное излучение, про его свойства и способы генерации, а также про применения синхротронного излучения (в дальнейшем, для краткости, просто СИ).

### Электромагнитное излучение – инструмент познания окружающего мира

Электромагнитное излучение играет важную роль в познании окружающего нас мира. Человек получает большую часть всей информации с помощью зрения, используя видимую часть спектра электромагнитных волн (см. рис. 1). Видимая область лежит в области примерно от 400 нм (фиолетовая граница) до 800 нм (красная граница). Это ничтожная часть от всей шкалы электромагнитных волн, используемых человеком. На рис. 1 показан спектр электромагнитных волн. На рисунке приведены длины волн от  $10^{-12}$  м до  $10^3$  м – пятнадцать порядков. Это то, что человек реально использует, от радиоволн до гамма-квантов с энергией порядка 1 МэВ. Здесь также показаны предметы, характерный размер которых равен длине волны (молекула, белки, вирусы, бактерии, клетки и т. д.).

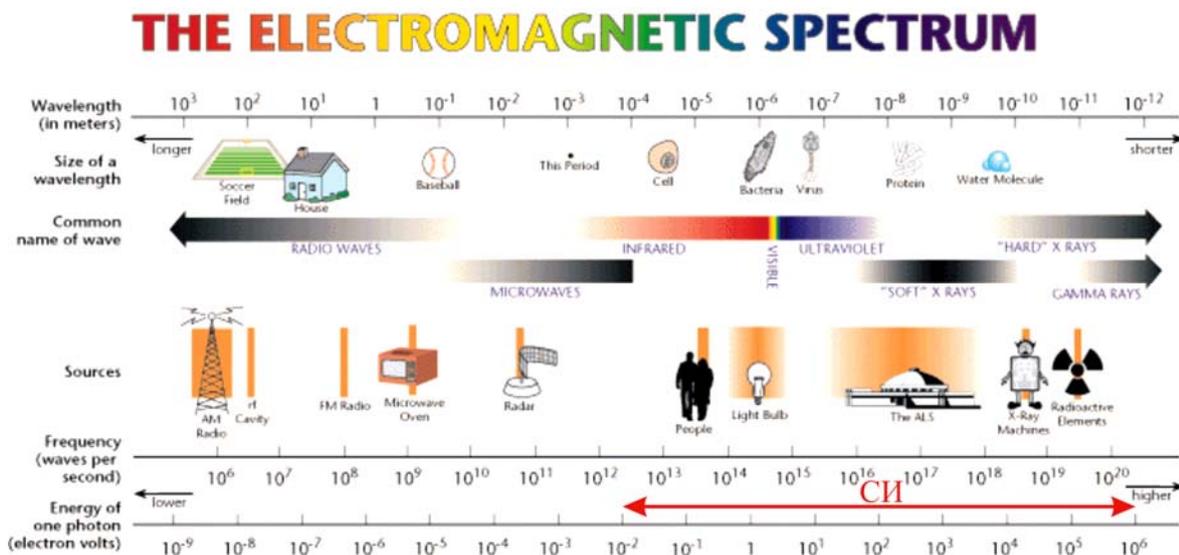


Рис. 1. Спектр электромагнитных волн.

Обратите внимание, какую малую часть спектра занимает видимое излучение. И столько информации человек благодаря ему получает! Глаз – хороший инструмент. Помимо видимого излучения (длины волн от 400 до 800 нм) есть радиоволны, микроволны, инфракрасное излучение, ультрафиолетовое излучение, мягкое рентгеновское излучение, жесткое рентгеновское излучение и гамма-лучи. Это всё то, что человек активно использует. Тем не менее, информация, которую человек получает с помощью зрения, очень полезна.

Конечно, очень важным было создание специального оптического оборудования. Примерами являются, с одной стороны, телескопы, которые позволяют узнать, что нас окружает в космических масштабах. И сейчас современная фундаментальная физика – это,

прежде всего, астрофизика (проблемы темной материи, темной энергии и т. д.). С другой стороны – микроскопы. Изобретение микроскопа позволило увидеть простейшие организмы, бактерии, клетки, и это существенно продвинуло биологию.

Примерно сто лет назад предметом активных исследований была атомная и молекулярная спектроскопия в области ультрафиолетового и мягкого рентгеновского излучений. Изучали спектры излучения и поглощения различных атомов и молекул, расщепление спектральных линий в магнитном и электрическом полях. В конце концов, благодаря этим исследованиям была создана квантовая механика.

Рентгеновское излучение (или X-лучи) были открыты в 1895 году Рентгеном.<sup>1</sup> Немедленно появилась рентгенография, как медицинская, так и промышленная. Потом отец и сын Брэгги<sup>2</sup> открыли дифракцию на кристаллах, и дифракция стала методом исследования вещества уже на ангстремном уровне (1 Å равен 0.1 нм). Последовали революционные открытия в биологии: двойная спираль в структуре ДНК, белковая кристаллография. Кроме того, многие процессы, уже не связанные с биологией, например, кинетика взрыва, – всё это изучают с помощью рентгеновского излучения.

Ну, и совсем уж понятно, что радио, телевидение, сотовые телефоны, микроволновые печи – те предметы быта, без которых сейчас невозможно представить нашу жизнь, – основаны на использовании электромагнитного излучения.

Зачем я показываю шкалу электромагнитных волн? Видите, на ней есть стрелочка, которой отмечен диапазон энергий фотонов от  $10^{-2}$  эВ до  $10^6$  эВ. Так вот, во всем этом диапазоне СИ является самым мощным источником из всех существующих! Осознано, кстати, это было не так давно – лет 40 назад. Вот почему СИ является предметом активных исследований, развиваются способы его генерации и детектирования. Были созданы специализированные источники СИ, которые являются инфраструктурой для развития самых разных наук – физики, материаловедения, химии, катализа, биологии, археологии, геологии.

Существующие и создаваемые источники СИ являются эффективными фабриками производства новых знаний, новых технологий, новых материалов. За последние годы шесть Нобелевских премий по биологии и химии были даны за работы, выполненные с помощью СИ.

### **СИ, его свойства и способы генерации**

Что такое СИ? Вообще говоря, это электромагнитное излучение заряженной частицы, движущейся в магнитном поле. На рис. 2 (а) показан поворотный магнит, искривляющий траекторию электрона, при этом по касательной к траектории летит СИ. Поворотный магнит – это простейший генератор СИ. Если вы возьмете «Теорию поля» Ландау и Лифшица, то не найдете там параграфа «Синхротронное излучение». Там есть параграф «Магнитотормозное излучение». Вообще говоря, по своей физической сути, термин «магнитотормозное излучение» более правильный. Ведь это излучение частицы, движущейся в вакууме, оно не связано с тормозным излучением в поле ядра (как обычное

---

*\* текст подготовлен по материалам лекции для студентов НГТУ в обработке студента НГТУ А. В. Грамолина*

<sup>1</sup> В 1901 году Вильгельм Конрад Рентген был удостоен самой первой Нобелевской премии по физике «в знак признания необычайно важных заслуг перед наукой, выразившихся в открытии замечательных лучей, названных впоследствии в его честь».

<sup>2</sup> В 1915 году Уильям Генри Брэгг и его сын Уильям Лоренс Брэгг получили Нобелевскую премию по физике «за заслуги в исследовании кристаллов с помощью рентгеновских лучей». Интересно, что Брэгг-младший является самым молодым человеком, когда-либо получившим Нобелевскую премию, – в возрасте 25 лет.

тормозное излучение), а связано с тем, что частица при движении в магнитном поле по криволинейной траектории испытывает ускорение.

Сразу сообразили, что если сделать знакопеременное магнитное поле, то траектория электрона будет синусоидальной, тогда СИ будет собираться в один пучок с большого участка орбиты (рис. 2 (б)). Поэтому интенсивность СИ можно повысить за счет использования вместо поворотного магнита такого вот устройства. Называют его по-разному. Вначале мы назвали его «змейкой», потом стали называть вигглером. Вы можете услышать и другое название – ондулятор (о разнице между вигглером и ондулятором см. в [1]).

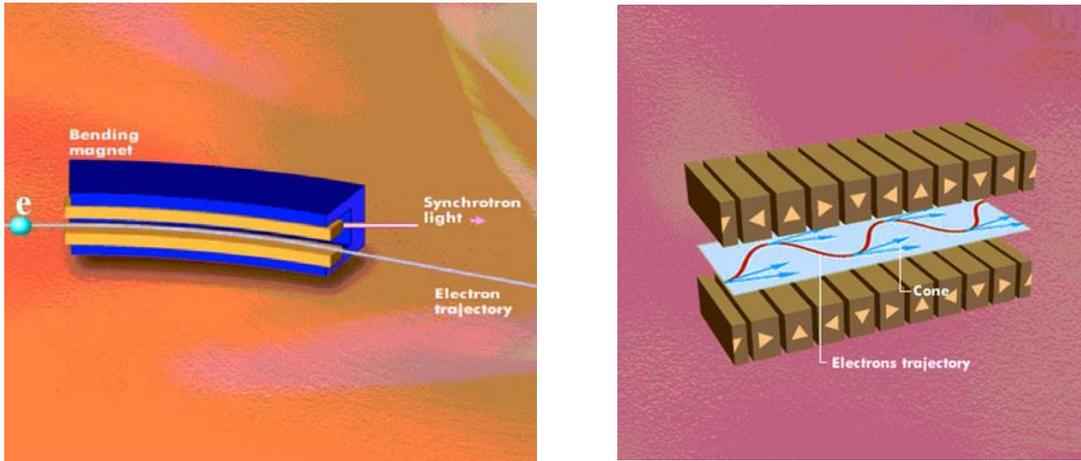


Рис. 2. (а) Траектория электронов и СИ в поворотном магните. (б) Траектория электронов и СИ в знакопеременном магнитном поле вигглера или ондулятора.

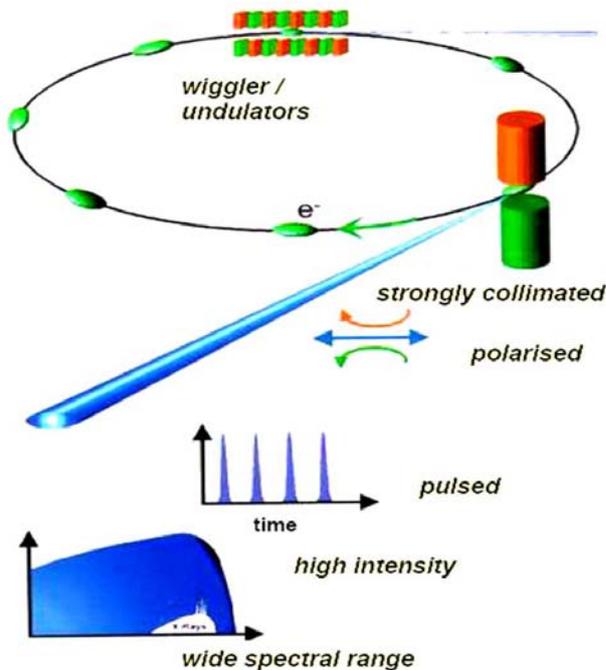


Рис. 3. Схема электронного накопителя с источниками СИ (поворотным магнитом и вигглером/ондулятором) и основные свойства излучения (оно сильно коллимированное, поляризованное, импульсное, имеет высокую интенсивность и широкий спектральный диапазон).

**Свойства излучения:**

- высокие яркость и поток
- диапазон от инфракрасной области до жесткого рентгена
- поляризация
- временная структура

**Некоторые применения:**

- спектроскопия
- дифракция/рассеяние
- визуализация

**Области применения:**

- физика твердого тела
- кристаллография
- структурная биология
- химия/катализ
- науки о Земле и экология
- материаловедение, нанотехнологии
- медицина
- атомы, молекулы и кластеры
- магнетизм
- технические науки

На рис. 3 показана схема электронного накопителя с источниками СИ (поворотным магнитом и вигглером/ондулятором). Изображена траектория пучка, по которой летят практически со скоростью света электронные сгустки. СИ направлено по касательной к траектории. Здесь же указаны основные свойства СИ. Излучение сильно коллимировано (оно направлено вперед по касательной и сосредоточено в конусе с углом раствора порядка  $1/\gamma$ , где  $\gamma$  – это релятивистский фактор).

Если наблюдатель находится в плоскости орбиты (она ещё называется медианной), то видит только линейный ток и, соответственно, излучение линейно поляризовано. Если точка наблюдения выходит из плоскости орбиты, то наблюдатель видит круговой ток и излучение становится эллиптически поляризованным. По разные стороны плоскости орбиты излучение имеет левую и правую эллиптическую поляризацию [2].

Излучение приходит в виде импульсов, которые повторяют структуру электронных сгустков. Вы, наверное, знаете, что электроны могут долго существовать в накопителе только потому, что они движутся ещё и в высокочастотном поле резонаторов, которые установлены вдоль траектории. Они обеспечивают фазировку частиц и образуют из электронов короткие сгустки. Временная структура импульсов СИ определяется количеством сгустков, их длиной. Поэтому получаются очень короткие и интенсивные импульсы СИ.

Очень важно, что спектр излучения – непрерывный, белый. Максимум интенсивности в спектре соответствует характеристической длине волны излучения (или характеристической энергии кванта). Характеристическая длина волны определяется радиусом кривизны траектории и величиной энергии электрона. С помощью монохроматора можно выделять из спектра излучение с определенной длиной волны. Можно плавно перестраивать длину волны, что очень важно для различных экспериментов. В этом состоит отличие от рентгеновской трубки, где излучение, как правило, состоит из характеристических линий материала анода. Если, например, анод медный, то это будут гамма-кванты с энергией 8 кэВ, если из вольфрама – то 59 кэВ (так называемая К-линия). В случае СИ у вас будет непрерывный спектр.

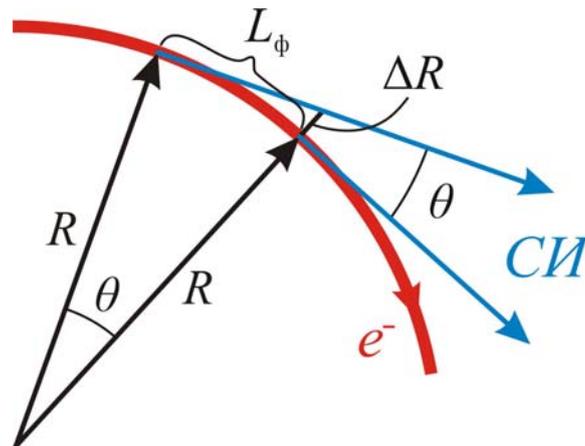
В следующей таблице представлены основные параметры пучка СИ:

<b>Таблица 1. Основные параметры пучка синхротронного излучения</b>		
Угловая расходимость	$\theta \sim \frac{1}{\gamma} \sim \frac{mc^2}{E}$	$10^{-2} \div 10^{-4}$ рад
Характеристическая длина волны	$\lambda_c \sim \frac{R}{\gamma^3}$	$10^{-4} \div 10^{-12}$ м
Характеристическая (критическая) энергия кванта	$\varepsilon_c \sim E^2 B$	$10^{-2} \div 10^6$ эВ
Мощность	$P \sim I_e E^2 B^2 L$	до 1000 кВт
Спектральная яркость	$\frac{\text{Число фотонов}}{c \cdot \text{мм}^2 \cdot \text{мрад}^2 (0.1\% \Delta\lambda/\lambda)}$	до $10^{21}$

Угловая расходимость  $\theta \sim 1/\gamma$ , где  $\gamma = (1 - V^2/c^2)^{-1/2}$  – релятивистский фактор. У современных источников СИ эта величина составляет от  $10^{-2}$  до  $10^{-4}$  радиана. Например, если энергия электрона 5 ГэВ, то  $\gamma = E/(mc^2) = 5000 \text{ МэВ}/0.511 \text{ МэВ} \approx 10^4$ .

Характеристическая длина волны составляет от  $10^{-4}$  до  $10^{-12}$  м, т.е. от 0.1 миллиметра до 1 пикометра. Это соответствует характеристической энергии кванта от

$10^{-2}$  эВ до  $10^6$  эВ. Легко запомнить, что длине волны в  $1 \text{ \AA}$  ( $0.1 \text{ нм}$ ) соответствует квант с энергией примерно  $10 \text{ кэВ}$  (более точное значение –  $12.4 \text{ кэВ}$ ).



**Рис. 4.** К обозначениям в формулах.

Средняя мощность излучения пропорциональна току пучка, квадрату энергии, квадрату индукции магнитного поля и длине, с которой собирается излучение. Она может достигать  $1 \text{ МВт}$ . Сейчас используются пучки СИ мощностью в десятки киловатт, а на источнике СИ РЕТРА-III в г. Гамбург достигнута мощность излучения до  $2 \times 400 \text{ кВт}$  из вигглеров-затухателей на постоянных магнитах с общей длиной  $2 \times 40 \text{ м}$ . Кстати, эти вигглеры на постоянных магнитах и каналы вывода излучения были изготовлены в ИЯФ.

Основной параметр, который характеризует качество любого источника излучения, – это спектральная яркость, определяемая числом фотонов, излучаемых в единицу времени в данной спектральной полосе ( $\Delta\lambda/\lambda$ ) с единицы площади источника в единицу телесного угла. Это и есть та величина, которая определяет возможности данного источника для постановки самых разных экспериментов. Повышая яркость, вы либо выигрываете время при проведении эксперимента, либо улучшаете спектральное разрешение, либо увеличиваете число пространственно-когерентных квантов. Число когерентных квантов, пропорциональное яркости и квадрату длины волны  $\lambda^2$ , определяет возможности осуществления рентгеновской голографии. Яркость сейчас достигает  $10^{21}$ , а нужно её поднять ещё на три порядка, и тогда метод рентгеновской голографии станет одним из основных методов исследования структуры окружающей нас материи, которая, как правило, является некристаллической.

### **История изучения СИ и развития методов его генерации**

Теперь ещё одно отступление, красивое, на мой взгляд. Впервые человек документально зафиксировал экспериментальное наблюдение СИ в  $1054 \text{ году!!!}$  Японские и китайские монахи наблюдали появление новой «звезды-гостьи», которая три недели была видна днем, а в течение года являлась самой яркой звездой на ночном небосклоне. Они это записали (см. рис. 5 (б)). Я хочу отметить, что всегда, в любой период развития человечества, находились люди, которые с точки зрения обывателя занимаются непонятно чем. Вместо того, чтобы, скажем, пахать землю, выращивать овощи или ловить рыбу, эти монахи всю ночь проводили за наблюдением звездного неба. На самом деле, благодаря вот таким монахам, была создана в свое время карта звездного неба и стала возможной ориентация по звездам в дальних морских путешествиях. И все последующие географические открытия таким образом обязаны этим монахам, которые занимались, казалось бы, бессмысленным делом. То же самое наблюдается и сейчас. Достаточно большое число физиков в настоящее время занимаются поиском новых частиц, темной



**Рис 5. (а)** Крабовидная туманность – космический источник СИ. **(б)** Документальная запись китайских монахов о взрыве в 1054 году сверхновой, на месте которой образовалась Крабовидная туманность. **(в)** Фотография первого «рукотворного» СИ, полученного на электронном синхротроне компании «Дженерал Электрик» в 1947 году.

материи, темной энергии...

Прошло более 900 лет после этого события. Причем, 900 лет – это очень маленький период по сравнению с временем, которое свет идет от этой туманности. Скажем, случилось там что-то, а информация об этом придет к нам только через 6000 лет. А всего за 900 лет было осознано, что это свечение связано со взрывом сверхновой звезды, что изначально это была нейтронная звезда, что природа этого излучения – синхротронная, и связано оно с движением заряженных частиц в магнитном поле. Видите, на рис. 5 (а) есть нечто светящееся, а сквозь него видны звезды. Это означает, что вещества-то нет. Кроме того, спектр этого излучения – белый, непрерывный. Если бы это было вещество, то были бы отдельные линии. А здесь спектр белый. Измерили поляризацию – оказалось, что излучение поляризовано. Таким образом, ещё в пятидесятых годах прошлого столетия было показано, что излучение Крабовидной туманности (астрономы любят называть её просто Краб) имеет синхротронную природу.

Эти 900 лет нужны были не только для того, чтобы сделать такой вывод. За эти годы была создана физика, включая электродинамику и теорию относительности, за эти годы человечество осознало, как ускорять заряженные частицы, как получать это самое СИ рукотворным образом. На рис. 5 (в) – фотография первого синхротрона, который был сделан компанией «Дженерал Электрик» в 1947 году. Несколькими годами позже СИ наблюдалось в ФИАН,<sup>3</sup> на первых советских синхротронах.

С пятидесятых годов прошлого века прошло более 50 лет, а за это время были созданы накопители заряженных частиц и специальные генераторы СИ – вигглеры и ондуляторы; 50 лет - это миг в космических масштабах, где свет от Крабовидной туманности идет до нас 6000 лет.

Я хотел бы упомянуть, что, несмотря на то, что наука интернациональна, российские ученые в этой области внесли определяющий вклад. Первые две работы были сделаны на рубеже XX века (A.Lienard and G.A.Schott).<sup>4</sup> В этих работах изучалось излучение электронов, движущихся по окружности. Связано это было в то время с теорией атома, исследовались различные его модели. Если электрон вращается вокруг атома, то, в соответствии с классической физикой, должен излучать. Были получены формулы в нерелятивистском приближении. Первым, кто написал релятивистские формулы (и задача была уже связана с астрофизикой) был И. Я. Померанчук [4]. В 1939 году он задался вопросом: «Какова максимальная энергия космических лучей, доходящих до поверхности

<sup>3</sup> Физический институт АН СССР, ныне – Физический институт имени П. Н. Лебедева РАН, г. Москва.

<sup>4</sup> A. Lienard (1898) *Eclairage électrique* V. 16, p. 5-14; G.A. Schott (1908, than 1912) *Electromagnetic Radiation*, Cambridge University Press.

Земли?» Земля обладает магнитным полем с индукцией порядка 1 Гс. Поле небольшое, но поскольку расстояния большие и мощность излучения пропорциональна квадрату энергии частиц, то получается ограничение на максимальную энергию первичных электронов, приходящих из космоса.<sup>5</sup>

Потом была атомная программа, США и Советский Союз делали атомную бомбу. В то время электронные ускорители использовались для того, чтобы исследовать обжатие ядерного заряда.<sup>6</sup> Электронные ускорители, которые к тому времени работали, – это были бетатроны, и возник вопрос, какую максимальную энергию электронов можно получить в бетатроне. Были две очень хорошие работы Померанчука с Иваненко [5] и Померанчука с Арцимовичем [6], где показано, что, при учете потерь на СИ, есть ограничение на максимальную энергию для бетатрона.<sup>7</sup> В работе [6], опубликованной в 1946 году, были получены все релятивистские формулы. Причем, статья эта была написана очень простым языком.

Очень важным было открытие в 1944 году В. И. Векслером принципа автофазировки (а на год позже, независимо, оно было сделано Э. Макмилланом в США). Векслер и Макмиллан предложили новый метод ускорения, синхротронный, когда ставится ВЧ-резонатор и потери на СИ, какими бы большими они ни были, могут компенсироваться за счет потребления энергии, за счет ускорения от ВЧ-резонатора. Появились синхротроны, по названию которых стало называться и излучение. Нобелевскую премию им за это открытие не дали, поскольку Советский Союз не выдвинул вовремя кандидатуру Векслера.<sup>8</sup>

Мы, конечно, помним и почитаем Андрея Михайловича Будкера, который научил нас (и не только нас) строить накопители заряженных частиц [3]. В действительности, его имя и отчество были Герш Ицкович, но все называли его Андреем Михайловичем, начиная с военного времени, когда он служил в армии. Как он объяснял, так ему там было проще. Имя Будкера в этом списке тоже является определяющим.

---

<sup>5</sup> В статье [4] (см. также [7]) получено значение  $\approx 10^{17}$  эВ.

<sup>6</sup> Основным инструментом для исследования сжатия имитаторов делящихся материалов во времени служило импульсное рентгенографирование. В качестве источника рентгеновского излучения использовались импульсные бетатроны.

<sup>7</sup> При разумных параметрах бетатрона максимально достижимая энергия составляет примерно 500 МэВ.

<sup>8</sup> Однако Эдвин Макмиллан (вместе с Гленном Сиборгом) был удостоен в 1951 году Нобелевской премии по химии «за открытия в области химии трансураниевых элементов».

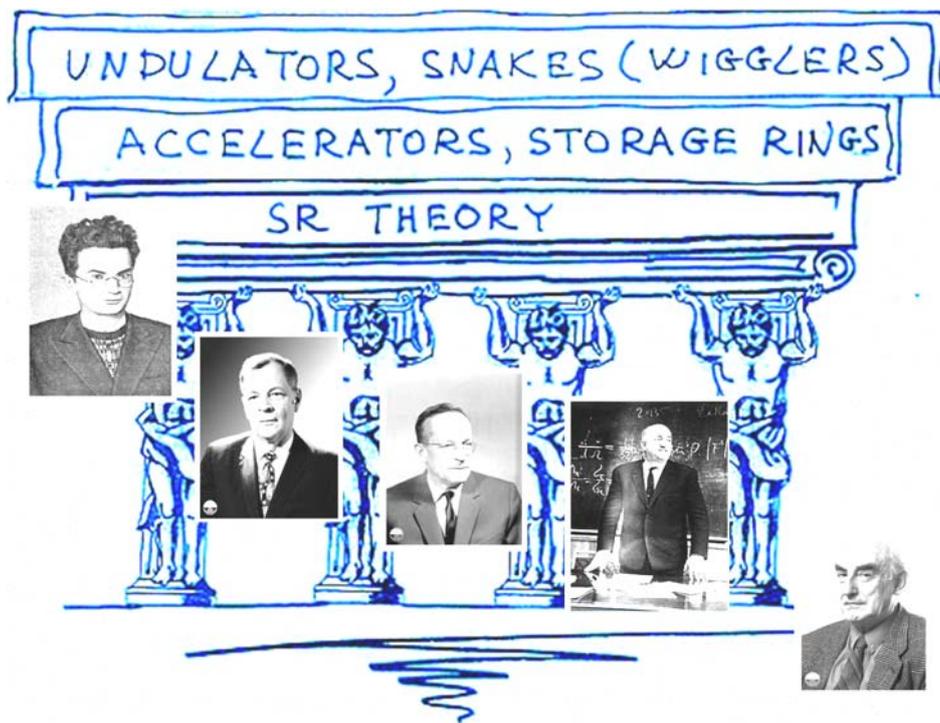


Рис. 6. Выдающиеся российские ученые, внесшие вклад в изучение СИ (слева направо): И. Я. Померанчук, Л. А. Арцимович, В. И. Векслер, Г. И. Будкер и В. Л. Гинзбург.

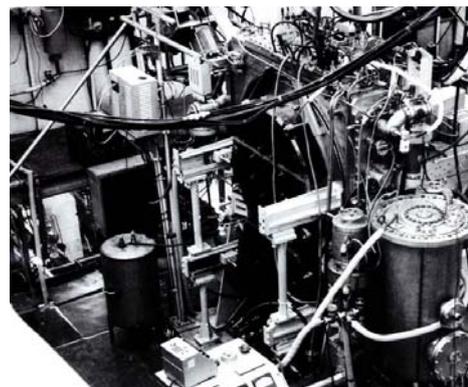
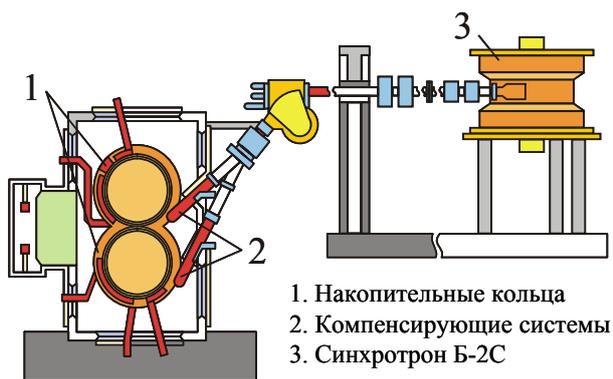


Рис. 7. (а) Схема расположения элементов установки ВЭП-1.  
(б) Фотография установки ВЭП-1.

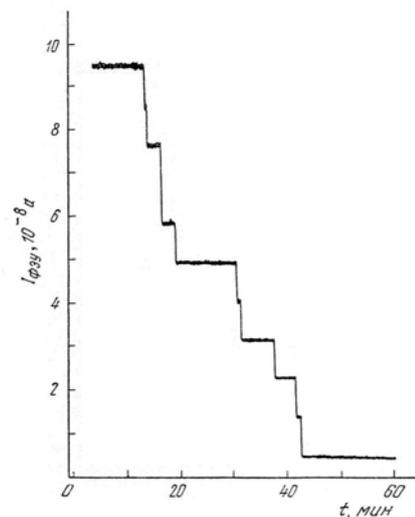


Рис. 8. (а) Элемент установки ВЭП-1, в настоящее время – памятник.  
(б) Временная зависимость тока ФЭУ, регистрирующего СИ от электронов на ВЭП-1.

Мало кто знает о вкладе в работы по СИ академика В. Л. Гинзбурга, получившего в 2003 году Нобелевскую премию за исследования по сверхпроводимости. В 1947 году он опубликовал работу [8] «Об излучении микрорадиоволн и их поглощении в воздухе», где фактически изобрел ондуляторы (тогда он их так не называл, конечно). Там впервые было рассмотрено излучение релятивистских электронов в периодических структурах (сейчас такие структуры обычно называют ондуляторами, а излучение – ондуляторным), были получены все формулы. Сейчас ондуляторы – это основной элемент магнитной структуры источников СИ и лазеров на свободных электронах.

Виталий Лазаревич Гинзбург был главным редактором журнала «Успехи физических наук»,<sup>9</sup> а я там состою в редколлегии. Лет десять назад, прочитав только что изданную книгу В. Л. Гинзбурга «Автобиография», я обратился к нему после одного из заседаний редколлегии, заметив что он очень трепетно относится к описанию открытого им переходного излучения, однако совсем не упоминает о своей работе [8], в которой, как уже говорилось, впервые было рассмотрено излучение релятивистских электронов в периодических структурах. Конечно, переходное излучение, вызываемое равномерно и прямолинейно движущимся электроном, – физически очень красиво само по себе, но в последние десятилетия ондуляторы – это основа развития современных источников СИ и лазеров на свободных электронах. Такие установки сейчас являются, в свою очередь, инфраструктурой широкого класса научных исследований. Выслушав меня, Виталий Лазаревич подумал и сказал: «А вот Вы и напишите об этом». На его 90-летие, которое было в 2006 году, было специальное заседание редакционной коллегии, большой семинар в Москве. И по его материалам в УФН был опубликован мой обзор [1] «Изобретение В. Л. Гинзбургом ондуляторов и их роль в современных источниках синхротронного излучения и лазерах на свободных электронах». Там всё описано – и история, и есть какие-то простые формулы.

Вот ещё одна историческая картинка (рис. 7 (а)). Это схема ВЭП-1 [3], цветная она очень хорошо выглядит. А вот так выглядел ВЭП-1 в реальности (рис. 7 (б)). Диаметр электронной орбиты порядка метра (радиус 43 см). Я пришел на ВЭП-1 студентом, в 1963 году. Сейчас, как вы знаете, он в коридоре на 1 этаже главного корпуса стоит, в качестве памятника (рис. 8 (а)).

Одна интересная деталь. Все вы знаете опыты Милликена, который доказал, что электрический заряд квантован и кратен заряду электрона. Ему удалось измерить заряд одного электрона. А каждый из сотрудников Института, работавших на ВЭП-1, наблюдал своими глазами одиночный электрон! На рис. 8 (б) показан сигнал с ФЭУ, регистрирующего свет СИ на ВЭП-1. Когда электронов много, скажем,  $10^{10}$  штук, они гибнут, но гибель каждого электрона с точностью  $10^{-10}$  зафиксировать нельзя. А когда их остается, скажем, 11 штук (как на рис. 8 (б) в начальный момент времени), то вы видите гибель каждого электрона. Идет постоянный сигнал, потом – раз, электрон погиб, и сигнал скачком уменьшился. Потом снова. Иногда почему-то сразу два электрона погибают. В самом конце на рис. 8 (б) остался один-единственный электрон. И каждый из сотрудников, работавших на ВЭП-1 в то время, наблюдал один электрон. Когда все уходили обедать, накрывались черной материей (это нужно было для того, чтобы глаз привык к наблюдению света таких малых интенсивностей) и смотрели. Вижу, вижу, вижу, вижу... А пучок в это время гиб. Потом, раз – всё, нету! Выключали ВЧ-резонатор и проверяли – действительно, это был последний электрон. Не так уж много осталось очевидцев, но человек пять, наверное, есть сейчас в Институте, кто, действительно, видел глазом один электрон.

---

<sup>9</sup> Все статьи которого (с 1918 года), включая и [1,2], свободно доступны на сайте <http://www.ufn.ru/>.

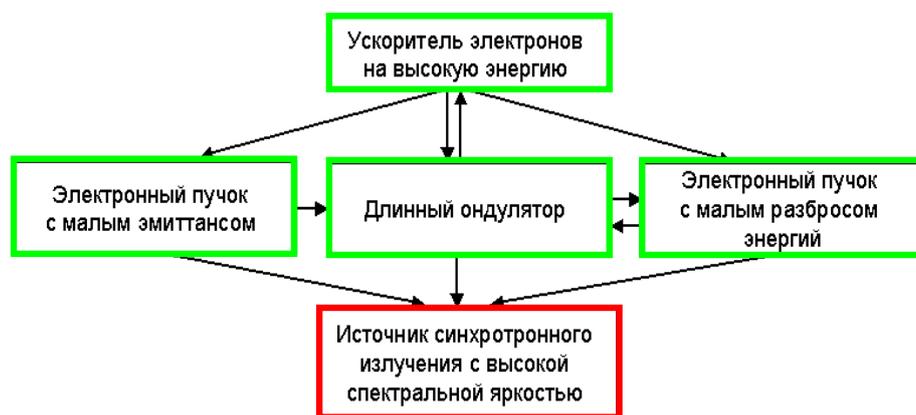


Рис. 9. Пути создания источников СИ с высокой спектральной яркостью.

### Повышение спектральной яркости источников СИ

Я уже говорил, что главная цель при создании источников СИ – это повышение их основного параметра, спектральной яркости. У автомобиля, например, основными параметрами являются максимальная скорость, расход бензина на 100 км и т. д. А основной потребительской характеристикой источников СИ является яркость – поток излучения в данной спектральной полосе с единицы площади источника в единицу телесного угла. Поток – это число фотонов в единицу времени.

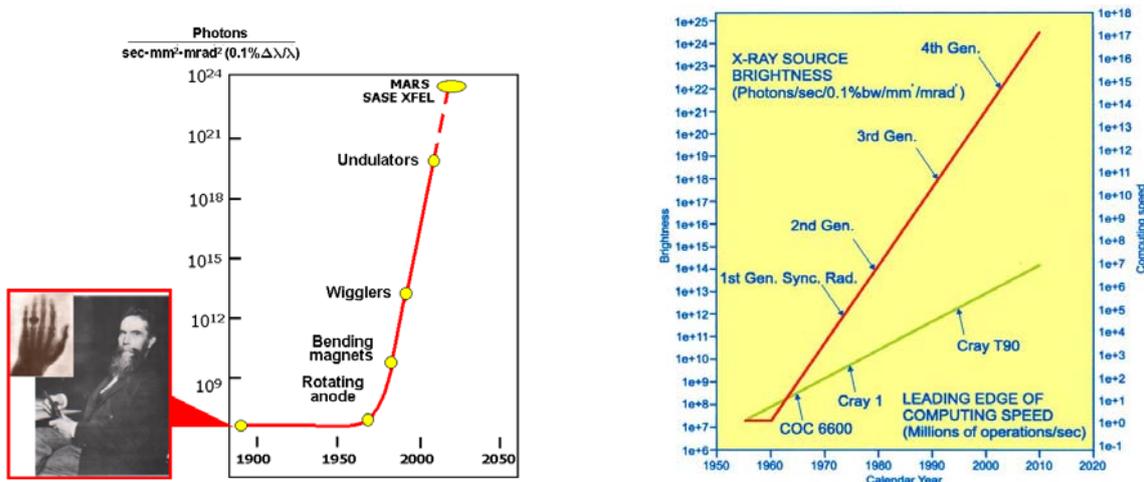
Каким образом можно эту яркость увеличивать (см. рис. 9)? Во-первых, нужно использовать ускорители на высокую энергию, поскольку угловая расходимость пучка СИ пропорциональна  $1/\gamma$ . Во-вторых, нужно иметь электронный пучок с малым эмиттансом, чтобы уменьшить размеры источника, и с малым разбросом энергий. Далее, нужно использовать вигглеры или ондуляторы, чтобы увеличить число излучателей.

В следующей таблице перечислены четыре поколения источников СИ и указаны их основные параметры:

Таблица 2. Изменение параметров источников СИ: история и прогноз				
Год	Эмиттанс $\varepsilon$ , нм·рад	Число периодов $N_u$	Разброс энергий в пучке, $\sigma_E/E$	Тип источника
1980	300	10	$10^{-3}$	Электронный накопитель
1990	30	$10^2$	$10^{-3}$	Электронный накопитель
2000	$1 \div 3$	$10^3$	$10^{-3}$	Электронный накопитель
2015	$10^{-2}$	$10^4$	$10^{-4}$	Ускоритель-рекуператор MARS (проект)

Эмиттанс пучка вначале был 300 нм·рад, например, на ВЭПП-3. Сверхпроводящая «змейка», которая была нами поставлена на ВЭПП-3 в 1979 году, была 20-полюсной. Потом научились делать эмиттанс в десять раз меньше, число полюсов – порядка сотни. В 1987 году, после пожара, на ВЭПП-3 у нас уже стоял 70-полюсный ондулятор. История ИЯФа делится на два периода – «до пожара» (август 1985 года) и «после пожара»...

Современные накопители имеют эмиттанс ещё в 10 раз меньший. Число полюсов – порядка тысячи. Ну, и яркость, соответственно, существенно большую, чем имеют старые источники типа ВЭПП-3. Ну, а есть «голубая мечта» сделать источник, который мы называем MARS (Multiturn Accelerator-Recuperator Source) и который позволит нам всех



**Рис.10. (а)** Рост спектральной яркости источников рентгеновского излучения со времен открытия В. К. Рентгеном «X-лучей» в 1895 году.  
**(б)** Сравнение темпов роста яркости источников СИ и повышения быстродействия современных вычислительных машин.

«перегнать, не догоняя». Эмиттанс у него будет  $10^{-2}$ , а ондулятор будет иметь  $10^4$  полюсов. И использоваться уже будет не накопитель заряженных частиц, а ускоритель-рекуператор.

На рис. 10 (а) показано, как росла яркость источников СИ со временем. Всё началось с открытия Рентгена, 1895 год. Далее был эволюционный этап улучшения параметров рентгеновских источников. За 60 лет яркость была увеличена примерно в 200 раз благодаря тому, что сделали вращающийся анод и научились хорошо фокусировать электронный пучок. А потом начался этап революционного развития. Ускорительное сообщество целенаправленно уменьшало эмиттанс, увеличивало число полюсов и т. д. И за каждые 10 лет яркость источников СИ повышалась на три порядка.

Все мы знаем, насколько стремительно растет быстродействие вычислительных машин. На рис. 10 (б) этот рост для суперкомпьютеров показан зеленой линией, в логарифмическом масштабе. В 1955 году быстродействие ЭВМ составляло несколько миллионов операций в секунду (флоп), а в наши дни выросло до сотен терафлоп (1 терафлоп – это  $10^{12}$  операций в секунду). Таким образом, производительность ЭВМ с 1955 года выросла от  $10^6$  до  $10^{13}$  флоп – на 7 порядков. И на том же рис. 10 (б) в логарифмическом масштабе красной линией показано, как менялась яркость источников СИ. Видно, что ускорительное сообщество работало гораздо эффективнее, так как яркость за этот же период времени была увеличена, по меньшей мере, на 14 порядков – от  $10^7$  до  $10^{21}$ .

## Применения СИ

Уникальные свойства СИ объясняют широкий спектр его использования для решения как фундаментальных, так и прикладных задач. Хотя это противопоставление условно.<sup>10</sup> Многие почему-то стыдятся того, что они занимаются прикладными работами. Вообще, работы, скорее, делятся на плохие и хорошие – есть плохие фундаментальные работы и есть очень хорошие прикладные работы. Например, в Нижнем Новгороде есть Институт прикладной физики. Его создал академик А. В. Гапонов-Грехов. Прекрасный

<sup>10</sup> Хорошо известно высказывание на этот счет выдающегося микробиолога и химика Луи Пастера: «Никаких прикладных наук не было, нет и никогда не будет. Есть науки, совершающие научные открытия, и есть их приложения (т. е. использование именно открытий этой науки на пользу человечеству).»

