

*Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения
Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН
АО ФНПЦ "Алтай"
РФЯЦ ВНИИТФ
РФЯЦ ВНИИЭФ*

**Школа по подготовке молодых специалистов
«Использование синхротронного и терагерцового
излучения для исследования высокоэнергетических
материалов»**

15 - 20 сентября 2015 г.

Книга тезисов

Новосибирск, 2015

СОДЕРЖАНИЕ

НАКОПИТЕЛИ ЗАРЯЖЕННЫХ ЧАСТИЦ И ЛАЗЕРЫ НА СВОБОДНЫХ ЭЛЕКТРОНАХ – ИСТОЧНИКИ МОЩНЫХ ПУЧКОВ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ. <i>Г.Н. Кулипанов</i>	5
ПРИМЕНЕНИЕ ИМПУЛЬСНОЙ РАДИОГРАФИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ДЕТОНАЦИОННЫХ ПРОЦЕССОВ. <i>Илькаев Р.И., Панов К.Н., Титова В.Б.</i>	6
ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ СТАНЦИЯ ДЕТОНАЦИЯ НА КАНАЛЕ 7-МИ ПОЛЮСНОЙ ЗМЕЙКИ ВЭПП-4. <i>Б.П.Толочко, М.Р.Шарафутдинов, О.В.Евдоков, И.Л. Жогин, К.А.Тен, А.В.Косов, В.Е. Панченко, К.В.Золотарев, Н.А.Мезенцев, В.М.Аульченко, Л.И.Шехтман, В.В.Жуланов, В.Б.Хлестов, П.А.Пиминов, Е.В.Левичев</i>	7
СТАНЦИЯ «ДИФРАКЦИОННОЕ КИНО» НА КАНАЛЕ 5Б НАКОПИТЕЛЯ ВЭПП-3. <i>М.Р. Шарафутдинов</i>	10
ОДНОКООРДИНАТНЫЙ РЕНТГЕНОВСКИЙ ДЕТЕКТОР ДЛЯ ДИНАМИЧЕСКИХ ЭКСПЕРИМЕНТОВ ПО ПОРОШКОВОЙ ДИФРАКЦИИ ОД-4. <i>В.М.Аульченко, В.В.Жуланов, В.М.Титов, Л.И.Шехтман.</i>	11
СОВРЕМЕННЫЕ ДЕТЕКТОРЫ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ. <i>Л.И.Шехтман</i>	12
ДИФРАКТОМЕТРИЯ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ БЫСТРОПРОТЕКАЮЩИХ ПРОЦЕССОВ. <i>Б.П.Толочко</i>	14
ДЕТЕКТИРОВАНИЕ НАНОСТРУКТУРНЫХ СВОЙСТВ В ДИНАМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССАХ. <i>Тен К.А., Прууэл Э.Р., Кашкаров А.И., Аульченко В.М., Жуланов В.В., Шехтман Л.И., Толочко Б.П.</i>	15
IN SITU ДИФРАКТОМЕТРИЯ НА ПУЧКАХ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ. <i>М.Р. Шарафутдинов</i>	16
РЕНТГЕНОВСКАЯ ТОМОГРАФИЯ И МИКРОСКОПИЯ НА ПУЧКАХ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ. <i>К.Э Купер</i>	17
ПРИМЕНЕНИЕ МИКРОВОЛНОВОЙ ДИАГНОСТИКИ В ИССЛЕДОВАНИИ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ. <i>Шалыгин А.А.</i>	18
ДВУХИМПУЛЬСНЫЙ РЕЖИМ ГЕНЕРАЦИИ ТОРМОЗНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НА УСКОРИТЕЛЕ ИГУР-3,5 ДЛЯ РЕГИСТРАЦИИ БЫСТРОПРОТЕКАЮЩИХ ПРОЦЕССОВ. <i>П.А. Насонов, М.Ю. Столбиков, А.Н. Власов, П.С. Базаров, Д.В. Финашин</i>	19
ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛЕКУЛЯРНОЙ И КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ ВЕЩЕСТВ ПО ДАННЫМ ПОРОШКОВОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ. <i>А. В. Станкевич, Н. П. Тайбинов, О. В. Костицын, Б. Г. Лобойко</i>	20
АЛГОРИТМ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ОБРАБОТКИ ДАННЫХ, ПОЛУЧЕННЫХ ОТ ДЕТЕКТОРА ГАММА – ИЗЛУЧЕНИЯ НА ОСНОВЕ МАТРИЧНОГО СЦИНТИЛЛЯТОРА. <i>Зырянов В.В., Сысков Д.В.</i>	23
РАСЧЕТНО-ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ УСЛОВИЙ ПРЕРЫВАНИЯ РАСПРОСТРАНЕНИЯ ДЕТОНАЦИИ В ПЛОСКИХ СЛОЯХ ПЛАСТИЧЕСКОГО ВВ НА ОСНОВЕ ТЭН. <i>Белякова Т.С., Титова В.Б., Панов К.Н., Корепова Н.В.</i>	24

РАСЧЁТ ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ 1,3,5-ТРИАМИНО-2,4,6-ТРИНИТРОБЕНЗОЛА ПРИ КОНЕЧНЫХ ДАВЛЕНИЯХ И ТЕМПЕРАТУРАХ МЕТОДАМИ КВАНТОВОЙ ХИМИИ. <i>Рыкунов А.А.</i>	25
ОКИСЛЕНИЕ ПОРОШКА АСД-4, МОДИФИЦИРОВАННОГО Са, Ва и V ₂ O ₅ . <i>В.Г. Шевченко, В.Н. Красильников, Д.А. Еселевич, А.В. Конюкова, А.И. Анчаров</i>	26
IN SITU ИССЛЕДОВАНИЕ АВТОКОЛЕБАНИЙ В РЕАКЦИИ ОКИСЛЕНИЯ МЕТАНА НА ПАЛЛАДИИ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКЦИИ. <i>Винокуров З.С., Сараев А.А., Каичев В.В., Шмаков А.Н.</i>	28
ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА ГОДОВЫХ СЛОЕВ ВОБРАЗЦАХ ЗАМОРОЖЕННЫХ ДОННЫХ ОСАДКОВ МЕТОДОМ РФА СИ. <i>Дарьин Ф.А., Ракиун Я.В., Сороколетов Д.С., Дарьин А.В</i>	29
МЕТОД РЕГУЛЯРИЗАЦИИ ТИХОНОВА В ОБРАТНОЙ ЗАДАЧЕ МИКРО-РФА НА ПРИМЕРЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОБНОГО ОБРАЗЦА – ФРАГМЕНТА ЧИПА БИПОЛЯРНОГО ТРАНЗИСТОРА. <i>Сороколетов Д. С., Ракиун Я.В.</i>	30
ИСПОЛЬЗОВАНИЕ GEANT4 ДЛЯ ОЦЕНКИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ПОГЛОЩЕННЫХ ДОЗ ПРИМЕНИТЕЛЬНО К МИКРОПУЧКОВОЙ РАДИОТЕРАПИИ РАКА. <i>Лемзяков А.Г., Гольденберг Б.Г., Купер К.Э.</i>	32
ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА XAFS СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ. <i>В.В. Кривенцов</i>	33
ИЗМЕРЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ДЕТОНАЦИОННЫХ И УДАРНО-ВОЛНОВЫХ ТЕЧЕНИЙ. <i>Прууэл Э.Р., Тен К.А., Кашкаров А.О.</i>	34
МЕТОДИКИ СИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ДИНАМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ. <i>Титов В.М., Тен К.А., Пруэл Э.Р.</i>	35
ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЛН ГОРЕНИЯ И ДЕТОНАЦИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ТЕРАГЕРЦОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НОВОСИБИРСКОГО ЛАЗЕРА НА СВОБОДНЫХ ЭЛЕКТРОНАХ. <i>А. А. Васильев, Е.И. Пальчиков, В.В. Кубарев, Е.Н. Чесноков, П.В. Кошляков, А.В. Долгих, И.Ю. Красников</i>	36
КАЛИБРОВКА ДЕТЕКТОРОВ В МЯГКОМ РЕНТГЕНОВСКОМ И ВУФ ДИАПАЗОНЕ. <i>А.Д. Николенко</i>	39
СВЕТОИЗЛУЧАЮЩИЕ НАНОКОМПОЗИТЫ НА ОСНОВЕ ZNS:CU, ОСАЖДЕННЫЕ МЕТОДОМ ВЗРЫВНОГО ИСПАРЕНИЯ В МАТРИЦЫ ПОРИСТОГО АНОДНОГО AL ₂ O ₃ . <i>Бельтюков А.Н., Чукавин А.И., Валеев Р.Г., Кривенцов В.В., Мезенцев Н.А.</i>	40
ИЗУЧЕНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ СОСТОЯНИЯ И СТРУКТУРЫ МОДЕЛЬНЫХ НИЗКОПРОЦЕНТНЫХ КАТАЛИТИЧЕСКИХ НАНОСИСТЕМ НА ОСНОВЕ МЕТАЛЛОВ ПЛАТИНОВОЙ ГРУППЫ НА УГЛЕРОДНЫХ НОСИТЕЛЯХ МЕТОДАМИ XANES И EXAFS. <i>Е.П. Якимчук, В.В. Кривенцов, С.Ю. Троицкий, Б.Н. Новгородов, М.А. Губанов, А.В. Чистяков, И.П. Просвирина, А.В. Нартова, В.И. Бухтияров</i>	41
XAFS - ИССЛЕДОВАНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ СОСТОЯНИЯ АКТИВНОГО КОМПОНЕНТА НИЗКОПРОЦЕНТНЫХ НАНЕСЕННЫХ КАТАЛИТИЧЕСКИХ НАНОСИСТЕМ НА ОСНОВЕ ПЛАТИНЫ. <i>Губанов М.А., Иванов Д.П., Кривенцов В.В., Якимчук Е.П., Новгородов Б.Н., Сорокина К.Н., Зюзин Д.А., Аксенов Д.Г., Хорев А.Г., Нечепуренко С.Ф., Чистяков А.В., Цодиков М.В.</i>	42

EXAFS - ИССЛЕДОВАНИЕ ЛОКАЛЬНОЙ СТРУКТУРЫ АКТИВНОГО КОМПОНЕНТА МОДЕЛЬНЫХ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ АУ-МЕ КАТАЛИЗАТОРОВ. <i>Чистяков А.В., Кривенцов В.В., Якимчук Е.П., Новгородов Б.Н., Иванов Д.П., Зюзин Д.А., Аксенов Д.Г., Хорев А.Г., Сорокина К.Н., Нечепуренко С.Ф., Николаев С.А., Губанов М.А., Цодиков М.В.</i>	43
ИЗУЧЕНИЕ ГЕНЕЗИСА НАНОРАЗМЕРНЫХ ФОРМ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ, СТАБИЛИЗИРОВАННЫХ НА НОСИТЕЛЯХ РАЗЛИЧНОЙ ПРИРОДЫ МЕТОДОМ XAFS. <i>Якимчук Е.П., Кривенцов В.В., Иванов Д.П., Новгородов Б.Н., Сорокина К.Н., Зюзин Д.А., Аксенов Д.Г., Хорев А.Г., Просвирин И.П., Нечепуренко С.Ф., Смирнова Н.С., Губанов М.А., Чистяков А.В., Цодиков М.В.</i>	44
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛОКАЛЬНОЙ СТРУКТУРЫ АКТИВНОГО КОМПОНЕНТА БИМЕТАЛЛИЧЕСКИХ КАТАЛИЗАТОРОВ НА ОСНОВЕ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ ДЛЯ ЗАДАЧ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО КАТАЛИЗА. <i>Якимчук Е.П., Кривенцов В.В., Иванов Д.П., Новгородов Б.Н., Сорокина К.Н., Зюзин Д.А., Аксенов Д.Г., Хорев А.Г., Просвирин И.П., Нечепуренко С.Ф., Смирнова Н.С., Губанов М.А., Чистяков А.В., Цодиков М.В.</i>	45
АНИЗОТРОПНОЕ ТЕПЛОВОЕ РАСШИРЕНИЕ МОЛЕКУЛЯРНОГО КРИСТАЛЛА 1,3,5-ТРИАМИНО 2,4,6- ТРИНИТРОБЕНЗОЛА ПРИ НОРМАЛЬНОМ ДАВЛЕНИИ. <i>А.В. Станкевич, Е.Б. Смирнов, О.В.Костицын, К.А. Тэн, А.Н.Шмаков, Б.П. Толочко</i>	46

НАКОПИТЕЛИ ЗАРЯЖЕННЫХ ЧАСТИЦ И ЛАЗЕРЫ НА СВОБОДНЫХ ЭЛЕКТРОНАХ – ИСТОЧНИКИ МОЩНЫХ ПУЧКОВ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

Г.Н. Кулипанов

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

В первой части лекции рассмотрены свойства синхротронного излучения из магнитов, вигглеров и ондуляторов. Приведены основные параметры пучков синхротронного излучения из вигглеров и ондуляторов, установленных на накопителях электронов. Проведено сравнение различных источников жесткого рентгеновского излучения (20 кэВ ÷ 100 кэВ) на базе накопителей электронов ВЭПП-3 и ВЭПП-4 (Новосибирск), APS (США), PETRA-III (Германия), Spring-8 (Япония), ESRF (Европа) по следующим параметрам:

- число электронов в сгустке;
- расстояние между сгустками электронов;
- число фотонов, излучаемых одним сгустком электронов;
- спектр излучения.

Обсуждается список работ, выполняемых в Новосибирске на синхротронном излучении для исследования высокоэнергетических материалов.

Во второй части лекции рассмотрены принципы работы лазеров на свободных электронах (ЛСЭ), параметры пучков излучения из ЛСЭ, требования к параметрам электронных пучков и ондуляторов, используемых в ЛСЭ.

Приведено описание Новосибирского лазера на свободных электронах (NovoFEL), работающего на базе четырехоборотного ускорителя-рекуператора. Приведены полученные параметры пучков излучения из NovoFEL. Обсуждаются потенциальные возможности использования NovoFEL для исследования высокоэнергетических материалов (процессов горения, распространения фронта горения, структура пламени и т.д.).

Приводятся параметры существующих (LSLS, США и SACLA, Япония) рентгеновских ЛСЭ, строящихся рентгеновских ЛСЭ (XFEL - Германия, PSI - Швейцария, PLS - Корея) и проектируемого в США рентгеновского ЛСЭ MaRIE с энергией фотонов 40 кэВ, который планируется построить в лаборатории Лос Аламос.

ПРИМЕНЕНИЕ ИМПУЛЬСНОЙ РАДИОГРАФИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ДЕТОНАЦИОННЫХ ПРОЦЕССОВ

Илькаев Р.И., Панов К.Н., Титова В.Б.

РФЯЦ-ВНИИЭФ, 607190 Саров

В докладе приведен обзор экспериментальных данных по исследованию детонационных процессов во взрывчатых веществах радиографическим методом. Получение экспериментальных результатов в виде изображений имеет ряд несомненных преимуществ перед другими методиками. Визуализация процесса позволяет определить форму и положение фронтов ударных и детонационных волн, а также зон непрореагировавшего вещества. Областью исследований являются процессы во взрывчатых веществах после повторных и неоднократных нагружений, с возможными промежуточными фазами разгрузки, взаимодействие УВ и ДВ, возбуждение детонации при столкновениях, отражениях и других неоднородных процессах. Радиографический метод позволяет определять среднюю плотность вещества вдоль направления радиографирования в любой точке на изображении исследуемого процесса. Поле плотности это количественная характеристика, описывающая пространственное распределение величины не только для одномерных, но и для двумерных процессов.