институт! И они не комплексуют абсолютно, что называются Институтом прикладной физики.



Рис. 11. Расположение мировых центров СИ.

Центры СИ, обеспечивающие проведение различных фундаментальных и прикладных исследований, являются также базой для разработки новых уникальных технологий. На рис. 11 показана география расположения мировых центров СИ. Всего сейчас в мире насчитывается 42 действующих и 13 строящихся источников СИ. Из них в Японии – 15 источников, в Европе – 13 действующих и 3 строящихся источника, в США – свыше 10 источников, в России – 4 действующих источника СИ в двух центрах (ИЯФ и Курчатовский институт<sup>11</sup> в Москве) и 1 строящийся источник (г. Зеленоград). Имеют собственные источники СИ не только развитые страны, но также и Индия, Тайвань, Таиланд (на рис. 11 не указан), Австралия, Бразилия. Строится источник СИ в Африке, в г. Кейптаун. И сейчас источники СИ – это, действительно, инфраструктура развития современной науки.

Все существующие сейчас источники СИ выглядят так: есть инжектор (электронная пушка, линейный ускоритель), потом – бустерный синхротрон, который ускоряет до какой-то энергии инжекции, потом, после ускорения, электроны выпускают в большой накопитель, который уже состоит из каких-то магнитов, фокусирующих элементов и генерирующих устройств – вигглеров или ондуляторов (см. рис. 12 (а)).

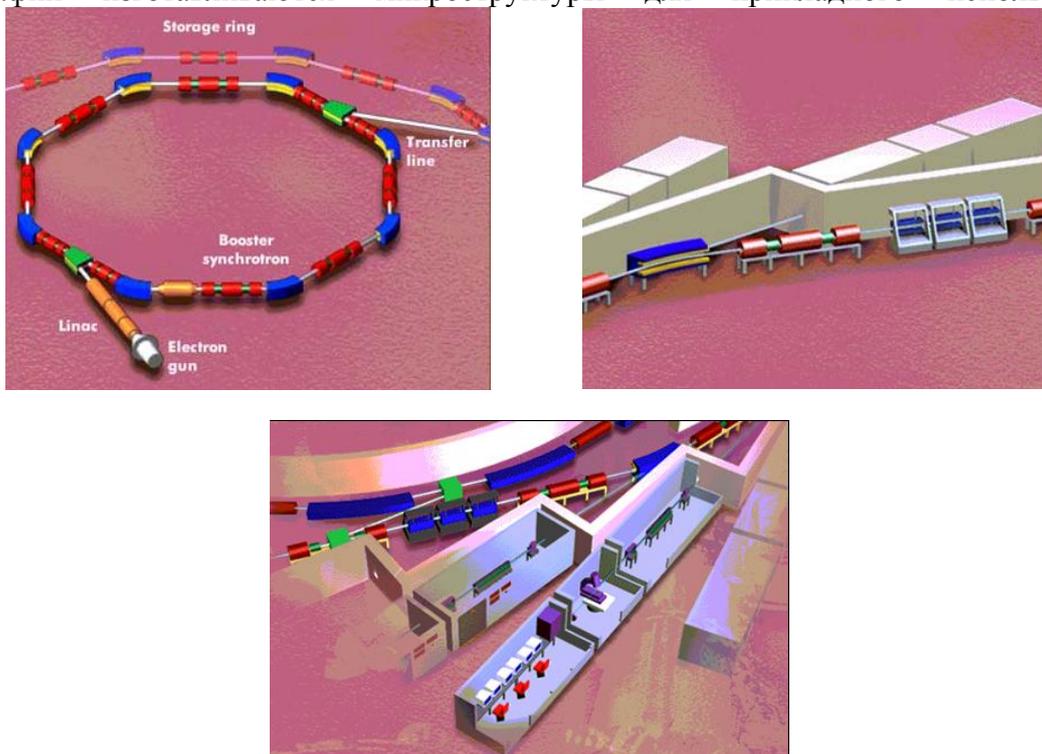
Излучение, которое выводится из накопителя (рис. 12 (б)), попадает в некие экспериментальные залы (рис. 12 (в)), где стоит различное оборудование – монохроматоры, выделяющие из спектра нужную длину волны, камеры образцов, системы управления и т. д. В камеру образцов может помещаться, например, мышца, и изучается её сокращение. Или изучается структура катализатора прямо в процессе каталитической реакции. Или это может быть взрывная камера, куда закладывается взрывчатка и изучается динамика взрыва. Или же могут быть чисто технологические применения пучка СИ.

На рис. 13 показана схема ускорительного комплекса ВЭПП-4М, включающего в себя и накопитель ВЭПП-3. Пунктирными прямоугольниками отмечены два бункера СИ. Есть бункер на ВЭПП-3, там располагаются 13 экспериментальных станций (они перечислены в табл. 3). Поскольку бункер этот небольшой, то используется не только вся

<sup>11</sup> До 1991 года он назывался Институтом атомной энергии им. И. В. Курчатова.

доступная площадь, но и почти весь его объем (см. рис. 14). И есть большой бункер на ВЭПП-4, но там пока только одна станция.

Рассмотрим подробнее список экспериментальных станций (см. табл. 3). Первая станция – станция рентгеновской литографии и LIGA-технологии. Здесь методом литографии изготавливаются микроструктуры для прикладного использования.



**Рис. 12.** (а) Элементы современного источника СИ. (б) Расположение станций СИ вокруг накопителя. (в) Внутреннее устройство станции СИ.

Ключевыми элементами этой технологии являются LIGA-шаблоны (аббревиатура произошла от слов lithography и galvanoplastics).

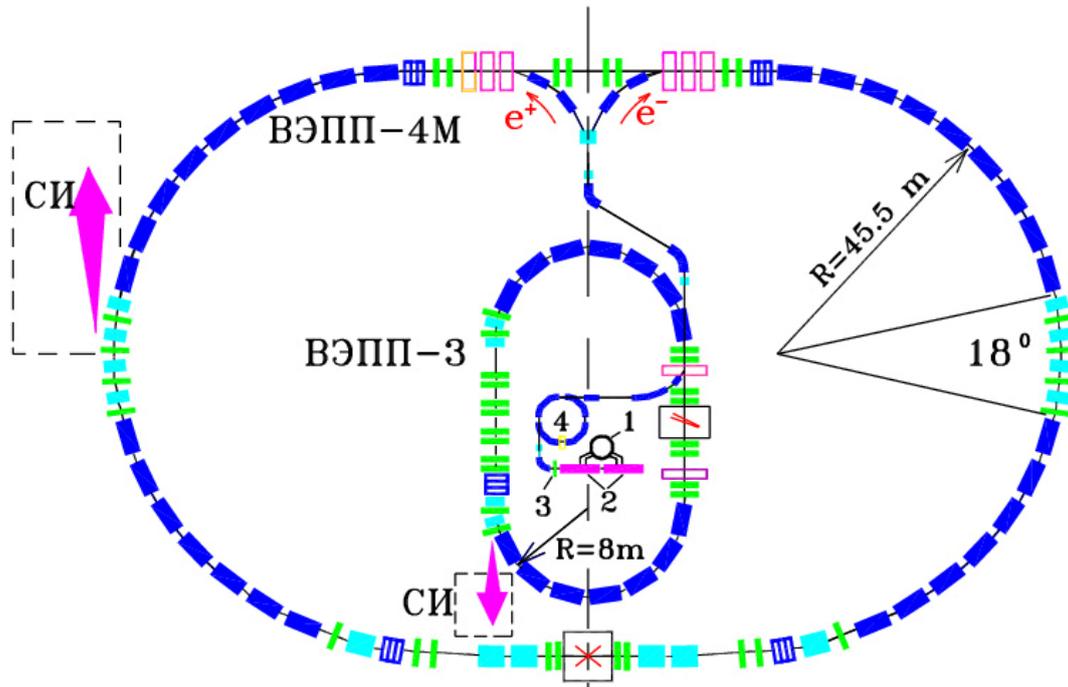
На станции «Взрыв», действительно, взрывают взрывчатку в специальной камере (см. рис. 15). Здесь впервые в мире был измерен детонационный фронт, поскольку было очень хорошее временное разрешение. Известно, что в составе взрывчатки много углерода. И если нет кислорода, то углерод под воздействием высоких температур и давлений во время взрыва преобразуется в алмазы. Этот способ получения наноалмазов открыли лет 20 назад. И вот, возник вопрос: «В течение какого времени эти наноалмазы растут?» Кто-то утверждал, что за наносекунды, кто-то – что за десятки наносекунд. На самом деле, оказалось, что они растут в течение двух микросекунд. Это экспериментальный факт. Зародыши, конечно, образуются в момент фазового перехода (а он может наносекунду длиться), но сами кристаллы растут в течение 2 мкс.

С дифрактометрией и аномальным рассеянием работает, в основном, Институт катализа. С рентгенофлуоресцентным анализом – геологи (но не только они). Дифрактометрия при высоких давлениях интересует геологов и химиков-неоргаников. Микроскопия и томография интересуют археологов и геологов.

Первым применением дифрактометрии с временным разрешением было изучение того, как меняется структура мышцы лягушки в процессе сокращения. В 1971 году в г. Гамбург перешли с рентгеновской трубки на излучение от синхротрона. С помощью рентгеновской трубки они снимали мышцу в течении 24 часов, а с помощью СИ – за 12 минут. И это было настолько радикально, что было принято решение строить там бункер, заниматься этим дальше. А в 1973 году к нам на ВЭПП-3 приехал Мокульский,<sup>12</sup> и он

<sup>12</sup> Мокульский Марк Александрович, Институт молекулярной генетики РАН (г. Москва).

впервые в мире снял рентгенограмму ДНК (использовалась тяжелая цезиевая соль ДНК). Сейчас это уже стало стандартным методом. А с помощью рентгеновской трубки её практически невозможно снять.



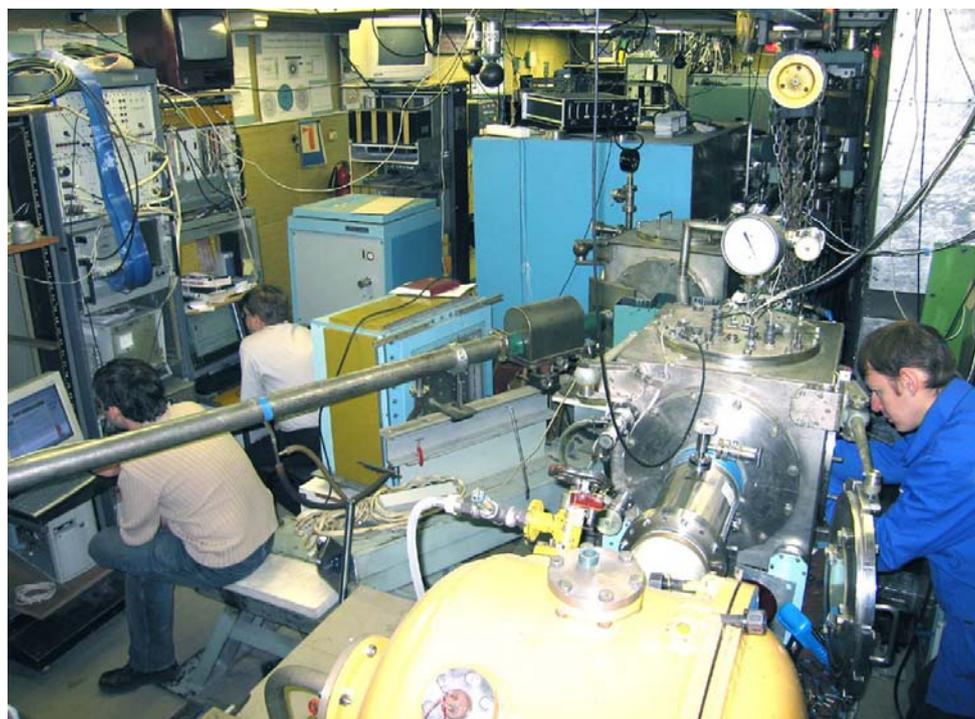
**Рис. 13.** Схема ускорительного комплекса ВЭПП-4М, включающего в себя накопитель ВЭПП-3. Пунктирными прямоугольниками показано положение бункеров СИ.

Таблица 3. Экспериментальные станции СИ на ВЭПП-3 и ВЭПП-4			
Канал	Экспериментальная станция	Институт	
0	Рентгеновская литография и LIGA-технология (пучок из 11-полюсного вигглера)	ИЯФ	ВЭПП-3
0	Станция «Взрыв»	Ин.-т химии тв. тела и механохимии	
2	Прецизионная дифрактометрия и аномальное рассеяние	Ин.-т катализа	
3	Рентгенофлуоресцентный элементный анализ	Ин.-т гидродинамики	
4	Дифрактометрия при высоких давлениях	Ин.-т химии тв. тела и механохимии	
5a	Рентгеновская микроскопия и томография	ИЯФ	
5b	Дифрактометрия с временным разрешением	Ин.-т химии тв. тела и механохимии	
5c	Рентгеновское малоугловое рассеяние	Ин.-т химии тв. тела и механохимии	
5d	Упругое и малоугловое рассеяние	Ин.-т химии тв. тела и механохимии	
6	Дифрактометрия с временным разрешением	ИЯФ	
7	Рентгеновская литография и LIGA-технология	ИЯФ	
8	EXAFS-спектроскопия	Ин.-т катализа	
10	Метрология, рентгеновская литография и EXAFS-спектроскопия в мягком диапазоне	ИЯФ	

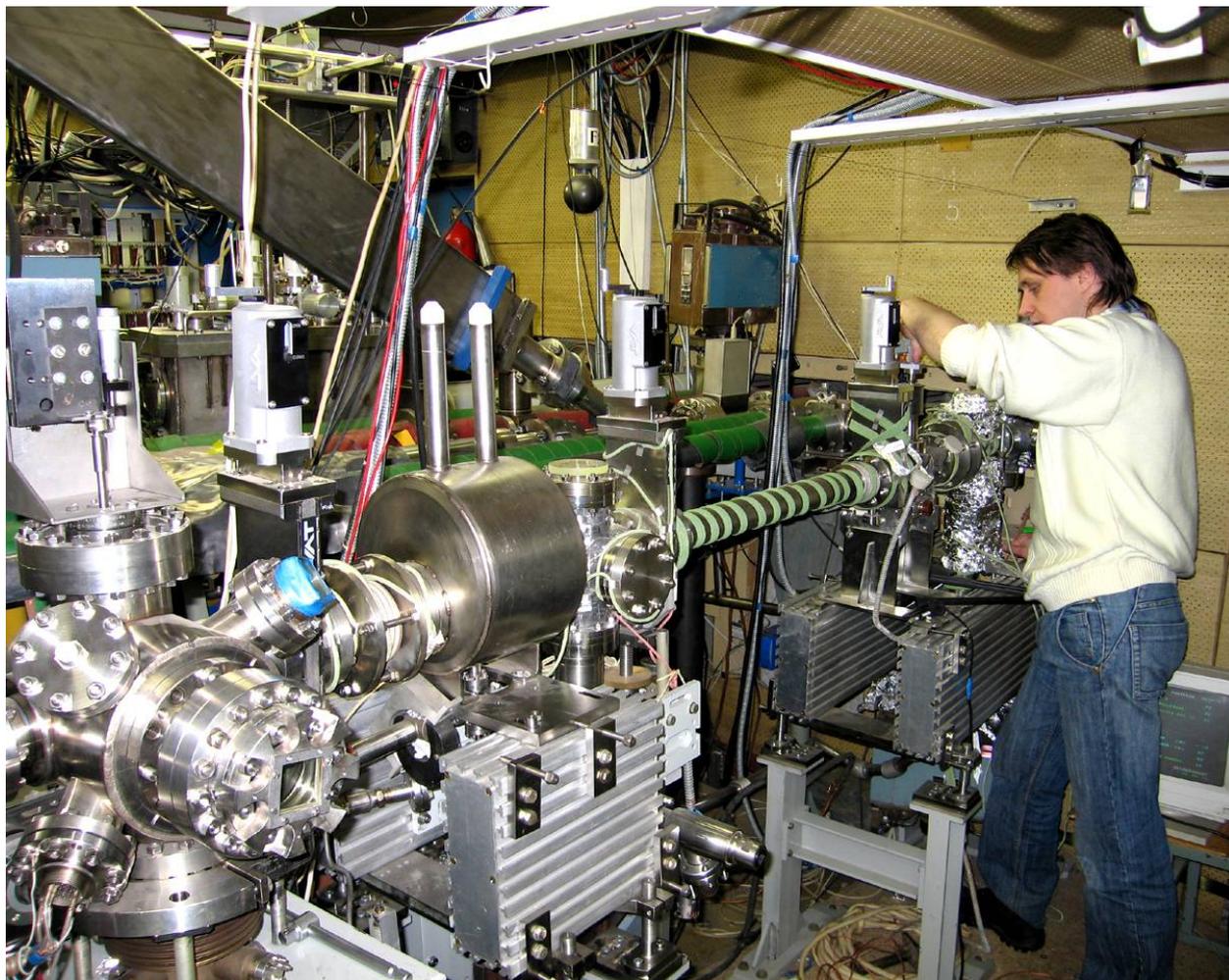
7	Станция метрологии «Космос»	ИЯФ	ВЭПП-4
---	-----------------------------	-----	--------



**Рис. 14.** Фотографии бункера СИ на накопителе ВЭПП-3.



**Рис. 15.** Бункер СИ на ВЭПП-3. Справа находится канал «0» вывода СИ с расположенными на нем станцией рентгеновской литографии и станцией «Взрыв» (взрывная камера желтого цвета).



**Рис. 16.** Канал «10» (бесфольговый) вывода СИ и новая станция метрологии на ВЭП-3.



**Рис. 17.** «Чистая комната» для реализации химико-технологических этапов LIGA-технологии (подготовка подложек, нанесение и обработка резистов, микрогальванопластика).  
Оснащена специальными системами вентиляции и очистки воздуха.

А в 1974 году сюда приехала Вазина,<sup>13</sup> которая до сих пор ездит работать к нам. И сняла мышцу лягушки. Если с помощью рентгеновской трубки это делалось за 24 часа, с помощью синхротрона в Гамбурге – за 12 минут, то Вазина сняла кадры за 2 миллисекунды! Потому, что перешла с синхротрона на накопитель, и был сделан очень хороший однокоординатный детектор, который позволял очень быстро всё регистрировать. На этом примере я хочу показать, что нас, российскую науку, сильно подкосила эта перестройка и то, что было последние 15 лет. В то время мы делали передовые работы с отставанием в год-два, а то и опережали всех. А сейчас мы сильно отстаем от развитых стран по многим позициям...

EXAFS-спектроскопия – это такая хитрая методика, которая позволяет получать информацию о структуре некристаллических веществ. Её использует, в основном, Институт катализа. Все катализаторы, которые там разрабатываются, проходят через эту станцию.

Есть на ВЭПП-3 один бесфольговый канал для работы с СИ в мягком диапазоне, на нем расположена станция метрологии, рентгеновской литографии и EXAFS-спектроскопии (см. рис. 16).

На станции метрологии «Космос» на ВЭПП-4 калибруют оптические спектрометры, которые будут использоваться на Международной космической станции.

Помимо самих экспериментальных станций есть и некая инфраструктура вокруг. Например, для LIGA-технологии и рентгеновской литографии требуются «чистые комнаты» (рис. 17). Это специальные обеспыленные помещения, оснащенные неким оборудованием для нанесения и травления резистов.

Можно очень долго говорить о том, что делается на станциях СИ в Новосибирске, но я приведу только несколько примеров. Сейчас проблема изменения климата является очень актуальной, все боятся, что выбросы парниковых газов приведут к глобальному потеплению. Я хочу сказать, что это глупость полная. Вся Европа сошла с ума! Нет абсолютно никаких убедительных, мало-мальски убедительных, данных о том, что активность человека влияет на изменение климата. Можно привести такой пример. В Мировом океане запасено огромное количество газогидратов (это некие соединения воды и газа, образующиеся при определенном давлении и температуре). И большая часть природного газа содержится не в земле, а в океанах. И если проходит цунами, скажем, то поднимаются эти газогидраты и выделяется столько метана, что и не снилось никакому промышленному производству в США или в Японии. Или, если при незначительном изменении температуры тают болота на севере, то, опять же, выделяется большое количество метана. И эти объемы несоизмеримо больше промышленных выбросов. Так вот, приведу простой пример, показывающий, от чего зависит климат.

Вы, наверное, знаете, что на Алтае есть Телецкое озеро. В работе [9] изучалось, как изменяется состав донных осадков Телецкого озера в зависимости от глубины. Изучалась концентрация пяти элементов – Ca, Fe, K, Ti и V (см. рис. 19). На рисунке видно, что есть интервал, на котором эти концентрации менялись почти периодически. Видно, что также есть хорошая корреляция между элементами. Период оказался примерно 9.4 года. С чем связан этот период? Первое, что приходит в голову, – с пятнами на Солнце, период 11 лет (см. рис. 20 (а)). Точные измерения и фурье-анализ данных (рис. 20 (в)), показали, что период равен 9.35 года и, по-видимому, с солнечной активностью не связан. Фурье-анализ данных о температуре и количестве осадков в г. Барнаул (расположенном в нескольких сотнях километров от Телецкого озера) за период инструментальных наблюдений (1860–1998 гг.) показан на рис. 20 (б). Видно, что максимумы приходятся на периоды в 19.7 и 9.45 лет. Это, опять же, не подтверждает гипотезу о влиянии солнечной активности (период 11 лет). Зато период 9.45 года довольно близок к периоду 9.35 года, полученному из анализа донных отложений озера Телецкое.

---

<sup>13</sup> Вазина Альвина Андреевна, Институт теоретической и экспериментальной биофизики РАН (г. Пущино).

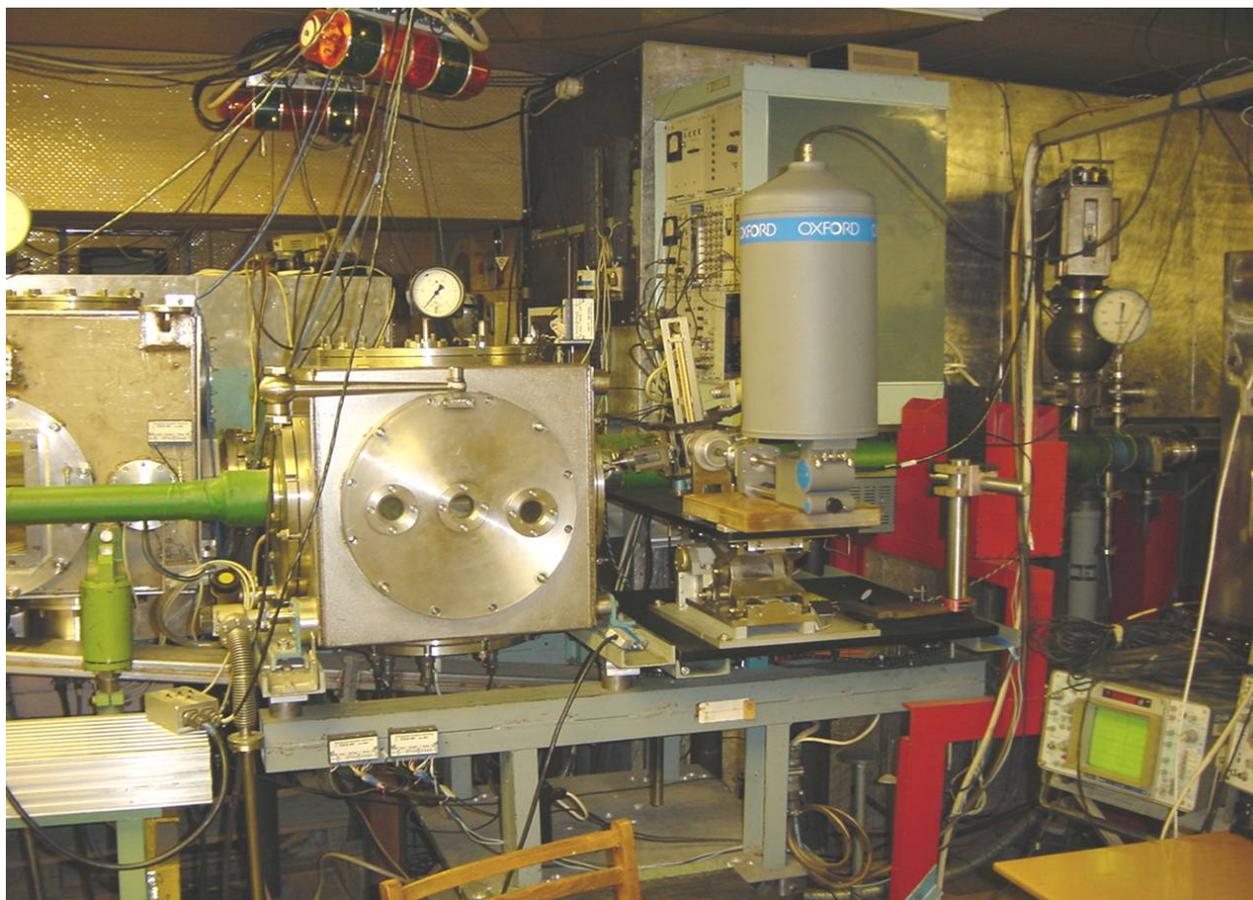


Рис. 18. Экспериментальная станция сканирующего рентгенофлуоресцентного анализа «Байкал» на ВЭПП-3.

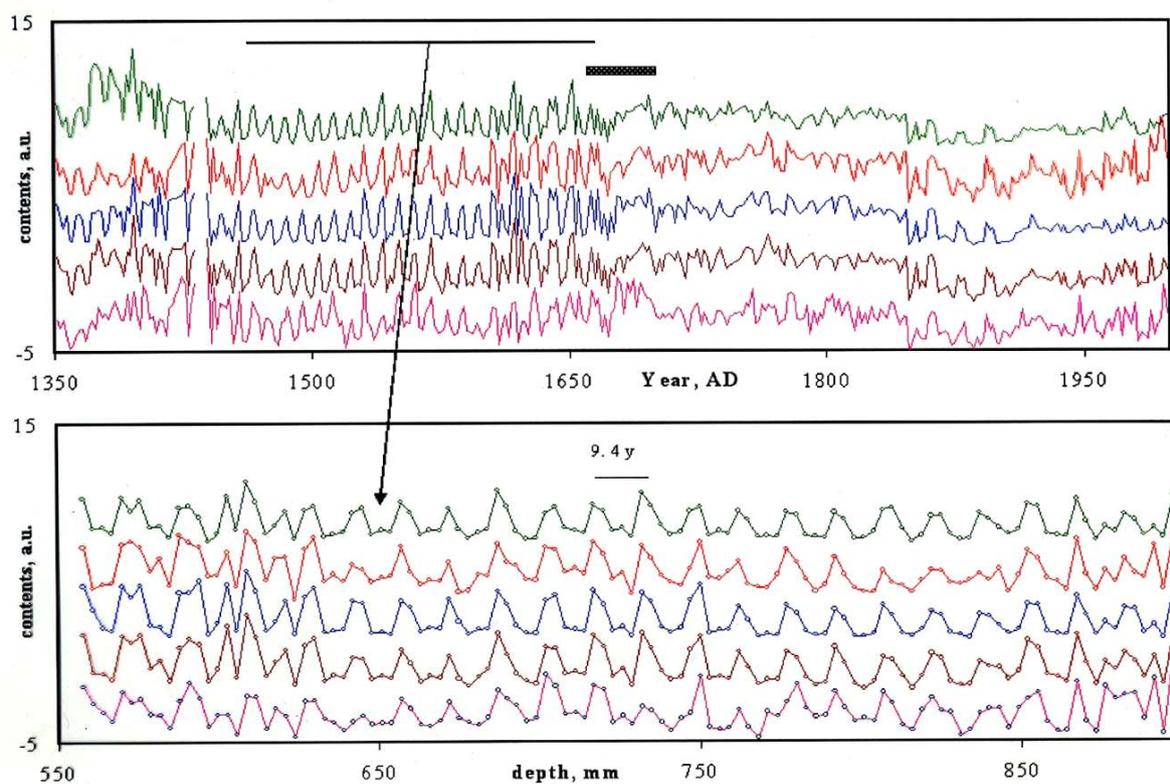
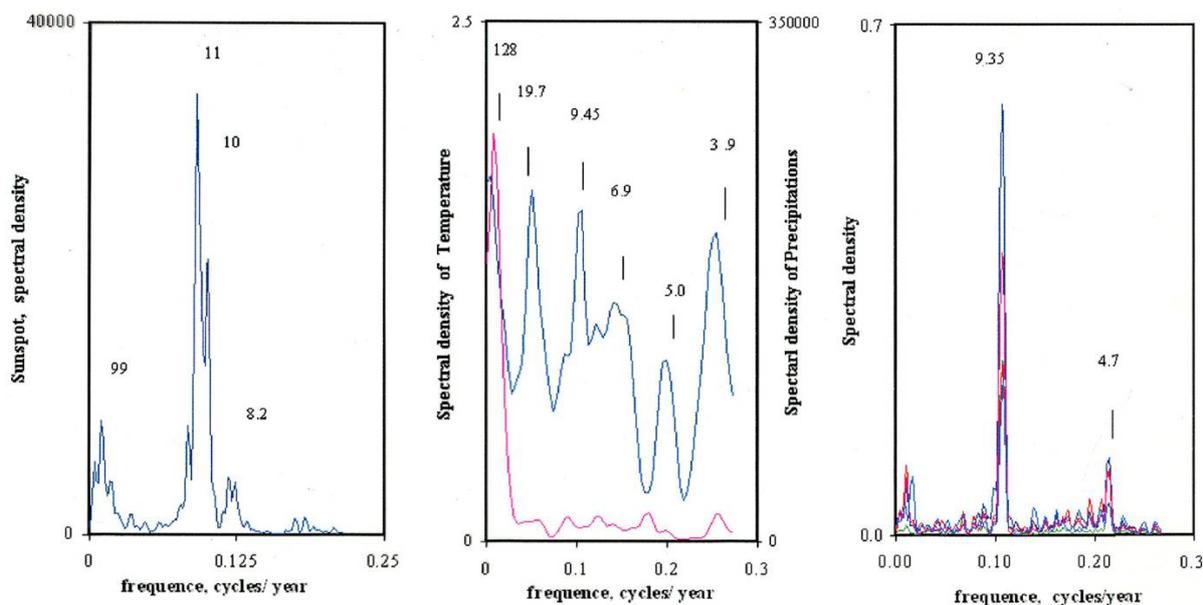


Рис. 19. Профили элементов (Ca, Fe, K, Ti, V), содержащихся в керне донных отложений озера Телецкое. Снизу представлен интервал, на котором поведение почти периодическое.

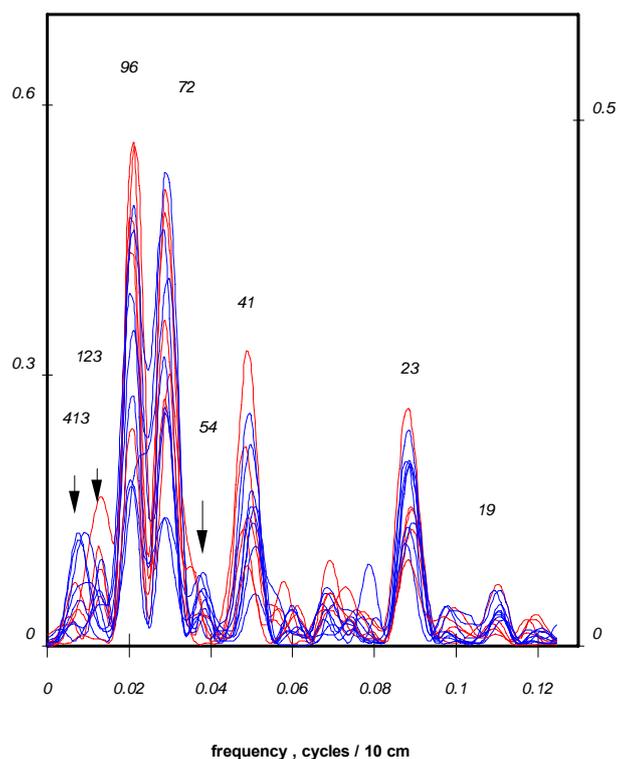


**Рис. 20.** (а) Фурье-анализ данных о солнечной активности. (б) Фурье-анализ данных о температуре и количестве осадков в г. Барнаул в течение периода инструментальных наблюдений (1860–1998 гг.). (в) Фурье-анализ данных о концентрации исследуемых элементов в донных отложениях озера Телецкое.

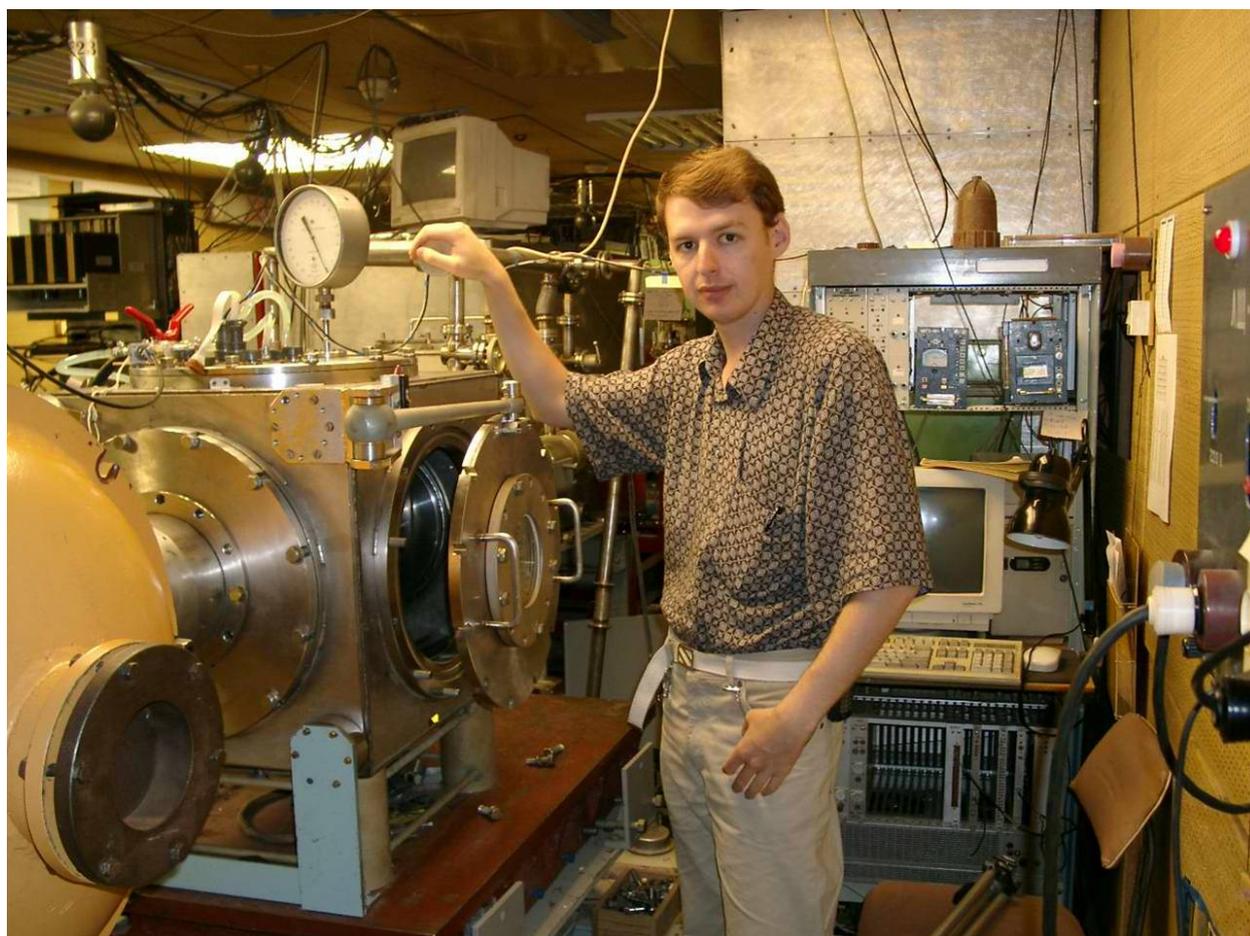
Всему этому есть простое объяснение. Модуляция с периодом 9.4 года связана с гравитационным взаимодействием в системе Земля–Луна–Солнце. Все вы знаете про существование периодических океанических приливов, связанных с гравитационным влиянием Луны. Если вы учтете гравитационное взаимодействие Земли, Луны и Солнца, то получите, что амплитуда приливной волны будет модулирована с периодом 18.8 лет. Поскольку модулирована амплитуда океанических волн, то модулирован и теплообмен между океаном и атмосферой с периодом, в два раза меньшим. В результате появляется модуляция, обязанная чисто гравитационным эффектам. В то время точно не было никакой активной деятельности человека и не было большого потребления энергии. Изменение климата определяли простейшие гравитационные эффекты, связанные с взаимодействием Земли, Луны и Солнца.

Другой пример – это донные осадки Байкала [10]. Обе работы [9,10] у нас сделаны, на станции рентгенофлуоресцентного анализа (см. рис. 18). Там тоже измерялись концентрации каких-то элементов. Но на Байкале осадки медленно растут, поэтому удастся посмотреть, как меняется климат почти за миллион лет. Фурье-анализ дает следующие периоды (см. рис. 21): 19, 23, 41, 54, 72, 96, 123 и 413 тысяч лет. Это экспериментальные результаты. Оказывается, ещё в начале прошлого века Миланкович<sup>14</sup> посчитал, как влияет взаимодействие планет Солнечной системы на орбиту Земли вокруг Солнца. И он выяснил, что эксцентриситет орбиты периодически изменяется, что земная ось испытывает периодическую прецессию и нутацию. Так вот, перечисленные выше периоды были им посчитаны. Те же самые периоды наблюдались при изучении соотношения изотопов  $^{16}\text{O}$  и  $^{18}\text{O}$  во льдах Гренландии и в Антарктиде. Всё это говорит о том, что климат на Земле определяют простейшие гравитационные эффекты. Я уже не говорю о том, что иногда случаются всплески резкого изменения климата. Объяснение этому может быть, по-видимому, только одно – падение на Землю астероида.

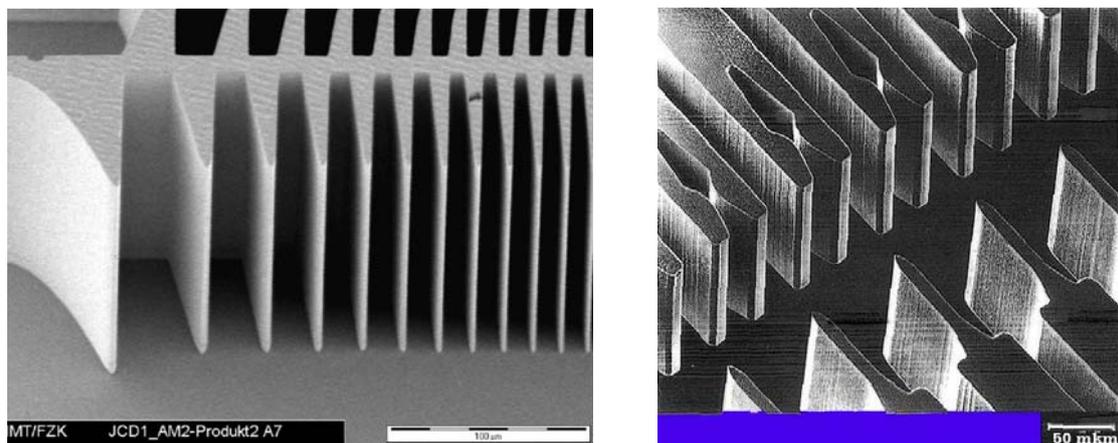
<sup>14</sup> Милутин Миланкович (1879–1958) – сербский климатолог и геофизик. Разработал теорию, в соответствии с которой из-за периодических изменений параметров своей орбиты Земля проходит через повторяющиеся ледниковые периоды, в настоящее время известные как циклы Миланковича.



**Рис. 21.** Фурье-спектр данных рентгенофлуоресцентного анализа керн донных отложений озера Байкал. Числа над пиками соответствуют периодам Миланковича в тысячах лет.