Экспериментальные данные, полученные методом импульсной радиографии, используются для калибровки численных методик. Приведено сравнение экспериментальных данных с результатами численного моделирования с использованием кинетики детонации МК. В докладе приведены основные уравнения модели, основанной на предположении о формировании горячих точек на неоднородностях структуры гетерогенных взрывчатых веществах при сжатии ударной волной, их росте (или затухании) в зависимости от величины давления, схлопывании очагов при соприкосновении – переходе во взрыв.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ СТАНЦИЯ ДЕТОНАЦИЯ НА КАНАЛЕ 7-МИ ПОЛЮСНОЙ ЗМЕЙКИ ВЭПП-4

Б.П.Толочко, М.Р.Шарафутдинов, О.В.Евдоков, И.Л. Жогин, К.А.Тен, А.В.Косов, В.Е. Панченко, К.В.Золотарев, Н.А.Мезенцев, В.М.Аульченко, Л.И.Шехтман, В.В.Жуланов, В.Б.Хлестов, П.А.Пиминов, Е.В.Левичев

Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН
Институт ядерной физики им.Г.И.Будкера СО РАН
Институт гидродинамики им. М.А.Лаврентьева СО РАН
Новосибирский государственный национальный исследовательский университет

Новая экспериментальная станция «Детонация» вводится в строй на 8-м канале синхротронного излучения (СИ) накопителя ВЭПП-4. Станция предназначена для исследования детонационных и ударно-волновых процессов в конденсированных средах в условиях, приближающихся к параметрам (геометрические размеры, масса), характерным для практических применений.

Станция «Детонация» на восьмом канале СИ накопительного кольца ВЭПП-4 [1], где используется излучение семиполусного виглера (пять основных полюсов с полем 1.4 Т и два боковых, с половинным полем), нацелена на изучение быстропротекающих процессов, проходящих в детонационной волне, на фронте ударной волны, и тому подобное. Новая станция имеет значительно более высокие, по сравнению со станцией на ВЭПП-3, значения основных параметров эксперимента, таких как интенсивность и жесткость спектра СИ, объем взрывной камеры и допустимый вес взрывааемых образцов. Это позволяет значительно понизить влияние мешающих факторов, характерных для взрывчатых образцов небольшого размера и связанных с влиянием близкой поверхности, кривизной фронта, и так далее.

Основным детектором на новой станции будет ооднокоординатный детектор Даймекс-3 [2,3], использование которого на станции «Взрыв» накопителя ВЭПП-3 показало большие возможности методов, связанных с применением синхротронного излучения для изучения быстропротекающих процессов [4,5].

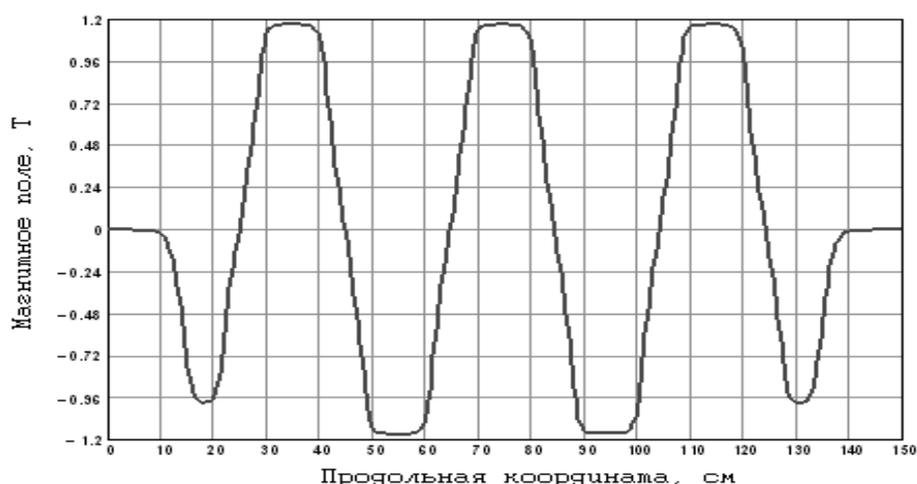


Рис. 1. Распределение магнитного поля по центру виглера при токе в основных обмотках. $I_{обм} = 1.8$ кА.

Актуальность задачи, сравнение с мировым опытом, предполагаемые эксперименты, преимущества по сравнению с имеющимся экспериментальным оборудованием (на станции «Взрыв» накопителя ВЭПП-3).

Источником синхротронного излучения для восьмого канала накопителя ВЭПП-4 служит семи-полусный виглер, где два боковых полюса имеют примерно половинное поле, а

пять основных полюсов имеют в области максимума поле 1.3 Тесла. На рис.1 показано распределение поля вдоль виглера (при стендовых испытаниях с максимально достижимым током 1.8 кА; рабочий ток будет увеличен вплоть до 2 кА).

Спектр излучения из виглера для поля 1.3 Т и условия, что энергия электронов равна 4 ГэВ, а ток в накопителе 20 мА, представлен на рис. 2 для горизонтального угла (веера) 1 мрад (интеграл по вертикальному углу). Также показан спектр после бериллиевых фольг (общей толщиной 12 мм), и после зеркала (с никелевым покрытием, расположенным под углом 2 мрад к пучку СИ).

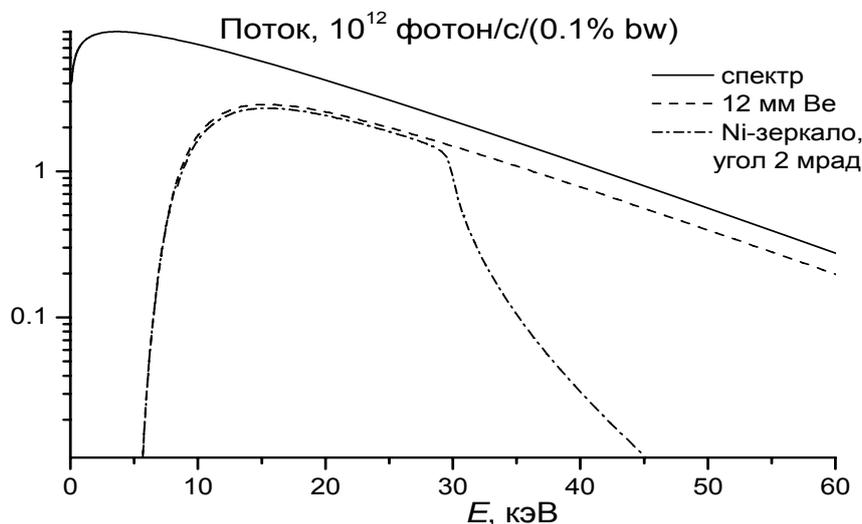


Рис. 2. Спектр СИ (ток 20 мА, энергия электронов 4 ГэВ; поле основных полюсов виглера 1.3 Т; критическая энергия 13.8 кэВ) из источника, после Be-фольг, и после зеркала с никелевым покрытием (угол 2 мрад).

Быстрый прерыватель пучка, чоппер с двумя рабочими кромками, на базе интегрированного сервопривода СПШ10 («Сервотехника»), а также коллиматор Кратки, расположены в откачиваемом объеме, «кубике №1». Имеющиеся здесь три автоматизированные степени свободы управляются с компьютера станции: двигатели коллиматора – через интерфейс RS-485, а шаговый сервопривод – через USB-интерфейс (либо возможно управление по САМ-интерфейсу). Сервопривод имеет встроенный энкодер, однако равномерность вращения (при рабочих частотах в области 2400 об/мин) достаточно хорошо, так что для синхронизации фазы открытия пучка используется просто датчик нуля.

Перед кубиком на канале располагается ионизационный датчик, предназначенный для точного контроля вертикального положения пучка и его интенсивности.

Прерыватель пучка открывает пучок на время порядка 60 мкс, достаточное для проведения взрывного эксперимента, но за это время в детекторе Даймекс не успевает образоваться облако медленных ионов, искажающее полезный сигнал. Средняя по времени интенсивность пучка после чоппера ослабляется более чем в сто раз, и это снижает тепловые нагрузки на следующий важный элемент канала – зеркало скользящего отражения (никелевое покрытие, угол порядка 2 мрад к пучку). Зеркало позволяет убрать жесткую компоненту пучка, см. рис. 2.

Вслед за зеркалом следует наиболее объемный элемент установки – взрывная камера (Рис. 3), с необходимыми глушителями и вводами, подключенная к системе продувки и отвода газообразных продуктов реакции.

И завершающим элементом канала является блок регистрации – радиационно-защищенный объем, кубик №2, где располагаются: (а) автоматизированная система смены фильтров (до семи фильтров, плюс «чистый» пучок), которые используются для целей калибровки и т.д.; (б) нож, позволяющий перекрывать прямой пучок (для МУРР

экспериментов; одна автоматизированная степень свободы); (в) детектор Даймекс и система его крепления (допускающая как горизонтальное, так и вертикальное положение детектора) и точного позиционирования (три автоматизированных степени свободы). По сравнению с блоком регистрации на ВЭПП-3 добавлена дополнительная автоматизированная степень подстройки, связанная с поворотом относительно вертикальной оси (угол рыскания), и автоматизирована смена фильтров.



Рис. 3. Взрывная камера на взрывчатку 200 г в тротиловом эквиваленте. Э.Р.Прууэл (ИГиЛ СО РАН) перед установкой сборки во взрывную камеру.

Список литературы

- [1] M.G. Fedotov, S.I. Mishnev, V.E. Panchenko, et al. SR front ends of VEPP-4M storage ring. Nucl. Instr. and Meth. A 470 (2001) 89-93.
- [2] V.M. Aulchenko, B.P. Tolochko, L.I. Shekhtman, et al. Fast high resolution gaseous detectors for diffraction experiments and imaging at synchrotron radiation beam. Nuclear Instr. and Meth. A 623 (2010) 600-602.
- [3] В.М. Аульченко, Л.И. Шехтман, В.В. Жуланов, и др. Детектор для изучения взрывных процессов на пучке синхротронного излучения. Приборы и техника эксперимента. 2010. № 3. С. 20-35.
- [4] В.М. Титов, Э.Р. Прууэл, К.А. Тен, и др. Опыт применения синхротронного излучения для исследования детонационных процессов. Физика горения и взрыва. 2011. № 6. С. 3-15.
- [5] К.А. Тен, Е.Р. Prueel, V.M. Titov. SAXS Measurement and Dynamics of Condensed Carbon Growth at Detonation of Condensed High Explosives. Fullerenes, Nanotubes, and Carbon Nanostructures. 20: 587-593. 2012.

СТАНЦИЯ «ДИФРАКЦИОННОЕ КИНО» НА КАНАЛЕ 5б НАКОПИТЕЛЯ ВЭПП-3

М.Р. Шарафутдинов

Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН

В Сибирском центре СИ рентгенографические исследования с высоким временным разрешением проводятся на канале 5б накопительного кольца ВЭПП-3. Повышение интенсивности рентгеновского излучения на образце достигнуто благодаря применению монохроматора, изготовленного из монокристалла Si (111) со срезом в 8 градусов к этим плоскостям. Благодаря срезу происходит и сжатие пучка по горизонтали. Дополнительное сжатие пучка и, следовательно, увеличение потока квантов на образец достигается искривлением кристалла. Известно, что оптимальная для фокусировки поверхность получается при изгибе за вершину зажатого у основания треугольника. После монохроматора установлено зеркало полного внешнего отражения (ПВО) для сжатия по вертикали. Оно изготовлено из тщательно отполированной кварцевой пластинки с напылением золота. Таким образом увеличено пространственное разрешение с меньшими потерями интенсивности, чем при простом зажимании пучка с помощью щелей.

Дифрагированное на образце излучение регистрируется однокоординатным детектором. С 1996 г. на станции «Дифракционное кино» применяется детектор ОД-3, разработанный и изготовленный в Институте ядерной физики СО РАН. ОД-3 имеет следующие характеристики:

- угловой диапазон - $\sim 30^\circ$ (при расстоянии образец – детектор 350 мм)
- количество каналов - 3328
- быстродействие – до 10 МГц
- время кадра в режиме кино - от 1 мкс
- количество кадров в режиме кино - 64 (при макс. разрешении 3328 каналов)

Кроме того, на станции возможна установка двухкоординатного детектора MarCCD-SX165. Благодаря тому, что регистрируется весь дифракционный конус, применение этого детектора актуально для исследований текстурированных и крупнокристаллических образцов, в частности – органических соединений. Время сбора данных составляет 2-5 с, что и определяет временное разрешение

На станции проведено большое количество исследований различного типа реакций. Например, изучены процессы фазообразования в различных СВС системах с временным разрешением до 100 мс, формирования упорядоченных структур при разложении ряда карбоксилатов серебра во время нагрева, образования смешанных кристаллов и т.д.

Выбор времени экспозиции определяется характером исследуемого процесса и образцов. В случае медленного протекания реакции, например, при прогреве, определяющим фактором будет статистика. В случае изучения быстрых фазовых превращений, например, при горении в режиме самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), кроме статистики встает проблема пространственного разрешения на фронте реакции. С одной стороны, необходимо увеличивать время для возможности идентификации фаз, с другой стороны, это приведет к тому, что будет регистрироваться суммарная дифракционная картина различных стадий реакции. Данные противоречия накладывают существенные ограничения и возможность проведения исследований определяется опытным путем.

ОДНОКООРДИНАТНЫЙ РЕНТГЕНОВСКИЙ ДЕТЕКТОР ДЛЯ ДИНАМИЧЕСКИХ ЭКСПЕРИМЕНТОВ ПО ПОРОШКОВОЙ ДИФРАКЦИИ ОД-4.

В.М.Аульченко, В.В.Жуланов, В.М.Титов, Л.И.Шехтман

Институт Ядерной Физики СО РАН

Детектор ОД-4, предназначенный для экспериментов по порошковой дифракции на пучке СИ при энергии рентгеновских фотонов 5-15 кэВ, разрабатывается в ИЯФ. ОД-4 имеет чувствительную область в виде отрезка дуги с радиусом 350 мм (фокусное расстояние). Угловая апертура первого варианта детектора равна 67 градусам. Внутри апертуры расположены 2048 каналов с шагом 0.2 мм или ~0.3 градуса. Регистрация рентгеновского излучения происходит в газовом объеме, заполненном смесью Ag+25% CO₂ при атмосферном давлении. Пучок СИ входит в объем с сильным вертикальным электрическим полем, под действием которого электронная компонента первичной ионизации дрейфует в сторону каскада газовых электронных умножителей (ГЭУ) [1]. Каскад из 3-х ГЭУ обеспечивает равномерное по площади усиление первичной ионизации в несколько тысяч раз. В результате дрейфа электронов после усиления в каскаде ГЭУ регистрируется сигнал на считывающей полосковой структуре, расположенной на печатной плате, ограничивающей газовый объем. Основные характеристики ОД-4 были измерены ранее на прототипе [2-4]. Пространственное разрешение детектора составляет ~0.4 мм (ШПВ) при энергии фотонов 8 кэВ. Быстродействие каждого канала составляет не менее 100 кГц. Газовое усиление в детекторе может достигать до 10000. В настоящее время ведется подготовка к сборке полноформатного детектора с новой электроникой регистрации.