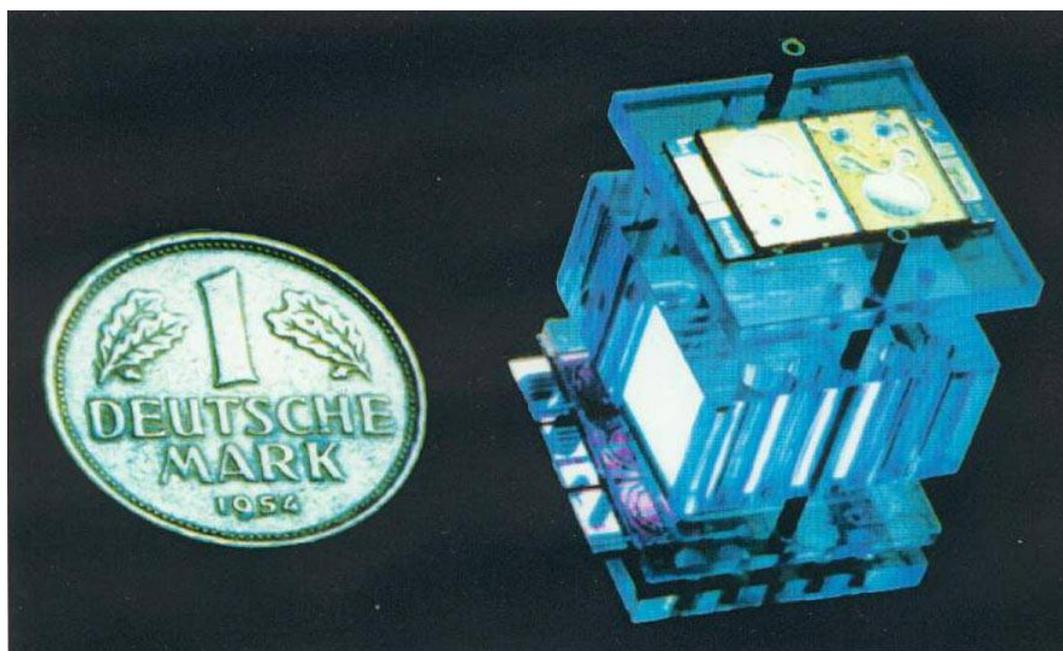
**Рис. 22.** Экспериментальная станция LIGA-технологии на ВЭПП-3.



**Рис. 23.** (а) Фрагмент рентгеновской линзы, выполненной в слое ПММА, толщина слоя 211 мкм. (б) Многослойный микрозазем (электроформовка из никеля).



**Рис. 24.** Образец микротурбины, изготовленной с помощью LIGA-технологии. Для масштаба показан муравей.



**Рис. 25.** Модульная микросистема для электрохимического анализа крови (Центр ядерных исследований, г. Карлсруэ).

Наконец, есть возможности для чисто технологического применения СИ. Среди них можно отметить следующие:

- Изготовление микроэлектромеханических систем с помощью LIGA-технологии;
- Белковая кристаллография для фармацевтической промышленности;
- Структурный и химический анализ для создания новых материалов;
- Медицинская диагностика и терапия.

Белковая кристаллография для фармацевтической промышленности – это уже реальность. Ни одно лекарство на Западе сейчас не выпускается без тестирования на пучках СИ. Структурный химический анализ для создания, скажем, катализаторов применяется во всем мире, в том числе и в Новосибирске. Медицинская диагностика и терапия с помощью СИ пока реально не применяется, поскольку её обходят другие методы, более простые по оборудованию.

На рис. 22 показано, как выглядит станция LIGA-технологии на ВЭПП-3. На рис. 23 можно увидеть образцы деталей, изготавливаемых с помощью LIGA-технологии. С помощью СИ облучают толстые резисты, потом их проявляют и делают на их основе формы, которые позволяют изготавливать некие структуры. На рис. 23 (а) – это рентгеновская линза, а на рис. 23 (б) – микроразъемы из никеля. На рис. 24 показаны маленькие шестеренки – газовые турбины. Для того, чтобы можно было оценить размер этих турбинок, там показан муравей. При этом точность изготовления подобных деталей весьма высока. На рис. 25 – фотография устройства, которое забирает кровь у человека, делает анализ на содержание сахара и, в зависимости от результата, делает инъекцию инсулина (там внутри есть объем с инсулином). Это в свое время немцы сделали. Для масштаба на рис. 25 показана одна немецкая марка.

### Заключение

Это всё, что я вам хотел рассказать. Задача была показать, что, с одной стороны, всё просто, а с другой стороны – всё интересно! И синхротронное излучение позволяет заниматься очень широким кругом задач, как фундаментальных, так и прикладных, а также имеет множество технологических применений.

### Список литературы

- [1] Кулипанов Г. Н. Изобретение В. Л. Гинзбургом ондуляторов и их роль в современных источниках синхротронного излучения и лазерах на свободных электронах. УФН **177** (2007) 384.
- [2] Кулипанов Г. Н., Скринский А. Н. Использование синхротронного излучения: состояние и перспективы. УФН **122** (1977) 369.
- [3] Будкер Г. И. Собрание трудов. Москва, «Наука», 1982.
- [4] Померанчук И. Я. Максимальная энергия, которую могут иметь на поверхности Земли первичные электроны космических лучей из-за излучения в земном магнитном поле. ЖЭТФ **9** (1939) 915.<sup>15</sup>
- [5] Иваненко Д. Д., Померанчук И. Я. О максимальной энергии, достижимой в бетатроне. ДАН СССР **44** (1944) 343.
- [6] Арцимович Л. А., Померанчук И. Я. Излучение быстрых электронов в магнитном поле. ЖЭТФ **16** (1946) 379.
- [7] Померанчук И. Я. Собрание научных трудов. Том II. Москва, «Наука», 1972.
- [8] Гинзбург В. Л. Об излучении микрорадиоволн и их поглощении в воздухе. Изв. АН СССР. Сер. физ. **11** (1947) 165.
- [9] Goldberg E. L., Grachev M. A., Phedorin M. A. et al. Application of synchrotron X-ray fluorescent analysis to studies of the records of paleoclimates of Eurasia stored in the sediments of Lake Baikal and Lake Teletskoye. Nucl. Instr. and Meth. A **470** (2001) 388.
- [10] Goldberg E. L., Phedorin M. A., Grachev M. A. et al. Geochemical signals of orbital forcing in the records of paleoclimates found in the sediments of Lake Baikal. Nucl. Instr. and Meth. A **448** (2000) 384.

---

<sup>15</sup> Статьи [4], [5] и [6] можно найти в Собрании научных трудов И. Я. Померанчука [7].

## Методы рентгеновской микроскопии и микрофотографии с использованием синхротронного излучения.

Купер К.Э.  
ИЯФ СО РАН

Источник синхротронного излучения (СИ) обладает наибольшей яркостью в рентгеновском диапазоне и дает поток жестких рентгеновских фотонов, который по интенсивности на 4 и более порядков превышает поток от традиционного рентгеновского аппарата. Этот факт сильно расширяет возможности различных методов с использованием рентгеновской микроскопии и микрофотографии и позволяет получать качественные изображения исследуемых объектов с высоким пространственным разрешением и за короткое время.

### Рентгеновская микроскопия.

Пространственное разрешение рентгеновской микроскопии определяется геометрией эксперимента (соотношение расстояний источник-образец и образец-детектор), размерами источника, пространственным разрешением детектора и дифракцией излучения на изучаемых деталях объекта.

$$\Delta_{mk} = \sqrt{\left(\frac{\Delta_{sr}}{L_1} L_2\right)^2 + \left(\frac{L_2 \lambda}{\Delta_{sm}}\right)^2 + \Delta_{dt}^2}$$

Где  $\Delta_{mk}$ - пространственное разрешение рентгеновской микроскопии,  $\Delta_{sr}$ -размер источника СИ,  $\Delta_{dt}$ - пространственное разрешение детектора,  $\Delta_{sm}$ - размер изучаемого объекта,  $L_1$ - расстояние источник-образец,  $L_2$ - расстояние образец-детектор и  $\lambda$  длина волны излучения.

Используя одну из самых важных особенностей СИ малую угловую расходимость  $d\varphi \sim m_0 c^2 / E$  составляющую всего лишь доли миллирадиан можно сильно увеличить расстояние источник-образец (обычно несколько десятков метров) при сравнительно небольшом расстоянии источник-образец, менее сантиметра в зависимости от условий проводимого эксперимента. Учитывая тот факт, что длина волны в рентгеновском диапазоне сравнима с  $1\text{\AA}$ , как правило, погрешностью связанной с дифракцией излучения можно пренебрегать. Тогда основным фактором, влияющим на разрешение рентгеновской микроскопии, становится пространственное разрешение используемого детектора. Основным способом регистрации, на сегодняшний момент, является перевод энергии рентгеновского фотона в видимый спектр излучения по средством сцинтиллирующих экранов, с последующей регистрацией с помощью высокочувствительных CCD и CMOS матриц с пространственным разрешением порядка нескольких микрометров. Исключение могут составлять детекторы, выполненные на основе Image Plate, в экспериментах, где требуется высокий динамический диапазон регистрации при отсутствии необходимости моментального получения рентгеновского изображения. Основным вкладом в разрешающую способность рентгеновских детекторов сделанных на основе CCD и CMOS матриц вносит толщина и размер зернистости используемых сцинтилляторов. Толщина сцинтиллирующего экрана зависит от диапазона регистрируемого рентгеновского излучения и варьируется от 50 до 200 мкм. Чтобы превзойти пространственное разрешение детектора используют увеличивающую рентгеновскую оптику.

Одним из примеров такой оптики может служить Bragg Magnifier основанный на брэгговской дифракции от ассиметрично срезанного кристалла.

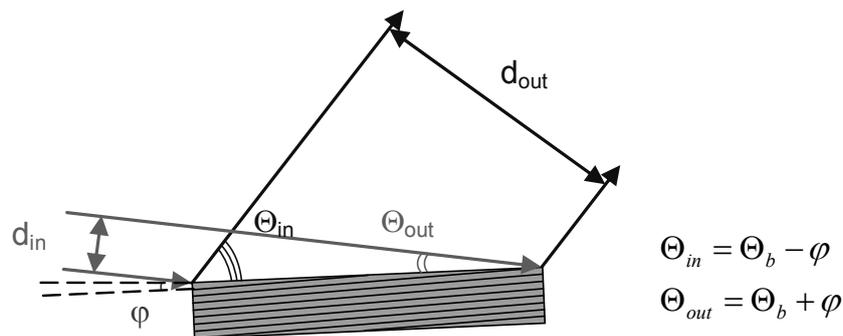


Рис.1 Схема иллюстрирующая брэгговскую дифракцию от асимметрично срезанного кристалла.

Дифракция от асимметрично срезанного кристалла позволяет получать увеличенное изображение в одном направлении с коэффициентом М рис.1, который можно рассчитать из формулы:

$$M = \frac{\sin(\theta_b + \varphi)}{\sin(\theta_b - \varphi)}$$

где  $\theta_b$  – угол Брэгга, зависящий от энергии падающего излучения и  $\varphi$  - угол дифракционной плоскости к поверхности кристалла. Использование двух кристаллов с взаимно перпендикулярно расположенными дифракционными плоскостями даст увеличенное изображение образца рис.2.

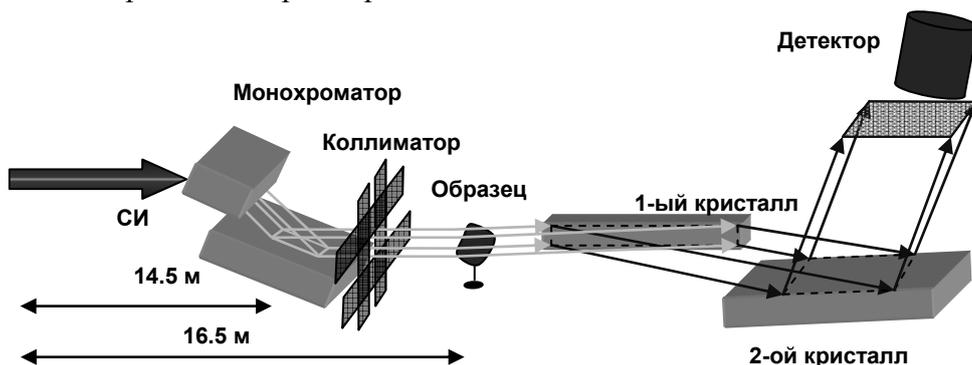
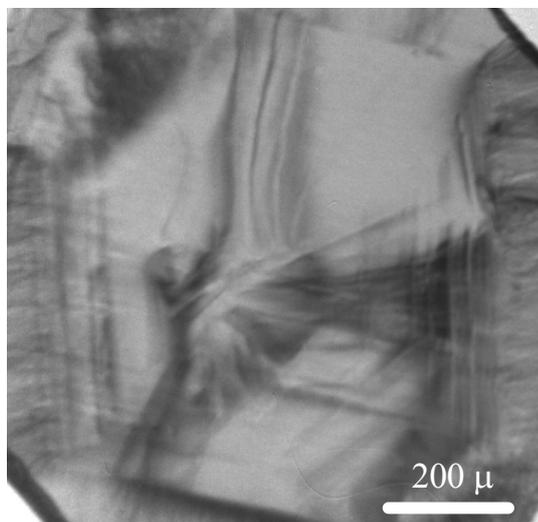


Рис.2 Схема эксперимента с использованием Bragg Magnifier.

Иллюстрацией возможностей использования Bragg Magnifier может служить рентгеновская топография кристалла природного алмаза рис.3 полученная на станции «Томографии и Микроскопии» накопителя ВЭПП-3 с пространственным разрешением 3 мкм.



### Рентгеновская микротомография.

Томография (от греческого tomos- слой и grapho- пишу) – метод неразрушающего послойного исследования внутренней структуры объекта посредством многократного его просвечивания в различных пересекающихся направлениях. Метод вычислительной рентгеновской томографии (ВРТ) позволяет получать трехмерные данные о внутренней структуре образца без его разрушения. Суть метода заключается в просвечивании образца рентгеновскими лучами, которые по-разному поглощаются в его различных областях. Ослабление рентгеновского излучения вдоль луча, является интегральной характеристикой плотности исследуемого объекта. Ослабление рентгеновского излучения описывается по известному закону:

$$I = I_0 \exp\left(-\int_L \mu(s)ds\right)$$

Где  $I_0$ - интенсивность рентгеновского источника,  $I$ -интенсивность рентгеновского пучка прошедшего в объекте путь  $L$  и  $\mu$ - линейный коэффициент ослабления рентгеновского излучения. Таким образом, степень различия компонент внутри образца зависит от их линейных коэффициентов поглощения. Набор проекций поглощения, полученный в процессе вращения образца, с помощью преобразования Радона, позволяет восстановить распределение его рентгеновской плотности как функцию от трех координат.

Одним из распространенных примеров использования преобразование Радона служит алгоритм обратного проецирования на основе преобразования Фурье. Алгоритм может быть представлен в виде следующей последовательности операций:

- 1) Из набора проекций исследуемого объекта (рис.4а) при различных углах  $\varphi$  и фиксированном значении  $z$ , получаем функцию  $R(\varphi, x)$  (рис.4b);
- 2) Для данной функции  $R(\varphi, x)$  определяется её преобразование Фурье  $R\phi(\omega, \varphi)$
- 3) Функция  $R\phi(\omega, \varphi)$  умножается на  $\pi|\omega|$
- 4) Вычисляется обратное преобразование Фурье произведения  $\pi|\omega|R\phi(\omega, \varphi)$  и тем самым определяется функция  $I(s', \varphi)$
- 5) Аргументу  $s'$  функции  $I(s', \varphi)$  присваивается значение  $x \cos \varphi + y \sin \varphi$ .
- 6) Производя интегрирование функции  $I(x \cos \varphi + y \sin \varphi, \varphi)$  по углу  $\varphi$ , получаем функцию  $f(x, y)$  описывающую распределение плотности образца в слое  $z$ .
- 7) Выполняя операции (1)-(6) для всех значений  $Z$  получаем полное трехмерное изображение объекта (рис.4с).

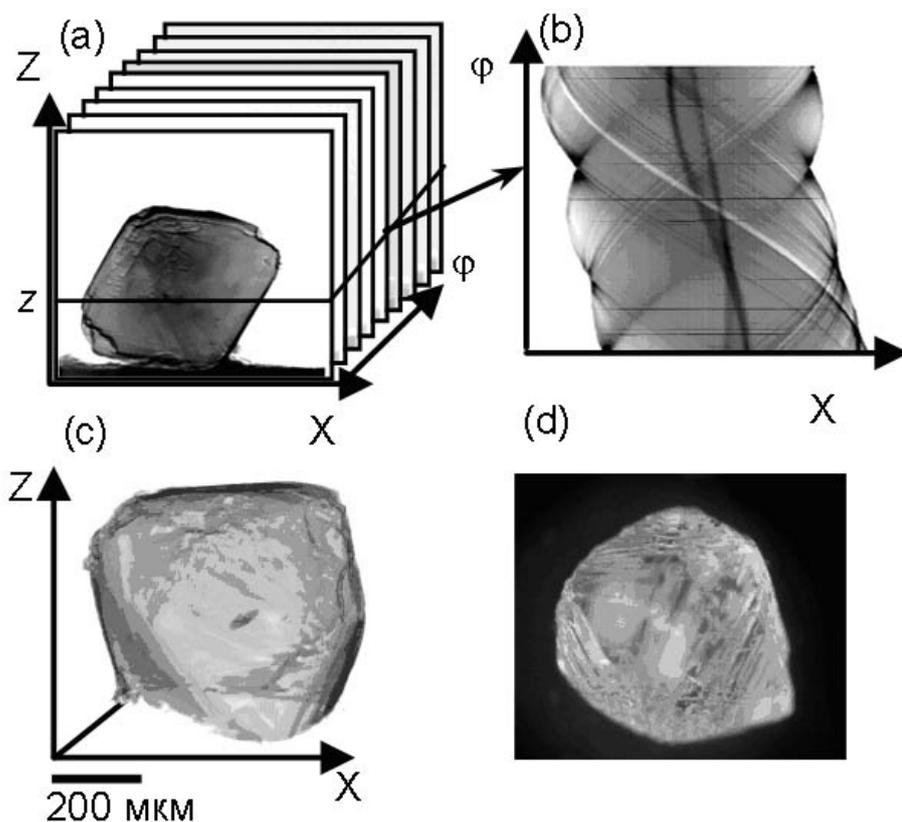


Рис.4 а) Набор проекций полученных в процессе вращения образца, б) Функция  $R(\varphi, x)$  одного из срезов образца, в) Восстановленное 3-D изображение, д) Фотография исследуемого алмаза

В заключение хочется сказать, о методе рефракционного контраста позволяющего визуализировать слабоконтрастные для рентгеновского диапазона объекты.

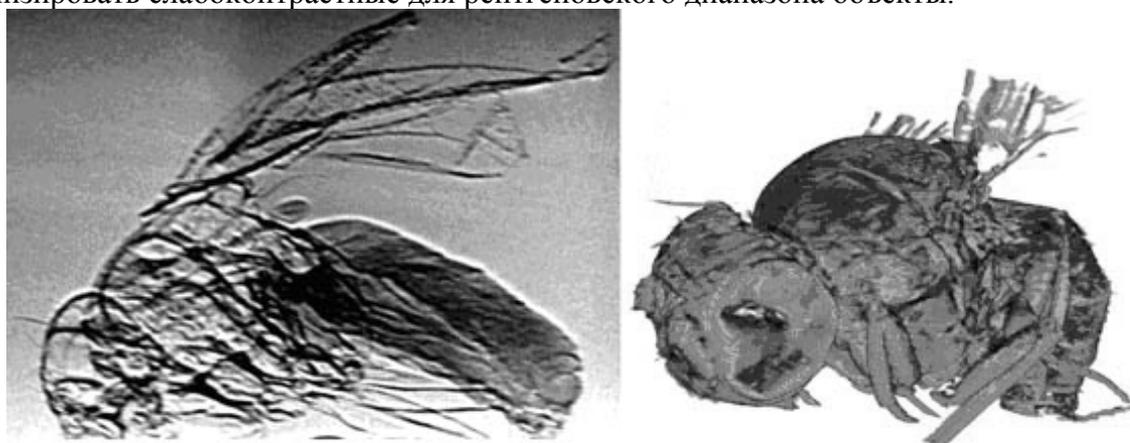


Рис.5. Одна из проекций мухи дрозофилы полученная методом рефракционного контраста и ее восстановленное трехмерное изображение.

Данный метод позволяет подчеркивать границы различных областей в образце, даже если коэффициенты поглощения в этих областях очень похожи (Рис.5). Это становится возможным при использовании кристалл-анализаторов, позволяющей выделять не большие (на уровне  $10^{-4}$ - $10^{-5}$  рад) отклонения лучей, обусловленные рефракцией рентгеновского излучения в образце. Кристалл-анализаторы отражают только те лучи, которые удовлетворяют условию Вульфа- Брэгга, что приводит к подчеркиванию деталей на границе раздела сред в получаемом изображении.

# Комплексный мониторинг атмосферных аэрозолей Сибири

К.П. Куценогий  
ИХКГ СО РАН

**Реферат.** Приведены результаты экспериментальных и теоретических исследований пространственно-временной изменчивости характеристик атмосферных аэрозолей в Сибири на локальном, региональном и глобальном уровнях.

**Ключевые слова:** Мониторинг, атмосферные аэрозоли.

## Complex atmospheric aerosols monitoring in Siberia

К.П. Koutsenogii, \* P.К. Koutsenogii  
*Russia, Novosibirsk, Institutskaya St., 3 Instiyute of Chemical Kinetics and Combustion  
SB RAS koutsen@ns.kinetics.nsc.ru*

**Abstract:** Results of the experimental and theoretical study of spatial and temporal variability of local, regional and global scaly of the atmospheric aerosol characteristics in Siberia are presented.

**Keyword:** Monitoring, atmospheric aerosols

### Введение

Атмосферные аэрозоли (АА) играют решающую роль во многих атмосферных процессах (облако- и осадкообразование, радиационный теплообмен, видимость). Они оказывают существенное влияние на качество окружающей среды, климат, химию и физику атмосферы (Seinfeld, Pandis, 1998; Aerosols..., 1996; Carbonaceous..., 1996). Поэтому в последние годы внимание к изучению атмосферных аэрозолей неуклонно растет. Свойства атмосферных аэрозолей определяются спектром размеров, концентрацией, химическим составом и структурой частиц. Диапазон размеров атмосферных аэрозолей охватывает 5 порядков величины, концентраций - более 10 порядков. Чрезвычайно сложен химический состав атмосферных аэрозолей. Поэтому проекты по исследованию АА носят с необходимостью комплексный характер и используют специальную аэрозольную аппаратуру и современную аналитическую технику. В последнее десятилетие крупные комплексные международные проекты, связанные с изучением глобальных изменений, как правило, содержат в своем составе блоки взаимодействия атмосфера - океан - суша, где значительное внимание уделяется изучению свойств атмосферных аэрозолей и их роли в различных биогеохимических циклах биосферы. Примером крупных комплексных международных исследований, проведенных во второй половине 90-х годов прошлого столетия, могут служить проекты ACE 1 (1995) (Weber et al., 1998) и ACE 2 (1997) (Raes et al., 1998), связанные с изучением взаимодействия морских и континентальных аэрозолей в Атлантике. Характерной особенностью этих проектов стало объединение усилий различных стран и использование всего арсенала средств, включающих наземные, надводные, воздушные и космические наблюдения, позволяющие изучать пространственно-временную изменчивость различных характеристик АА локального, регионального и глобального масштабов.

С начала третьего тысячелетия (2001 г.) начался крупный международный проект ACE-Asia, целью которого является изучение образования континентальных аэрозолей и их взаимодействие с морскими АА в азиатских странах Тихоокеанского региона (Symposium..., 2002). Согласно современным представлениям о механизме образования АА, их можно разбить на три класса: морские, континентальные и смешанные. Последние два в настоящее время наименее изучены. Особо следует обратить внимание на атмосферные аэрозоли Арктического региона. В начале семидесятых годов прошлого столетия начался широкомасштабный комплексный международный проект "Арктическая дымка" (Atmospheric..., 1981; 1985, 1989; 1993), который продолжается и в настоящее время. Он был связан с проблемой дальнего транспорта АА из крупных промышленных центров северного полушария и оценкой техногенной нагрузки таких эмиссий на Арктический бассейн. В настоящее время изучение Арктического бассейна имеет приоритетное значение для международного сообщества (SEARCH..., 2001). Это определяется особым влиянием этого региона на климат Земли, его громадными минеральными и углеводородными ресурсами, слабой изученностью полярной биосферы, усиливающимся загрязнением Арктического бассейна техногенными продуктами.

Особое место в этих исследованиях уделяется изучению цикла углерода в арктических морях России (АМР), проводимых в рамках Государственной научно-технической программы Россия "Глобальные изменения природной среды и климата", Федеральной целевой программы "Мировой океан", а также международных многосторонних и двухсторонних соглашений. Параметры цикла углерода в АМР в настоящее время известны плохо. Вместе с тем, накопленные в российских и международных экспедициях (особенно в последние 1993 - 2000 гг) данные комплексного изучения биогеохимических параметров среды показали, что заметную роль в этих процессах играют и дальние переносы органического вещества АА эолового типа (Опыт..., 2001; Романкевич, Ветров, 2001). Сейчас уже накоплена значительная информация о том, что в Арктику переносятся АА как техногенного, так и природного типа. Значительная часть таких аэрозолей образуется в Сибири. Это связано с тем, что Сибирь имеет огромную границу с Арктическим бассейном. В то же время в Сибири очень разнообразные природно-климатические зоны. Здесь интенсивно развивается промышленность и сельское хозяйство. Поэтому Сибирь является источником различных типов АА. В то же время в Сибири имеются территории, удаленные на значительные расстояния от крупных сильно загрязненных промышленных центров. Эти регионы относят к категории "фоновых", где значительная масса аэрозолей образуется в результате естественных процессов, с небольшой примесью загрязняющих веществ. Города и многие регионы юга Сибири сильно загрязнены тяжелыми металлами. Уровень такого загрязнения заметно выше, чем в промышленно развитых странах Европы и Америки. Локальные загрязнения АА могут представлять серьезную опасность для здоровья людей, проживающих в этих районах. С другой стороны, гигантские точечные источники промышленных выбросов достаточно просты для изучения многих вопросов химии окружающей среды, поэтому здесь можно получить важные научные результаты с минимальными затратами. Многочисленные исследования характеристик АА в различных точках земного шара показывают, что значительную часть атмосферных поллютантов составляют частицы, образующиеся при ветровой эрозии поверхности земли и на поверхности морей и океанов. Это пылевые частицы и частицы, состоящие из морских солей. Содержание других частиц природного и антропогенного происхождения в АА, как правило, заметно меньше (Whitby, 1975; 1978; Аэрозоль..., 1991). Центральная Сибирь удалена на несколько тысяч километров от крупных источников почвенно-эрозионных аэрозолей. В зимний период в Сибири земля покрыта снегом, а водоемы, включая моря и океаны, скованы льдом. Таким образом, этот период крайне благоприятен для изучения дальнего транспорта промышленных выбросов (Куценогий К., Куценогий П., 1997; 2000; Ван Грикен и др., 1999; Куценогий и др., 2002).

Значительная часть территории Сибири покрыта лесом, который является мощным источником биогенных аэрозолей: первичного типа (например, пыльца растений) (Головко, 2001) и вторичных, образующихся в результате эмиссии реакционно-активных газов, которые в результате химических и фотохимических процессов конвертируются в аэрозольные частицы (Koutsenogii, 1992; Куценогий, 2002). Мощным источником атмосферных аэрозолей в Сибири являются лесные пожары (Koutsenogii et al., 2000) (рис. 1). Из этого рисунка видно, что на значительной части Сибири, особенно в ее южных районах в пожароопасный сезон происходят лесные пожары, которые являются мощными источниками газо-аэрозольных эмиссий.

### **Проект «Аэрозоли Сибири»**

Учитывая важность Сибири, как источника материалов для дальнего переноса в Арктику с начала 90-х годов параллельно международному проекту «Арктическая Дымка» (в английской транскрипции - «Arctic Haze», получил свое развитие, в основном Российский, интеграционный проект «Аэрозоли Сибири» (в английской транскрипции -

«Siberian Aerosol»). В данный момент термин является устоявшимся и используется в качестве названия одного из интеграционных проектов СО РАН. С начала этого проекта проведено четыре международных рабочих совещания, посвященных данной проблеме.

Целями проекта "Аэрозоли Сибири" являются:

- изучение закономерностей образования, трансформации и переноса аэрозолей в Сибирском регионе на локальном, региональном и глобальном уровнях для выявления их основных источников и стоков;
- оценка влияния атмосферных аэрозолей на качество атмосферного воздуха, уровни загрязнения растительности, почвы и воды, скорости миграции различных веществ и элементов в объектах окружающей среды;
- выяснение воздействия атмосферных аэрозолей различной природы на атмосферные процессы, здоровье людей и животный мир.

## 2. Методика и результаты.

К моменту начала проекта "Аэрозоли Сибири" в Северном полушарии Международным сообществом была образована развитая система наземного мониторинга аэрозолей, состоящая из 22 пунктов наблюдений. В то же время на территории бывшего СССР не было ни одной наблюдательной точки.

В настоящее время в Сибири организована наземная система мониторинга АА, охватывающая территорию Западной и Восточной Сибири с удалением точек наблюдений до 1500 км (рис.2). В большинстве случаев для этого используются стационары различных Институтов СО РАН, что позволяет проводить исследования круглогодично. Кроме наземных наблюдений, развивается система космического мониторинга. Уже собрана важная информация о масштабах лесных пожаров в бореальных лесах Сибири (рис. 3). На представленном рисунке приведены результаты космических наблюдений за лесными пожарами на территории Сибири в летне-осенний период 2002 года. Эти данные позволяют идентифицировать отдельные лесные пожары и области задымления от них. Видно, что область влияния дымовых шлейфов охватывает не только локальные, но и региональные масштабы. Источники аэрозольных эмиссий имеют достаточно сложную структуру. Последняя зависит от пространственного расположения индивидуальных пожаров, типа лесных массивов, интенсивности пожара и метеорологических условий. Данные космического мониторинга обеспечивают только часть необходимой информации для описания экологических последствий лесных пожаров. Для получения недостающих сведений с 2000 г наблюдения из космоса сопровождаются наземными экспериментами на специальном полигоне, где, в частности, определяется величина газо-аэрозольных эмиссий в зависимости от типа лесных горючих материалов и режимов горения (рис. 4). Получены первые экспериментальные данные, позволяющие определить коэффициенты эмиссии основных радиационно активных газовых и аэрозольных эмиссий по массе сгоревшего лесного горючего материала, а также химический состав образующихся аэрозолей субмикронной и грубодисперсной фракции (Koutsenogii et al., 2002). Эти результаты позволяют оценить влияние газообразных и аэрозольных эмиссий на климатические и экологические последствия лесных пожаров в бореальных лесах Сибири.

В период выполнения Интеграционного проекта "Аэрозоли Сибири" удалось организовать синхронные наблюдения в разные сезоны года в различных почвенно-климатических зонах Западной и Восточной Сибири, сопровождаемые космическими наблюдениями (рис. 5), а также вертикальным зондированием атмосферы на одном из полигонов Западной Сибири (рис. 6). Данные космического мониторинга с помощью метеорологического спутника NOAA позволяют, помимо метеорологической информации получить сведения о структуре облачности регионального и глобального масштаба (рис. 5а). Многоканальная спектральная БД и система TOVS (рис. 5б) обеспечивает получения данных об изменении структуры растительного покрова, а также информацию о

пространственно-временной изменчивости распределения концентрации аккумуляционной фракции атмосферного аэрозоля, влияющего на ослабление солнечного излучения и радиационный теплообмен в атмосфере. Таким образом, реализован комплексный мониторинг характеристик АА в Сибири. Точки наземного мониторинга расположены в крупных промышленных центрах (Новосибирск, Иркутск, Барнаул, Кемерово, Томск), пригородных районах, а также на фоновых территориях. В результате впервые получены экспериментальные данные о пространственно-временной изменчивости характеристик АА локального, регионального и глобального масштаба. Предложены методы для определения основных характеристик АА (массовой концентрации, дисперсного и химического состава, морфологии аэрозольных частиц). Создан комплекс методик для определения химического состава аэрозольных частиц и их поверхностного слоя (Иванов и др., 2002).

По результатам наземного и самолетного мониторинга в период с 2000 по 2002 год впервые получены данные о составе биоконпоненты АА Сибири и ее пространственно-временной изменчивости (Андреева и др., 2002). Для пыльцевой компоненты АА Западной Сибири выявлены закономерности суточной и сезонной изменчивости массовой и счетной концентрации, а также видового состава (Головкин, 2001). Пример данных по счетной концентрации биологической компоненты АА приведен на рис. 7.

#### ***Комплексный мониторинг позволил:***

#### ***А. По данным многоэлементного состава АА в зависимости от размера частиц***

- выявить три класса частиц: почвенно-эрозионные, характеризуются элементами, у которых 98% массы находится в грубодисперсной фракции ( $d > 1 \mu\text{м}$ ); техногенные аэрозоли, характеризующиеся элементами, у которых 64 % массы находится в субмикронной фракции ( $d < 1 \mu\text{м}$ ); аэрозоли смешанного типа, характеризуются элементами, массовые доли которых примерно поровну распределены между грубодисперсной и субмикронной фракциями (Koutsenogii et al., 2002).

На рисунке 8а приведены экспериментальные данные по относительной среднемесячной концентрации ( $X_{\text{Fe}}$ ) многоэлементного состава атмосферных аэрозолей (отношение концентрации  $i$ -го элемента, указанных на горизонтальной оси, к значению концентрации Fe) в зимний период в двух пунктах наблюдений на севере Западной Сибири. Удаление пунктов наблюдения друг от друга – около 250 км. Экспериментальные точки в одном пункте – Самбурге – обозначены кружками. Аналогичные величины для другого пункта – Тарко-Сале – квадратики. Жирной линией указаны кларки этих элементов (относительные содержания элементов в почве). Это соответствует коэффициенту обогащения  $EF_C$ , равному единице. Считается, что значения  $EF_C < 10$  указывают на элементы, источником которых является почвенно-ветровая эрозия. Те элементы, для которых  $EF_C > 10$ , связывают с антропогенными источниками. Кривая, соответствующая значению  $EF_C = 10$ , проведена тонкой линией. Поэтому в зону ниже тонкой линии попадают элементы от источников почвенно-эрозионной природы, а элементы выше этой линии обусловлены антропогенными источниками. Аналогичные зависимости для двух точек наблюдения на юге Западной Сибири приведено на рис. 8б. В этой зоне удаление точек наблюдения около 450 км. Видно, что на обоих графиках квадратики и кружки для каждого из определенных элементов расположены достаточно близко друг к другу. Это означает, что многоэлементный состав в каждой из почвенно-климатических зон примерно одинаков. Расстояния между точками наблюдения более 100 км. Это указывает на постоянство многоэлементного состава АА в региональном масштабе. Такая методика позволяет разделить все элементы на два класса. Если теперь проанализировать изменения массовой концентрации в зимний сезон на севере и на юге Западной Сибири (таблица 1), то выясняется следующая картина.

Таблица 1. Массовая концентрация различных элементов атмосферных аэрозолей

на севере и юге Западной Сибири.

ион	Рег	Места отбора проб	Антропогенные элементы, нг/м <sup>3</sup>	
			V	F
Се	Ю	Тарко-Самбур	1	
		Ключи	2	
Се	Ю	Тарко-Самбур	Почвенно-эрозионные элементы, нг/м <sup>3</sup>	
			C	F
			3	1
			1	1
Ю		<b>Ключ</b>	2	1

Для элементов от антропогенных источников массовые концентрации на юге и севере близки друг к другу. Это означает, что загрязнение от этих источников носит глобальный характер. Для элементов почвенно-эрозионной природы массовая концентрация на севере в 6-60 раз ниже, чем на юге. Поэтому загрязнение от почвенно-эрозионных источников АА носит региональный характер. Отношение числа элементов от антропогенных и почвенно-эрозионных источников может служить мерой антропогенной нагрузки. Это отношение для разных сезонов года приведено в таблице 2.

Таблица 2. Использование метода относительных концентраций для оценки техногенной нагрузки на северные и южные регионы Западной Сибири.

Место отбора	Число элементов		Отношение $N_2/N_1$
	почвенно-эрозионных, $N_1$	техногенных, $N_2$	
<b>ЗИМА</b>			
Север	9	8	0,9
Юг	15	6	0,4
<b>Весна</b>			
Север	10	7	0,7
Юг	18	3	0,2
<b>Лето</b>			
Север	10	6	0,6
Юг	20	1	0,05
<b>Осень</b>			
Север	10	7	0,7
Юг	18	4	0,2

Из нее видно, что для северных районов, удаленных от крупных промышленных центров, относительная доля элементов антропогенного типа выше, чем доля элементов почвенно-эрозионной природы. Поэтому уровень техногенной нагрузки в удаленных ("фоновых") территориях сильнее, чем на юге, где сосредоточены крупные промышленные центры. Более детальные сведения о типе источников можно получить с использованием факторного анализа временной изменчивости среднесуточных значений массовой концентрации различных элементов. Пример такого анализа приведен в таблице 3.

Таблица 3. Идентификация источников загрязнения по результатам факторного и корреляционного анализа временной изменчивости многоэлементного состава атмосферных аэрозолей.

Фактор	Элементы (коэф. корр. R)	Фактор нагрузки	Источник	Коэффициент обогатления, EF <sub>C</sub>
	Ca :   Ti, Mn, Fe, Rb, Sr, Y, Zr, Gd   (0,89 ≤ R ≤ 0,98)	0,64	Почвенно-эрозионный	≤ 10
	Pb, Br (R=0,93)	0,14	Автотранспорт	> 10
	Ni, Cu (R=0,84)	0,13	Цвет. металлу рг.	> 10

Во втором столбце указан коэффициент корреляции между элементами каждого из трех выделенных факторов. Для первого фактора, состоящего из 9 элементов, коэффициент корреляции по отношению к Ca указан в скобках. Для двух других факторов значения коэффициента взаимной корреляции приведено в скобках. Тип идентифицированного источника, соответствующий каждому из выявленных факторов, приведен в четвертой колонке.

#### ***Б. По данным ионного состава АА:***

- Сопоставление ионного состава водорастворимой части аэрозолей (ИСАА) и мокрых выпадений (ИСАР) позволяет выяснить вклады газофазных и почвенно-эрозионных составляющих в процессах их формирования с учетом соотношения ионов атмосферных и литофильных элементов. Эти данные имеют самостоятельное значение в связи с проблемой "кислотных дождей", причиной которых является дефицит катионов, нейтрализующих анионы, генерируемые в атмосфере из газовой фазы или поступающие с летучими кислотами. Газофазные процессы генерации ИСАА дополняются реакциями нейтрализации с катионами солей из наземных источников и морских солей, что приводит к отсутствию кислотных выпадений на юге Западной Сибири (Смоляков, 2002). На рисунке 9 представлены данные по ионному составу как аэрозолей так и осадков на юге Западной Сибири, а также изменение содержания ионов в аэрозольных частицах в зависимости от времени и места проведения измерений.

- Временное изменение соотношения нитратов и сульфатов позволяет выделить периоды существенного влияния на состав АА эмиссии наземных лесных пожаров (Koutsenogii et al., 2000; Смоляков и др., 1999). На рисунке 9а приведен пример изменения ионного состава (катионов и анионов) в зимний период на юге Западной Сибири для атмосферных аэрозолей и мокрых выпадений (снег). Видно, что катионный состав АА в основном определяется  $\text{NH}_4^+$  (газофазного происхождения),  $\text{Ca}_2^{++}$   $\text{Mg}_2^+$  (почвенно-эрозионный источник) и  $\text{Na}^+$  (морской источник). Анионная компонента определяется газофазными продуктами  $\text{SO}_4^-$ ,  $\text{NO}_3^-$  (летучие кислоты),  $\text{Cl}^-$  (морской источник),  $\text{HCO}_3^-$  (адсорбция  $\text{CO}_2$  в жидкую фазу АА). Кроме временной изменчивости ионного состава АА, из приведенного рисунка видно, что он существенно отличается от ионного состава мокрых выпадений. Это говорит о более сложном механизме формирования ионного состава мокрых выпадений, нежели захват АА. Пространственная изменчивость ионного состава АА в зимний и летний периоды в различных почвенно-климатических зонах Западной Сибири приведена на рисунке 9б. Видно, что в ионном составе газофазных продуктов ( $\text{SO}_4^- \text{NH}_4^+$ ) и зимой и летом молярная концентрация аниона  $\text{SO}_4^-$  превышает молярную концентрацию катиона газофазного продукта  $\text{NH}_4^+$ . Для нейтрализации избыточной кислотности необходимы катионы почвенно-эрозионных и морских источников. Их изменчивость приведена на двух нижних графиках. Видно, что в различных почвенно-климатических зонах зимой и летом соотношения ионов разного

типа изменяется по-разному. Эти результаты позволяют выделить относительные вклады различных источников и оценить влияние тех или иных процессов в формировании ионного состава поверхностных вод за счет выпадения АА с мокрыми и сухими осадками. На рисунке 9в приведены экспериментальные данные по определению минерализации (U) и кислотности (рН) поверхностных вод и осадков на севере (регион, отмеченный цифрой 1) и юге (регион 2) Западной Сибири. Эти данные отчетливо показывают, что кислотность и осадков, и поверхностных вод на севере выше, чем в южных районах. В то же время их минерализация на юге выше, чем на севере. Это указывает на то, что процесс закисления водоемов, помимо выпадения сухих и мокрых осадков, в значительной степени определяется и взаимодействием с почвой. В итоге концентрация тяжелых металлов в поверхностных водах на севере Западной Сибири выше, чем в промышленных районах юга. Помимо повышения суммарной концентрации тяжелых металлов, существенно увеличивается доля их наиболее токсичных форм (нижний слева график). Зависимость изменения относительной концентрации различных форм Cd, Cu, Pb от рН приведена на рисунке 9г.