Литература:

- [1] F.Sauli, Nucl.Instr.and Meth. A386(1997)531.
- [2] V M Aulchenko, P A Papushev, M R Sharafutdinov, et.al., 2008 JINST 3 P04008.
- [3] V.M.Aulchenko, P.A.Papushev, M.R.Sharafutdinov, et.al., Nucl.Instr.and Meth. A 603 (2009) pp. 69-72.
- [4] V.M. Aulchenko, S.E. Baru, O.V. Evdokov, et.al., Nucl.Instr.and Meth. A 623 (2010), pp. 600-602.

СОВРЕМЕННЫЕ ДЕТЕКТОРЫ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

Л.И.Шехтман

Институт Ядерной Физики СО РАН

В докладе представлены детекторы, разработанные в ИЯФ и в других ведущих синхротронных центрах, которые применяются в настоящее время и планируются к применению для динамических экспериментов по регистрации малоуглового рассеяния, порошковой и брэгговской дифракции, а также для рентгенографии быстропротекающих процессов на пучке СИ.

Однокоординатный детектор ОД-3М, разработанный в ИЯФ, предназначен для проведения динамических экспериментов по регистрации малоуглового рассеяния. Детектор основан на технологии газовой многопроволочной пропорциональной камеры. Угловая апертура детектора составляет 13 градусов при фокусном расстоянии 1м (расстояние до источника рассеянного излучения). Число координатных каналов ~ 3330 , шаг каналов ~ 70 мкм, пространственное разрешение для фотонов с энергией 8 кэВ - ~ 230 мкм (ШПВ), что соответствует угловому разрешению ~ 0.013 градуса.

Однокоординатный детектор ОД-4, основанный на технологии газовых электронных умножителей (ГЭУ, GEM), и предназначенный для проведения динамических экспериментов по регистрации порошковой дифракции на большие углы, разрабатывается в ИЯФ. Детектор позволит регистрировать излучение с энергией до 10 кэВ с пространственным разрешением около 0.4 мм (ШПВ), что при фокусном расстоянии 35 см соответствует угловому разрешению лучше 0.1 градуса. Угловая апертура первого варианта детектора составляет 67 градусов, число каналов равно 2048. ОД-4 работает в режиме прямого счета рентгеновских фотонов.

Однокоординатный детектор MYTHEN, разработанный в лаборатории SLS в Швейцарии, основан на технологии кремниевых микрополосковых детекторов и предназначен для проведения экспериментов по регистрации порошковой дифракции на большие углы. Детектор имеет модульную структуру и может покрывать угловую апертуру до 120 градусов. Пространственное разрешение MYTHEN равно 50 мкм (ШПВ), измеренное угловое разрешение при фокусном расстоянии 76 см составило около 0.01 градуса при энергии фотонов 25 кэВ. Детектор работает в режиме прямого счета рентгеновских фотонов. Двухкоординатный детектор AGIPD (Adaptive Gain Integrating Pixel Detector) разрабатывается в синхротронном центре DESY в Германии для проведения динамических дифракционных экспериментов на будущем рентгеновском лазере на свободных электронах XFEL. Детектор основан на технологии кремниевых пиксельных гибридных детекторов. Первый вариант детектора будет иметь 1000×1000 пикселей размером 200×200 мкм². Пиксели расположены на кремниевом сенсоре толщиной 300-500 мкм. Каждый пиксель может зарегистрировать до 20000 фотонов с энергией 12 кэВ за одно измерение (от одного сгустка). Частота следования кадров до 4.5 МГц, максимальное число кадров – 350.

Однокоординатный детектор DIMEX (Detector for Imaging of Explosions) разработан в ИЯФ для проведения экспериментов по наблюдению малоуглового рассеяния и прямой рентгенографии взрывных процессов. Версия DIMEX основанная на газовой технологии, DIMEX-G, работает в настоящее время на накопителях ВЭПП-3 и ВЭПП-4М. DIMEX-G имеет 512 координатных каналов, расположенных с шагом 100 мкм, измеренное значение пространственного разрешения для фотонов с энергией 20 кэВ составляет около 200 мкм (ШПВ). Каждый канал детектора может измерить сигнал, соответствующий до ~ 5000 фотонов (20 кэВ) и записать до 32 измерений с максимальной частотой до 2 МГц. В настоящее время разрабатывается новая версия детектора DIMEX-Si, основанная на технологии кремниевого микрополоскового детектора. В новом детекторе динамический диапазон будет увеличен до 10^6 фотонов, шаг каналов (пространственное разрешение) будет

уменьшен до 50 мкм, максимальная частота записи кадров будет увеличена до 50 МГц (20 нс между измерениями). Кроме того новая технология позволит сделать детектор двухкоординатным с разрешением 50 мкм по одной координате и ~1 мм по другой координате.

ДИФРАКТОМЕТРИЯ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ БЫСТРОПРОТЕКАЮЩИХ ПРОЦЕССОВ

Б.П.Толочко

Институт химии твердого тела и механохимии СОРАН
Институт ядерной физики им.Будкера
Новосибирский государственный национальный исследовательский университет

За последние несколько лет в рентгеновской дифрактометрии с временным разрешением наблюдается колоссальный прогресс. Это обусловлено развитием ускорительной техники и методов генерации синхротронного излучения (СИ). Наиболее впечатляющие результаты получены на установках XFEL. Там же будут получены еще более значимые результаты в ближайшие годы.

В докладе рассмотрены основные принципы рентгеновской дифрактометрии с временным разрешением и требования к объекту, аппаратуре и детекторам.

Для получения лучших параметров эксперимента необходимо минимизировать длительность вспышки СИ и расходимость первичного пучка, увеличить его интенсивность и монохроматичность. К сожалению, одновременно улучшить все параметры одновременно в настоящее время невозможно, поэтому экспериментаторы вынуждены идти на компромисс. Например, увеличивать поток фотонов за счет ухудшения монохроматичности (ИЯФ, APS/ANL) и проводя эксперименты в «розовом» спектре. Или увеличивать длительность экспозиции до 250 нс за счет суммирования фотонов от нескольких банчей, длительностью 40 фс идущих с периодичностью 11 нс.

У излучения XFEL таких ограничений нет и при длительность в несколько фемтосекунд, можно получить интенсивный монохроматичный пучок.

Рассмотрены основные параметры дифракционных установок в ИЯФ СО РАН, SLAC EuXFEL.

Рассматриваются возможные варианты развития установок рентгеновской дифрактометрии с временным разрешением в ИЯФ СО РАН.

ДЕТЕКТИРОВАНИЕ НАНОСТРУКТУРНЫХ СВОЙСТВ В ДИНАМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССАХ

Тен К.А., Прууэл Э.Р., Кашкаров А.И., Аульченко В.М., Жуланов В.В.,
Шехтман Л.И., Толочко Б.П.

ИГиЛ СО РАН
ИЯФ СО РАН
ИХТТМ СО РАН

Исследование поведения материалов в экстремальных условиях приобретает все большее значение для как предсказания их поведения в подобных условиях, так и для получения новых материалов. Свойства взрывчатых веществ (ВВ) позволяют реализовать эти экстремальные условия хотя и на короткое время, но с хорошей воспроизводимостью. Целенаправленное изменение параметров детонации ВВ позволяет организовать управление каждым конкретным процессом, решая задачу его оптимизации.

В Институтах СО РАН за последнее десятилетие проведена большая работа по разработке методик использования синхротронного излучения (СИ) для исследования детонационных и ударно-волновых процессов. Наиболее интересной из них является динамическое измерение мало-углового рентгеновского рассеяния (МУРР) СИ.