- Факторный и корреляционный анализ пространственно-временного изменения химического состава АА от источников со специфическими признаками (хим.состав, морфология, локализация) позволяет оценить их вклад в загрязнения локального и регионального масштаба. (Смоляков и др., 1999; Рапута, Коковкин, 2002; Рапута и др., 2002а, 2002б). Для пыльцевой компоненты АА Западной Сибири составлен календарь видового состава, тесно связанный с локальными климатическими условиями (Головки, 2001). Это позволяет расширить эти представления для других почвенно-климатических зон Сибири.

Данные о химическом составе поверхностного слоя АА показали, что частицы почвенно-эрозионной природы состоят из алюмосиликатов с примесью железа, щелочных и щелочно-земельных металлов, которые могут служить фотокатализаторами разложения адсорбированных на поверхности частиц фтор- и хлорсодержащих углеводородов (Иванов и др., 2002).

Лабораторно-стендовые исследования подтверждают возможность каталитической фотодеструкции ряда фреонов, в состав которых входят атомы водорода (Захаренко, Пармон, 2002).

Предложена оригинальная методика изучения сенсibilизированного фотолиза ряда пестицидов в аэрозолях микронного и субмикронного размера (Samsonov, Pokrovskii, 2001).

На специальном полигоне в бореальных лесах Сибири (рис. 4) получены экспериментальные данные о коэффициентах газоаэрозольной эмиссии при лесных пожарах в зависимости от сгоревшей массы лесных горючих материалов и режима горения. Определен химический состав ряда газообразных продуктов и аэрозольных частиц (Koutsenogii et al., 2002) (рис. 10). При полном сгорании различных лесных горючих материалов основным продуктом является двуокись углерода ( $CO_2$ ), концентрацию которой можно рассчитать, используя термодимические соотношения. В зависимости от режима горения меняется соотношение  $CO_2$  и CO. Их отношение характеризует тип режима горения. Экспериментальные данные о связи концентраций CO и  $CO_2$  для двух различных площадок экспериментального полигона в экспедиции 2001 года представлены на рис. 10б. Площадки различаются по виду лесных горючих материалов, их запасам, а также по режиму горения. Изменения в концентрации  $CO_2$  над лесным пожаром по отношению к содержанию  $CO_2$  в атмосфере существенно меньше, чем для CO. Поэтому CO оказался более удобным трассером для количественной характеристики эмиссии других газообразных продуктов горения. На рис. 10а, как пример, приведена зависимость концентрации метана ( $CH_4$ ) от концентрации окиси углерода (CO) в наземных пробах, отобранных вблизи зоны горения. Газообразные продукты горения, наряду с окисью углерода, оказывают существенное влияние на химические процессы в атмосфере. Конечные продукты этих химических реакций в ряде случаев приводят к образованию аэрозольных частиц. В таблице 4 приведены экспериментальные данные по эмиссии газообразных продуктов горения в пробах, отобранных на экспериментальном полигоне на земле и с вертолета.

Таблица 4. Состав и мощность газообразных продуктов при лесных пожарах в бореальных лесах Сибири.

Название	Формул а	Отношение $C_i/C_{CO_2},\%$
<b>Наземные эмиссии</b>		
Метан	$CH_4$	3,2 - 5,7
Этилен	$C_2H_4$	0,73 - 0,87
Ацетилен	$C_2H_2$	0,09 - 0,16
Этан	$C_2H_6$	0,33 - 0,38
Пропилен	$C_3H_6$	0,08 - 0,18
Пропан	$C_3H_8$	0,07 - 0,12
<b>Отбор с вертолета</b>		
Водород	$H_2$	9,7-14
Бензол	$C_6H_6$	0,011
Метан	$CH_4$	2,4 - 5,1

Видно, что химический состав продуктов в пробах, отобранных на разных удалениях от зоны горения, примерно одинаков. Так как концентрация газообразных и аэрозольных эмиссий более высокая при приближении к зоне горения, отбор проб вблизи зоны горения обеспечивает более точные измерения. Химический состав эмиссии аэрозолей в этой же экспедиции показан на рисунке 10в. Отношение массовых концентраций газообразных и аэрозольных эмиссий к величине концентрации  $CO$  позволяет достаточно надежно определять мощность газо-аэрозольной эмиссии при различных режимах горения. Совместно с данными космического мониторинга эти данные позволяют получить информацию о пространственной временной изменчивости выбросов в атмосферу от лесных пожаров на локальном, региональном и глобальном уровне. Эти результаты важны для оценки экологических и климатических последствий лесных пожаров в бореальных лесах Сибири. Такие данные получены впервые. Созданы стенды для определения скорости седиментации частиц неправильной формы (пыльцы и ее агломератов, порошкообразных материалов) (Истомин, Куценогий, 1998; 2001) и изучения образования газо-аэрозольных выбросов в топках энергетических установок (рис. 11). Эти данные необходимы для численного моделирования закономерностей распространения таких частиц в атмосфере.

Разработана методика цифровой стереофотограмметрии эквивалентного диаметра, поверхности и объема частиц неправильной формы, а также геометрических размеров аэрозольного облака при распространении в условиях термической и динамической неоднородности подстилающей поверхности (Головкин и др., 2002; Куценогий и др., 2001; Голобоков и др., 2002). На рисунках 12а, б приведены изображения искусственного аэрозольного облака, создаваемого генератором регулируемой дисперсности (ГРД), полученные с помощью аэрофотосъемки с использованием цифровых камер. Левый снимок относится к облаку грубодисперсных аэрозолей ( $d \approx 20$  мкм), правый – к аэрозольному облаку, образованному субмикронными частицами ( $d \approx 0,5$  мкм). Пример цифровой стереофотосъемки в наземных условиях иллюстрирует фотография на рисунке 12в. Компьютерная модель этого облака, полученная методом цифровой стереофотограмметрии с использованием ГИС-технологий, приведена на рисунке 12г. Эта методика позволяет моделировать в реальных условиях неоднородной подстилающей поверхности закономерности поведения аэрозольного облака от различных типов источников с известной мощностью и спектром размеров аэрозольных частиц. Такая информация необходима для тестирования существующих и разрабатываемых математических моделей распространения аэрозолей в реальной атмосфере в условиях неоднородной подстилающей поверхности.

- Разработан комплекс математических моделей для:

- ◆ реконструкции зон загрязнения по данным измерения загрязнения воздуха, почвы, растительности, снежного покрова от точечных и линейных источников локального масштаба (Рапута, Коковкин, 2002; Рапута и др., 2002а; 2002б);

- ◆ оценки мощности выбросов и зон загрязнения от источников регионального и глобального масштабов с использованием мировых метеорологических баз данных (Куценогий и др., 2002);

- ◆ оценки зон загрязнения от распределенных локальных источников по нормативной базе данных о промышленных источниках и климатической информации (Быков и др., 2002) (рис. 14);

- ◆ описания переноса аэрозолей и механизма процессов облако- и осадкообразования в условиях конвективной неустойчивости атмосферы (Мальбахов, Шлычков, 2002);

- ◆ расчета размера и химического состава обводненных частиц АА и капель тумана и облаков (Кучменко и др., 2002);

- ◆ численного моделирования формирования спектра размеров и временного изменения счетной и массовой концентрации субмикронной фракции аэрозолей, образующихся при химической конверсии газ-аэрозольные частицы (Koutsenogii, 1992; Куценогий, 2002).

Результаты экспериментальных и теоретических исследований суточной и сезонной изменчивости счетной и массовой концентрации, а также дисперсного состава субмикронной фракции атмосферных аэрозолей иллюстрируют графики, приведенные на рис. 13. На графике показаны результаты экспериментального определения суточной динамики изменения счетной концентрации субмикронной фракции АА в Сибири в летний период (кривая 2). Кривой 1 показаны результаты модельных расчетов, учитывающих суточную изменчивость скорости фотохимической конверсии газ - аэрозольная частица, высоты пограничного слоя атмосферы, процесса коагуляции образовавшихся частиц. На рисунке 13б приведены экспериментальные данные по суточной изменчивости спектра размеров аэрозольных частиц, которые хорошо согласуются с физическими представлениями, лежащими в основе теоретической модели. Графики рисунков 13в, г иллюстрируют экспериментальные данные о сезонной изменчивости массовой концентрации субмикронной фракции АА в двух пунктах наблюдения, удаленных друг от друга на расстояние около 450 км. На графиках рисунков 13д, е проводится сопоставление экспериментальных данных и расчетов по теоретической модели. В последней, наряду с ранее указанными физическими процессами, учитывается и влияние суточной изменчивости относительной влажности. Видно хорошее согласие экспериментальных данных и расчетов по теоретической модели.

- ◆ оценки загрязнения атмосферы крупных промышленных центров Сибири (Новосибирская, Томская, Кемеровская, Иркутская области, Алтайский край, северная территория Ямало-Ненецкого автономного округа).

Модели локального и регионального масштаба апробированы при оценке зон загрязнения от крупных промышленных предприятий сибирского региона (Новосибирский электродный завод, оловокомбинат, автомагистраль и т.д; региональные выносы загрязнений от Иркутска, Томска, Норильска, Урала).

Началось формирование компьютерной базы данных по характеристикам атмосферных аэрозолей и ряда газообразных примесей в различных регионах Сибири (Новосибирская, Томская, Иркутская, Кемеровская области, Алтайский и Красноярский край, Пуровский и Красноселькупский районы ЯНАО) (Смирнова, Куценогий, 2002).

Более подробная информация о результатах, полученных в рамках проекта "Аэрозоли Сибири" приведена в (Тематические..., 1994; 1996; 1997; 1998; 1999; 2000; 2001; 2002).

### **Выводы**

1. Реализация интеграционного проекта "Аэрозоли Сибири" позволила собрать уникальные данные о различных характеристиках атмосферных аэрозолей Сибири и их пространственно-временной изменчивости. Многие из результатов получены впервые.

2. Полученная информация и анализ этих данных позволяет создать достаточно цельное представление об основных характеристиках АА в Сибири. Экспериментальные данные явились базисом для теоретических моделей, описывающих различные характеристики АА Сибири, их влияние на различные атмосферные процессы и окружающую среду. Развитая методология и программа комплексных исследований послужили основой для формирования приоритетных направлений исследований по гетерогенной химии и физике атмосферы, а также по выяснению влияния атмосферных аэрозолей на биогеохимические циклы.

### **Литература**

Андреева И.С., Бородулин А.И., Буряк Г.А., Жуков В.А., Зыков С.В., Марченко Ю.В., Олькин С.Е., Петрищенко В.А., Пьянков О.В., Резникова И.К., Репин В.Е., Сафатов А.С., Сергеев А.Н., Рапута В.Ф., Пененко В.В., Цветова Е.А., Аршинов М.Ю., Белан Б.Д., Панченко М.В., Анкилов А.Н., Бакланов А.М., Власенко А.Л., Куценогий К.П., Макаров В.И., Чуркина Т.В. Биогенная компонента атмосферного аэрозоля на юге Западной Сибири. Химия в интересах устойчивого развития. 2002, т. 10, №5, с. 547-561.

Аэрозоль и климат. Под ред. Ак. Кондратьева К.Я., Л., ГИМИЗ, 1991, 541 с.

Быков А.А., Счастливцев Е.Л., Пушкин С.Г., Климович М.Ю. Разработка и апробация локальной модели выпадения загрязняющих веществ промышленного происхождения из атмосферы на подстилающую поверхность. Химия в интересах устойчивого развития. 2002, т.10, №5, с. 563-573.

Ван Грикен Р., Янике Р., Куценогий К.П., Ходжер Т.В., Кулипанов Г.Н. Атмосферные аэрозоли в Азиатской части бывшего Советского Союза. В кн.: Байкал как участок мирового природного наследия: результаты и перспективы международного сотрудничества. Под редакцией академика Н.Л. Добрецова. 1999, Новосибирск, Издательство СО РАН, с. 209-219.

Голобоков М.В., Махов Д.Ю., Трубина Л.К., Куценогий К.П., Макаров В.И., Климашин А.М. Определение геометрии дымового шлейфа от аэрозольного генератора методом цифровой стереофотограмметрии. Аэрозоли Сибири. IX Рабочая группа. Тезисы докладов. Томск, 2002, ИОА СО РАН, с. 44.

Головко В.В. Исследование пылевой компоненты атмосферного аэрозоля юга Западной Сибири. Автореферат диссертации к.б.н., 2001, Новосибирск, 16 с.

Головко В.В., Куценогий К.П., Киров Е.И., Трубина Л.К., Гук А.П. Использование фотограмметрии для определения характеристик пыли. Оптика атмосферы и океана. 2000, т.13, №9, с.882-885.

Захаренко В.С., Пармон В.Н. Деструктивная фотосорбция галогенсодержащих углеводородов в условиях тропосферы компонентами твердого атмосферного аэрозоля. Химия в интересах устойчивого развития. 2002, т. 10, №5, с. 585 –592.

Иванов В.П., Трухан С.Н., Кочубей Д.И., Нецветаева О.Г., Ходжер Т.В. Анализ поверхностных слоев частиц атмосферных аэрозолей Восточной Сибири методом вторичной ионной масс-спектрометрии. Химия в интересах устойчивого развития. 2002, т. 10, №5, с. 593-600.

Истомин В.Л., Куценогий К.П. Определение скорости седиментации спор плауна и их агломератов. Теплофизика и аэромеханика. 2001, т.8, №2, с. 295-300.

Истомин В.Л., Куценогий К.П. Получение аэрозолей из порошкообразных материалов методом импульсного воздействия газом. Теплофизика и аэромеханика. 1998, т. 5, №1, с. 75-79.

Куценогий К.П., Куценогий П.К. Аэрозоли Сибири. Итоги семилетних исследований. Сибирский экологический журнал. 2000, т. VII, №1, с. 11-20.

Куценогий К.П., Куценогий П.К. Мониторинг химического и дисперсного состава атмосферных аэрозолей Сибири. Химия в интересах устойчивого развития. 1997, т.5, с. 457-471.

Куценогий К.П., Макаров В.И., Самсонов Ю.Н., Киров Е.И., Гук А.П., Трубина Л.К., Черемушкин А.В. Экспериментальное исследование поведения аэрозольного облака в условиях динамической и термической неоднородности. Труды международной конференции RDAMM-2001, 2001, т.6, ч.2, Спецвыпуск, с. 255-260.

Куценогий К.П., Смирнова А.И., Смоляков Б.С., Чуркина Т.В. Методика оценки мощности выбросов от удаленных промышленных источников. Химия в интересах устойчивого развития, 2002, т.10, №5, с. 615-625.

Куценогий П.К. Сезонная изменчивость суточного цикла массовой концентрации субмикронной фракции континентального атмосферного аэрозоля удаленных территорий. Химия в интересах устойчивого развития, 2002, т.10, №5, с. 627-635.

Кучменко Е.В., Кейко А.В., Зароднюк М.С. Термодинамическое моделирование обводнения аэрозолей в атмосфере. Химия в интересах устойчивого развития. 2002, т.10, №5, с. 637-641.

Мальбахов В.М., Шлычков В.А. Влияние конвекции на обмен газоаэрозольных эмиссий между подстилающей поверхностью и атмосферой. Химия в интересах устойчивого развития. 2002, т.10, №5, с. 651-657.

Опыт системных океанологических исследований в Арктике. Под редакцией акад. Л.П. Лисицина, акад. М.Е. Виноградова, проф. Е.А. Романкевича. 2001, М., Научный мир, 643 с.

Рапута В.Ф., Коковкин В.В. Методы интерпретации данных мониторинга загрязнения снежного покрова. Химия в интересах устойчивого развития. 2002, т.10, №5, с. 669-682.

Рапута В.Ф., Коковкин В.В., Шуваева О.В., Садовский А.П., Олькин С.Е., Морозов С.В. Контроль выбросов в окрестности автотрасс. Химия в интересах устойчивого развития. 2002а, т.10, №5, с. 683-689.

Рапута В.Ф., Шуваева О.В., Коковкин В.В., Шурихин С.Г., Воробьева О.А. Анализ загрязнения в районе Новосибирского оловокомбината. Химия в интересах устойчивого развития. 2002б, т.10, №5, с. 691-697.

Романкевич Е.А., Ветров А.А. Цикл углерода в арктических морях России. 2001, М., "Наука", 301 с.

Смирнова А.И., Куценогий К.П. База данных "Аэрозоли Сибири". Оптика атмосферы и океана. 2000, т. 13, №6-7, с. 687-689.

Смоляков Б.С. Проблема кислотных выпадений в Западной Сибири. Химия в интересах устойчивого развития. 2002, т.10, №5, с. 521-545.

Смоляков Б.С., Куценогий К.П., Макаров В.И., Ковальская Г.А., Смирнова А.И., Павлюк Л.А., Филимонова С.Н. Влияние лесных пожаров на химический состав аэрозоля. Оптика атмосферы и океана. 1999, т.12, №6, с. 523-527.

Тематические выпуски журнала "Оптика атмосферы и океана". Аэрозоли Сибири. Под ред. Д.ф.м.н. Панченко М.В. 1994, т.7, №8, с. 1011-1182; 1996, т.9, №6, с. 701-892; 1997, т.10, №6, с. 571-699; 1998, т.11, №6, с. 553-668; 1999, т.12, №6, с. 479-570; 2000, т.13, №6-7, с. 97-706; 2001, т.14, №6-7, с. 473-640; 2002, т.15, №5-7, с. 405-558.

Aerosols and Atmospheric Optics. *Journal of Geophysical Research*, 1996, v.101, No D14, p.19185-19369.

Atmospheric Environment. Special Issue of Atmospheric Environment on Arctic Air, Snow and Ice Chemistry. 1993, v. 27A, N 27/28, p. 2695-3038.

Atmospheric Environment. Special Issue on Arctic Air Chemistry. 1981, v.15, p. 1345-1516.

Atmospheric Environment. Special Issue on Arctic Chemistry. 1985, v. 19, p. 1987-2208.

Atmospheric Environment. Special Issue on Arctic Chemistry. 1989, v. 23, p. 2345-2638.

Carbonaceous Particles in the Atmosphere. *JGR*, Special Section. 1996, v.101, No 104, p. 19371-19627.

Global Atmospheric Change and its Impacts on Regional Air Quality. Ed. by I.Barnes. NATO Science Series.IV. Earth and Environmental Sciences, v. 16, 2002.

Koutsenogii K., Samsonov Y., Makarov V., Churkina T., Ivanova G., Ivanov A., Conard S., Baker S., Hao W., Mc Rae D., Smirnova A., Kovalskaya G., Smolyakov B., Chankina O., Savchenko T., Ecological consequence wildland fire in Siberian boreal forest. Macro and Trace Elements. Workshop, October, 18<sup>th</sup> and 19<sup>th</sup>, 2002. Main Building of the Friedrich Schiller University. Jena, 2002, p. 364-370.

Koutsenogii K.P., Makarov V.I., Kovalskaya G.A., Smirnova A.I., Smolyakov B.S., Pavlyuk L.A. The chemical Composition of the Aerosol Particle Produced by the Forest Fires in Siberia. Proceeding from: The Joint Fire Science Conference and Workshop, Grove Hotel, Boise, Idaho, June 15-17, 1999. "Crossing the Millennium: Integrating Spatial Technologies and Ecological Principles for a New Age in Fire Management". 2000, v.II, p. 219-222.

Koutsenogii P. Measurements of Remote Continental Aerosol in Siberia. Ph.D. Dissertation, Johannes\_Gutenberg University in Mainz, 1992, p. 106.

Koutsenogii P.K., Boufétov N.S., Smirnova A.I., Koutsenogii K.P. Elemental composition of atmospheric aerosols in Siberia. *Nuclear Instr. Method.Phys. Res.*, 1998, A405, p. 546-549.

Land-Shelf Interactions: A Scientific Initiative in Arctic Near-shore. Draft Science Plan: 25 October, 2002, 28 pp.

Raes F., Bates T., McGovern F.M., Liederkerke M. The Second Aerosol Characterization Experiment (ACE-2): General overview and main results. 2000, *Tellus B52*, p. 111.

Samsonov Yu.N., Pokrovskii L.M. Sensitized photodecomposition of high disperse pesticide chemicals exposed to sunlight and irradiation from halogen or mercury lamp. *Atmosph. Envir.*, 2011, v.35, p. 2133-2141.

SEARCH. Study of Environmental Arctic Change. Science Plan 2001, Polar Science Center, Applied Physics Laboratory, University of Washington, Seattle, 91 pp.

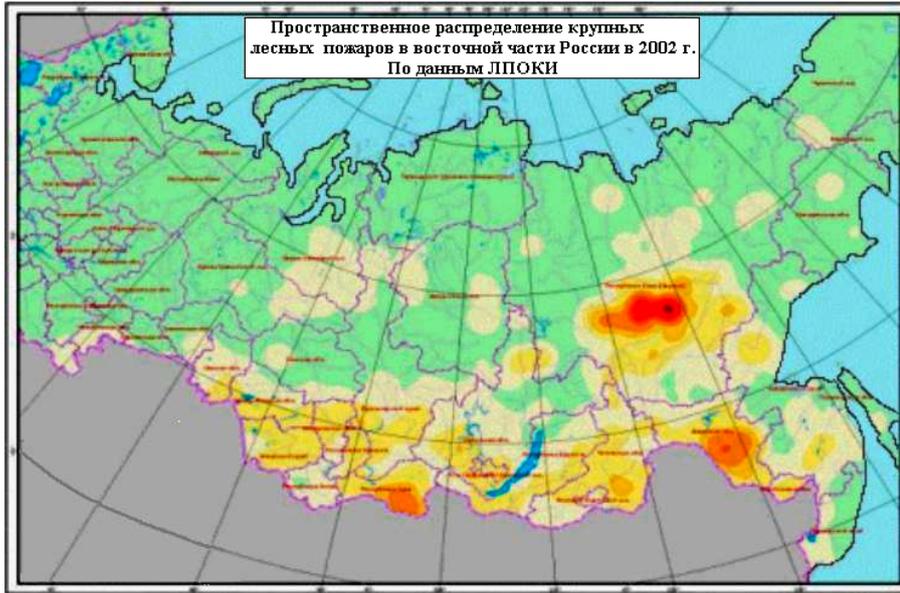
Seinfeld J.H., Pandis S.H. Atmospheric chemistry and physics. From Air Pollution to Climate Change. John Wiley & Sons Inc., 1998, 1326 pp.

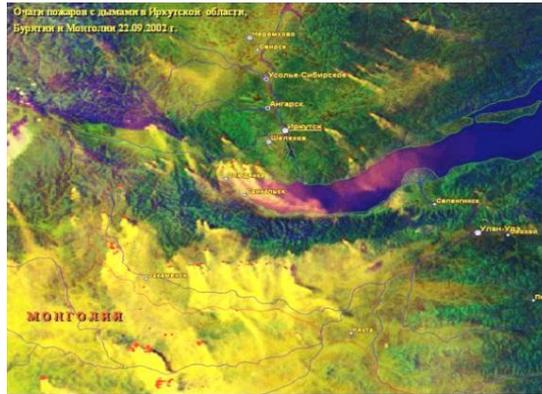
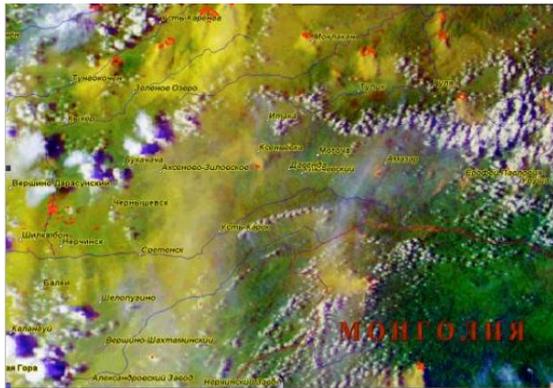
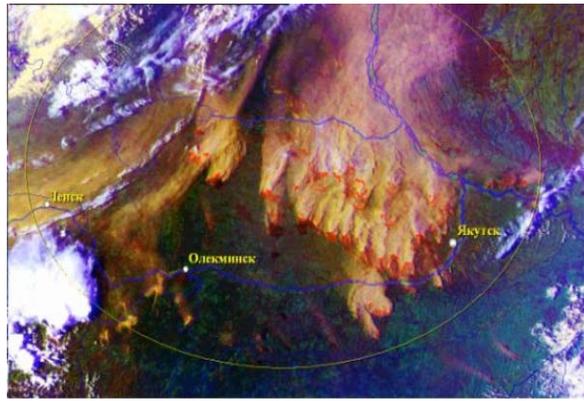
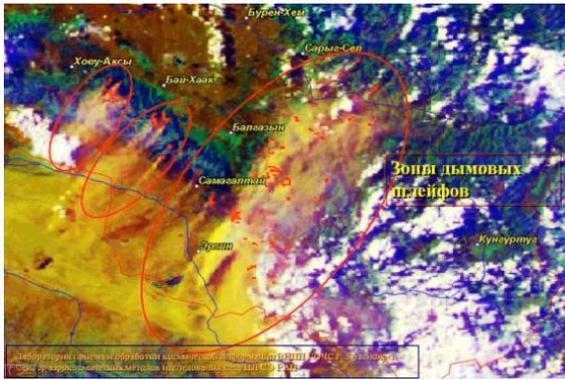
Symposium on Asian Dust Storm and Its Impact on Climate: ACE-Asia. Sixth International Aerosol Conference September 9-12,2002, Taipei.

Weber R.I. et al. A study of new particle formation and growth involving biogenic trace gas species measured during ACE-1. *J. Geophys. Res.*, 1998, v. 103, p. 16385 – 16396.

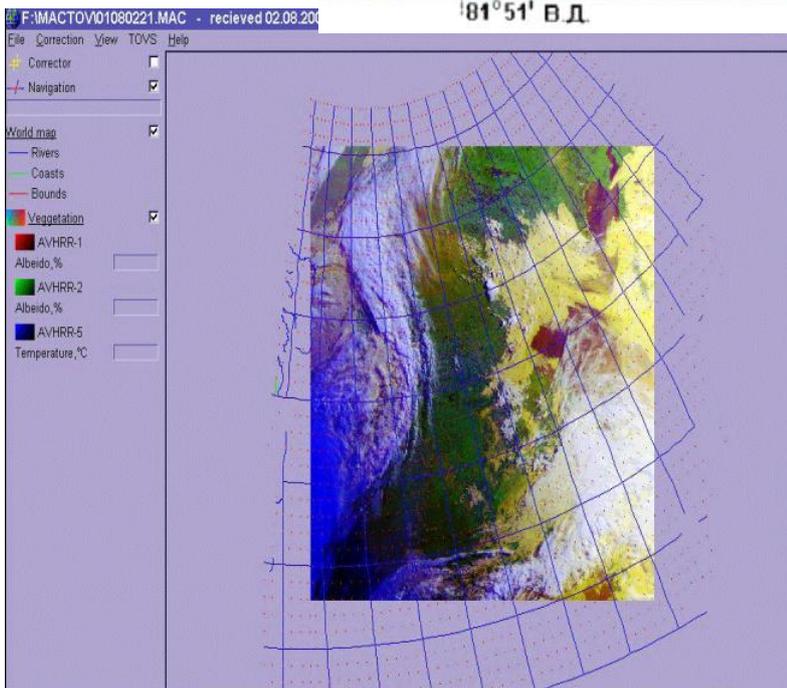
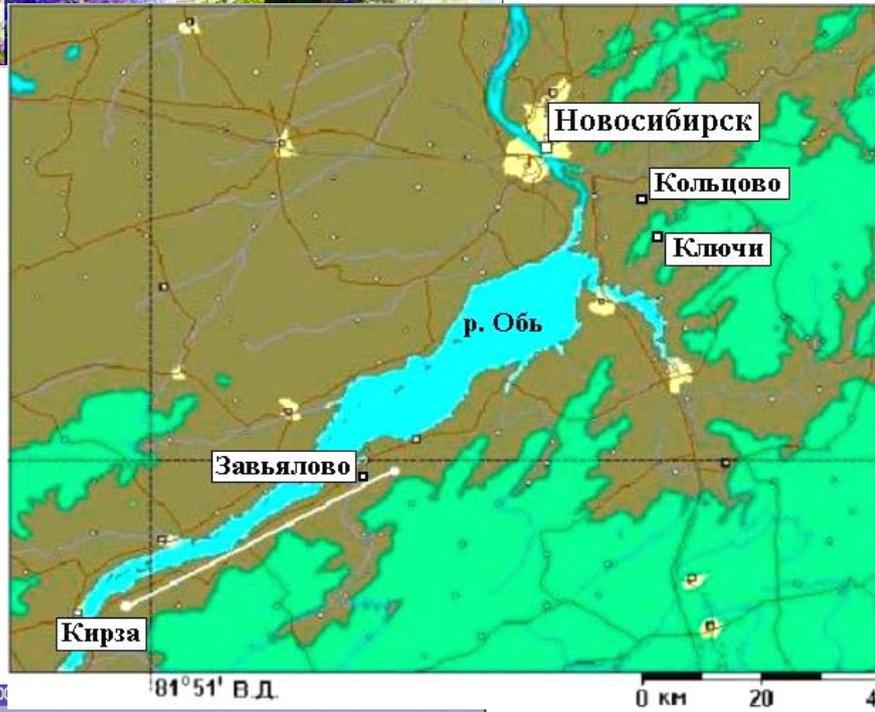
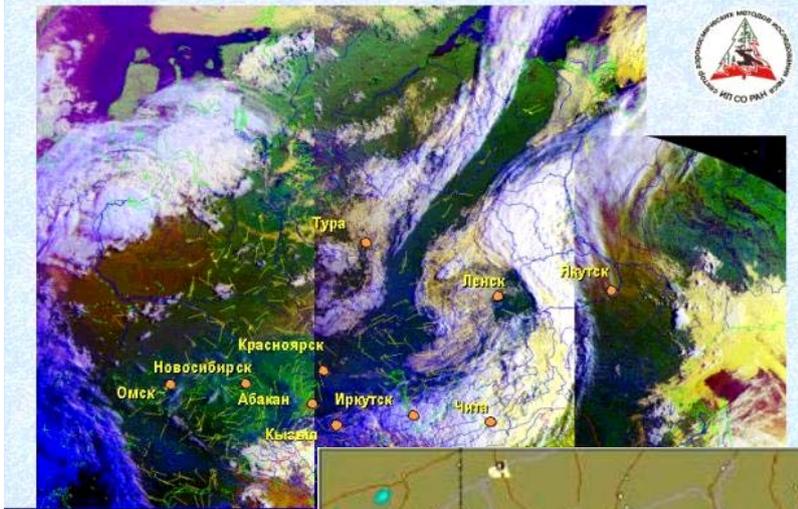
Whitby K.T. The physical characteristics of sulfur aerosols. *Atm. Envir.*, 1978, v. 12, P. 135-159.

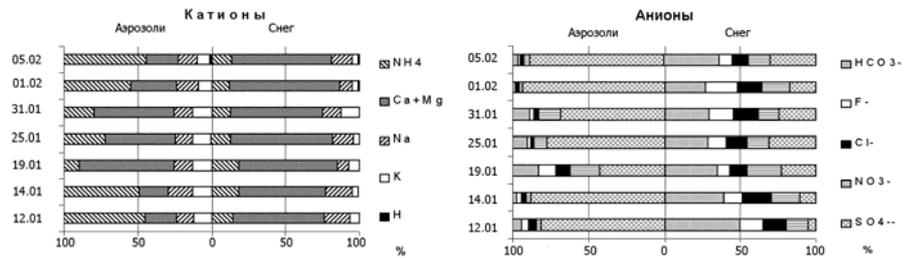
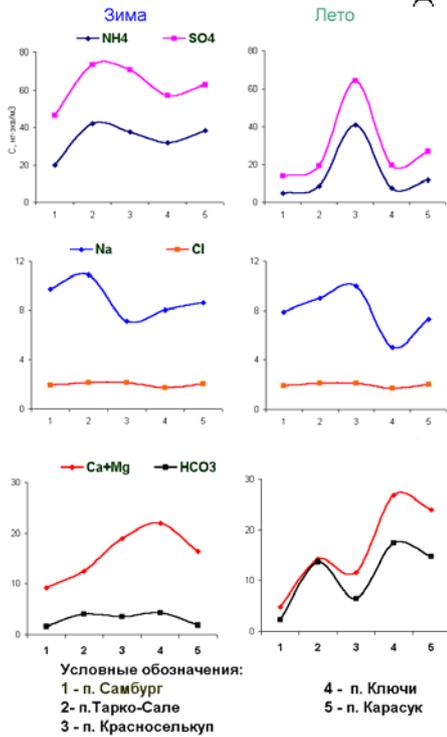
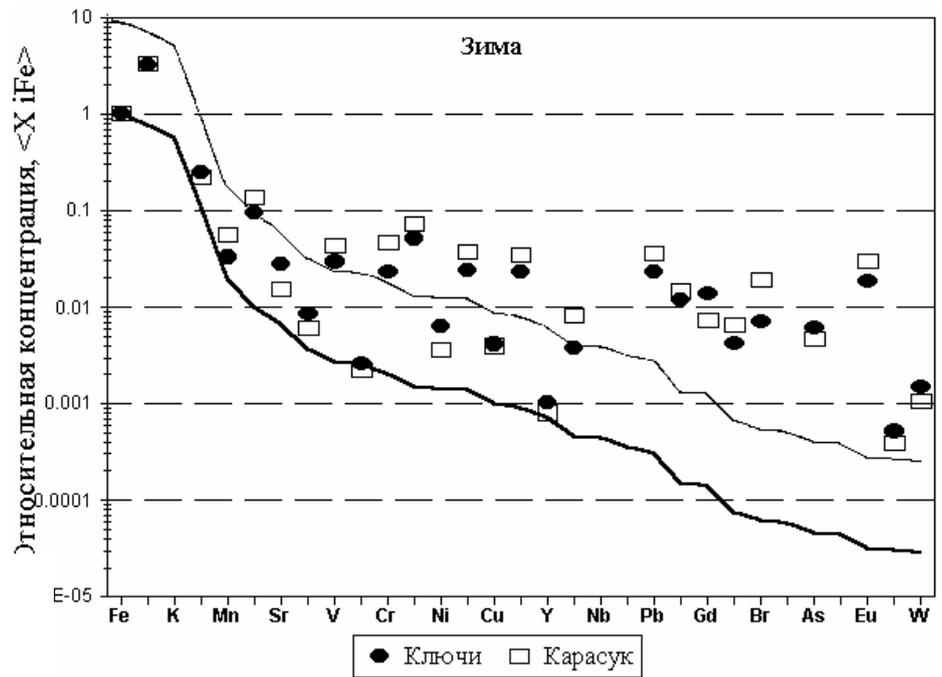
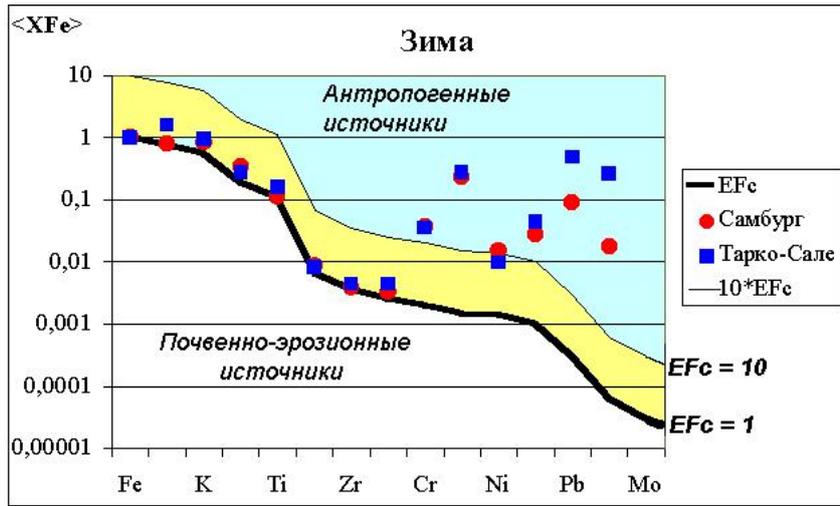
Whitby K.T., Modeling of atmospheric aerosol size distribution. A progress Report on EPA Research Grant No R800971: sampling and analysis of atmospheric aerosols. April 1975, 35 p.



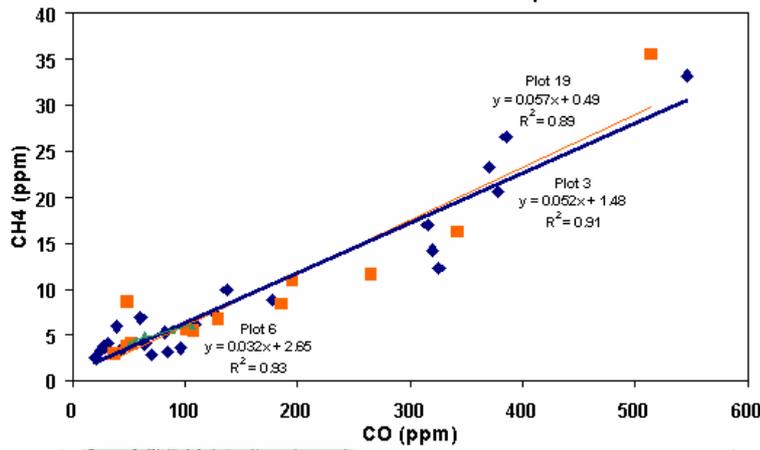


Облачная система Сибири и Дальнего Востока 03.06.2001 г.  
Спутник NOAA-14 1:33, 2:50, 4:40 MCK

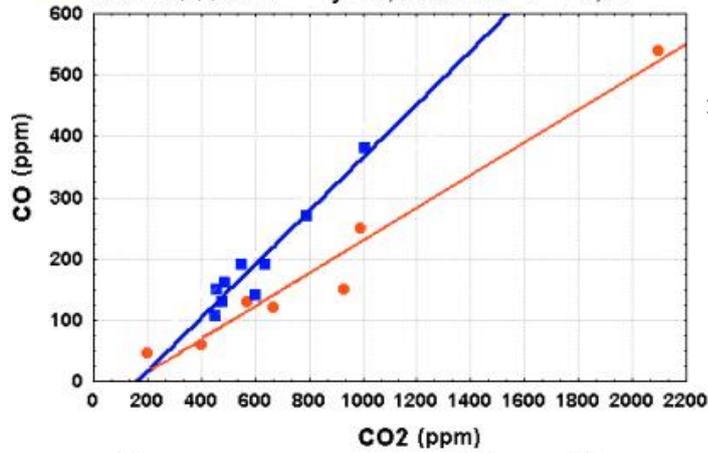




### Зависимость эмиссии CH<sub>4</sub> от CO

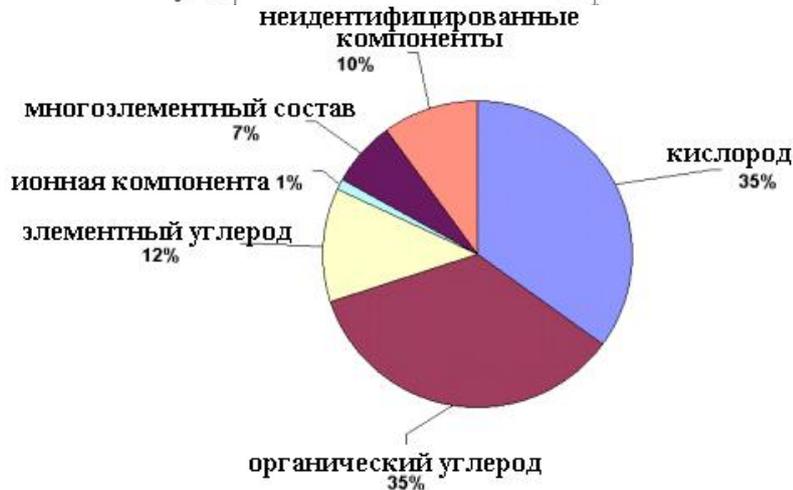
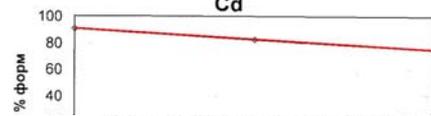


—●— Площадка 3а  $y = 0,27 \cdot x - 40$   $r^2 = 0,96$   
—■— Площадка 6  $y = 0,44 \cdot x - 72$   $r^2 = 0,91$



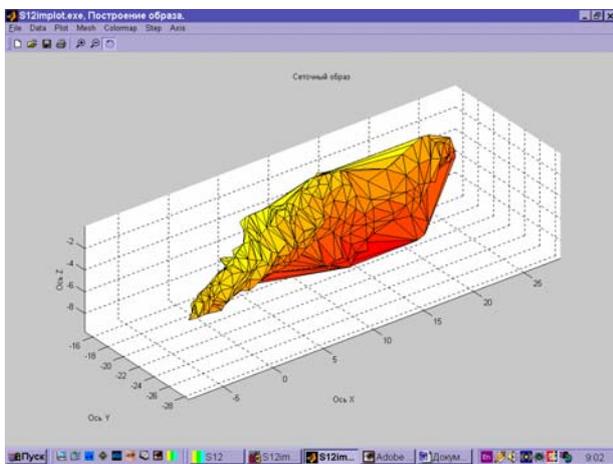
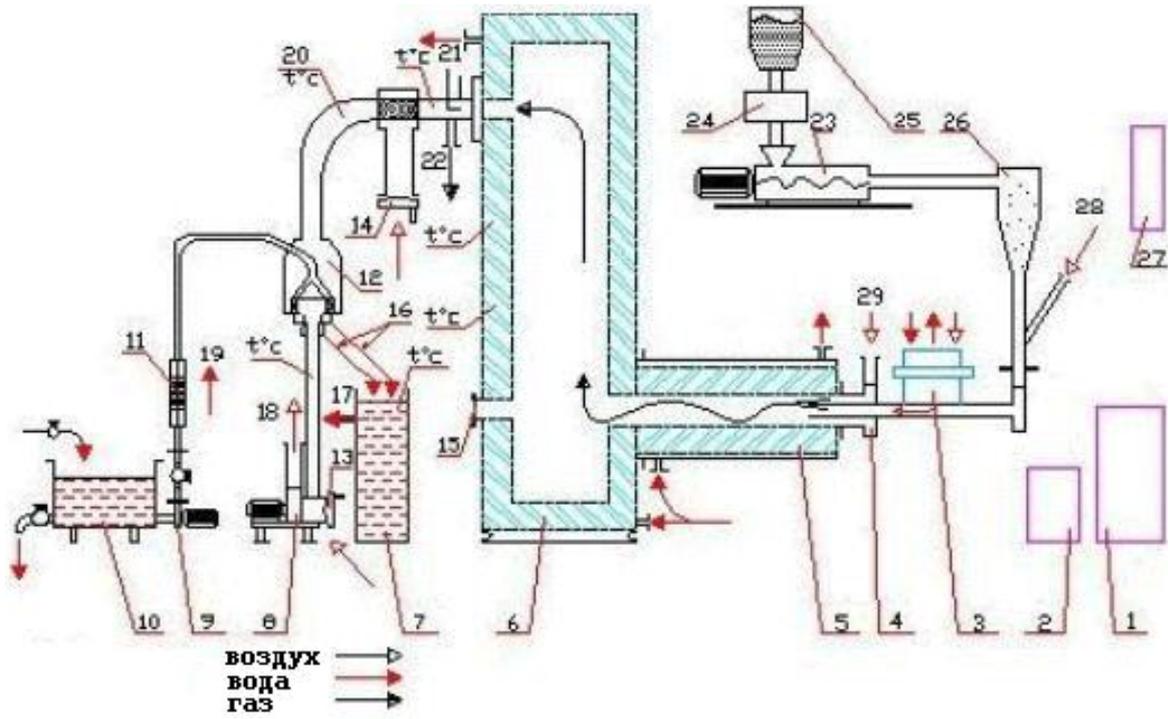
### Зависимость эмиссии CO от CO<sub>2</sub>

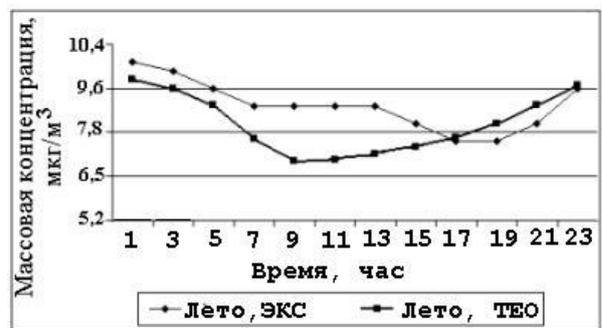
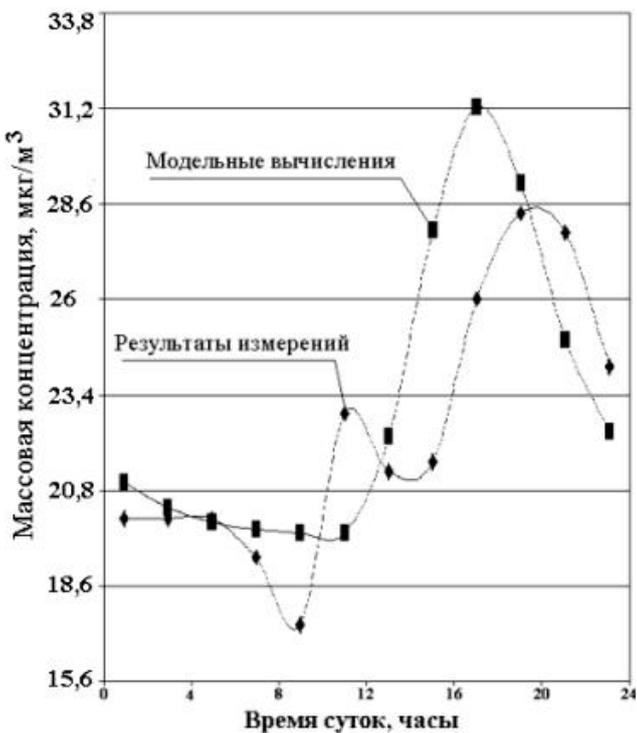
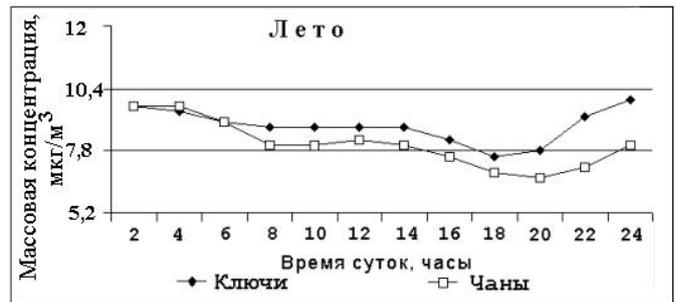
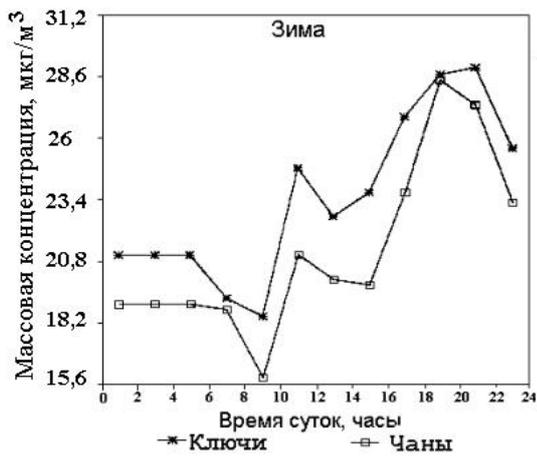
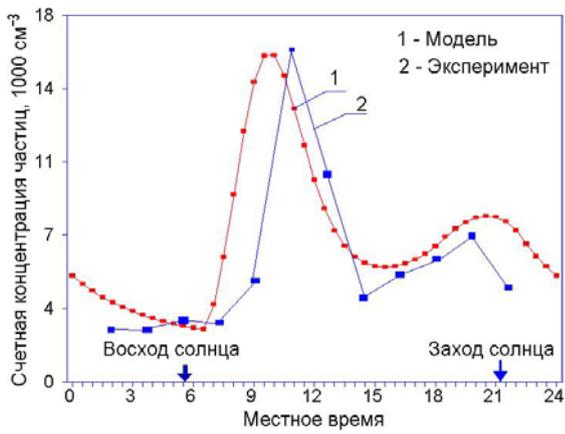
Экспедиция 2001 г.

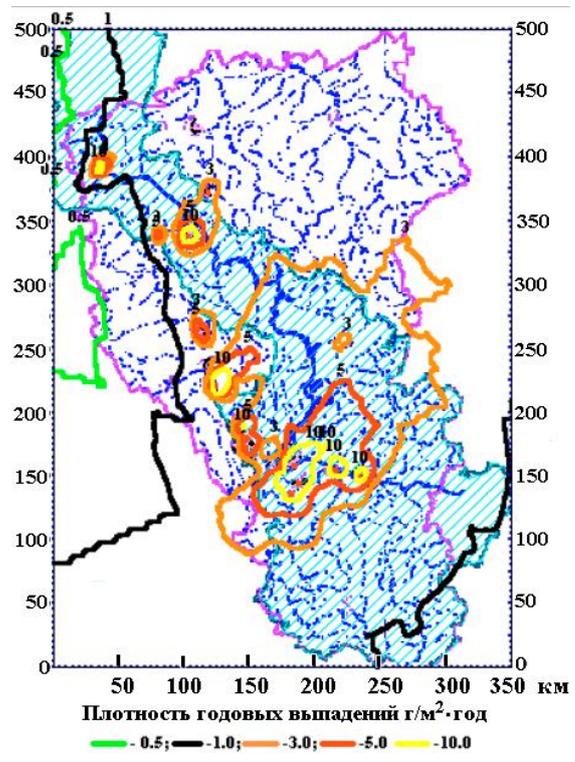
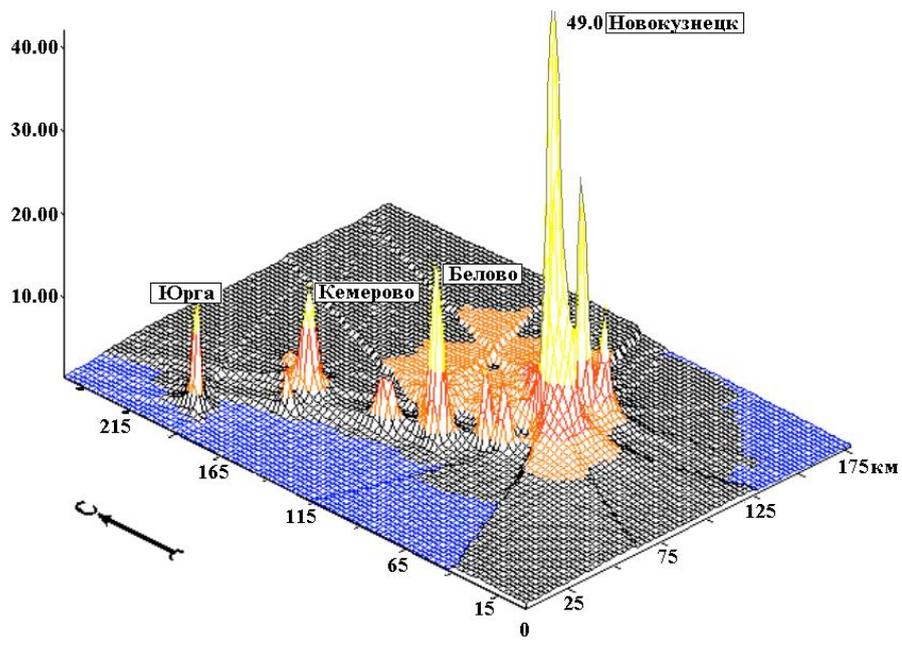


### Химический состав атмосферных аэрозолей Экспедиция 2001 г.

—●— Pb<sup>2+</sup> —■— Pb(OH)<sup>+</sup> —▲— PbCO<sub>3</sub> —◆— PbL







## Подрисуночные подписи к статье К.П. Куценого, П.К.Куценого "Комплексный мониторинг атмосферных аэрозолей Сибири"

**Рис. 1.** Пространственное распределение крупных лесных пожаров в восточной части России в 2002 г. по данным ЛПОКИ.

**Рис. 2.** Расположение пунктов наземного мониторинга атмосферных аэрозолей в Сибири.

**Рис. 3.** Пик пожарной активности в различных регионах Сибири в 2002 г.

а) Очаги пожаров и эмиссии в республике Тыва, 17 июня 2002 года

б, в) Задымление в Читинской области и республике Саха (Якутия), 14 августа 2002 года

г) Очаги пожаров с дымами в Иркутской области, Бурятии и Монголии, 22 сентября 2002 года

**Рис. 4.** Примеры лесных пожаров различной интенсивности и методика отбора газо-аэрозольных эмиссий в условиях наземного полигона в Красноярском крае.

а) высокоинтенсивный лесной пожар в сосняке лишайниково-зеленомошном

б) огневой вихрь при высокоинтенсивном лесном низовом пожаре

в) образование дыма при лесном пожаре

г) отбор проб эмиссий при лесном низовом пожаре

**Рис. 5.** Пример БД космического мониторинга, получаемых с метеорологического спутника NOAA.

а) система облачного покрова в различных районах Сибири и Дальнего Востока

б) информация, получаемая с использованием системы TOVS

**Рис. 6.** Трасса полета самолета на юге Западной Сибири во время отбора аэрозольных проб.

**Рис. 7.** Сезонная динамика изменения счетной концентрации и видового состава пыльцевой компоненты атмосферного аэрозоля в Новосибирской области: суммарная счетная концентрация пыльцевых зерен в  $\text{м}^3$  (а); изменение видового состава пыльцевой компоненты по сезонам: тополь (б), береза (в), сосна (г), злаки (д), разнотравье (г).

**Рис. 8.** Влияние техногенной нагрузки на пространственно-временную изменчивость многоэлементного состава атмосферных аэрозолей. Метод относительных концентраций.

**Рис. 9.** Ионный состав атмосферных аэрозолей, осадков и поверхностных вод. Проблема кислотных осадков.

**Рис. 10.** Газо-аэрозольные эмиссии при пожарах в бореальных лесах Сибири.

**Рис. 11.** Теплоэнергетический стенд.

1 - Тиристорный выпрямитель; 2 - Пульт управления плазмотроном; 3 - Плазмотрон; 4 - Вихревая горелка; 5 - Предтопок; 6 - Печь; 7 - Бак; 8 - Вентилятор; 9 - Насос для подачи воды; 10 - Бак орошения; 11 - Ротометр; 12 - Скруббер; 13 - Шибер для установки расхода воздуха; 14 - Шибер разбавителя воздуха; 15 - Взрывной клапан; 16 - Слив воды (основной и от каплеуловителей); 17 - Слив воды из отстойника в бак; 18 - Выход очищенного и охлажденного воздуха из вентилятора; 19 - Подача воды в скруббер; 20 -  $t^\circ\text{C}$  датчики температуры; 21 - Трубка Питто; 22 - Место подсоединения анализатора

газа; 23 - Мельница; 24 - Питатель; 25 - Бункер; 26 - Дозатор; 27 - Система подачи воздуха в горелку; 28 - Первичный воздух; 29 - Вторичный воздух; 30 Вход и выход охлаждающей жидкости; 31 - Загрязненный воздух; 32 - Очищенный воздух.

**Рис. 12.** Цифровые аэро- и наземные стереофотографии аэрозольного облака и компьютерная трехмерная модель аэрозольного облака.

- а) цифровая аэро-стереофотография аэрозольного облака грубодисперсных аэрозолей ( $d_m \approx 20$  мкм) и неоднородной подстилающей поверхности
- б) цифровая аэро-стереофотография облака субмикронных частиц и подстилающей поверхности
- в) наземная цифровая стереосъемка аэрозольного облака в эксперименте, представленном на фотографии в)

**Рис. 13.** Суточная и сезонная изменчивость дисперсного состава, счетной и массовой концентрации субмикронной фракции атмосферного аэрозоля.

- а) суточная изменчивость счетной концентрации субмикронной фракции ( $d < 1$  мкм) атмосферного аэрозоля.
- б) суточная изменчивость спектра размеров субмикронной фракции атмосферных аэрозолей.
- в, г) суточное изменение массовой концентрации субмикронной фракции атмосферных аэрозолей в летний и зимний период в Новосибирской области.
- д, е) сравнение экспериментов данных с результатами расчетов по теоретической модели – динамики суточной изменчивости массовой концентрации субмикронной фракции атмосферного аэрозоля.

**Рис. 14а.** Пространственное распределение мощности эмиссии промышленных предприятий Кемеровской области. По оси ординат – мощность эмиссии в относительных единицах. По горизонтальным осям – расстояние в км.

**Рис. 14б.** Изолинии загрязнения снежного покрова выбросами промышленных предприятий Кемеровской области.

# Использование синхротронного излучения на станциях установки SPring-8 для изучения фазовых превращений и уравнений состояния вещества мантии и ядра Земли при давлениях до 350 ГПа

Литасов К.Д.

*Институт Геологии и Минералогии им. В.С. Соболева СО РАН, Новосибирск*

## 1. Введение

Установка SPring-8 является мощнейшим рабочим источником синхротронного излучения третьего поколения. Она была открыта в 1997 г. в научном парке Харима, префектура Хиого, Япония. Ее название расшифровывается как "Super Photon ring-8 GeV" (8 ГэВ – энергия выхода электронов из кольца). Подробное описание всех станций установки приводятся на сайте <http://www.spring8.or.jp>. В настоящий момент открыты 62 станции для различных исследований. Станции для исследования вещества при высоком давлении включают BL04B1 (станция высоких давлений и температур), BL10XU (станция исследований при высоком давлении в алмазной ячейке) и BL22XU (станция исследования квантовых структур, часть которой используется под кубический пресс высокого давления).

С помощью многопуансонных аппаратов, алмазной ячейки и рентгеновской диффрактометрии, усиленной синхротронным излучением, и рентгеновской радиографии возможно непосредственное наблюдение образца при высоких давлениях и температурах. Проводятся следующие исследования при высоких давлениях: (а) исследование термодинамики и кинетики фазовых превращений, (б) измерение вязкости и плотности магматических расплавов, (в) изучение уравнений состояния фаз, включая ультразвуковое и Бриллюэновское просвечивание, (г) изучение несмесимости и смачиваемости жидкостей, а также равновесий расплав-флюид, (д) изучение деформационных свойств материалов, (е) изучение структуры расплавов и стекол, (ж) измерение тепловой и электрической проводимости материалов.

## 2. Техника экспериментов

Основное внимание в докладе уделено станции BL04B1. Эта станция использует пучок немонахроматических «белых» рентгеновских лучей, получаемый от основного канала с помощью изгибающих магнитов (вигглера). Интервал используемых энергий 20-150 кэВ позволяет проводить спектральный анализ методом энергетической дисперсии, используя Ge-твевдротельный детектор (SSD) с 4096-канальным анализатором, и наблюдать изображения образца с помощью рентгеновской радиографии и ПЗС (CCD) камеры. На линии установлены два гидравлических прессы DIA-модификации, SPEED-1500 и SPEED-MkII компании Sumitomo. Пресс SPEED-MkII имеет ряд конструктивных преимуществ. Во-первых, с помощью смены пуансонов внешней ступени можно использовать внутренние кубические пуансоны как из карбида вольфрама (26 мм), так и синтетического алмаза (14 мм). Во-вторых, он оснащен системой осцилляции, которая позволяет вращать пресс относительно гониометра (детектора) на угол до 15° (от -3 до +12°). Система осцилляции позволяет получать дифрактограммы в случае быстрого роста кристаллов внутри экспериментальной ячейки, которая затрудняет получение дифрактограммы. Максимальные давления достигаемые с помощью пуансонов из

карбида вольфрама составляют 30-33 ГПа, а с помощью пуансонов из синтетического алмаза – 50-70 ГПа.

Входящий рентгеновский луч коллимируется до узкого пучка (стандартный горизонтальный размер 0,05 мм, вертикальный размер 0,1-0,2 мм) с помощью диафрагмы из карбида вольфрама и позиционируется на образец проходя в щель между пуансонами сквозь пирофиллитовую прокладку. Перед началом измерений проводится калибровка SSD анализатора с использованием рентгеновских линий флуоресценции металлов, обычно Cu, Mo, Ag, Ta, Pt, Au, Pb, La. При съемке используется угол диффракции ( $2\theta$ ) 5,5-6,0°. Угол диффракции калибруется перед каждым экспериментом используя диффрактограмму калибранта давления (Au, MgO, Pt и т.д.). Экспозиция образца обычно составляет 100-500 секунд, что позволяет получить качественную диффрактограмму.

В экспериментах на синхротроне используются такие же ячейки как и в лабораторных экспериментах. Исключение составляет лишь необходимость использования материалов с низкой абсорбцией рентгеновских лучей. Если используется материал малопрозрачный для рентгеновского пучка, например - ZrO<sub>2</sub>, то в нем делается вставка вдоль направления луча. Материалы относительно прозрачные для рентгеновского луча включают MgO, TiB<sub>2</sub>, BN, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, графит. Малопрозрачными и непрозрачными являются допированный MgO, ZrO<sub>2</sub>, LaCrO<sub>3</sub>. В непрозрачных материалах делается цилиндрическое отверстие, которое заполняется прозрачным материалом, обычно это MgO, бор, алмазный порошок, графит. Эксперименты с летучими компонентами, например – H<sub>2</sub>O, требуют использования герметичной металлической капсулы. Большинство металлов, используемых в качестве капсул, таких как Pt, Au, AuPd, малопрозрачны для рентгеновского луча. Из металлов прозрачными являются молибден и сплав Ag<sub>77%</sub>Pd<sub>23%</sub>. Так, в в экспериментах с водой использовались запаянные капсулы из сплава Ag и Pd. К сожалению, этот сплав имеет достаточно низкую температуру плавления и пригоден только для экспериментов при температурах ниже 1200°C при 10-15 ГПа и ниже 1450°C при 20-30 ГПа.

Для контроля давления используются специальные калибрнты – по возможности, инертные по отношению к исходному материалу – вещества с известным уравнением состояния. Наиболее часто употребляемыми калибрнтами давления являются MgO, Au, Pt, NaCl, BN. Если калибрнт инертен по отношению к образцу – то его можно просто смешать с исходным материалом. Однако если существует возможность химических реакций между калибрнтом и образцом – их разделяют, помещая в равноценное положение относительно температурного поля нагревателя и термопары.

Станция BL10XU использует монохроматическое излучение, получаемое с помощью ондулятора. Интервал используемых энергий 14-58 кэВ. Станция оснащена оптической системой для исследований образцов в алмазной ячейке. Система включает рентгеновские ПЗС камеры, IP-детектор, установку лазерного нагрева и криостат для создания высоких и низких температур соответственно и установку Бриллюэновской спектроскопии. Рентгеновский луч фокусируется до размера 6-10 микрон, что позволяет производить измерения в точке с достаточно равномерным лазерным нагревом (с диаметром лазерного пучка 20-30 микрон). Двусторонний лазерный нагрев реализуется с помощью Nd:YAG-источника (YAG = Y-Al гранат). Кроме этого существует возможность использования CO<sub>2</sub>-лазера для нагрева образцов с низкой абсорбцией лазерного излучения.

Цели проведения экспериментов в алмазной ячейке в целом похожи на таковые для экспериментов в многопуансонных аппаратах. Отличия заключаются в методе нагрева, конструкции и размере ячейки. Размер образца в алмазной ячейке часто не превышает 15-20 микрон. Кроме этого интервал давлений и температур, которые можно опробовать с помощью алмазной ячейки расширяется до 300-350 ГПа и нескольких тысяч К.

Станция BL22XU использует монохроматическое излучение, получаемое с помощью ондулятора. Типичная энергия излучения составляет 23 кэВ. Измерения проводятся с помощью одноступенчатого кубического пресса с пуансонами из карбида вольфрама, способного при максимальных нагрузках генерировать давление до 20 ГПа. Экспериментальные ячейки в целом сходны с используемыми на многопуансонных двухступенчатых аппаратах. Данная станция специализируется на изучении плотности магматических расплавов методом абсорбции рентгеновских лучей. В комбинации с этим методом необходимо высокоточное измерение размера образца методом радиографии, поэтому используются дорогостоящие капсулы-трубки выточенные из кристалла алмаза.

### **3. Обзор некоторых результатов экспериментальных исследований в применении к наукам о Земле**

По сравнению с рутинными лабораторными опытами, эксперименты с использованием синхротронного излучения имеют ряд преимуществ и недостатков. Кроме этого, целый ряд исследований, например, *P-V-T*-уравнения сосотояния вещества, возможен только с использованием синхротрона. Преимущества включают: (а) высокую производительность опыта на синхротроне (зачастую один эксперимент может заменить 10-15 экспериментов в лаборатории или 2-3 месяца кропотливой работы), (б) высокую точность определения давления используя калибратор, (в) возможность исследования фаз стабильных только при высоком давлении, которые неустойчивы при 1 атм и 300 К. Из недостатков можно отметить (а) обычно малую длительность опытов, которая не позволяет достичь равновесных взаимоотношений минералов, а при изменении *PT*-параметров во время опыта может приводить к задержкам фазовых превращений связанных с их кинетикой, и (б) проблемы с калибровкой давления. Определение давления по различным шкалам приводит к разногласиям в 10-15 ГПа при давлениях 100 ГПа.

С помощью многопуансонных аппаратов были детально изучены основные фазовые переходы оливина, связанные с сейсмическими границами 410, 520 и 660 км (соответственно, оливин = вадслеит, вадслеит = рингвудит и рингвудит = Mg-перовскит + ферропериклаз). Исследования проводились в системах  $Mg_2SiO_4$ ,  $(Mg,Fe)_2SiO_4$ , пиролит (средний состав мантийного перидотита). Кроме этого, в связи с тем, что вадслеит и рингвудит (стабильные в переходном слое) способны растворять в своей структуре до 2-3 мас.%  $H_2O$ , было детально исследовано влияние  $H_2O$  на эти фазовые переходы. Было показано что в зависимости от состава системы и содержания  $H_2O$  фазовые переходы смещаются в сторону более низких (оливин-вадслеит) или более высоких (диссоциация рингвудита) давлений. В совокупности с  $dT/dP$  данные вариации объясняют смещения границ 410 и 660 км, которые могут достигать 40-50 км.

Рентгеновская диффракция и синхротронное излучение незаменимы при изучении кинетики фазовых переходов при высоком давлении. Время экспозиции в течение такого опыта составляет 10-20 секунд, что позволяет проследить фазовый переход из

метастабильной фазы в стабильную во времени. Так, например, исследование перехода гранат-перовскит в системе  $Mg_3Al_2Si_3O_{12}$  и в системе эклогита показывает, что в сухой системе данный переход не может быть завершен в масштабе геологического времени при температурах субдукции.

Непосредственное наблюдение образца с помощью рентгеновской радиографии позволяет измерить плотность и вязкость магматических расплавов используя метод падающей сферы. Обычно используется металлическая сфера (Pt) погруженная в стартовую смесь. При резком увеличении температуры от субсолидусных до ликвидусных условий наблюдается падение сферы в течение короткого времени (обычно около 1 сек.). Во время измерения делается видеозапись, которая затем расшифровывается и с помощью этих данных рассчитывается плотность и вязкость расплава. Этим методом установлены плотности и вязкости перидотитовых, базальтовых, сульфидных и металлических расплавов в интервале давлений до 10-20 ГПа.

Комбинация рентгеновской диффракции, радиографии и генератора ультразвуковых волн позволяет измерять скорости поперечных и продольных сейсмических скоростей проходящих через образец при высоком давлении и температуре. В качестве источника и приемника звуковых волн используется  $LiNbO_3$ -датчик прикрепляемый на поверхность пуансонов второй ступени. Измерения уступают по точности Бриллюэновской спектроскопии, но могут быть получены при гораздо более высоких температурах. Измерение звуковых волн в мэйджоритовом гранате позволили предположить, что нижняя часть переходного слоя имеет гарцбургитовый, а не пиролитовый состав.

Метод рентгеновской радиографии успешно применяется при изучении несмесимости различных жидкостей если это позволяет контраст поглощения рентгеновских лучей между ними. В частности, используя этот метод были установлены пределы несмесимости между силикатным расплавом и водным флюидом. Вторые критические точки установлены для нескольких систем, таких как альбит- $H_2O$ , базальт- $H_2O$  и перидотит- $H_2O$ . Вместе с тем этот метод вызывает серьезные нарекания, которые кратко будут отмечены в докладе.

Трудоемкие, но очень важные опыты включают изучение  $P$ - $V$ - $T$  уравнения состояния фаз. На данный момент проведены многочисленные измерения уравнений состояния мантийных минералов, включая минералы нижней мантии в интервале давлений до 30 ГПа, а при возможности использования пуансонов из синтетического алмаза – до 50-70 ГПа. Опыт включает в себя последовательные нагревы образца при разном давлении и измерения рентгенограмм с температурным шагом от 100 до 300 К. Если фаза имеет стабильный состав более надежные данные можно получить при проведении нескольких опытов при разных давлениях. В последние годы охарактеризованы уравнения состояния основных мантийных минералов, оливина, вадслеита, рингвудита, Mg-перовскита, ферропериклаза. В отношении граната данных пока недостаточно. Так как гранат имеет сложный состав необходимо, как исследование конечных членов, так и промежуточных составов. Например, пока не существует данных для таких важных для мантии минералов граната как кноррингит, скиагит, Na-мэйджорит.

С помощью алмазной ячейки с лазерным нагревом и рентгеновской диффракции проведены исследования различных систем до давлений 100-350 ГПа. Алмазная ячейка является также единственным средством для изучения газов, твердых фаз элементов с

низкой атомной массой и флюидных смесей при высоких давлениях. С ее помощью построены фазовые диаграммы и установлены кривые плавления  $H_2$ ,  $O_2$ ,  $N_2$ ,  $H_2O$ ,  $CO_2$ ,  $CH_4$  и других соединений до давлений в 100-200 ГПа. Построены фазовые диаграммы и получены уравнения состояния для большинства важнейших фаз мантии и ядра Земли, включая данные для железа и его сплавов и соединений с легкими элементами. Одним из важнейших открытий последних лет стало обнаружение пост-перовскитовой фазы в системе  $MgSiO_3$  при давлении около 100 ГПа.

Кроме рентгеновской дифракции алмазная ячейка успешно используется совместно с другими спектроскопическими методами усиленным синхротронным излучением. Важнейшей частью работ по уравнениям состояния фаз являются эксперименты с использованием комбинации Бриллюэновской спектроскопии и рентгеновской дифракции. Совместное использование данных методов открывает путь к созданию универсальных шкал давления.

## Источник СИ на сверхпроводящих магнитах

Н.А. Мезенцев  
ИЯФ СО РАН, г. Новосибирск

В настоящее время исследования с использованием СИ играют важную роль практически во всех естественно-научных дисциплинах. Уникальные особенности СИ позволяют существенно улучшить классические рентгеновские методики (рентгеновский дифракционный анализ, рентгенофлуоресцентный анализ) а также привели к созданию новых методик (например XAFS-спектроскопия). Благодаря большой популярности исследовательских методов с использованием СИ было создано большое количество специализированных центров, которые позволяют проводить широкий спектр исследования с использованием СИ.

В каждом таком случае, основой центра является источник СИ, как правило, это электронный накопитель с энергией в несколько ГэВ. Разработка таких накопителей и их оптимизация для получения ярких пучков СИ продолжает оставаться весьма важной задачей. В данной лекции будут рассмотрены основные моменты связанные с

Наиболее ярко особенности СИ проявляются в рентгеновской области спектра. В этом диапазоне у СИ нет конкурентов по яркости. Спектр СИ, в свою очередь, определяется двумя параметрами: энергией электрона и магнитным полем в точке излучения. Критическая энергия квантов СИ выражается следующим образом:

$$\varepsilon_c = 0.665 \cdot E_e^2 [\text{ГэВ}] \cdot B [\text{Тл}]$$

В обычных (нормально проводящих, теплых) магнитах поле ограничивается величиной насыщения материала ярма и обычно не превышает 2 Тл. Таким образом для получения рентгеновского спектра ( $\varepsilon_c \sim 10 \text{кэВ}$ ) необходимо обеспечить энергию около 2.7 ГэВ и выше.

Создание таких комплексов непростая и дорогостоящая задача. В соответствии с современными концепциями организации магнитной структуры накопителей-источников СИ периметр такой машины должен превышать 300 метров и стоимость строительства и оснащения должна составлять по порядку величины 300 млн. долларов США.

Альтернативной стратегией может быть использование сверхпроводящих поворотных магнитов. В 2004 г по заказу BESSY (Германия, Берлин) в ИЯФ был создан прототип сверхпроводящего поворотного магнита для накопителя BESSY-II с рекордным для подобных устройств полем – 9.6 Тл. Используя такие магниты можно создавать компактные накопители-источники СИ с энергией 1-1.5 кэВ при сохранении необходимой жесткости спектра СИ.

Жесткость спектра СИ один из важных параметров характеризующий источники СИ. Другим не менее важным параметром является равновесный фазовый объем пучка или эмиттанс. На данном уровне строгости эмиттанс может быть определен как произведение углового разброса в пучке электронов на размер пучка. По общеизвестной теореме Лиувилля, фазовый объем ансамбля частиц в консервативных условиях не должен меняться, т.е. является константой. В источниках СИ как и в большинстве современных накопителей вертикальное и горизонтальное движение электронов не связаны и горизонтальный и вертикальный эмиттансы тоже.

Горизонтальный равновесный эмиттанс в электронных является результатом двух противоположных процессов: квантовая раскачка бетатронных колебаний и радиационное затухание. Первый эффект связан с дискретным характером излучения квантов СИ. Величина горизонтального равновесного эмиттанса определяется в структурными интегралами кольца. Вертикальный эмиттанс возникает из горизонтального за счет

возможных преобразований горизонтального движения в пучке в вертикальное на существующих в каждом кольце технических дефектах связанных с неидеальной выставкой магнитных элементов относительно друг друга. Соотношение эмиттансов определяется коэффициентом связи который в современных машинах лежит в пределах от 0.1% до 1%.

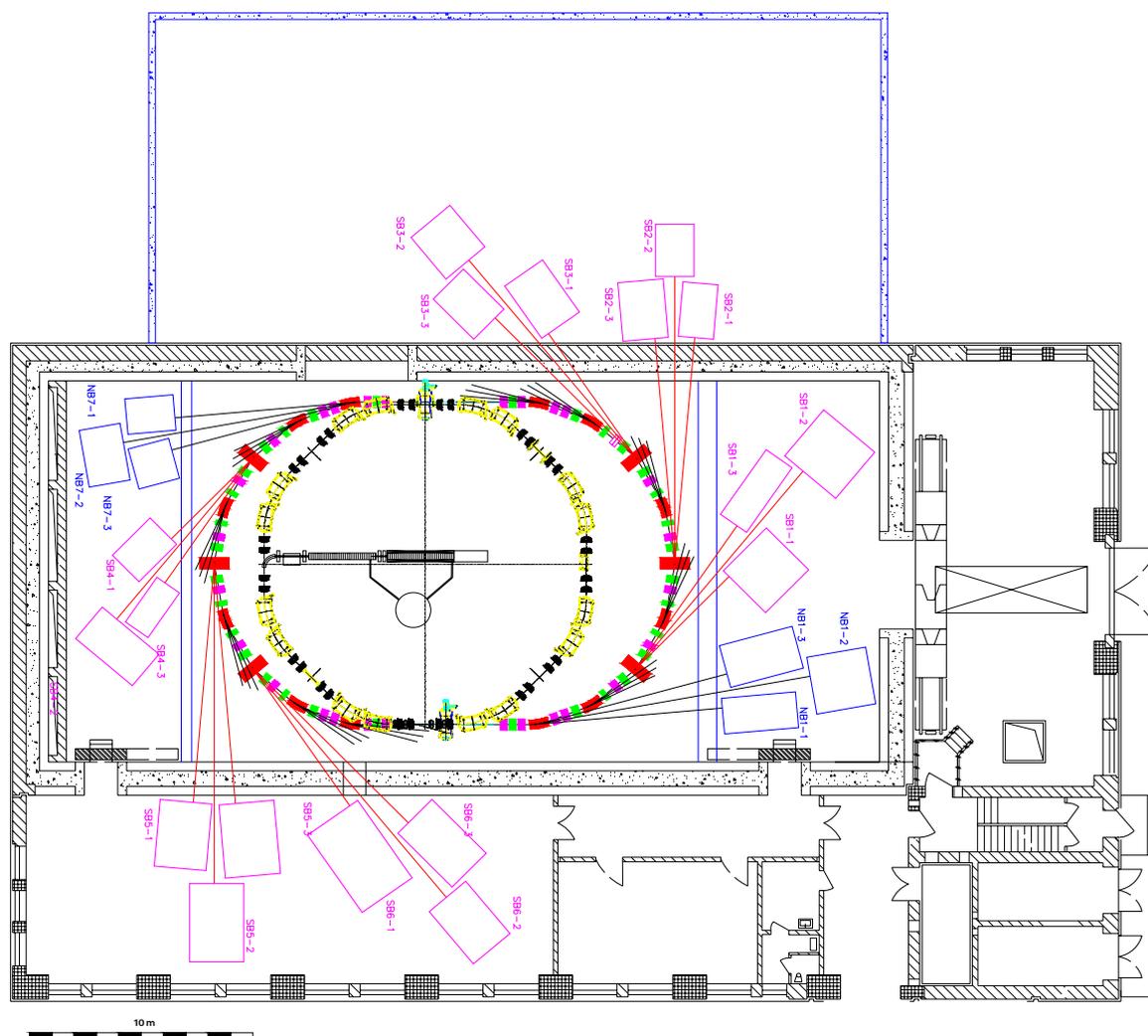
Для пользователей физический смысл эмиттанса связан с конечной яркостью источника, которая обратно пропорциональна произведению эмиттансов.

В эволюция источников СИ выделяется 4 поколения характеристики которых представлены в следующей таблице.

**Табл. 1.**

Поколение	Особенности	Характерный эмиттанс, нм·рад	Период использования
Первое	Неспециализированные источники СИ	300 – 1000	1970 - 1980
Второе	Специализированные накопители для генерации СИ, использование СИ из поворотных магнитов и многополюсных вигглеров	20 - 200	1980 - 1990
Третье	Специализированные источники СИ высокой яркости, использование ондуляторов для генерации излучения	1 - 10	1990 – настоящее время

На Рис.1 показана схема компактного источника жесткого СИ с использованием сверхпроводящих магнитов, а в Табл. 2 представлены основные параметры данного комплекса.



**Рис. 4. Общий вид компактного источника жесткого с использованием сверхпроводящих поворотных магнитов.**

**Табл. 2. Основные параметры компактного источника СИ с использованием сверхпроводящих магнитов.**

<b>Параметр</b>	<b>Величина</b>
Энергия электронов	1.2 ГэВ
Поле в поворотных магнитах	8.5 Тл в сверхпроводящих магнитах 1.7 Тл в обычных магнитах
Критическая энергия квантов СИ	8 - 10 кэВ для СИ из сверхпроводящих магнитов 1 - 2 кэВ для пучков из обычных магнитов
Горизонтальный равновесный эмиттанс	10 нм·рад
Ток пучка	до 1000 мА
Время жизни пучка	8 - 10 часов
Периметр орбиты	56 м
Размеры помещения для установки накопителя	17 × 30 м (без учета места необходимого для размещения пользовательских станций)
Тип инъекции	на полной энергии с возможностью удержания рабочего тока

Таким образом, используя сверхпроводящие поворотные магниты можно создавать компактные накопители – источники СИ третьего поколения для генерации жесткого СИ параметры которого удовлетворяют требованиям необходимым для реализации распространенных исследовательских методик. Такие источники СИ могут оказаться очень полезными для быстрой технологической диагностики наноматериалов на производстве. Также на базе таких источников можно организовывать небольшие научные центры при университетах и в медицинских учреждениях.