Мало-угловое рассеяние возникает при образовании в исследуемой зоне значительных флуктуаций электронной плотности, которые в углеродосодержащих ВВ связаны с конденсацией углерода, в том числе и с синтезом ультрадисперсных алмазов (УДА). МУРР возникает также от присутствия полостей (важна разница плотностей), что позволяет исследовать поры в зарядах ВВ. Спектральная характеристика накопителей ВЭПП-3 и ВЭПП-4 позволяет измерять размеры наночастиц (или пор) в диапазоне от 3 нм до 150 нм. .

В докладе будут приведены примеры измерений МУРР на специализированных станциях построенных в ИЯФ СО РАН и анализ результатов.

IN SITU ДИФРАКТОМЕТРИЯ НА ПУЧКАХ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

М.Р. Шарафутдинов

Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН

Вводная часть лекции посвящена описанию задач, решаемых методом дифракционного кино. Ими являются получение собственно кинетических данных о реагентах в протекающих реакциях (процессы горения и т.п.) и получение данных о фазовом составе при изменении внешних параметров (динамика фазовых превращений при нагреве, изменении давления и т.д.).

Качество экспериментальных данных по пространственному и временному разрешению определяется количеством зарегистрированных дифрагированных рентгеновских фотонов. Это возможно за счет:

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

Далее в лекции приводятся примеры реализации первого пункта (использование фокусирующей оптики) и второго (применение одно и двух-координатных детекторов). Описаны принципы работы детекторов, их конструкция, преимущества и недостатки. В следующей части лекции приводится описание методик получения данных, реализованных в различных центрах СИ.

Заключение посвящено обсуждению перспектив и современных тенденций в области “in situ” дифрактометрии.

РЕНТГЕНОВСКАЯ ТОМОГРАФИЯ И МИКРОСКОПИЯ НА ПУЧКАХ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

К.Э Купер

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

Исследование, проводимое с помощью рентгеновской микроскопии, является очень удобным, а иногда и единственным способом изучения внутренней структуры уникальных объектов. В настоящий момент большое количество научных групп во всем мире занимаются развитием методов рентгеновской микроскопии. Такой интерес вызван несколькими факторами, повлиявшими на развитие этой области.

Во-первых, это создание в середине прошлого века сверх-ярких в рентгеновском диапазоне источников синхротронного излучения (СИ) на основе ускорительных комплексов заряженных частиц. К неоспоримым достоинствам СИ можно отнести: высокую интенсивность, непрерывный спектр излучения и малую угловую расходимость, составляющую тысячные доли радиана. Все вышеперечисленные качества сделали СИ незаменимым инструментом во многих экспериментах с использованием рентгеновской микроскопии и позволили получать данные о структуре объекта с микронным и субмикронным разрешением за доли секунды.

Во-вторых, с развитием современной микроэлектроники стало возможным создание цифровых детекторов с высоким пространственным разрешением, позволяющих получать изображение в рентгеновском диапазоне в течение нескольких секунд. Несомненным преимуществом цифровых детекторов является высокий динамический диапазон регистрации, который значительно увеличивает информативность рентгеновских изображений. А тот факт, что изображение существует в цифровом виде, дает исследователю безграничные возможности в проведении любой математической обработки данных.

И наконец, третьим стимулирующим фактором развития стало создание рентгенооптических элементов, позволяющих еще больше повысить качество и пространственное разрешение получаемых изображений. Технология производства рентгенооптических элементов бурно развивается в последнее время, используя новейшие достижения, полученные в областях материаловедения, микроэлектроники и нанотехнологий. К неоспоримому качеству рентгеновской оптики можно отнести тот факт, что она позволяет получать не только амплитудно-модулированные (теневые), но и изображения, сформированные изменением фазы падающей электромагнитной волны в объекте. Это свойство рентгенооптических элементов делает возможным регистрацию слабоконтрастных деталей (менее 1%) в рентгеновском диапазоне.

Одной из методик, родившихся вследствие перечисленных факторов, стала вычислительная рентгеновская томография (ВРТ). Предпосылкой для появления ВРТ послужили недостатки обычной рентгенографии, породившие идею получения не одного, а ряда снимков, выполненных под разными ракурсами, и построения по ним путем математической обработки трехмерного распределения плотностей в исследуемом объекте.

ПРИМЕНЕНИЕ МИКРОВОЛНОВОЙ ДИАГНОСТИКИ В ИССЛЕДОВАНИИ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

Шалыгин Антон Алексеевич

ВНИИЭФ, Саров

При исследовании ударно-волновых и детонационных процессов использование метода микроволновой диагностики дает ряд существенных преимуществ по сравнению с другими используемыми экспериментальными методиками. Наиболее важным достоинством метода по сравнению с лазерными интерферометрическими системами является возможность проведения непрерывной регистрации движения ударных и детонационных волн в оптически-непрозрачных материалах, к которым относятся практически все твердые взрывчатые вещества (ВВ) и многие используемые при их исследованиях полимерные конструкционные материалы (в качестве преград, экранов и т.п.). Микроволновой метод является невозмущающим и дистанционным, поскольку в объем исследуемого вещества не вносятся какие-либо датчики, оптическое волокно и т.п., а зондирование возможно в достаточно протяженных экспериментальных сборках. Высокая чувствительность микроволнового метода к движению различных границ раздела, возможность проведения исследований в оптически-непрозрачных средах, а также непрерывность получаемых данных предоставляют широкие возможности в экспериментальных исследованиях.

Сегодня в Институте Экспериментальной Газодинамики и Физики Взрыва РФЯЦ-ВНИИЭФ микроволновой метод используется для исследования:

- распространения стационарной детонации,
- инициирования детонации,
- продуктов взрыва, определение параметров уравнений состояния продуктов взрыва,
- метания лайнеров, оболочек,
- горения твердых топлив и ВВ,
- электрических свойств плазмы за фронтом ударных волн (УВ),
- физико-химических превращений за фронтом УВ,
- динамической сжимаемости радиопрозрачных материалов,
- динамики конструкций,
- динамики ствольных систем.

В данном докладе изложены физические основы и принципы использования микроволновой диагностики различных быстропротекающих процессов, а также приводятся схемы проведения и результаты некоторых экспериментальных исследований, проводимых в институте Экспериментальной Газодинамики и Физики Взрыва РФЯЦ-ВНИИЭФ.

ДВУХИМПУЛЬСНЫЙ РЕЖИМ ГЕНЕРАЦИИ ТОРМОЗНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НА УСКОРИТЕЛЕ ИГУР-3,5 ДЛЯ РЕГИСТРАЦИИ БЫСТРОПРОТЕКАЮЩИХ ПРОЦЕССОВ

П.А. Насонов, М.Ю. Столбиков, А.Н. Власов, П.С. Базаров, Д.В. Финашин

В докладе представлены результаты исследований по отработке двухимпульсного режима работы ускорителя ИГУР-3,5. Режим реализован за счет модернизации существующего генератора с ИН и ЭВП ускорителя, в генератор, выдающий серию из двух высоковольтных импульсов. Для формирования серии высоковольтных импульсов используется последовательно- параллельный взрыв наборов ЭВП.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛЕКУЛЯРНОЙ И КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ ВЕЩЕСТВ ПО ДАННЫМ ПОРОШКОВОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ

А. В. Станкевич, Н. П. Тайбинов, О. В. Костицын, Б. Г. Лобойко

РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина, г. Снежинск

Как правило, структура кристаллических материалов, обладающих трансляционной симметрией, определяется прямыми методами наблюдения с помощью монокристаллических дифрактометров, однако, ввиду сложности получения для некоторых веществ качественных монокристаллов достаточного размера (150-500 мкм), необходимых для постановки прямого эксперимента, особый интерес приобретают методы порошковой дифракции с сопряженным решением порошковых рентгенограмм и использованием подходов моделирования структуры. Кроме того, зачастую процессы, происходящие в монокристаллах, имеют некоторые различия с процессами, происходящими при аналогичных условиях и постановке эксперимента в поликристаллических и порошкообразных материалах, что так же мотивирует развитие не прямых методов анализа кристаллических материалов и приближает их математическое описание к реальным материалам, используемым на производстве.