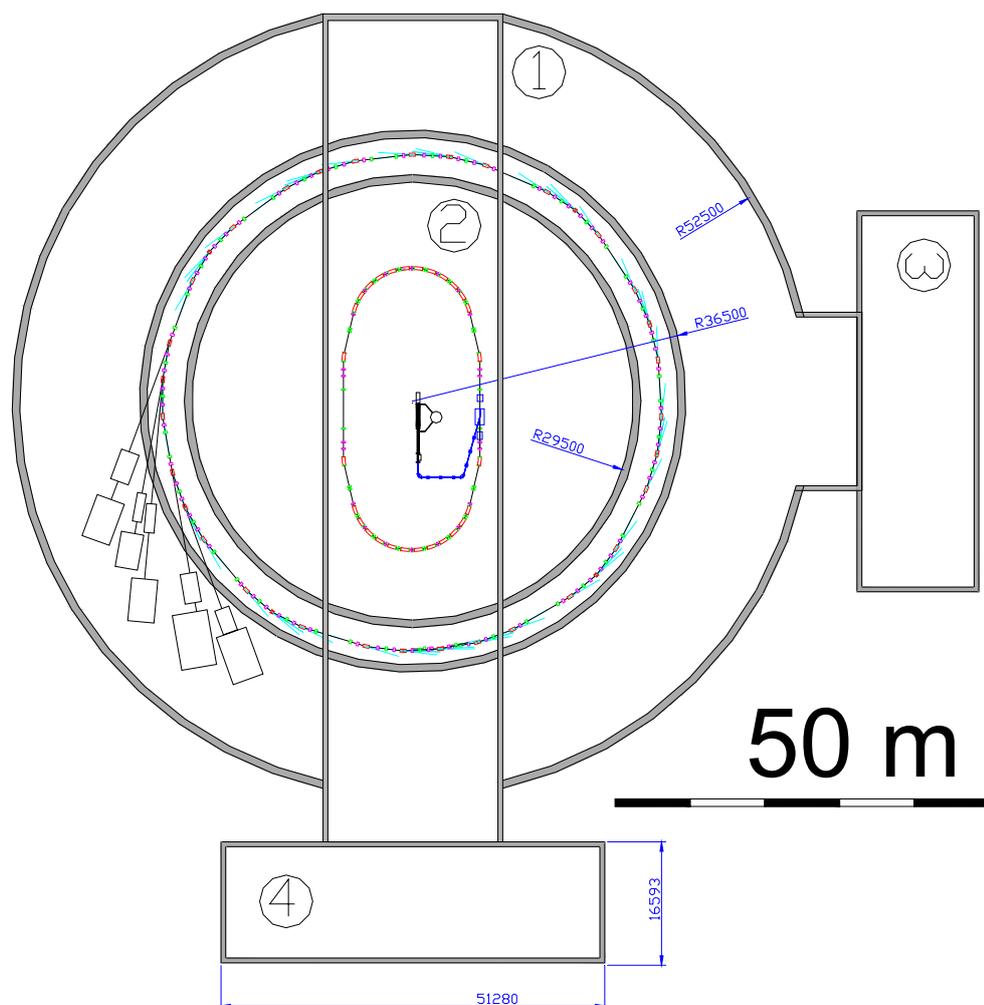
Другой способ использования сверхпроводящих поворотных магнитов это модификация существующих низко энергитичных накопителей. Такая модификация была осуществлена в 2002 г на накопителе ALS (лаборатория Беркли, Калифорния, США). На кольцо было заменено 3 стандартных поворотных магнита (поле 1.5 Тл) на сверхпроводящие с полем 5 Тл. Таким образом, количество каналов жесткого СИ увеличилось, при сохранении других важных параметров источника.

Следует отметить, что сверхпроводящие поворотные магниты как устройства для генерации СИ имеют некоторые преимущества по сравнению с другими сверхпроводящими устройствами (трехполюсные вигглеры, wave shifters) среди которых можно выделить следующие:

- угол поворота в поворотных магнитах, как правило составляет несколько градусов, что заметно превышает угол отклонения пучка в вигглерах, поэтому из поворотных магнитов можно вывести несколько каналов СИ;
- выпуклость траектории в поворотном магните обеспечивает отсутствие "второго источника", который создает много оптических проблем на каналах из вигглера;
- вигглеры всегда устанавливаются в прямолинейных промежутках, и вывод СИ из них делается поле ближайшего поворотного магнита, если вместо этого использовать СИ из этого магнита, то можно сократить расстояние между точкой поизлучения и точкой фокуса, что часто является важным в рентгенооптических схемах.

Недостатками СПМ являются повышенные требования к надежности т.к. поворотные магниты являются элементами основной магнитной структуры и относительно высокая цена, по сравнению с обычными магнитами. Однако, т.к. такие магниты могут заменять сверхпроводящие вигглеры, цена может не браться в учет.

В настоящее время в ИЯФ разрабатывается источник СИ с использованием сверхпроводящих поворотных магнитов. Основные параметры данного источника представлены на в Табл. 3 а общая схема комплекса - на Рис. 2.



**Рис. 5. Общий вид источника СИ с энергией 2.2 ГэВ для Сибирского центра СИ.**

**Табл. 3. Основные параметры проектируемого источника СИ.**

Энергия электронов	2.2 ГэВ
Поле в поворотных магнитах	8.5 Тл в сверхпроводящих магнитах 1.6 Тл в обычных (теплых) магнитах
Критическая энергия квантов СИ	25 кэВ для СИ из сверхпроводящих магнитов 6 кэВ для пучков из обычных магнитов
Угол поворота в магнитах	$10^0$ во всех магнитах
Количество поворотных магнитов	4 сверхпроводящих магнитов в структуре 32 обычных (теплых) магнита
Эмиттанс	3 – 4 нм рад
Рабочий ток	До 1 А (инжекция на полной энергии с возможностью подкачки тока)
Время жизни пучка	~ 10 часов
Периметр	~ 210 м

Данный источник позволяет генерировать пучки СИ в широком спектральном диапазоне, что обеспечивает его универсальность. Комплекс зданий позволяет разместить всю необходимую техническую и пользовательскую инфраструктуру для организации эффективной работы на пучках СИ.

Предполагается, что данный центр сможет обеспечить существующее пользовательское сообщество всем необходимым для проведения регулярных исследований.

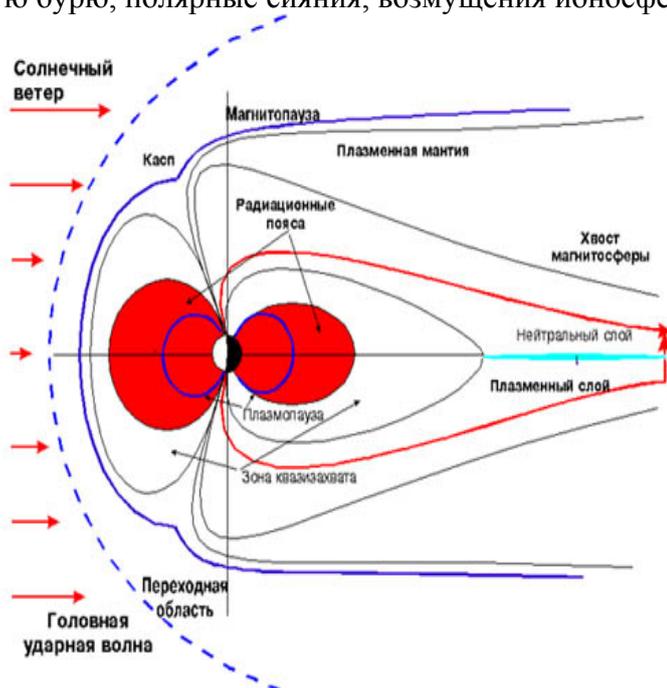
## Космическая погода.

### Исследование солнечной активности в диапазоне от 10 до 2000 эВ. Дистанционное зондирование.

Николенко А.Д.  
ИЯФ СО РАН

Дистанционное зондирование — наблюдение поверхности Земли, Солнца или другого объекта космическими средствами, оснащёнными различными видами съёмочной аппаратуры. Рабочий диапазон съёмочной аппаратуры составляет от долей нанометра (рентгеновское излучение) до метров (радиоволны). Методы зондирования могут быть пассивные, то есть использовать естественное отраженное или вторичное тепловое излучение объектов на поверхности Земли, обусловленное солнечной активностью, и активные — использующие вынужденное излучение объектов, инициированное искусственным источником направленного действия. Аппаратура дистанционного зондирования, функционирующая в рентгеновском и ультрафиолетовом диапазоне, часто проходит предполетную калибровку с использованием синхротронного излучения, поскольку такая калибровка, при прочих равных условиях, дает более высокую точность, спектральное и пространственное разрешение, чем калибровка на лабораторных источниках. Абсолютная спектральная калибровка детекторов обычно опирается на криогенные радиометры в качестве первичных стандартов.

"Космическая погода" – состояние околоземной среды, обусловленное солнечной активностью и влияющее на земные процессы, живой и неживой мир. Большую часть времени Космическая погода не оказывает значительного влияния на нашу жизнь. Однако, при возрастании солнечной активности, постоянная нагрузка на земную магнитосферу нарушается потоками частиц плазмы и радиации от Солнца, что подвергает разрушительному воздействию те технологии, от которых мы зависим в современном мире. Явления Космической погоды оказывают сильное влияние на рост числа техногенных и природных катастроф, особенно заметных в последнее десятилетие. Вспышка на Солнце генерирует ударную волну и выбрасывает в межпланетное пространство облако плазмы, которые за 1,5-2 суток достигают Земли и вызывают магнитную бурю, полярные сияния, возмущения ионосферы.



Наиболее драматичные эффекты влияния космической погоды:

- нарушения радиосвязи и радионавигации;
- отключения и разрушения в энергосистемах, линиях передачи, газо- и нефтепроводах;
- сбои в электронных приборах и бортовых компьютерах космических аппаратов, потери в телеметрии, снижение мощности солнечных батарей
- снижение высоты орбиты (падение) спутников
- обострения сердечно-сосудистых заболеваний среди населения

Ионосфера является наиболее плотным слоем электрически заряженного вещества в атмосфере Земли. Ее состоянием управляет поток энергии "геоактивного" солнечного излучения в диапазоне длин волн 10 эВ - 15000 эВ.

В 1979 году гигантская вспышка на Солнце породила токи в ионосфере мощностью в миллионы ампер (на высоте около 100 км над поверхностью Земли), которые повредили наиболее мощную закольцованную энергосистему получения и распределения электрической энергии Канады, оставив почти треть населения страны на 12 часов без электричества.

Через 2-4 суток после магнитной бури происходит заметное изменение состояния тропосферы. Это приводит к увеличению нестабильности атмосферы, нарушению характера циркуляции воздуха (развитию циклонов и др. метеоявлений). Вспышка сопровождается потоками рентгеновского излучения (РИ), рождающегося в короне Солнца. Интенсивность РИ во время такой вспышки может возрасти на несколько порядков и представляет удобный объект для регистрации, однако регистрация должна проводиться в космосе, поскольку РИ практически полностью поглощается атмосферой.

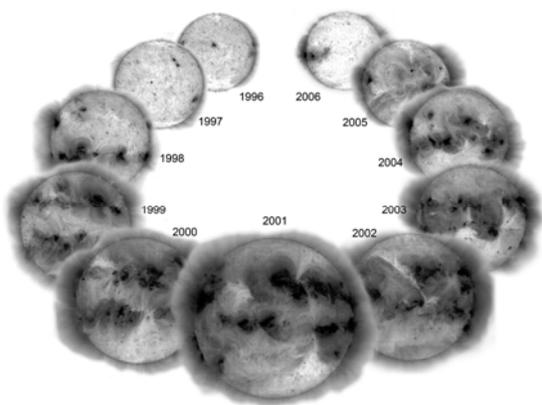


Рисунок 1.

Вид диска Солнца в ходе 22 цикла активности. (1996-2006 гг.), максимум которого пришелся на 2001 год.

<http://sdo.gsfc.nasa.gov/resources/press.p>

hp

Двадцать третий цикл солнечной активности, минимальную точку которого мы сейчас переживаем, характеризовался беспрецедентным ростом числа и частоты солнечных вспышек рекордной мощности, в результате чего интерес к явлениям Космической погоды заметно усилился. Мощнейшие солнечные вспышки зарегистрированы в 2001, ноябре 2003, ноябре 2004 и сентябре 2005 г. Рекордная по мощности вспышка за всю историю наблюдения за Солнцем была отмечена 4 ноября 2003 года. Непосредственно измерить ее мощность не удалось — датчики орбитальных телескопов «зашкалили», не выдержав интенсивности. Вспышка произошла на самом краю видимого с Земли солнечного диска, и не повлияла на Землю.

В России для исследований в области солнечно-земной физики под эгидой Российской академии наук и Федерального космического агентства реализовывалась программа КОРОНАС (Комплексные Околоземные Орбитальные Наблюдения Солнца), в

рамках которой три спутника (КОРОНАС-И, 1996-2001<sup>16</sup>; КОРОНАС-Ф, 2001-2005<sup>17</sup>, и КОРОНАС-ФОТОН, 2009<sup>18</sup>) должны были изучать разные фазы солнечного цикла. КОРОНАС-И – фазу подъема 23-го цикла, КОРОНАС-Ф – фазу максимума и фазу спада 23 цикла и КОРОНАС-ФОТОН – фазу подъема 24 цикла. Спутник КОРОНАС-И проработал несколько месяцев и погиб в результате отказа в системе ориентации спутника. Спутник КОРОНАС-Ф работал на редкость удачно. Уникальность проекта и полученных данных состояла в том, что КОРОНАС-Ф был пока единственным в мире спутником, который одновременно наблюдал Солнце и регистрировал проявления его активности в околоземном космическом пространстве. Были изучены ускорительные процессы в солнечных вспышках, генерация высокоэнергичного излучения и частиц, выполнена спектроскопическая диагностика вспышечных и других процессов. Обнаружены и описаны новые явления в солнечной короне в виде крупномасштабных плазменных образований с температурами в 10-20 раз превышающими температуру солнечной короны. Была изучена деформация магнитосферы Земли и границ проникновения радиации внутрь магнитосферы во время мощных событий на Солнце, изучена картина свечения ночного неба за счет высыпавшихся из магнитосферы в ионосферу частиц, поглощающие свойства атмосферы Земли и т.д.

Спутник КОРОНАС-ФОТОН проработал девять месяцев и вышел из строя 1 декабря 2009 года в результате сбоя системы питания, однако в течении своей жизни он успел передать большой объем информации, которая в настоящее время обрабатывается.

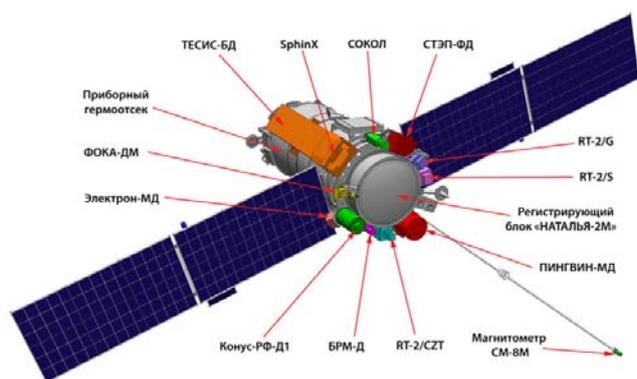


Рисунок 2.

Состав комплекса научной аппаратуры "КОРОНАС-ФОТОН".

4 спектрометра гама - излучения, 3 прибора рентгеновского излучения, 2 регистратора космических лучей.

Так, в ходе работы обсерватории ТЕСИС (Телескоп-спектрометр для изображающей рентгеновской спектроскопии Солнца), входящей в состав проекта, было получено 150 тысяч изображений Солнца в пяти различных спектральных диапазонах и с высоким угловым разрешением. Благодаря наличию на орбите подобных спутников других стран (например, обсерватория STEREO, США), появилась возможность наблюдать одни и те же структуры на Солнце с разных точек зрения.

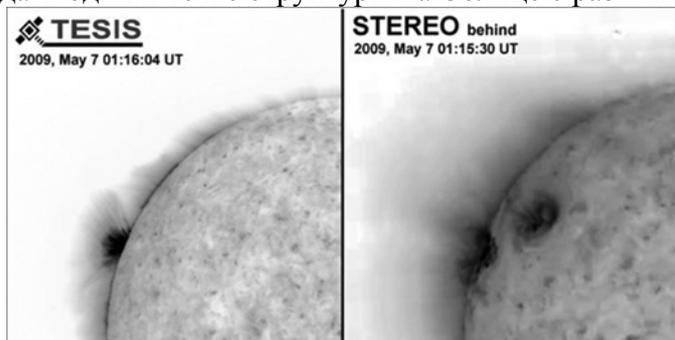


Рисунок 3.

Сравнение снимков ТЕСИС и STEREO.

<sup>16</sup> <http://coronas.izmiran.ru/I/>

<sup>17</sup> <http://coronas.izmiran.ru/F/>

<sup>18</sup> <http://iaf.mephi.ru/project.htm>

Еще одним примером приложения методов дистанционного зондирования может служить американский спектрометр космического базирования OMI (Ozone Meter Instrument), работающий в рамках программы TOMS<sup>19</sup> (Total Ozone Mapping Spectrometer). Спутниковый мониторинг Земли в ультрафиолетовом излучении дает информацию о распределении озонового слоя над Землей с временным разрешением в одни сутки.

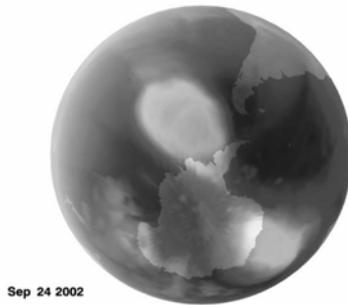


Рисунок 4.

Результаты измерения состояния "озоновой дыры" над Антарктидой.

Пример, не относящийся к регистрации излучения: проект NASA GRACE<sup>20</sup> (Gravity Recovery and Climate) представляет собой пару спутников с системой точного измерения расстояния между ними. По этим данным построена карта гравитационных аномалий Земли, дающая дополнительную информацию о ее структуре.

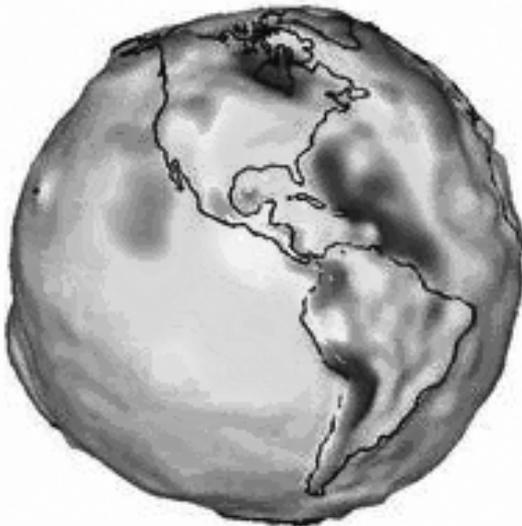


Рисунок 4.

Многие "возвышенности" и "долины" на этой гравитационной карте соотносятся с реальными структурами на земной поверхности. Таковы, например, северная часть Срединно-Атлантического хребта в Атлантическом океане и Гималайские горы. В других случаях прямого соответствия нет, и аномалии могут быть связаны с необычно высокой или, наоборот, низкой плотностью вещества внутри земного шара. С помощью подобных карт можно также калибровать изменения, связанные с различными процессами на земной поверхности, например, изменениями океанских потоков и таянием ледников.

<sup>19</sup> <http://jwocky.gsfc.nasa.gov>.

<sup>20</sup> <http://www.csr.utexas.edu/grace/>

# РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКИЙ, ГИСТОМЕТРИЧЕСКИЙ И ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ КЛЕТОСНОЙ СТРУКТУРЫ ГОДИЧНЫХ КОЛЕЦ ДРЕВЕСИНЫ ХВОЙНЫХ

П.П. Силкин, Н.В. Екимова

Сибирский федеральный университет, Красноярск, Россия, [ppsilk@rambler.ru](mailto:ppsilk@rambler.ru)

## Методы и материалы

Методом многопараметрического анализа исследовались годовые кольца древесины ели (*Picea obovata* Ledeb.), произрастающие в Томской области и лиственницы (*Larix sibirica* Ledeb.), вблизи г. Норильска, Красноярского края. Ключевая идея метода многопараметрического анализа заключается в комплексном анализе разнородных характеристик клеточной структуры годовых колец, имеющих разный физический смысл и измеренных для одних и тех же годовых колец с высоким пространственным разрешением. В данной работе были проведены измерения гистометрических, денситометрических, рентгенографических и элементных параметров клеточной структуры годовых колец. В качестве объектов исследования использовались образцы (диски) древесины указанных выше видов древесных растений. Из дисков выпиливались радиальные полосы шириной 1 см и толщиной 0,2 см. Длина полосы определялась длиной последних 20-25 годовых колец и была индивидуальной у каждого дерева. В работе исследовалось не менее десяти образцов каждого вида.

В качестве гистометрических характеристик годовых колец использовались радиальные размеры и толщины клеточных стенок трахеид. Гистометрические параметры клеточной структуры годовых колец были измерены с помощью системы анализа изображений (САИ), в состав которого входит компьютеризированный микроскоп Аxioskop-20 (Карл Цейсс) с помощью специально разработанного автором пакета прикладных программ «SuperMoment», «Lineyka», «ProcessorKR» (Силкин, 2005, 2009).

Денситометрические данные для годовых колец получены с помощью рентгеновского денситометра DENDRO-2003 фирмы Walesch Electronic (Швейцария). Рентгенографическая плотность клеточной стенки рассчитывалась автором с помощью программы «SpektrMP» на основе гистометрических и денситометрических характеристик годовых колец по авторской методике (Силкин, 2004Б, 2005, 2009).

Содержание химических элементов в годовых кольцах были получены на станции элементного химического анализа РФА-СИ Института ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН методом рентгенофлуоресцентного анализа. В качестве источника возбуждения атомов использовалось синхротронное излучение ускорителя элементарных частиц ВЭПП-3. Энергия фотонов излучения устанавливалась равной 21 кЭв, что позволило провести измерение содержания атомов химических элементов в диапазоне от Cl до Sr включительно. Сканирование образцов осуществлялось с шагом от 200 до 500 микрон, в зависимости от ширины годовых колец. Ширина пучка излучения устанавливалась 200 микрон. Итоговая относительная концентрация химических элементов для каждой точки годового кольца оценивалась методом фундаментальных параметров (Вольдсет, 1977; Лосев, 1991). Таким образом, были построены профили концентрации химических элементов в пределах годовых колец. В данной работе использовалась относительная концентрация химических элементов, т.к. вопросы их абсолютного содержания в годовых кольцах данных образцов не рассматривались.

В результате проведённых многопараметрических измерений клеточной структуры годовых колец был получен набор данных, имеющих разный пространственный масштаб от 1 мкм для толщины клеточной стенки до 200 мкм при измерении содержания

химических элементов. Минимальный элемент, в рамках которого биологически увязываются все параметры структуры годичных колец, является клетка (трахеида) годичного кольца. Поэтому оптимальным рабочим масштабом для оперирования с данными является радиальный размер клетки. Данный подход был положен автором в основу метода расчёта рентгенографической плотности клеточной стенки (Силкин, 2004Б, 2005). Для расчёта этого параметра, данные профиля плотности усреднялись в пределах размера трахеиды и вычислялась средняя плотность клетки. Зная среднюю плотность клетки и рассчитав объём клеточной стенки, в которой сосредоточена вся её масса, рассчитывается рентгенографическая плотность клеточной стенки. Элементный состав измеряется с участка поверхности годичного кольца, в котором помещается вдоль радиального направления 4-6 и более клеток, поэтому прямое сопоставление элементных и клеточных данных будет некорректно в силу того, что параметры этих клеток могут сильно варьировать. Например, в пределах 200 мкм могут встретиться одновременно клетки ранней, переходной и поздней древесины. Для корректного сопоставления клеточных и элементных данных была разработана автором компьютерная программа «ConvElementINF». Она позволяет проводить датировку элементных данных по данным когерентного и некогерентного рентгеновского излучения от образца (они сопутствуют измерениям элементного состава), т.е. однозначно сопоставить точку измерения содержания элементов конкретному годичному кольцу и положению в нем, что позволяет определить группу клеток годичного кольца, для которой измерялся элементный состав. Далее, программа вычисляет средние клеточные параметры для данной группы клеток и результаты усреднённых клеточных данных и концентрации элементов для данной точки выводит в текстовый файл. Таким образом, появляется массив строк, каждая строка содержит средние значения клеточных данных и элементные данные для одной точки годичного кольца, а так же год формирования годичного кольца и положение точки в нем относительно начала кольца.

## Результаты и обсуждение

Когерентное и некогерентное излучение от образца появляется в результате взаимодействия первичного возбуждающего синхротронного излучения (СИ) с атомами исследуемого объекта во время исследования элементного состава методами РФА-СИ. Интенсивность данных видов излучения пропорциональна числу атомов, на которых произошло рассеяние квантов СИ и, поэтому, оно пропорционально плотности вещества образца в области взаимодействия с пучком СИ. Проводился анализ связи между профилем плотности годичных колец, измеренным методами рентгеновской денситометрии и профилем интенсивности когерентного и некогерентного излучения этих же годичных колец. Экспериментально доказана линейная связь между этими параметрами. Оба типа профилей фактически совпадают (рис.1). Таким образом, данные интенсивностей когерентного и некогерентного излучений можно использовать вместо денситометрических данных, что может существенно ускорить проведение всего комплекса многопараметрического анализа, т.к. когерентное и некогерентное излучение возникает во время исследований элементного состава методами РФА-СИ.

Согласно результатам корреляционного анализа всего комплекса клеточных данных, элементы Ca, Mn и Sr имеют высокие значимые коэффициенты корреляции Пирсона друг с другом (0,5-0,8). На рисунке 2 можно наблюдать ход изменения концентраций кальция и стронция в годичных кольцах ели и лиственницы. Для годичных колец лиственницы получены аналогичные результаты. Кальций, марганец и стронций имеют одинаковый тренд изменения их концентраций в образцах, что обуславливает положительные значимые коэффициенты корреляции между этими элементами. У всех исследованных в данной работе образцов можно наблюдать чёткую противофазу изменения интенсивностей кальция и стронция (рис. 2). Концентрация марганца, имея тренд,

подобный кальцию и стронцию, ведёт себя неоднозначно в разных образцах. В некоторых случаях концентрация марганца синхронна с концентрацией кальция, в других случаях наблюдается синхронность с концентрацией стронция.

Исходя из общности тренда кальция и стронция и их чётко выраженного изменения в противофазе друг к другу, можно заключить, что они входят в состав одного из полимеров клеточной стенки, взаимно «вытесняя» или «дополняя» друг друга, в зависимости от условий их связывания. В самом деле, кальций и стронций, входя во вторую группу щелочноземельных металлов периодической системы элементов Д.И.Менделеева, обладают близкими физико-химическими характеристиками и могут входить в состав одних и тех же полимеров клеточной стенки. За исключением целлюлозы, все полисахариды растительной клеточной стенки являются водорастворимыми веществами и закрепляются в ней различными типами связей (Горшкова, 2007). Неметилированные карбоксильные группы уруновых кислот (пектиновые вещества) обычно связываются между собой ионами  $\text{Ca}^{2+}$  таким образом, что образуется структура, имеющая название «ячейки для яиц» (Горшкова, 2007). Кроме того, этот же автор указывает, что кроме кальция, похожие структуры могут образовываться и с другими двухвалентными катионами, такими как  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ . Марганец, судя по тренду, также прямо или косвенно связан с пектиновыми веществами или процессами образования их комплексов с ионами кальция и стронция.

Для всех исследованных образцов древесины обнаружено чётко выраженное изменение концентрации кальция в противофазе изменению интенсивности когерентного излучения (рис. 2). Интенсивность когерентного излучения отражает профиль плотности годовичного кольца, из чего можно заключить, что концентрация Ca в годовичных кольцах выше в ранней древесине и уменьшается к поздней древесине. Изменение концентрации Sr и интенсивности когерентного излучения происходит синхронно (рис. 2) для всех исследованных образцов. Концентрация стронция растёт в направлении от ранней древесины к поздней. Таким образом, плотность годовичных колец и концентрации кальция и стронция в них оказываются связанными между собой.

Термин «рентгенографическая плотность клеточной стенки» был введён в связи с использованием данных рентгенографической денситометрии при расчёте плотности клеточной стенки и, как показали дальнейшие исследования (Силкин, 2004Б, 2005), данный параметр оказался функционально связанным с толщиной клеточной стенки, что противоречило существующему мнению о её постоянстве. Общеизвестно, что плотность клеточной стенки составляет порядка 1,4-1,5 г/см<sup>3</sup>. В случае рентгенографической плотности клеточной стенки для зоны ранней древесины были получены значения, доходившие в пределе до 3-3,5 г/см<sup>3</sup>. В то же время, в зоне поздней древесины, рентгенографическая плотность клеточной стенки была в пределах 1,3-1,5 г/см<sup>3</sup>, что сопоставимо с общепризнанными значениями. Для объяснения данного противоречия, автором были проведены теоретические оценки о влиянии содержания атомов кальция на результаты рентгеновской денситометрии (Силкин 2004А, 2005). Акцент на кальции был сделан не случайно, т.к. известно, что и по классическим работам и современным прямым измерениям содержания элементов (Jonsson et al., 1990), данный элемент имеет в разы и на порядки большую концентрацию относительно других элементов. В результате проведённых теоретических оценок было показано, что наличие атомов кальция, входящих в состав пектиновых веществ клеточной стенки действительно может приводить к завышению результатов рентгеновской денситометрии, а рентгенографическая плотность клеточной стенки может достигать указанных выше высоких значений. Таким образом, неизбежным следствием связи рентгенографической плотности клеточной стенки с её толщиной, является связь содержания кальция в клеточной стенке с её толщиной.

Рассмотрим результаты расчётов, сделанных с помощью программы «ConvElementINF» по данным проведённых многопараметрических измерений. В работе впервые для исследуемых объектов и районов произрастания получена связь

рентгенографической плотности клеточной стенки ( $P_w$ ) с её толщиной ( $W$ ) (рис.3). Подобный вид связи  $P_w$  с  $W$ , был получен ранее для образцов лиственницы и сосны для участка Средней Сибири. Таким образом, можно заключить, что связь данных параметров обладает универсальностью и качественно не зависит от породы дерева и места его произрастания. Так же на данном рисунке приведена связь содержания  $Ca$  с толщиной клеточной стенки  $W$ . Видно, что концентрация кальция также нелинейно связана с толщиной клеточной стенки, как и рентгенографическая плотность клеточной стенки.

Наиболее любопытной является обнаруженная связь профиля распределения величины  $Sr/Ca$  с профилем плотности в годовых кольцах для всех исследованных образцов. Согласно полученным результатам, профиль  $Sr/Ca$  фактически совпадает с профилем плотности (рис. 4), а связь между этими величинами носит линейный характер.

## Заключение

Впервые с помощью метода многопараметрического анализа годовых колец хвойных удалось получить многоплановые клеточные данные, имеющие разный физический и биологический смысл. Благодаря проведённым исследованиям можно заключить, что экспериментально показано наличие нелинейной отрицательной связи концентрации атомов кальция с толщиной клеточной стенки. Данная связь инвариантна относительно места произрастания и вида хвойного дерева. Несмотря на существование радиального перемещения химических элементов в годовых кольцах и участия в водопроведении в текущем вегетационном периоде нескольких годовых колец, можно сделать вывод о связи концентрации кальция и стронция с клеточной структурой годовых колец. Данный факт свидетельствует о возможности использования элементных данных, не связанных с техногенным загрязнением окружающей среды, в задачах дендроэкологии и дендроклиматологии. Максимальные концентрации кальция наблюдаются в зонах ранней древесины, а минимальные – в зонах поздней древесины годовых колец. Подобную картину можно видеть и для рентгенографической плотности клеточных стенок годовых колец. Совпадение графиков связи концентрации кальция и рентгенографической плотности клеточной стенки с толщиной клеточной стенки подтверждает сделанный ранее на основе теоретических оценок вывод о влиянии концентрации кальция на результаты рентгеновской денситометрии годовых колец.

В настоящий момент трудно дать интерпретацию экспериментальному факту связи величины  $Sr/Ca$  с профилем плотности годовых колец. Авторы имеют несколько гипотез, которые нуждаются в экспериментальной проверке. Вместе с тем, факт связи между этими параметрами годовых колец свидетельствует в пользу того, что величина  $Sr/Ca$  должна отражать изменение температурного режима вегетационного периода подобно профилю плотности, что делает величину  $Sr/Ca$  перспективным с точки зрения использования в задачах биоиндикации окружающей среды.

Авторы выражают глубокую признательность сотруднику ИЯФ СО РАН им. Г.И. Будкера А.Д. Шапоренко за помощь в проведении измерений элементного состава годовых колец.

Работа поддержана грантом РФФИ-08-04-00296-а.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Вольдсет Р. Прикладная спектрометрия рентгеновского излучения. М.: АТОМИЗДАТ, 1977. 253 с.
2. Горшкова Т. А. Растительная клеточная стенка как динамичная система. М.: Наука, 2007. 429 с.
3. Лосев Н. Ф. Рентгенофлуоресцентный анализ. Новосибирск, 1991. 230 с.

4. Силкин П. П. Влияние химического состава и толщины клеточной стенки на её рентгенографическую плотность / Материалы IV Конференции молодых ученых СО РАН, посвященной М.А. Лаврентьеву в Новосибирске, 2004А. С.122-124.
5. Силкин П. П. Метод измерения массы и плотности клеточных стенок трахеид хвойных. Оценка работоспособности метода // Сб. научн. ст., посвященный памяти академика РАН В. Е. Зуева «Современные достижения в исследованиях окружающей среды и экологии». Томск, 2004Б. С.241-246.
6. Силкин П. П. Рентгенографический и гистометрический анализ структуры годичных колец древесины хвойных. Автореф. дис. канд. физ.-мат. наук: 03.00.02. Красноярск: Ин-т леса СО РАН, 2005. 21 с.
7. Силкин П. П. Многопараметрический анализ структуры годичных колец в дендрэкологических исследованиях. Автореф. дис. д-ра биол. наук / П.П.Силкин // Красноярск, 2009. 34 с.
8. Jonsson B., Pernestal K., Li H.-K. Analysis of the content of trace elements in tree cores from spruce by means of PIXE. // Swedish university of agricultural sciences. Department of biometry and forest management: UMEA.1990. 83 p.

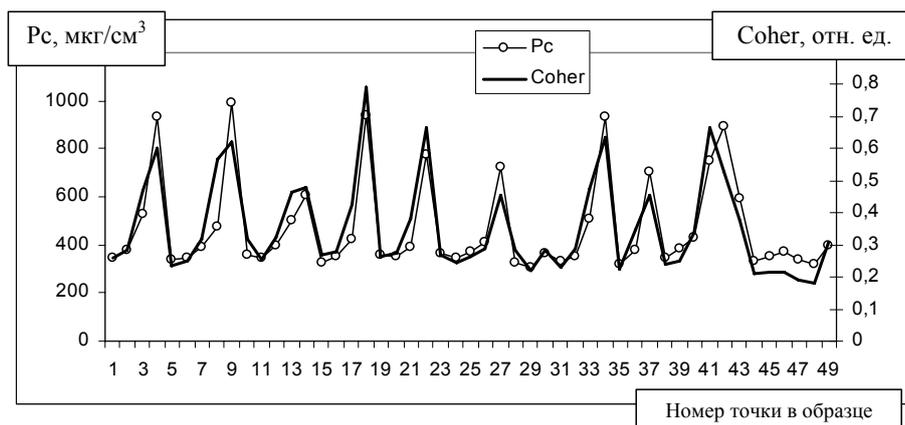


Рисунок 1. Графики рентгенографической плотности годичных колец (Pc) и интенсивности когерентного излучения (Coher) в образце лиственницы. Подобная связь наблюдается и для годичных колец ели.

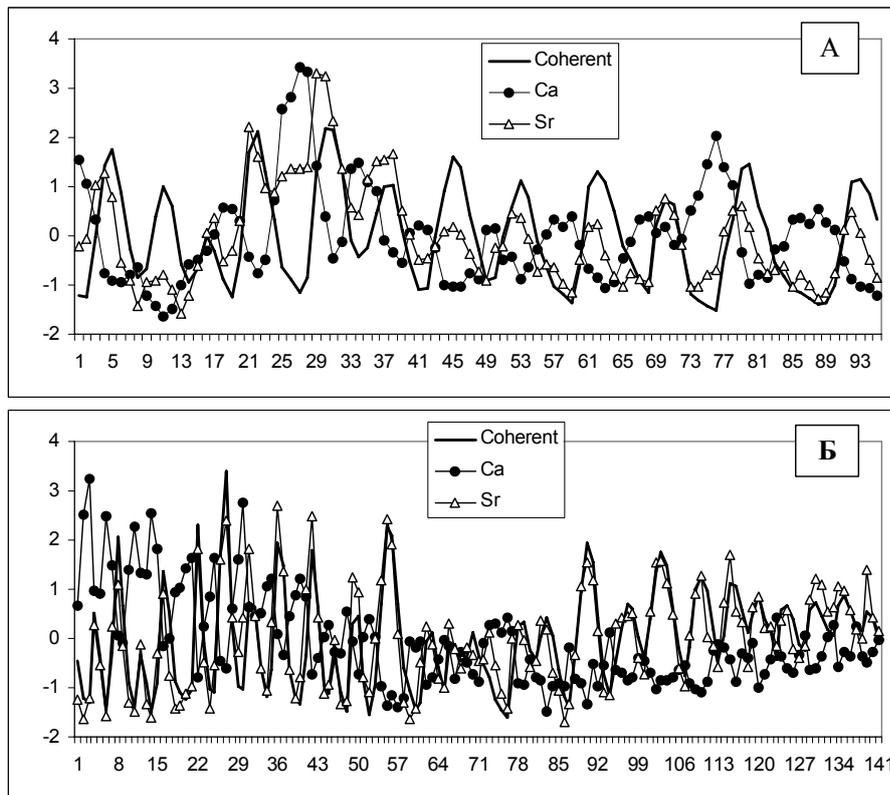


Рисунок 2. Графики интенсивности когерентного излучения (Coherent), концентрации кальция (Ca) и стронция (Sr) в годичных кольцах ели (А) и лиственницы (Б). Интенсивность когерентного излучения и концентрации элементов выражены в относительных единицах (ось ординат). На оси абсцисс указаны номера точек данных в образце.

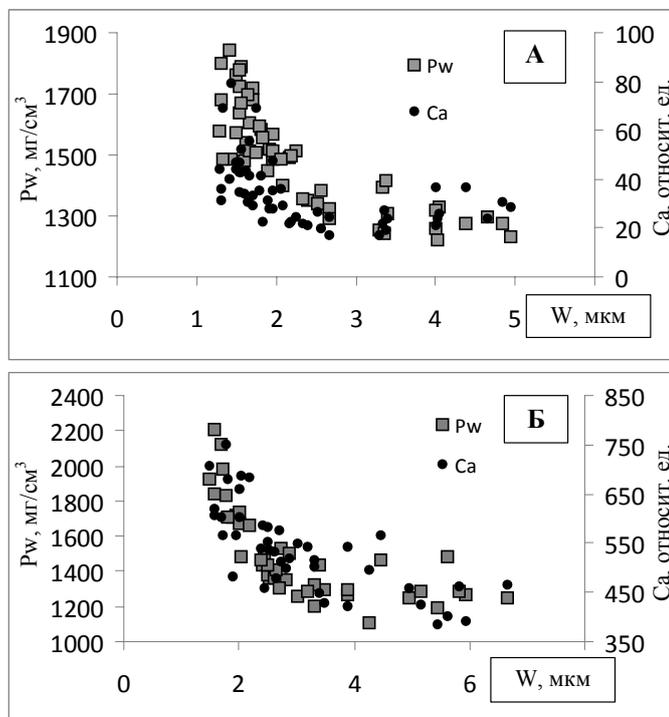


Рисунок 3. Связь рентгенографической плотности ( $P_w$ ) и концентрации кальция (Ca) с толщиной клеточной стенки ( $W$ ). А - для образцов ели, Б - для лиственницы.

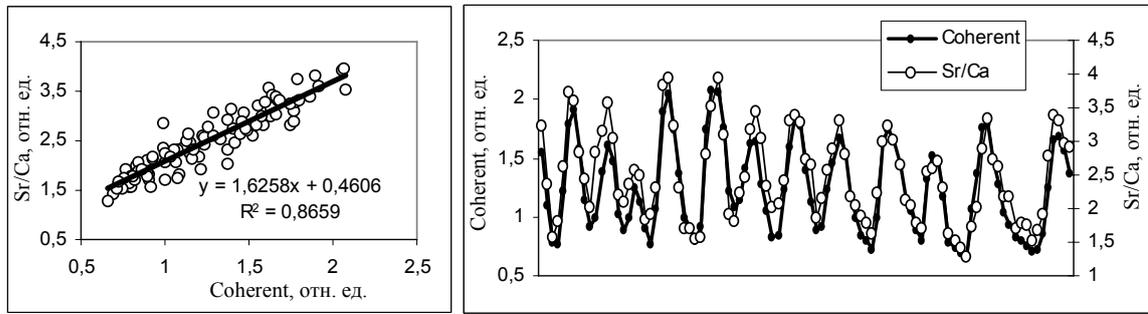


Рисунок 4. Связь отношения концентраций Sr/Ca с интенсивностью когерентного излучения (Coherent) в годичных кольцах ели. Подобная картина наблюдается для всех исследованных образцов.