В рамках задачи решения структуры вещества порошковый эксперимент имеет большие чем прямые методы ограничения, в первую очередь, связанные с плохим качеством экспериментальных данных (1D вместо 3D (монокристалльный)); трудностями при индентификации; перекрыванием рефлексов; текстурой; неоднозначным выбором пространственной группы; возможным наличия примесей в образце. Модельно-усиленная постановка позволяет обойти большинство из ограничений и детально анализировать сильно анизотропные структуры [2], но всё же носит вероятностный характер.

В связи с возникающими ограничениями, моделирование структуры веществ является важным этапом проектирования материалов и изделий, которое формирует понимание закономерностей их реакции как на какое-либо статическое и/или динамическое воздействие, так и природы происходящих при этом процессов. Особый интерес решение задачи моделирования структуры молекулярных кристаллов представляет для энергетических материалов, понимание поведения которых, в определенной ситуации, играет решающую роль при прогнозировании условий безопасного технологического процесса [1].

В общем случае анализ структуры молекулярных кристаллов и её уточнение для однофазных систем, сводится к определённому алгоритму. В данной работе предлагается использовать для решения структуры веществ уточняемый расчётный цикл квантовая модель-эксперимент (рисунок 1). Расчётные операции выполняются в соответствии с физическими закономерностями классической электродинамики и квантовой теорией строения вещества: квантовой теорией полей движения и теорией возмущений [1-4].

Алгоритм расчёта структуры молекулярных кристаллов, в случае если известно, что образец очищен от примесей, следующий:

- определение межплоскостных расстояний, по полученным экспериментальным данным угловых положений центра тяжести (Θ) основных рефлексов;
- разложение полученной дифракционной картины на сумму интегральных интенсивностей;
- проведение индексации рефлексов (с проверкой достоверности критерии M_N и F_N);
- определение типа решётки, сингонии, группы симметрии;
- расчёт обратной и прямой решёток, с определением их параметров;
- построение кристаллографической и математической модели «идеального» кристалла;
- уточнение структуры различными методами: нелинейного МНК, Ритвельда, WPPF, WPPM, разностных Фурье преобразований и других на основе построенных моделей кристалла.

В случае присутствия примесей в виде других фаз (полиморфные модификации, конформации, изомеры одного и того же соединения либо различные по природе и

химической структуре соединения) анализ несколько усложняется дополнительной операцией разделения рефлексов.

Можно выделить ряд наиболее распространенных подходов к определению структуры веществ и поиска структурного мотива [5-8]:

Метод систематического поиска, который реализован в алгоритмах программного комплекса MRIA. Сущность его заключается в переборе всех положений и определении ориентации известного структурного фрагмента или молекулы в объеме элементарной ячейки. Важным моментом при использовании метода является выбор сетки разбиений. Методы поиска оптимальной кристаллической упаковки, сущность которых заключается в поиске минимума энергии кристаллической упаковки, отличаются друг от друга постановками задачи и разными выражениями расчёта. Существенным преимуществом этой группы методов является возможность предсказания различных полиморфных состояний вещества.

Методы Монте-Карло и его вариации, основаны на построении абстрактных моделей по мотивам некоторых явлений, происходящих в материальном мире. Так, например, для решения структур нашли применение методы: «симулированного отжига» и методы, в основе которых лежат «генетические алгоритмы».

Метод Паттерсона, наиболее информативен в случае наличия тяжелых атомов в структуре кристалла, а также когда известен хотя бы фрагмент структуры, можно попытаться найти его расположение в ячейке и геометрию.

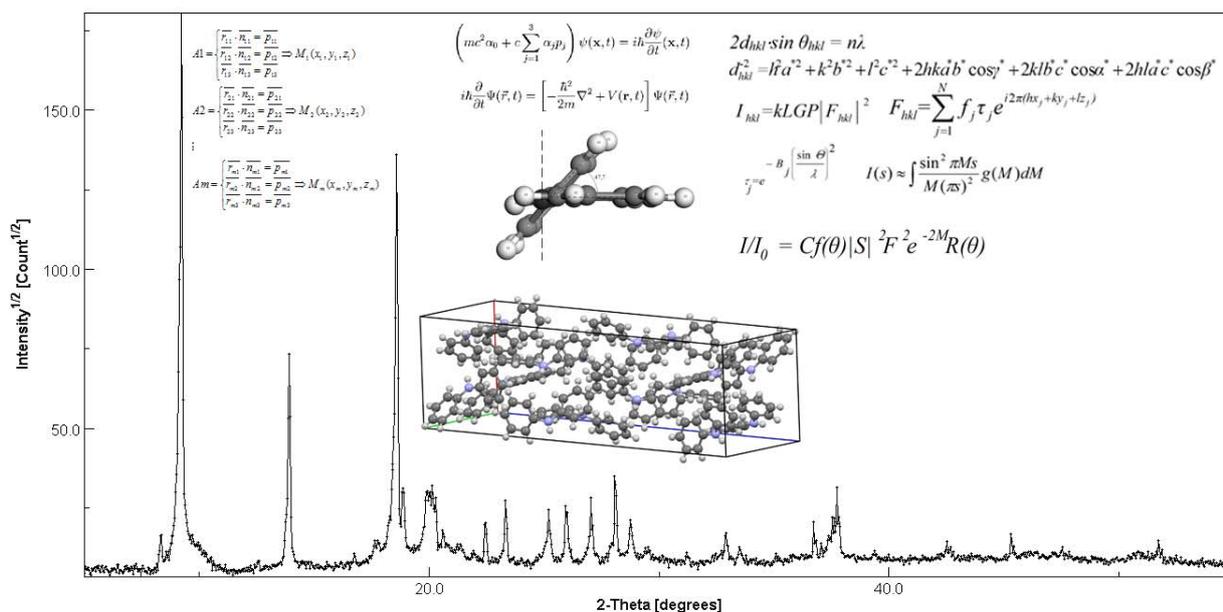


Рисунок 1 – Определение структуры по порошковым данным на примере дифениламина

Таким образом, модельно-усиленная постановка позволяет по порошковым данным решать структуру веществ, а также детально анализировать различные спектральные данные. Следовательно, порошковый эксперимент можно считать универсальным, позволяющим решать как фазовые, так и структурные задачи.

Список использованных источников

- 1 Станкевич А.В., Бадретдинова Л.Х., Хадиева Д.А., Евсеева Т.П., Базотов В.Я.// Вестник Казан. технол. ун-та. 2013. № 21. С. 26.
- 2 Станкевич А.В., Костицын О.В., Тайбинов Н.П., Смирнов Е.Б., Тарасов А.Ю.// XII международная конференция «Забабахинские научные чтения». 2014.
- 3 Станкевич А.В., Лобойко Б.Г., Костицын О.В., Тайбинов Н.П., Ахметзянов А.И.// Доклады III Всероссийской НПК «Материалы и технологии XXI века». 2013. С. 131.

- 4 Станкевич А.В., Лобойко Б.Г., Костицын О.В., Смирнов Е.Б., Тайбинов Н.П., Ахметзянов А.И.// XII международная конференция «Забабахинские научные чтения». 2014.
- 5 Чернышев В.В. Определение молекулярных кристаллических структур методами порошковой дифракции: дис. ...д-ра физ.-мат. наук: 02.00.04. М.: МГУ, 2004. 203 с.
- 6 Hammond R.B., Roberts K.J., Docherty R., Edmondson M // *J. Phys. Chem.* 1997. B101. P.6532.
- 7 Schmidt M.U., Euglert U // *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* 1996. P.2077.
- 8 Masciocchi N., Bianchi R., Cairati P. et al. // *J. Appl. Cryst.* 1994. V27. P.426.