## Исследование экстремального состояния вещества.

Толочко Б.П.  
*ИХТТМ СО РАН*

### 1. Источники излучения.

Для исследования взрывных процессов рентгеновское излучение используют с 1950 г. в основном для фиксации положения плотных сред (кумулятивных струй, осколков). В 2001 году во ВНИИЭФ были проведены работы по измерению распределения плотности по поглощению рентгеновского излучения при детонации ВВ. В качестве источников использовались две установки «Эридан-3» ( $E_{\gamma}=0,5$  МэВ, длительность импульса  $\tau \approx 0,2$  мкс). Регистрация велась на фотопленку. Относительная погрешность определения плотности  $\approx 5-7\%$ , пространственное разрешение  $\sim 1$  мм. Достоинством метода является его относительная простота (для регистрации можно использовать фотопленку), возможность получения нескольких двумерных картин распределения плотности. Недостатками являются: низкое пространственное разрешение, малое количество кадров (по количеству трубок) и недостаточная интенсивность источника.

В 1999 г в Лос-Аламосской национальной лаборатории была запущена экспериментальная установка, в которой для измерения плотности при детонации ВВ были использованы пучки ускоренных до 800 МэВ протонов. В этой установке для защиты ускорительного комплекса от продуктов взрыва были разработаны быстродействующие затворы, отсекающие взрывную камеру от ускорителя. Для повышения качества изображений была разработана магнитная фокусирующая система с угловой точностью  $\approx 10-25$  мрад. Регистрация ведется с помощью сцинтиляционных экранов, переводящих энергию протонов в видимый свет, который записывается на фотодетекторах. Суммарное разрешение (магнитная система + экран) достигает 4 лин/мм по центру экрана. Для получения достаточного полезного сигнала сцинтиляционный экран суммирует  $\sim 10$  импульсов (банчей) протонов (один банч  $\sim 0,2$  нс, число протонов  $5 \cdot 10^8$ , интервал между ними – 5 нс). Далее оптическое изображение с помощью зеркал разделяется на 4-е фото-диодные матрицы (1024 x 1024 элементов). Оптические затворы позволяют разделять изображения через 350 нс.. При продолжительности импульса  $\sim 50$  нс, максимальное пространственное разрешение составляет  $\sim 0,25$  мм, временное – 50 нс. На этой установке получено пространственное распределение поглощения при детонации LX-17 .

В этой же лаборатории было измерено статическое (без взрыва) распределение мало углового рассеяния нейтронов (SANS) для определения размеров пор ( $\sim 10-1000$  А) внутри взрывчатых веществ. Динамические эксперименты не проводились.

В Ливерморской Лоуренской национальной лаборатории для получения объемного 3-х мерного изображения используют один линейный ускоритель электронов на 1 МэВ и два на 450 кэВ, расположенных под углом 90 градусов . На этой установке регистрация ведется с помощью люминисцентных запоминающих экранов (Image plate). Ускорители могут работать последовательно (для получения динамических снимков) или одновременно (для получения объемных изображений). На установке планируется получить пространственное разрешение 100 мкм, и временное – 25 нс.

Возможности синхротронного излучения от ускорителей в мире для исследования быстропротекающих процессов используются только в ИЯФ СО РАН нашей группой. Используемые нами методики являются пионерскими и до сих пор нигде не реализованы.

## 2.. Однокоординатный рентгеновский детектор с высоким временным разрешением DIMEX

(Direct Image Measuring for EXplosion)

Для изучения быстропротекающих процессов с использованием СИ необходим позиционно-чувствительный детектор, позволяющий измерять координатное распределение плотности потока рентгеновского излучения за время меньшее, чем интервал между соседними сгустками в накопителе. Для источника СИ ВЭПП-3 (BINP, Novosibirsk) это время составляет  $\sim 100$ нс. Детектор должен запоминать результаты не менее 10-ти последовательных измерений (кадров) и иметь координатное разрешение не хуже 0.1мм при эффективности регистрации  $\sim 50\%$  для гамма-квантов с энергией  $\sim 30$ кэВ. Апертура детектора в направлении измеряемой координаты должна составлять не менее 100 мм. В перпендикулярном направлении -  $\sim 1$ мм.

Детектор с указанными выше параметрами изготовлен и прошел все стадии пучковых испытаний.

### Описание детектора.

Создаваемый детектор представляет собой ионизационную камеру с Электронным Усилителем (ГЭУ), отделяющим область конверсии рентгеновских фотонов от промежутка, где заряд индуцируется на считывающую полосковую структуру (Рис. 1). Такая конструкция позволяет работать только с быстрой электронной компонентой сигнала. Рабочим газом является смесь 80%Xe-20%CO<sub>2</sub> под давлением 10 атм.

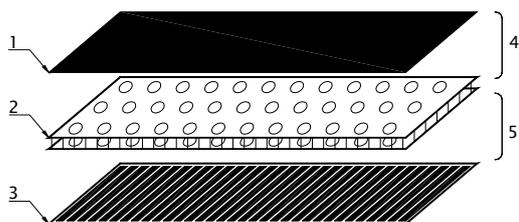


Рис.1. Схема детектора 1 – дрейфовые электроды, 2 - GEM, 3 – микростриповая структура ; 4 – область конверсии фотонов; 5 - область индуцирования заряда

При поглощении фотона в области между дрейфовым электродом (Рис. 1) и ГЭУ образуется первичная ионизация, ионная составляющая которой движется к дрейфовому электроду, на который подан отрицательный по отношению к структуре GEM потенциал, создающий поле с напряженностью  $> 500$  В/см. Электронная компонента в дрейфует в этом поле к GEM со скоростью  $\sim 5$  см/мкс.

Нижний электрод GEM находится под более высоким по отношению к верхнему электроду потенциалом. При определенной разности потенциалов структура GEM становится полностью прозрачной для электронов, что соответствует коэффициенту газового усиления равному единице. При увеличении разности потенциалов коэффициент усиления GEM становится больше единицы.

После прохождения через ГЭУ электроны движутся через индукционный промежуток к полосковой структуре, индуцируя на ней заряд, координатное распределение величины которого соответствует координатному распределению интенсивности регистрируемого излучения.

Эффективность 50% достигается для энергии 30 кэВ при давлении  $> 7$  атм.

Таким образом, ионизационная камера с ГЭУ на основе смеси Xe-CO<sub>2</sub> (80%-20%) может обеспечить пространственное разрешение  $\sim 200$  мкм и эффективность к фотонам 30 кэВ не менее 50% [2].

### 3. Измерение распределения плотности на фронте детонации ВВ.

Схема и методика постановки экспериментов описана в [1]. Основной заряд ВВ располагался горизонтально, перпендикулярно сформированному пучку СИ высотой 0,2 мм и шириной  $H = 18$  мм. Плоскость пучка СИ проходила вдоль оси исследуемого заряда ВВ. Во время движения фронта детонации в зоне регистрации удавалось сделать 3-5 снимков распределения проходящего излучения вдоль оси заряда с временем экспозиции 1 нс. Проходящее излучение регистрировалось детектором DIMEX [2]. Полученное распределение массы на фронте детонации ТАТБ (начальная плотность  $1,8 \text{ г/см}^3$ ) приведено на рис.3.

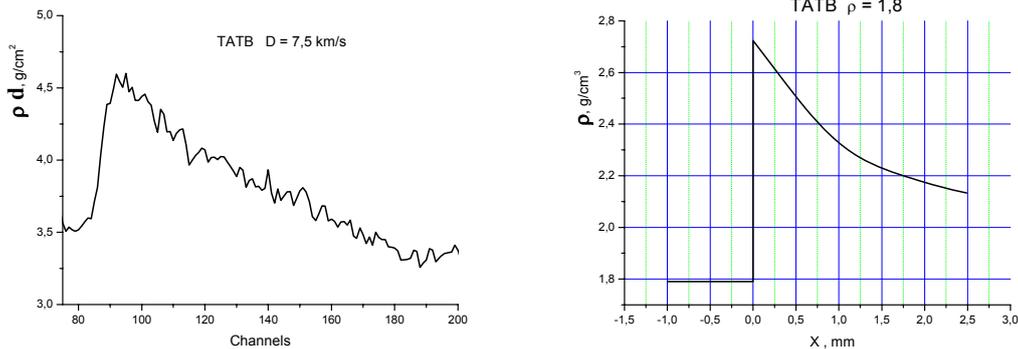


Рис. 3 (слева). Распределение массы вдоль луча СИ ( $m = \square d$ ) на фронте детонации. По оси X – номера каналов (1 канал – 0,1 мм).

Рис. 5 (справа) Распределение плотности на фронте детонации ТАТБ.

Для вычисления распределения плотности были проведены измерения кривизны фронта детонации (путем съемки на СФР выхода детонации на торец заряда). По данным радиус кривизны составил  $R = 45$  мм.

Используя предположение, что форма фронта на расстоянии  $\sim 1$  мм сохраняет свою форму, было вычислено распределение плотности в первом миллиметре фронта детонации. По этому распределению можно оценить расстояние до плоскости Чепмена-Жуге  $\sim 1-1,1$  мм. Отношение плотностей в пике Неймана и Чепмена-Жуге равно 1,28, что чуть меньше, чем у зарядов с большими диаметрами.

### 5. Синхротронная томография плотности, массовой скорости и давления разлетающихся продуктов детонации ВВ.

По разработанной нами методике восстановления плотности [3] и механических параметров стационарного течения (полей вектора массовой скорости –  $u(r,z)$  и давления –  $P(r,z)$  [4] были измерены распределения плотности и восстановлены поля скорости и давления для зарядов из ТГ 50/50 и ТАТБ. Методика основана на решении уравнений газовой динамики при известном распределении плотности. Для цилиндрических зарядов прессованных ТГ50/50 с плотностью  $1,7 \text{ г/см}^3$  и ТАТБ плотностью  $1,8 \text{ г/см}^3$  определены пространственные распределения скорости и давления. Построены адиабаты разгрузки в переменных давление – плотность. Данные по ТГ50/50 опубликованы в [5].

#### 4.1 Томография плотности.

Для определения пространственного распределения плотности разлетающихся продуктов взрыва использовалась предложенная нами методика, описанная в работе [3]. Заряд детонирующего ВВ просвечивался импульсами СИ, которые регистрировались

линейным детектором DIMEX. По записанному распределению поглощения было восстановлено объемное распределение плотности разлетающихся продуктов взрыва при стационарной детонации заряда прессованного ТГ50/50 с плотностью 1.7 г/см и ТАТБ плотностью 1.8 г/см<sup>3</sup>. Данная методика измерения плотности в несколько раз точнее методик с использованием импульсных рентгеновских трубок [ФГВ, 2007, № 2.].

#### 4.2 Томография вектора скорости.

Имея полную информацию о распределении плотности, можно восстановить пространственную зависимость вектора массовой скорости. Для этого использовалось уравнение потока массы для стационарного течения. Предположим потенциальность течения и введем скалярный потенциал  $\varphi$ , такой что  $u = \text{grad } \varphi$ . Тогда уравнение потока массы переписем в виде  $\text{div}(\rho \text{grad } \varphi) = 0$ .

Для организации сквозного счета, без явного выделения границы раздела продукты взрыва-вакуум, вне области занятой продуктами взрыва плотности присваивалось маленькое значение –  $\rho = 10^{-3}$  г/см<sup>3</sup>. Это позволило решать уравнение в цилиндрической области с соответствующими граничными условиями (рис. 6). Уравнение решалось численно, методом итераций. Необходимая для решения скорость

распространения волны,  $D$  определялась из дополнительных экспериментов.

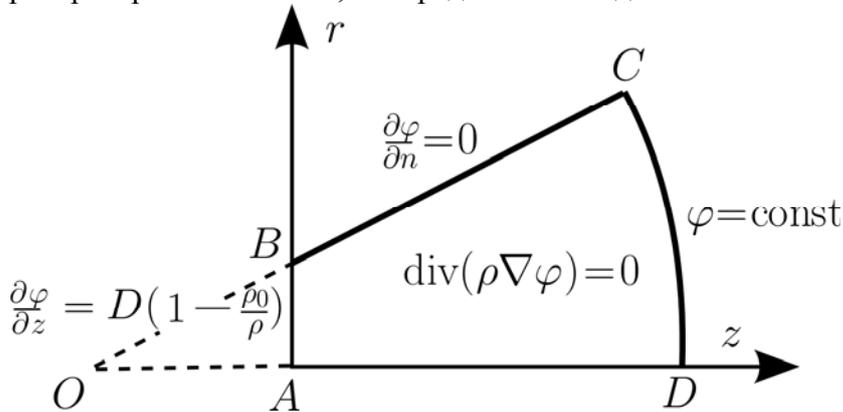


Рис. 6: Расчетная область и граничные условия для потенциала скорости.

#### 4.3. Томография давления.

Для определения распределения давления использовались уравнения 1 и 2, из которых получаем уравнение Пуассона 3:

$$\frac{\partial \rho v_z^2}{\partial z} + \frac{\partial r \rho v_z v_r}{\partial r} = -\frac{\partial p}{\partial z} \quad (1)$$

$$\frac{\partial \rho v_r^2 r}{\partial r} + r \frac{\partial \rho v_r v_z}{\partial z} = -r \frac{\partial p}{\partial r} \quad (2)$$

Дифференцируя (1) по  $z$ , (2) по  $r$  и складывая с соответствующими весами, получаем для давления уравнение Пуассона

$$\Delta p = -\left( \frac{\partial^2 \rho v_z^2}{\partial z^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial^2 \rho v_r^2 r}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial^2 \rho v_r v_z r}{\partial r \partial z} \right), \quad (3)$$

где правая часть является уже известной функцией.

Уравнение (3) с условием  $p=0$  на границе расчетной области также решалось численно, методом итераций. Полученные распределения давления для ТГ 50/50 приведены на рис. 7, для ТАТБ на рис.8.

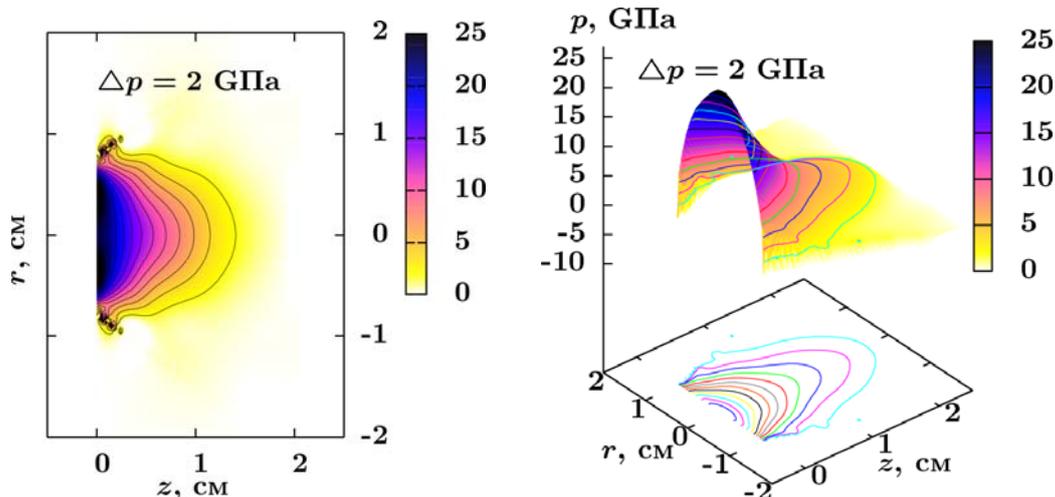


Рис. 7 (слева). Пространственное распределение давления, заряд ТГ50/50. Диаметр 15 мм.

Рис. 8 (справа). Пространственное распределение давления, заряд ТАТБ. Диаметр 20 мм.

Данные для ТГ50/50 доложены на XIV Симпозиуме по горению и взрыву [5].

Результаты полученные для зарядов ТАТБ разумно согласуется с часто используемым приближенным уравнением состояния в виде политропного газа,  $p\rho^\gamma = const$ . При этом, наилучшее соответствие для диапазона плотностей от 1.8-2.5 г/см<sup>3</sup> достигается для  $\gamma \approx 3$ .

Для диапазона плотностей от 1.0-1.5 г/см<sup>3</sup> наблюдается изменение наклона графиков зависимости давления от плотности в логарифмическом масштабе, это соответствует части перехода уравнения состояния между двумя предельными случаями: плотное вещество с  $\gamma \approx 3$ , идеальный газ с  $\gamma \approx 1.4$ .

#### 4. Измерение МУРР при детонации ВВ.

Интенсивность рассеянного излучения от одного электрона в зависимости от углов имеет вид:

$$i_0 = \sigma \cdot \frac{[(\sin \varphi)^2 + (\cos \varphi)^2 \cdot \cos(2\theta)]}{R^2} \cdot T_0$$

где  $\sigma$  – сечение рассеяния электрона, ( $\sigma = 7,94 \cdot 10^{-26} \text{ см}^2$ ), а  $T_0$  – интенсивность падающего излучения.  $R$  – расстояние до места наблюдения.

Если размер рассеиваемой частицы много меньше расстояния до места наблюдения, то интенсивность рассеяния  $I_0(q)$  равна [6]:

$$I_0(q) = i_0 \cdot (\rho - \rho_0)^2 \cdot V_1^2 \cdot P(q) \quad (1)$$

Где  $(\rho - \rho_0)^2$  – контрастность тела,  $V_1$  – его объем, а  $P(q)$  – форм-фактор, показывающий зависимость интенсивности излучения от вектора рассеяния  $q$ .

Для сферического рассеивающего тела форм-фактор  $P(q)$  может легко быть проинтегрирован:  $P(q) = |E(q, R)|^2$ , где  $E(q, R)$  – амплитуда рассеянной волны.

$$E(q, R) = n \cdot \frac{1}{q^3} [\text{Sin}(qR) - (qR) \cdot \text{Cos}(qR)]$$

Вид  $P(q)$  для сферической частицы приведен на рис. 9 внизу.

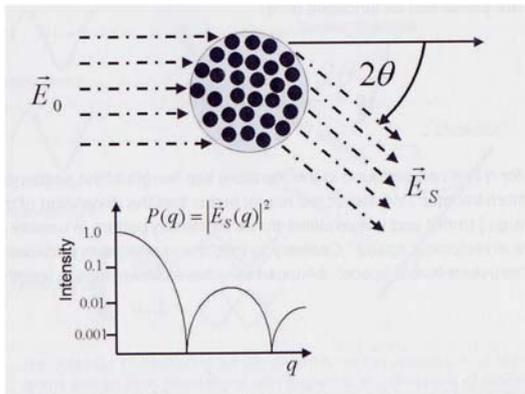


Рис. 9 (слева). Интенсивность рассеяния зависит от форм-фактора, который равен квадрату амплитуды рассеянной волны. Снизу приведен форм-фактор для сферической частицы.

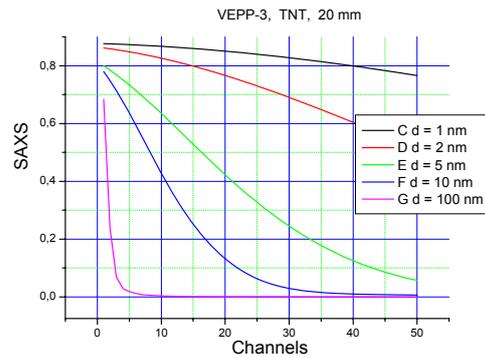


Рис. 10.(справа) Расчетная угловая зависимость МУРР от диаметра рассеивающих центров в ТНТ. Расчет велся по спектру ВЭПП-3 для детектора DIMEX. По горизонтали отложены каналы детектора.

В проведенных экспериментах интенсивность в (1) складывается из рассеяния на атомах (молекулах) и рассеяния на наночастицах. Анализ показывает, что рассеяние от атомов постоянно и мало ввиду сильной зависимости от размера в формуле (1). Среднее значение величины МУРР фактически определяется форм-фактором наиболее крупных частиц.

В условиях поставленных экспериментов, максимально регистрируемый угол составляет  $2\theta_{\max} = 10 \cdot 10^{-3}$  рад. Этому соответствует регистрация МУРР в 100 каналах от границы начального пучка. Отсюда минимальный размер регистрируемых частиц равен [6]:

$$D_{\min} = \pi / q_{\max} = \lambda / (4\theta_{\max}) \approx 2,0 \text{ нм},$$

где  $\lambda = 0,04$  нм – длина волны при энергии  $E=30$  кэВ.

Максимальный размер частиц определяется минимально регистрируемым углом  $\theta_{\min}$ , который задается точностью настройки (положения) ножа, отсекающего прямой пучок СИ (примерно 0,2 мм) и дающего при нашей геометрии опытов  $\theta_{\min} = 4 \cdot 10^{-4}$  рад от края пучка. Отсюда для максимального размера частиц  $D_{\max}$ :

$$D_{\max} = \pi / q_{\min} = \lambda / (4\theta_{\min}) = \sim 75 \text{ нм}.$$

Здесь длина волны излучения  $\lambda = 0,06$  нм при энергии  $E = 20$  кэВ..

Хотя сделанные оценки являются качественными, но они показывают, что метод МУРР в наших экспериментальных условиях дает возможность фиксировать рассеянное излучение от частиц размером от единиц до сотен нанометров.

На рис. 10 приведен расчетный МУРР для сферических частиц диаметром 1, 2, 5, 10 и 100 нм расположенных в ТНТ диаметром 20 мм. Расчет велся с учетом спектра ВЭПП-3 (энергия электронов  $E = 2$  ГэВ, вигглер с индукцией 2Т) и спектральной чувствительности детектора DIMEX [2]. Угловые координаты приведены в каналах детектора DIMEX. На этом графике видно, что по наклону кривых можно определять диаметр частиц в диапазоне от 1 до 100 нм.

## Литература

1. К. А. Тен, О. В. Евдоков, И. Л. Жогин, В. В. Жуланов, П. И. Зубков, Г. Н. Кулипанов, Л. А. Лукьянчиков, Л. А. Мержиевский, Б. Я. Пирогов, Э. Р. Прууэл, В. М. Титов, Б. П. Толочко, М. А. Шеромов. **Распределение плотности во фронте детонации цилиндрических зарядов малого диаметра.** // *Физика горения и взрыва*, 2007, № 2, т. 43, с. 91-99

2. A. Aulchenko, V. Zhulanov, L. Shekhtman, B. Tolochko, I. Zhogin, O. Evdakov, K. Ten. **One-dimensional detector for study of detonation processes with synchrotron radiation beam.** // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A, 2005, Vol. 543, Issue 1, 1 May, p. 350-356.
3. Э.Р. Прууэл, Л.А. Мержиевский, К.А. Тен, П.И. Зубков, Л.А. Лукьянчиков, Б. П. Толочко, А.Н. Козырев, В.В. Литвенко Распределение плотности разлетающихся продуктов стационарной детонации тротила // Физика горения и взрыва, 2007, т.43, № 3. С. 121-131.
4. Тен К.А., Прууэл Э.Р., Лукьянчиков Л.А., Мержиевский Л.А., Толочко Б.П., Жогин И.Л., Жуланов В.В., Шехтман Л.И. **Синхротронная томография плотности, скорости и давления продуктов детонации тротила.** // Физика экстремальных состояний вещества –2008. Под редакцией В.Е. Фортова, В.П. Ефремова и др. Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка, 2008. Стр. 136-138
5. Тен К.А., Прууэл Э.Р., Лукьянчиков Л.А., Мержиевский Л.А., Толочко Б.П., Жогин И.Л. ИЗМЕРЕНИЕ ОБЪЕМНОГО РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛОТНОСТИ, СКОРОСТИ И ДАВЛЕНИЯ ПРОДУКТОВ ДЕТОНАЦИИ ТГ 50/50. //Тезисы докладов XIV Симпозиума по горению и взрыву, Черноголовка, 13-17 октября, 2008 г. Стр. 302
6. Anton Paar. A practical Guide to SAXS. // Amsterdam, PANalytical, 2006. P. 135.
7. V.M.Titov, K.A.Ten, B.P.Tolochko, L.A.Lukyanchikov, E.R.Pruuel. Where and when are nanodiamonds formed under explosion ? // Diamond & Related Materials. V.16, Issue 12, 2007. P. 2009-2013.

## **Методы дифрактометрии синхротронного излучения с временным разрешением для *in situ* исследований твердофазных реакций.**

Шарафутдинов М.Р.  
*ИХТМ СО РАН*

Экспериментальные данные, получаемые на традиционных рентгеновских установках в виде зависимости интенсивности рассеяния от угла, позволяют установить структуру и/или фазовый состав образцов, находящихся в некотором стабильном во времени состоянии.

Однако развитие представлений о механизмах твердофазных реакций требует получения достоверной информации о структурной трансформации химических соединений непосредственно в ходе химической реакции, т.е. *in situ*. В первую очередь это касается определения агрегатного состояния реагирующих веществ, установления фазового состава промежуточных продуктов и последовательности стадий, через которые идет образование конечного продукта. Таким образом, современная наука потребовала добавления к двум существующим (угол и интенсивность дифрагированного излучения) новой координаты – времени.

В лабораторной практике ввиду простоты и относительной дешевизны наибольшее распространение получили установки, где источником рентгеновского излучения являются вакуумные трубки с анодами из меди, серебра, молибдена и других металлов.

Однако они исчерпали свои возможности по увеличению интенсивности, поскольку есть предел по тепловой нагрузке на анод. Хотя существуют трубки с вращающимся анодом, позволяющие поднять мощность излучения, сильная расходимость пучка не дает необходимой интенсивности на образце. Кардинальным решением проблемы стало использование синхротронного излучения (СИ).

Для генерации СИ используются ряд устройств – вигглеры, одуляторы. Их назначение – заставить двигаться электроны с ускорением. Чем больше их энергия и ускорение, тем выше частота испускаемых фотонов. На рис.1 приведены спектры излучения рентгеновских трубок и различных специализированных центров. Хорошо видно, что спектр СИ имеет большую протяженность, т.е. с помощью монохроматора можно получить требуемую длину волны, и высокую интенсивность. Таким образом, в отличие от традиционных (лабораторных) рентгеноструктурных методов, с помощью дифракции СИ можно получать информацию о состоянии вещества непосредственно во время реакции и с высоким временным разрешением благодаря его высокой интенсивности, малой расходимости и т.д.

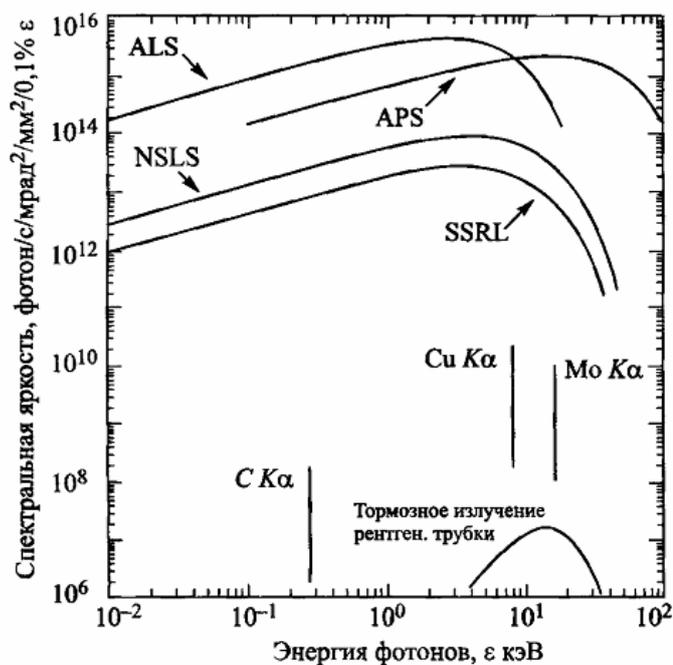


Рис.1. Сравнение спектров излучения рентгеновских трубок и различных специализированных центров СИ.

В Сибирском центре СИ методики *in situ* дифрактометрии СИ реализованы на станции «Дифракционное кино». Излучение из вогнутого зеркала проходит по вакуумному каналу до кубика монохроматора. Монокристалл кремния, как правило, ориентации (111), вырезает из широкого спектра узкую полосу с длиной волны порядка 1.5 Å. Далее пучок проходит через систему формирующих щелей и падает на образец. Дифрагированное излучение регистрируется различными типами детекторов, о чем будет написано ниже.

Исследуемые образцы в большинстве своем представляют порошки, дающие при дифракции конусы. Применение в качестве детекторов сцинтилляторов позволяет зарегистрировать очень малую их долю – разрешение по углу диктует шаг 0.01-0.05 градуса и на получение дифракционной картины необходимы десятки минут. Однако изучение фазовых превращений *in situ* требует сокращения этого времени до секунд и меньше. Решение данной задачи состоит в увеличении количества регистрируемых фотонов в единицу времени. Это возможно за счет

- увеличения интенсивности исходного излучения,
- увеличения апертуры детекторов, т.е. регистрации еще большей части дифракционного конуса.

Плотность потока можно повысить несколькими методами

- использование фокусирующей оптики,
- уменьшение степени монохроматизации там, где это возможно.

В первом случае применяют изогнутые кристаллы из кремния или германия. Они не только монохроматизируют «белое» СИ с  $\Delta\lambda/\lambda \sim 10^{-3}-10^{-4}$  но и сжимают пучок на образце. Данный метод требует довольно больших расстояний от кристалла-монохроматора до образца. Иногда, при коротких расстояниях монохроматор – образец, можно пожертвовать степенью монохроматизации (до  $\Delta\lambda/\lambda \sim 10^{-2}$ ) и использовать графит, за счет этого увеличить количество рентгеновских квантов на порядок.

Регистрация еще большей части дифракционного конуса достигается применением одно и двух-координатных детекторов. Пример использования однокоординатного детектора для экспериментов в области малых углов представлен на рис. 2. На этой схеме 1 – падающий, 3 – прошедший, 4 – дифрагированный пучки СИ, 2 – образец, 6 – вакуумная камера, 7 – однокоординатный детектор.

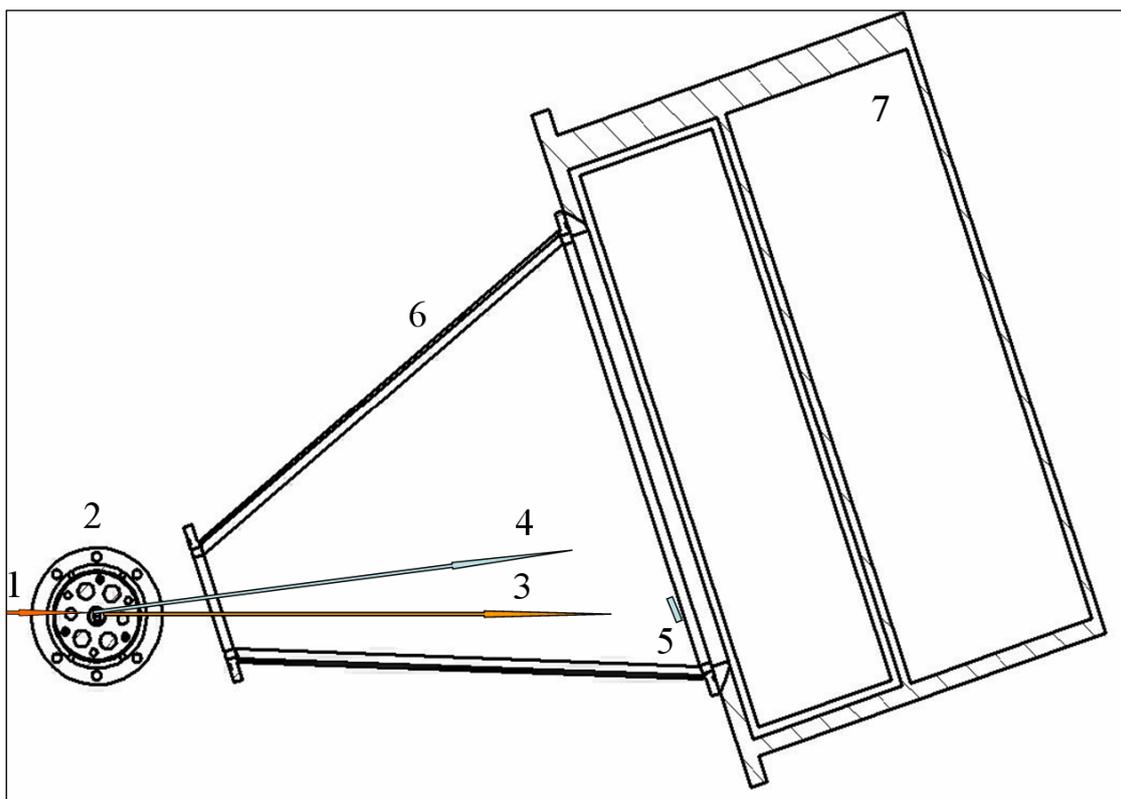


Рисунок.2 – Установка для малоугловых исследований.

Однокоординатные детекторы фиксируют рассеяное излучение одновременно в некотором интервале углов. Таким образом, их эффективность возрастает в [угловой диапазон]/[угловое разрешение]  $\sim 10^2$ - $10^3$  раз. Следует отметить, что временное разрешение при этом составляет 1 мс и меньше. Этот тип детекторов наиболее распространен ввиду более простой конструкции и электроники. Одним из лучших представителей считается разработанный в ИЯФ ОД-3 на основе многопроволочной пропорциональной газовой камеры. У одной из модификаций следующие параметры:

- угловой диапазон –  $\sim 30$  градусов
- количество каналов – 3328
- минимальное время кадра – 1 мкс
- количество кадров в цикле - 64
- быстродействие – 10 МГц

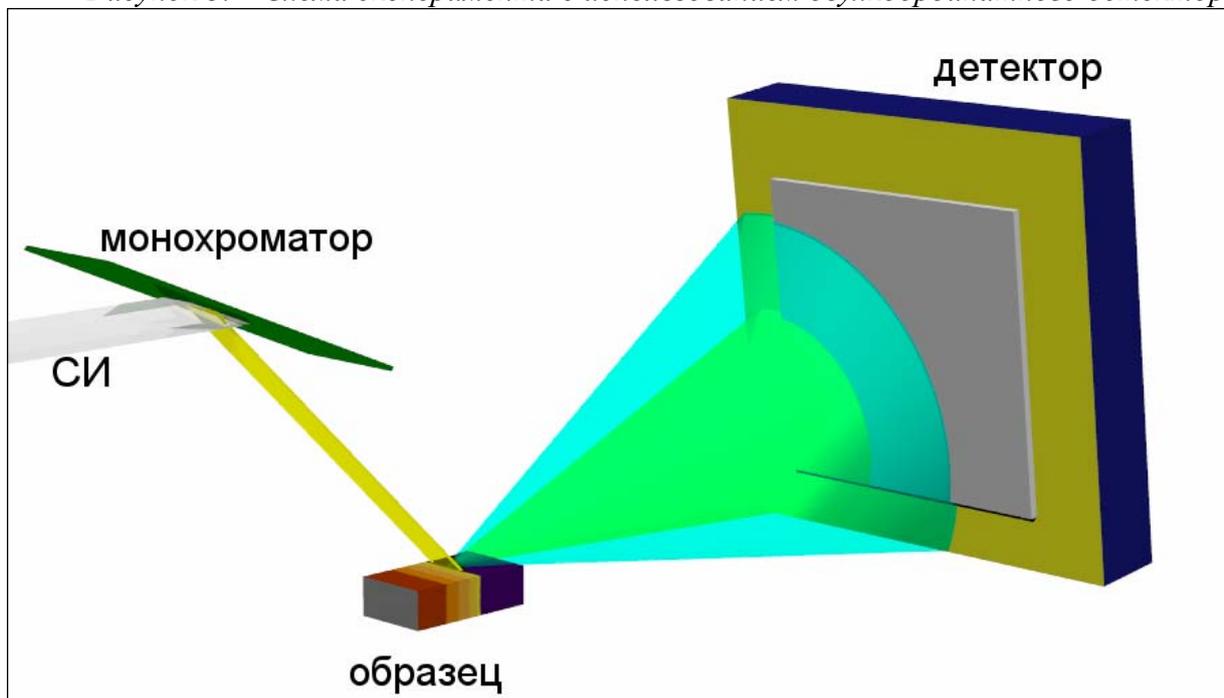
Поскольку однокоординатные детекторы делают некоторое сечение дифракционного конуса, то их применение предполагает ограничения к образцам:

- они должны быть либо мелкокристаллическими, однородными для равномерности дифракционных конусов и отсутствия ярких пятен от отдельных кристалликов (наиболее распространенный случай),
- либо иметь определенную (заданную) конфигурацию этих конусов (например, при изучении текстурированных образцов).

Последнее достигается соответствующей постановкой эксперимента. Кроме того, исследование детерминированного циклического процесса (например, быстрая релаксация в кристаллах, мышце и т.д.) можно проводить его многократным запуском, привязывая начало к моменту старта детектора и последующим суммированием интенсивностей в одни и те же интервалы времени.

Дальнейшее увеличение апертуры регистрирующей системы происходит при использовании двухкоординатных детекторов. На рисунке 3 показана схема постановки эксперимента.

Рисунок 3. – Схема эксперимента с использованием двухкоординатного детектора



В этом случае получается наиболее полная информация об объекте – возможная текстура, зернистость и т.п. Однако на сегодняшний день нет детекторов, которые одновременно сочетали бы в себе высокое пространственное и временное разрешение. Так, например, детекторы на основе ImagePlate при пространственном разрешении 50-100 мкм требуют несколько минут на сканирование, а детектор ДЕД-5 с минимальным временем одного кадра 100 мкс имеет пространственное разрешение 1.5x1.5 мм. Детекторы с CCD-матрицами считывают данные 2-5 с. Таким образом, целесообразность той или иной схемы эксперимента определяется объектом исследования.

С помощью двухкоординатного детектора ДЕД-5, несмотря на его плохие характеристики по пространственному разрешению, удалось получить данные по кинетике в СВС процессе (Ni+Al) с разрешением в 40 мс в порошках за счет интегрирования интенсивности по дифракционной дуге. Это как раз тот случай, когда при малом количестве дифракционных линий их размытие не критично. Кроме того, были обнаружены некоторые особенности образования конечных продуктов. При исследовании пленок в той же системе время было сокращено до 3 мс за счет текстуры образцов, т.е. наличия интенсивных фрагментов дифракционных конусов.

Описанные выше методы и аппаратура относились к исследованиям на монохроматическом излучении. На полихроматическом («белом») вместо измерения зависимости интенсивности рассеяния от угла можно измерять зависимость интенсивности от энергии при фиксированном угле регистрации. Этот метод называется энергодисперсионной дифрактометрией. Обычно он применяется в тех случаях, когда невозможно вывести излучение в широком угловом диапазоне. Например, установках, работающих при высоких давлениях и/или температуре. Тогда ввод и вывод осуществляются через довольно малые отверстия. Регистрация производится энергодисперсионными детекторами. Следует отметить, что точность получаемых данных определяется их энергетическим разрешением (порядка 140 эВ) и пока хуже, чем в традиционной дифрактометрии. Кроме того, эти детекторы имеют небольшие загрузочные способности.

# ИСПОЛЬЗОВАНИЕ СИ ДЛЯ РЕШЕНИЯ ЗАДАЧ ГЛУБИННОЙ ПЕТРОЛОГИИ

Шацкий В.С.  
ИГМ СО РАН

С целью изучения микрогетерогенности в ксенолитах мантийных пород с использованием синхротронного излучения развиты методы компьютерной рентгеновской томографии (ВРТ) и сканирующего рентгенофлуоресцентного анализа на пучках синхротронного излучения (сканирующий РФА СИ) для изучения пространственного распределения пороодообразующих и некогерентных элементов.

Метод ВРТ позволяет получать трехмерные данные о внутренней структуре образца без его разрушения. Суть метода заключается в просвечивании образца рентгеновскими лучами, которые по-разному поглощаются в его различных областях. В качестве источника рентгеновского излучения было использовано синхротронное излучение (СИ) из накопителя ВЭПП-3 (Новосибирск, Россия). СИ является наиболее ярким источником излучения в рентгеновском диапазоне, на 3-4 порядка превышая поток фотонов от обычных рентгеновских аппаратов. Это позволяет получать качественные изображения проекций внутренней структуры объекта с высоким пространственным разрешением, при достаточно малом времени экспозиции. Вторым преимуществом СИ, является его малая угловая расходимость, порядка 0.2 мрад, что позволило использовать алгоритм для пучка с параллельной геометрией, в результате упростить процедуру восстановления и улучшить качество получаемого трехмерного изображения объекта.

В экспериментальном боксе были установлены входные щели, установка позиционирования и вращения образца, блок подстройки кристаллов с ассиметричным срезом и двухкоординатный детектор. Входные щели были необходимы для формирования профиля падающего на образец пучка и отсечки рассеянного излучения. Образец располагался на гониометре с вертикальной осью вращения служащий для изменения угла при получении проекционных данных. Угловая точность гониометра обеспечивала прецизионное вращение образца с точностью порядка  $10^{-3}$  градуса. Образец с гониометром имел возможность хода по вертикали и смещения в поперечном, по отношению к пучку, направлении с точностью 1 мкм. В качестве детектора рентгеновского излучения была использована CCD матрица, фирмы «Photonic science», состоящая из  $4008 \times 2670$  элементов. Размер одного элемента матрицы составлял  $16 \times 16$  мкм. Для увеличения динамического диапазона регистрации и уменьшения темного шума, матрица имела систему охлаждения, выполненную на элементах Пельтье.

В работах по изучению образцов алмазонасной породы использовалось полихроматическое рентгеновское излучение. Было проведено исследований с различными тест объектами для нахождения оптимальных фильтров, которые позволяли получать качественные изображения изучаемых образцов.

Для изучения химической гетерогенности образцов ксенолитов пород верхней мантии была разработана и изготовлена новая система сканирования образцов при проведении рентгенофлуоресцентного анализа на пучках синхротронного излучения. Новый сканер представляет собой устройство, позволяющее перемещать образец относительно пучка СИ по одной угловой (в плоскости пучка) и трём линейным координатам. При этом перемещение перпендикулярно медианной плоскости падающего пучка СИ (ось Z) автоматизировано, перемещение по другим координатам (X, Y) и углу ( $\phi$ ) носит характер подстроечных и осуществляется при помощи ручных микровинтов.

Для определения основных технических характеристик станции были проведены тестовые измерения никелевой сетки с периодом 120 мкм. Монохроматизация синхротронного излучения производилась с использованием двухкристального монохроматора на основе кристалла Si (111). Для регистрации излучения был использован

полупроводниковый Si (Li) детектор «XR-100CR» производства фирмы «AMPTЕК inc» с энергетическим разрешением 180 эВ. Измерения проводились при энергии возбуждающего пучка 19 кэВ, время набора спектра в каждой точке составляло 60 сек, сканирование проводилось с шагом 10 мкм.

На основании данных о минеральном составе и расчетных коэффициентах рентгеновского ослабления порообразующих и второстепенных минералов были получены данные о текстурных особенностях и распределении кристаллов алмазов в объеме алмазоносных пород контрастного состава.

Было проведено исследование ряда уникальных ксенолитов алмазоносных эклогитов из кимберлитовой трубки Удачная. Высокое содержание алмазов сделало возможным изучить пространственное распределение алмазов и их взаимоотношения с минералами матрицы. Трехмерная высокоразрешающая компьютерная рентгеновская томография показала множество алмазов и их взаимоотношения с минералами матрицы. Исследования ксенолитов алмазоносных эклогитов выявило у них гетерогенность на разном уровне. При изучении ксенолитов применялся широкий набор методов исследования включающий: рентгеноспектральный микроанализ, рентгеновскую компьютерную томографию, ионный зонд, масс-спектрометрию с индуктивно связанной плазмой с лазерной абляцией, ИК-Фурье спектроскопию, ЭПР, РФА-СИ, сканирующий электронный микроскоп с энергодисперсионным спектрометром, масс-спектрометрию.

Исследование СИ-ВРТ показало, что алмазы в неоднородном ксенолите Уд-111/02 распределены весьма неравномерно. Их содержание максимально в части ксенолита, с высоконатровым пироксеном, в переходной зоне количество алмазов значительно уменьшается, а в магнезиальной части ксенолита алмазы практически отсутствуют. Как правило, алмазы встречаются в межзерновом пространстве и окружены вторичными минералами. Однако данные рентгеновской томографии также свидетельствуют о том, что часть алмазов иногда присутствует в виде включений в зернах пироксенов и гранатов.

Химическая неоднородность в ксенолите возникла на поздних этапах истории породы. Можно предположить, что появление неоднородности было связано с образованием алмазов второй генерации. Характер химической неоднородности свидетельствует значительной роли диффузионного переноса в её формировании. Градиент концентраций петрогенных элементов при отсутствии зональности в зернах может существовать только в условиях преобладания объемной диффузии и подавленной зернограничной диффузии. Присутствие флюида или расплава значительно увеличивает скорость межзерновой диффузии. Поэтому особенности химической неоднородности породы указывают на ограниченное время присутствия или полное отсутствие флюидной фазы в системе в период пребывания в мантии после образования алмазов.

Ксенолит Уд-107 (18 см по длинной оси, вес 6,9 кг) сложен крупными, часто идиоморфными кристаллами пироксена, размер которых достигает 30 мм и округлыми зернами граната, размер которых не превышает 5 мм. В отличие от описанных ранее ксенолитов эклогитов из трубки Удачная (Sobolev et al. 1994, Jacob et al., 1994, Taylor, Anand, 2004) содержание граната в исследованном образце не превышает 15%. В значительном количестве встречаются сульфиды (около 5%) и флогопит (5-7%). Сульфиды расположены в межзерновом пространстве, а также в виде включений в пироксене и гранате. Флогопит замещает зерна пироксена и граната и встречается в виде идиоморфных зерен. По флогопиту развивается тальк. В небольшом количестве отмечается рутил, который присутствует в виде идиоморфных включений в гранате, иногда в ассоциации с сульфидами. Распределение минералов в пределах ксенолита неравномерно. Отмечаются зоны обогащенные флогопитом и гранатом. Алмазы распределены в ксенолите крайне неравномерно. По данным рентгеновской томографии алмазы встречаются в межзерновом пространстве. Выделяются линейные зоны, обогащенные алмазами. Они часто встречаются в виде сростков и образуют жилы и шпирры.

Ксенолит эклогита UDR (10x9x5 см, вес около 800 г) представляет собой биминеральный эклогит, сложенный темно-зелеными ксеноморфными зернами клинопироксена (5-10 мм) и округлыми зернами граната (3-10 мм), составляющими 55% и 45% объема породы соответственно. В ксенолите наблюдаются участки частичного плавления. Зерна граната и пироксена пересекают жилки, состоящие из стекла и продуктов его замещения. В стекле, выполняющем жилки в гранате отмечаются кристаллы шпинели. Вокруг участков частичного плавления в пироксене наблюдаются часто описываемые в литературе так называемые «губчатые структуры».

Проведено сканирование пластин изготовленных из ксенолитов деформированных гранатовых перидотитов (Уд 11-04, Уд 1-07) и эклогита (Уд 45-04). Как видно на приведенном рисунке 1 в ксенолите Уд 11-04 от центра к краю наблюдается закономерное уменьшение содержания железа и никеля. При сканировании этого образца с большим разрешением установлено обогащение титаном на границе гранат-оливиновая матрица (Рис.2). Зональность по распределению железа установлено в ксенолите эклогита Уд 45-04 (Рис.3). Данные сканирования свидетельствуют о том, что значительная часть К, Rb, Sr находится в межзерновом пространстве. В образце гранатового лерцолита Уд 1-07 наблюдается сопряженное изменение содержания железа и никеля вдоль пластины вырезанной по длинной оси ксенолита. Данные сканирования показывают, что ряд элементов находятся, главным образом, в межзерновом пространстве.

Кроме этого проводились исследования внутренней структуры алмазов с использованием монохроматического излучения, которое в зависимости от образцов варьировалось от 10 до 11 кэВ. Определенные в результате исследования особенности зонального и зонально-секториального строения алмазов имеют важное значение для определения генетического взаимоотношения и последовательности кристаллизации алмазов. Таким образом, проведенные нами работа показала, что метод ВРТ является весьма эффективным для определения внутреннего строения кристаллов природных алмазов.

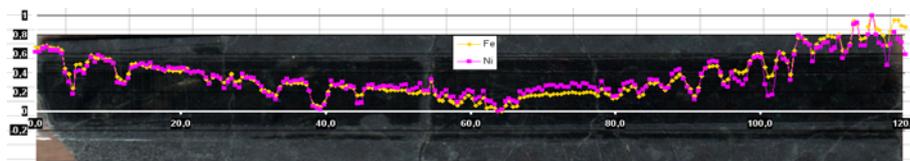


Рис.1 Распределение элементов вдоль профиля сканирования в образце ксенолита деформированного гранатового перидотита Уд 11-04.

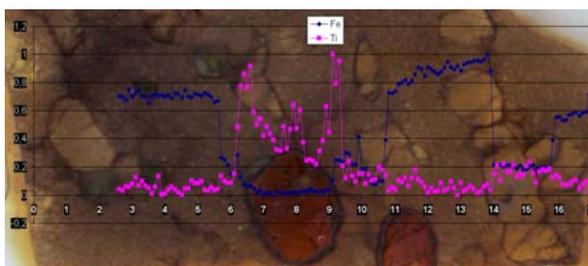


Рис.2 Распределение элементов вдоль профиля сканирования в образце ксенолита деформированного гранатового перидотита Уд 11-04 с пространственным разрешением <50 мкм.

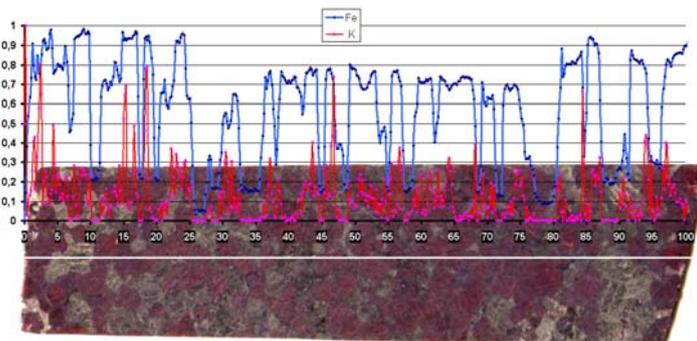


Рис.3 Распределение элементов вдоль профиля сканирования в образце ксенолита эклогита Уд 45-04.



Станция "Аномальное Рассеяние"  
Сибирский Центр Синхротронного Излучения

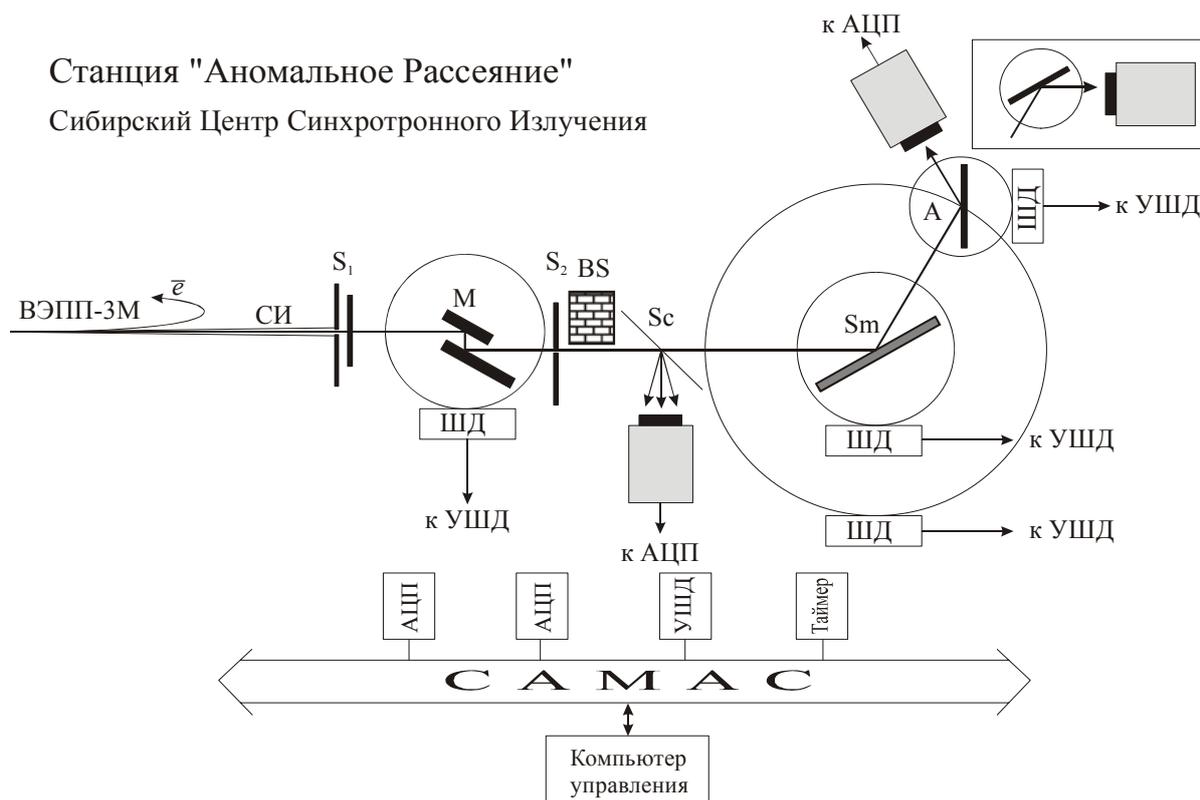


Рис.1. Общая схема станции «Аномальное Рассеяние» в Сибирском Центре СТИ

Общая схема станции “Аномальное Рассеяние” представлена на Рис.1. Поскольку СИ в плоскости орбиты электронов (горизонтальной плоскости) имеет линейную поляризацию, выбрана вертикальная плоскость дифракции. Апертура входного пучка СИ формируется горизонтальными и вертикальными входными танталовыми щелями, имеющими размеры соответственно 1 и 5 мм. Расстояние от точки излучения до входных щелей станции  $\sim 10$  м. Для монохроматизации первичного “белого” пучка СИ используется совершенный плоский кристалл Si с прорезью по рабочей плоскости 111. Такой кристалл обеспечивает получение монохроматического излучения в диапазоне длин волн от 0.5 до 4 Å со степенью монохроматизации  $\Delta\lambda/\lambda \sim (1-3) \cdot 10^{-4}$ . За монохроматором установлена горизонтальная фоновая щель и танталовая ловушка прямого пучка, прошедшего сквозь кристалл. Мониторинг интенсивности входного монохроматического пучка осуществляется сцинтилляционным детектором “сцинтиллятор NaI(Tl) – фотоумножитель ФЭУ-130” по интенсивности излучения, рассеянного на тонкой (1–10 μм) лавсановой плёнке. Детектор имеет амплитудное разрешение  $\sim 40\%$  и работает в режиме счёта импульсов. Типичное значение интенсивности в мониторе  $(3-8) \cdot 10^4$  фотон/сек в зависимости от энергии излучения и тока в накопителе. Кроме того, этот детектор используется при настройке монохроматора на нужную длину волны излучения. Для этого на место лавсановой плёнки устанавливается рассеиватель, содержащий элемент, край поглощения которого близок к требуемой длине волны, и снимается его спектр поглощения по флюоресценции. Затем, используя край поглощения как репер, производится настройка монохроматора на нужную длину волны. При этом ошибка как правило не превышает  $(1-5) \cdot 10^{-4}$  Å. Точное значение длины волны определяется обычно по положению рефлексов эталонного образца в области больших углов  $2\Theta \sim 120^\circ$ .

Дифрактометр, установленный на станции, создан на базе двух прецизионных гониометров производства фирмы Microcontrol, обеспечивающих независимое движение образца и детектора с минимальным шагом по углу  $2\Theta = 0.001^\circ$ . Регистрация дифрагированного излучения осуществляется детектором, аналогичным используемому

для мониторинга входного пучка. Сигнал с детектора поступает на вход анализатора спектра, пороги дискриминации которого установлены так, чтобы исключить регистрацию излучения высших гармоник.

Управление станцией производится с помощью комплекса автоматизации на базе персонального компьютера IBM PC. Система осуществляет контроль состояния станции, обеспечивает сбор данных в процессе эксперимента, первичную обработку и перенос данных на другие типы машин.

Между образцом и детектором установлен плоский кристалл-анализатор А, обеспечивающий регистрацию излучения детектором только в том случае, если выполнено условие Брэгга  $2d_a \sin \Theta_a = \lambda_m$ , где индексы  $a$  и  $m$  относятся соответственно к анализатору и монохроматору. Этот кристалл не только подавляет флюоресценцию с образца, но также играет роль узкой “приёмной щели” с шириной порядка ширины кривой качания кристалла. Инструментальное разрешение дифрактометра поэтому зависит от типа кристалла, применяемого в качестве анализатора.

Применение кристалла-анализатора делает дифрактометр нечувствительным к таким ошибкам юстировки как смещение образца относительно оси гониометра и нарушение соотношения  $\Theta-2\Theta$ . Иллюстрация работы кристалла-анализатора в этих случаях приведена на Рис.2.

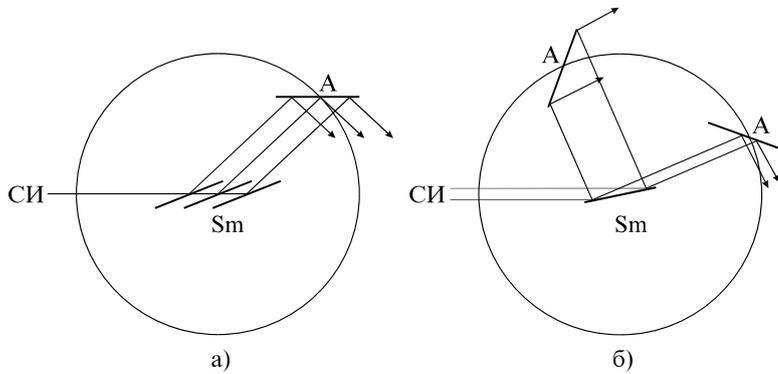


Рис.2. Работа кристалла-анализатора в случаях: а) смещения образца относительно оси гониометра; б) нарушения соотношения  $\Theta-2\Theta$ .

Предполагая, что функции пропускания всех оптических элементов дифрактометра, а также угловое распределение интенсивности пучка СИ имеют гауссову форму, можно оценить инструментальное разрешение дифрактометра. Для инструментальных конфигураций, изображённых на Рис.1 (монохроматор и анализатор – совершенные кристаллы, монохроматор антипараллелен образцу, анализатор параллелен и антипараллелен образцу) ширина инструментальной функции в зависимости от угла  $2\Theta$  описывается формулой:

$$(\Delta_{instr}(2\Theta))^2 = \Delta_a^2 + \frac{1}{2} \left( 2\sigma_{3,4} \frac{tg\Theta}{tg\Theta_m} - \frac{tg\Theta_a}{tg\Theta_m} \right)^2 \Delta_m^2 + \left( \sigma_{3,4} + 2\sigma_{3,4} \frac{tg\Theta}{tg\Theta_m} - \frac{tg\Theta_a}{tg\Theta_m} \right)^2 \alpha^2,$$

где  $\Delta_a$ ,  $\Delta_m$ , – соответственно, ширины рефлексов анализатора и монохроматора,  $\alpha$  – расходимость пучка СИ в вертикальной плоскости,  $\Theta_a$ ,  $\Theta_m$  – углы Брэгга анализатора и монохроматора,  $\sigma_{3,4} = \pm 1$  для конфигураций соответственно с параллельными и антипараллельными образцом и анализатором.

Существенный вклад в ширину рефлексов вносит расходимость дифрагированного пучка в плоскости, перпендикулярной плоскости дифракции (азимутальная расходимость). Особенно заметен этот вклад в малых углах дифракции. Зависимость уширения рефлексов вследствие этой расходимости от угла дифракции описывается выражением:

$$\Delta_H(2\Theta) = (0.25\Phi)^2 (ctg2\Theta + tg\Theta_a),$$

где  $\Phi$  – азимутальная расходимость дифрагированного пучка. Предполагая, что форма этой функции также является гауссовой, это дополнительное уширение можно учесть по формуле:

$$(\Delta(2\Theta))^2 = (\Delta_{instr}(2\Theta))^2 + (\Delta_H(2\Theta))^2.$$

Аналогично может быть учтен вклад уширения вследствие конечных размеров областей когерентного рассеяния частиц образца. Величина этого уширения, согласно известной формуле Шеррера,  $\Delta_S(2\Theta) = 0.94\lambda/(L \cos \Theta)$ , где  $L$  – размер кристаллитов в образце.

$$(\Delta_{tot}(2\Theta))^2 = (\Delta_{instr}(2\Theta))^2 + (\Delta_H(2\Theta))^2 + (\Delta_S(2\Theta))^2.$$

Результаты экспериментальных измерений и теоретических расчётов инструментального разрешения дифрактометра представлены на Рис.3. Нижний и верхний графики относятся, соответственно, к бездисперсионной и дисперсионной конфигурациям; кривая (a) есть зависимость уширения линий вследствие размерного эффекта; кривые (b) и (c) изображают инструментальную функцию, вычисленную по формуле (4), для бездисперсионной и дисперсионной схем, соответственно; кривые (d) и (e) есть теоретический расчёт полной ширины линий с учётом азимутальной расходимости дифрагированного пучка и размерного эффекта для тех же схем.

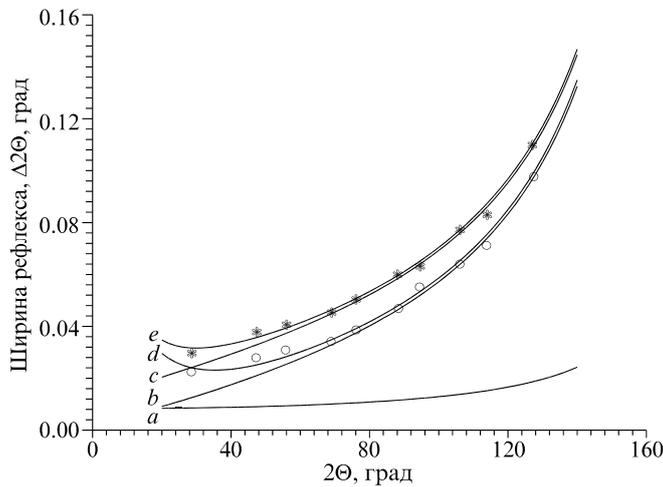


Рис.3. Зависимость ширины инструментальной функции от угла дифракции  $2\Theta$ .

Из формулы для расчёта ширины инструментальной функции видно, что при использовании совершенных кристаллов в качестве монохроматора и анализатора основной вклад в ширину функции инструментального разрешения дифрактометра вносит расходимость первичного пучка.

### ***Применение эффекта аномального рассеяния в структурных исследованиях.***

Обладая непрерывным гладким спектром в широком диапазоне энергий фотонов, синхротронное излучение (СИ) позволяет в каждом конкретном эксперименте по исследованию структуры материалов дифракционными методами выбирать наиболее удобную энергию излучения, а также использовать в структурных исследованиях эффект аномального рассеяния.

В классической электродинамике при рассмотрении взаимодействия электромагнитных волн с веществом вводится понятие дисперсии диэлектрической проницаемости, т.е. зависимости диэлектрической проницаемости среды от частоты падающей электромагнитной волны. В области очень больших частот такая зависимость имеет вид:

$$\varepsilon(\omega) = 1 - \frac{4\pi N e^2}{m\omega^2},$$

где  $N$  есть число электронов во всех атомах единицы объема вещества,  $e$  и  $m$  – заряд и масса электрона, соответственно. Классическая теория дисперсии предполагает, что атомы рассеивают электромагнитное излучение так, как будто они содержат диполи с некоторыми определенными собственными частотами. Эти частоты обычно отождествляют с частотами поглощения атомов, и формула для диэлектрической проницаемости справедлива для частот, далеких от частот поглощения. Рассеивающие диполи можно рассматривать как осцилляторы, совершающие простые гармонические колебания зарядов  $\pm e$  с относительным смещением  $x$  за время  $t$ . В поле падающей волны  $E_0 e^{i(kx - \omega t)}$  колеблющийся диполь становится источником рассеянной сферической волны с амплитудой на расстоянии единицы

$$A = \frac{e^2}{mc^2} \frac{\omega^2 E_0}{\omega_0^2 - \omega^2 + ik\omega}.$$

Функция атомного рассеяния, или атомный фактор рассеяния, определяется как отношение амплитуды волны, рассеянной осциллятором, к амплитуде волны, рассеянной свободным электроном. Для свободного электрона амплитуда рассеянной волны определяется выражением  $A' = -(e^2/mc^2)E_0$ , поэтому функция рассеяния диполя с собственной частотой  $\omega_0$  в случае падающей волны с частотой  $\omega$  дается выражением:

$$f = \frac{\omega^2}{\omega_0^2 - \omega^2 + ik\omega}.$$

Атомный фактор рассеяния однозначно связан с показателем преломления среды:

$$n = 1 - \frac{2\pi N e^2}{m\omega^2} f$$

Если  $\omega \ll \omega_0$ , то показатель преломления больше 1, если  $\omega \gg \omega_0$ , что обычно имеет место для рентгеновского излучения, показатель преломления меньше 1; в этом случае при достаточно малых углах падения излучения на границу раздела «среда–вакуум» возникает эффект полного внешнего отражения. Согласно определению,  $f$  есть величина комплексная. Можно записать:

$$f = f' + if'', \quad n = 1 - \alpha - i\beta,$$

так что

$$\alpha = \frac{2\pi N e^2}{m\omega^2} f', \quad \beta = \frac{2\pi N e^2}{m\omega^2} f''.$$

Тогда у среды будет коэффициент поглощения  $\mu_0$  для излучения с частотой  $\omega$ :

$$\mu_0 = \frac{4\pi N e^2}{m\omega c} f'',$$

где  $f''$  есть мнимая часть атомного фактора рассеяния.

Таким образом, атомный фактор рассеяния зависит от частоты падающего излучения. Эффект аномального рассеяния заключается в селективном изменении фактора рассеяния атомов определенного химического элемента при приближении энергии падающего на исследуемый образец излучения к энергии края поглощения этого элемента. Фактор рассеяния атома удобно представлять не в виде суммы действительной и мнимой компонент, а в виде суммы не зависящего от частоты (энергии) падающего излучения нерезонансного фактора рассеяния и зависящих от энергии действительной и мнимой дисперсионных поправок. Такое представление имеет вид:

$$f(s, E) = f_0(s) + \Delta f'(E) + i\Delta f''(E),$$

где  $f_0(s)$  - не зависящая от энергии часть фактора рассеяния,  $\Delta f'(E)$  и  $\Delta f''(E)$  - действительная и мнимая дисперсионные поправки.

Дисперсионные поправки могут быть определены различными способами, например, интерферометрическим методом или из спектра поглощения с использованием соотношений Крамерса–Кронига, связывающих между собой действительную и мнимую дисперсионные поправки:

$$f'(\omega) = \frac{2}{\pi} v.p. \int_0^{\infty} \frac{\omega' f''(\omega')}{\omega^2 - \omega'^2} d\omega'$$

$$f''(\omega) = -\frac{2\omega}{\pi} v.p. \int_0^{\infty} \frac{f'(\omega')}{\omega^2 - \omega'^2} d\omega'$$

где интегралы берутся в смысле главного значения по Коши.

На Рис.4 представлен характерный вид нерезонансной части атомного фактора рассеяния в зависимости от вектора рассеяния, а на Рис.5 приведены действительная и мнимая дисперсионные поправки в зависимости от энергии излучения для никеля.

В области энергий до края поглощения существенную роль играет действительная часть дисперсионной поправки, тогда как мнимая часть близка к нулю и резко возрастает при переходе энергии излучения за край поглощения данного элемента. Если интенсивности рассеяния получены на энергиях вблизи и вдали от края поглощения со стороны низких энергий (без учета  $\Delta f''(E)$ ), разница интенсивности дифракционных максимумов выражается формулой:

$$\Delta I = I(E_2) - I(E_1) = 2\Delta f'_a \sum_i f_i e^{-ik(x_i - x_a)},$$

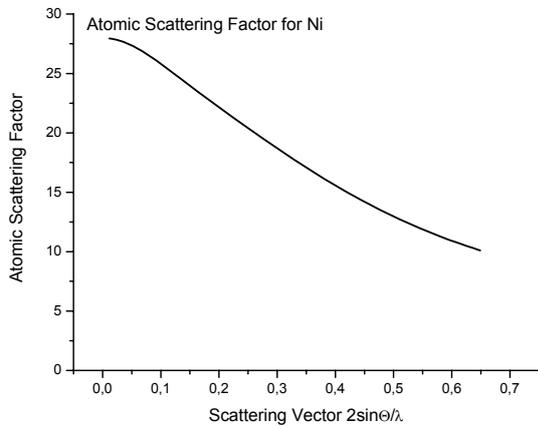


Рис.4. Зависимость фактора рассеяния Ni от угла рассеяния.

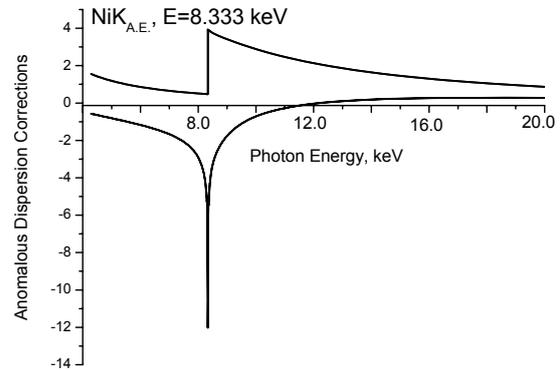


Рис.5. Действительная и мнимая дисперсионные поправки для Ni в зависимости от энергии излучения.

где  $\Delta f'_a$  - действительная часть дисперсионной поправки для аномально рассеивающего атома,  $f_i$  - факторы рассеяния атомов, входящих в структуру,  $x_i$  - координаты атомов в элементарной ячейке. Суммирование ведется по всем атомам в ячейке.

В случае кристаллических материалов применение метода аномального рассеяния особенно эффективно, когда в исследуемом материале присутствуют атомы с близкими атомными номерами. Селективное изменение фактора рассеяния одного из типов атомов позволяет по изменению интенсивности дифракционных максимумов локализовать в структуре атомы данного типа.

Применительно к рентгенофазовому анализу, эффект аномального рассеяния может помочь в идентификации определенной фазы, например, при значительном перекрытии

рефлексов двух различных фаз, одна из которых содержит аномально рассеивающие атомы.

При исследовании слабокристаллизованных, высокодисперсных и аморфных материалов разностная интенсивность рассеяния может быть выражена через парциальные функции радиального распределения электронной плотности  $\rho_{Ab}(r)$  вокруг атомов определенного сорта:

$$\Delta I(s) = 2n_A (\Delta f'_A(E_1) - \Delta f'_A(E_2)) \left\{ f_A^0(s) + \sum_{a=1}^n f_a(s) \int_0^{\infty} 4\pi r^2 (\rho_{Aa}(r) - \rho_{0a}) \frac{\sin(sr)}{sr} dr \right\}.$$

Парциальная функция радиального распределения атомов  $\rho_{Aa}(r)$  получается преобразованием Фурье разностной интенсивности рассеяния:

$$4\pi r^2 \rho_{Aa}(r) \sum_{a=1}^n k_a = 4\pi r^2 \rho_0 \sum_{a=1}^n k_a + \frac{2r}{\pi} \int_{s_{\min}}^{s_{\max}} \frac{\Delta I(s) - 2n_A (\Delta f'_A(E_1) - \Delta f'_A(E_2)) f_A^0(s)}{2n_A (\Delta f'_A(E_1) - \Delta f'_A(E_2)) f_e(s)} \cdot \frac{\sin(sr)}{sr} ds$$

Традиционный метод радиального распределения электронной плотности дает в результате набор всех парных корреляционных функций (парциальных функций радиального распределения электронной плотности), присутствующих в данном образце. При этом не имеется каких-либо принципиальных условий на количество регистрируемых координационных сфер. Использование эффекта аномального рассеяния существенно улучшает данный метод, придавая ему селективность. Ограничением метода РРЭП с использованием эффекта аномального рассеяния следует считать его практическую непригодность для исследования окружения лёгких атомов, например, атомов  $3d$ -переходных металлов. Как известно, в традиционном методе РРЭП обычно используют излучение с малой длиной волны ( $\text{MoK}_\alpha$ ,  $\text{AgK}_\alpha$ ) для увеличения диапазона векторов рассеяния  $s = 2 \sin \Theta / \lambda$  и, следовательно, повышения разрешающей способности метода. Поскольку края поглощения лёгких элементов лежат в области энергий  $<10$ – $11$  keV, диапазон  $s$  в этом случае оказывается малым, вследствие чего координационные пики на кривой РРЭП получаются размытыми. Наилучшие результаты применения метода РРЭП с использованием эффекта аномального рассеяния следует ожидать при исследовании окружения атомов, края поглощения которых лежат в области энергий от 20 до 60 keV. Поскольку можно использовать эффект аномального рассеяния как вблизи  $K$ -края поглощения, так и вблизи  $L$ -краёв, в таком диапазоне энергий можно исследовать практически все элементы таблицы Менделеева за исключением расположенных до циркония.

## Список участников

Фамилия	ИО	Город	Организация	Email
Базарова	Екатерина Петровна	Иркутск	Институт земной коры СО РАН	bazarova@crust.irk.ru
Беккер	Татьяна	Новосибирск	ОИГТМ СО РАН	Tatyana Bekker <tatyana_bekker@mail.ru>
Булавченко	Ольга Александровна	Новосибирск	Институт катализа им. Борескова СО РАН	isizy@catalysis.ru
Вахнина	Ирина Леонидовна	Чита	Институт природных ресурсов, экологии и криологии СО РАН	vahnina_il@mail.ru
Галиева	Елена Геннадьевна	Екатеринбург	Институт физики металлов УрО РАН	physicsmet@yandex.ru
Галимов	Руслан Маликович	Томск	Национальный исследовательский Томский политехнический университет	Rusya87@sibmail.com
Герасимов	Евгений Юрьевич	Новосибирск	Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН	gerasimov@catalysis.ru
Гогин	Андрей Александрович	Москва	Московский Государственный Университет имени М.В.Ломоносова, Институт кристаллографии РАН	vaskrolikov@yandex.ru
Голубцов	Сергей Константинович	Новосибирск	Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН	Baars86@mail.ru
Гребенькова	Юлия Эрнестовна	Красноярск	Институт физики им. Л.В.Киренского СО РАН	ulia_vezar@mail.ru
Дарьин	Федор Андреевич	Новосибирск	Сибирская Государственная Геодезическая Академия	fdaryin@gmail.com
Дарьин	Андрей Викторович	Новосибирск	Институт геологии и минералогии СО РАН	avd@uiggm.nsc.ru
Заверткин	Павел Сергеевич	Новосибирск	Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН	sbfr@mail.ru
Зверева	Валентина Викторовна	Новосибирск	Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН	valizant@mail.ru
Ивлюшкин	Денис Валерьевич	Новосибирск	Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН	denis.ivlyushkin@gmail.com
Ищенко	Евгения Викторовна	Новосибирск	Институт катализа им. Г.К.Борескова СО РАН	lazareva@catalysis.ru
Ищенко	Аркадий Владимирович	Новосибирск	Институт ядерной физики им. Г.К.Борескова СО РАН	arcady.ishchenko@gmail.com
Калугин	Иван Александрович	Новосибирск	Институт геологии и минералогии им Н.В.Соболева СО РАН	ikalugin@uiggm.nsc.ru
Кашкаров	Алексей Олегович	Новосибирск	Институт гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО РАН	kashkarov@hydro.nsc.ru
Квасов	Алексей Александрович	Новосибирск	Институт химической кинетики и горения СО РАН	kvasov.a.a@gmail.com
Кибис	Лидия Сергеевна	Новосибирск	Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН	kibis@catalysis.ru
Кох	Константин Александрович	Новосибирск	Институт геологии и минералогии им. В.С.Соболева СО РАН	k.a.kokh@gmail.com
Кузнецов	Андрей Александрович	Москва	Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Московский государственный университет имени М. В. Ломоносова	lucoz@rambler.ru
Кузнецов	Алексей Геннадьевич	Новосибирск	Институт автоматизации и электротехники СО РАН	leks.kuznecov@gmail.com
Кульков	Алексей Сергеевич	Томск	Томский госуниверситет	kulkov@ms.tsc.ru
Курсите	Рита Альбертовна	Томск	Томский госуниверситет	kulkov@ms.tsc.ru

Лазарев	Сергей Владимирович	Германия	Karlsruhe Institute of Technology (KIT)	Sergey.Lazarev@iss.fzk.de
Левин	Алексей Владимирович	Иркутск	Институт Земной коры СО РАН	aleksrust@rambler.ru
Легкодымов	Александр Алексеевич	Новосибирск	Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН	a_legkodymov@mail.ru
Лемзяков	Алексей Георгиевич	Новосибирск	НГТУ	Alus@ngs.ru
Литасов	Константин Дмитриевич	Новосибирск	Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева СО РАН	klitasov@uiggm.nsc.ru
Лобанов	Сергей Сергеевич	Новосибирск	Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева СО РАН	geoggf@ngs.ru
Максимов	Михаил Андреевич	Новосибирск	Новосибирский государственный университет	gosulation@hotmail.com
Маркова	Юлия Николаевна	Иркутск	Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН	julia7910@yandex.ru
Машковцев	Михаил Рудольфович	Новосибирск	Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН	mashkovtcev@rambler.ru
Меренцов	Александр Ильич	Екатеринбург	Институт физики металлов УрО РАН	Alex_fisik@mail.ru
Неклюдова	Мария	Новосибирск	Новосибирский Государственный Университет	nmx@ngs.ru
Николаева	Ольга Александровна	Новосибирск	Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН	nikolga@catalysis.ru
Овчинников	Дмитрий Викторович	Красноярск	Институт леса им. В.Н. Сукачева СО РАН	dovch@mail.ru
Орешко	Алексей Павлович	Москва	МГУ имени М.В.Ломоносова, физический факультет	oreshko@mail.ru
Пахнатов	Олег Викторович	Томск	Отдел структурной макрокинетики ТНЦ СО РАН, Томский государственный университет	anxiety@mail2000.ru
Платунов	Михаил Сергеевич	Красноярск	Институт физики им. Л. В. Киренского СО РАН	platunov@iph.krasn.ru
Пряничников	Степан	Екатеринбург	Учреждение Российской академии наук Институт металлургии Уральского отделения РАН	stepian@yandex.ru
Ращенко	Сергей Владимирович	Новосибирск	Новосибирский Государственный Университет	rserger@mail.ru
Рудыч	Павел	Новосибирск	Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН	rudych@ngs.ru
Румянцев	Руслан Николаевич	Иваново	ИВАНОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ХИМИКО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ	ilyin@isuct.ru
Саева	Ольга Петровна	Новосибирск	Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А. Трофимука СО РАН	loaf@ngs.ru
Светлякова	Татьяна Николаевна	Новосибирск	Институт Геологии и Минералогии СО РАН	svetlyakovatn@gmail.com
Свинцицкий	Дмитрий Антонович	Новосибирск	Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН	second-fen@list.ru
Семенов	Алексей Михайлович	Новосибирск	Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН	A.M.Semenov@inp.nsk.su
Сереткин	Юрий Владимирович	Новосибирск	Институт геологии и минералогии им. В.С.Соболева СО РАН	yuvs@uiggm.nsc.ru
Силкин	Павел	Красноярск	СФУ, г. Красноярск	Pavel Silkin <pssilk@rambler.ru>
Симонова	Екатерина Александровна	Новосибирск	Институт геологии и минералогии СО РАН	kassyopeya@gmail.com

Скляр	Владислав Фатыхович	Новосибирск	Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН	sklyarovvf@ngs.ru
Скузоватов	Сергей Юрьевич	Новосибирск	Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева СО РАН	justsquall@gmail.com
Слюнченко	Алексей Валерьевич	Новосибирск	Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН	phoenix_352@mail.ru
Соколова	Татьяна Сергеевна	Иркутск	Институт земной коры СО РАН	dor@crust.irk.ru
Солдатов	Артем	Новосибирск	Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН	soldatovartem@ngs.ru
Сороколетов	Дмитрий Сергеевич	Новосибирск	Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН	sorokoletovds@ngs.ru
Титов	Алексей Александрович	Екатеринбург	Учреждение Российской академии наук Институт металлургии Уральского отделения РАН	a.a.titov@mail.ru
Ткачев	Антон Анатольевич	Новосибирск	Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН	938MeV@gmail.com
Трушина	Дарья Борисовна	Москва	МГУ им. Ломоносова (физический факультет), РНЦ Курчатовский Институт	yaasya@mail.ru
Угапьева	Саргылана Семеновна	Якутск	Институт геологии алмаза и благородных металлов СО РАН	Sargylana-Ugapeva@yandex.ru
Фахртдинов	Рашид Рашидович	Москва	Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН	rashid_007@mail.ru
Федосеева	Юлия Владимировна	Новосибирск	Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН	jjulia@ngs.ru
Черепанова	Любовь Александровна	Екатеринбург	Учреждение Российской академии наук Институт металлургии Уральского отделения РАН	freely88@mail.ru
Шарыгин	Игорь Сегеевич	Новосибирск	Институт Геологии и Минералогии им. В.С. Соболева СО РАН	igor.sharygin@gmail.com
Шкодич	Наталья Федоровна	Черноголовка	Учреждение Российской Академии Наук Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН	n.f.shkodich@mail.ru
Яценко	Дмитрий Анатольевич	Новосибирск	Институт катализа им. Борескова СО РАН	yatsenko@catalysis.ru