АЛГОРИТМ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ОБРАБОТКИ ДАННЫХ, ПОЛУЧЕННЫХ ОТ ДЕТЕКТОРА ГАММА – ИЗЛУЧЕНИЯ НА ОСНОВЕ МАТРИЧНОГО СЦИНТИЛЛЯТОРА

Зырянов В.В., Сысков Д.В.

НИО-4 ФГУП «РФЯЦ–ВНИИТФ», г.Снежинск

В РФЯЦ-ВНИИТФ создается комплекс импульсной малоракурсной рентгеновской томографии (МРТ). Для регистрации рентгеновских изображений разрабатывается мозаичная сцинтилляционная электронная система. В качестве прототипа модуля системы регистрации используется детектор гамма – излучения «Демарт 256-0», разработанный и изготовленный специалистами ИЯФ СО РАН. Начиная с мая 2012 года на внутреннем полигоне РФЯЦ-ВНИИТФ проводятся экспериментальные исследования основных характеристик детектора «Демарт 256-0». Для реконструкции трехмерных рентгеновских изображений требуется правильная предварительная обработка экспериментальных данных. Реконструкция для построения трехмерных изображений производится специалистами РФЯЦ-ВНИИТФ и основана на возможности получения информации о распределении плотности разных материалов по совокупности проекционных данных.

Целью данного доклада является обоснование и описание алгоритма предварительной обработки экспериментальных данных с детектора, которые представлены в виде осциллограмм. В докладе приведен алгоритм обработки экспериментальных данных: аппроксимация формы сигнала математической функцией – несимметричной модификацией Гаусса (логарифмический Гаусс), минимизация и определение оптимальных параметров аппроксимирующей функции. Для предварительной обработки данных использовался специализированный пакет программ «ROOT».

РАСЧЕТНО-ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ УСЛОВИЙ ПРЕРЫВАНИЯ РАСПРОСТРАНЕНИЯ ДЕТОНАЦИИ В ПЛОСКИХ СЛОЯХ ПЛАСТИЧЕСКОГО ВВ НА ОСНОВЕ ТЭН

Белякова Т.С., Титова В.Б., Панов К.Н., Корепова Н.В.

РФЯЦ-ВНИИЭФ Институт экспериментальной газодинамики и физики взрыва, Институт теоретической и математической физики

Выработка технологии адекватного описания экспериментов с предварительным воздействием возмущений на область, в которую распространяется детонация, является очень важной с практической точки зрения. Это позволит с большей надежностью предсказать работу различных систем инициирования. Для этого экспериментально и расчетно-теоретически рассмотрены условия прерывания распространения детонационной волны после предварительного нагружения ВВ слабой ударной волной в плоских слоях пластического ВВ на основе ТЭН.

Экспериментальные исследования проводились с помощью рентгенографической, электроконтактной методики и метода манганинового датчика. Результаты экспериментов показали:

- Экспериментально зафиксирован факт прерывания детонации в листе из ВВ на основе ТЭН в корпусе из ПММА при предварительном воздействии на него ударной волной.
- Для толщины пассивного листа 1 мм показано, что место прерывания детонации во всех опытах одинаковое. Это соответствует толщине ПММА равной ~ 13 мм и экспериментально измеренной амплитуде ударной волны от активного канала $\sim 1,7-1,8$ ГПа и не зависит от того насколько долго пассивный канал находился под действием УВ.

Экспериментально зафиксирован факт разложения пластического ВВ на основе ТЭН в пассивном канале. Та часть пассивного канала, в котором разложение пластического ВВ на основе ТЭН имеет место, как раз и соответствует месту прерывания детонации.

Подобные эксперименты проведены и методами СИ. Полученные результаты подтверждают правильность выбранного направления исследований.

Проведение численного моделирования подобных процессов затруднено в связи с высокой чувствительностью данного состава (критический диаметр детонации составляет 0,2-0,3 мм), высокой прецизионностью требуемых тестовых экспериментов и, соответственно, высоким требованием к размерам счетных сеток. Однако полученные результаты расчетов показали хорошее описание экспериментальных данных.

РАСЧЁТ ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ 1,3,5-ТРИАМИНО-2,4,6-ТРИНИТРОБЕНЗОЛА ПРИ КОНЕЧНЫХ ДАВЛЕНИЯХ И ТЕМПЕРАТУРАХ МЕТОДАМИ КВАНТОВОЙ ХИМИИ

Рыкунов А.А.

Российский Федеральный Ядерный Центр – ВНИИ технической физики
им. академ. Е.И. Забабахина

Практический интерес к исследованию структуры 1,3,5-триамино-2,4,6-тринитробензола (ТАТБ) как экспериментальными, так и теоретическими методами, прежде всего, обусловлен уникальным сочетанием детонационных свойств этого соединения: низкой чувствительностью к внешним воздействиям при относительно большом детонационном давлении и скорости.

Триклинный кристалл ТАТБ (пространственная группа симметрии $P\bar{1}$) имеет слоистую, графитоподобную структуру. Различные типы химических связей, реализующиеся вдоль кристаллографических направлений, – водородные связи в пределах слоя и ван-дер-ваальсовы и π -стэкинг межслоевые взаимодействия – определяют анизотропию свойств и сложности, возникающие при моделировании структуры ТАТБ.

Нами проведены теоретические исследования кристаллической структуры ТАТБ методами теории функционала плотности с включением дисперсионных поправок в обменно-корреляционный функционал и ультрамягкими псевдопотенциалами в базе плоских волн. В результате, удалось в хорошем согласии с экспериментальными данными описать такие свойства кристалла, как равновесный объем элементарной ячейки, параметры кристаллической решетки и кривую холодного сжатия. Далее, основываясь на зависимости полной энергии системы от строго определенных деформаций кристаллической структуры, нами впервые неэмпирическими методами были получены значения всех упругих постоянных второго порядка как для нулевого, так и для повышенных (вплоть до 10 ГПа) давлений. Из этих данных, в свою очередь, были определены скорости звука при нулевой температуре и модули упругости кристалла ТАТБ. Последние оказались в хорошем согласии как с экспериментальными данными, так и с результатами моделирования методами классической молекулярной динамики. С использованием квазигармонического приближения рассчитаны колебательные вклады в свободную энергию и оценено влияние температуры на структурные и термодинамические характеристики ТАТБ.

ОКИСЛЕНИЕ ПОРОШКА АСД-4, МОДИФИЦИРОВАННОГО Ca, Ba и V₂O₅

В.Г. Шевченко¹, В.Н. Красильников¹, Д.А. Еселевич¹,
А.В. Конюкова¹, А.И. Анчаров^{2,3}, Б.П. Толочко²

¹ Институт химии твердого тела УрО РАН, 620990 Екатеринбург

² Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, 630128 Новосибирск

³ Новосибирский Государственный Университет, 630090 Новосибирск

Порошки алюминия обладают высоким уровнем энергоемкости и находят широкое применение в области пиро- и взрывотехники, порошковой металлургии, в производстве высокоэнергетических горючих смесей и твердых топлив для ракетных двигателей.

В работе представлены результаты исследования активности порошков алюминия, легированных (кальцием, барием) и поверхностно модифицированных (пентоксидом ванадия). Удельная поверхность порошка Al составляла 0.4 м²/г, скорость нагрева на воздухе 10 К/мин. до 1273 К.

Методами ТГ, ДСК и рентгенодифракционным методом, с использованием источника синхротронного излучения, изучен процесс окисления и фазообразования модифицированных порошков АСД-4. В результате выявлено, что легирование порошков алюминия ЩЗМ снижает температуру начала окисления, повышает конечную полноту окисления: 73% (Ca) и 85% (Ba). На рис. 1 представлены результаты термогравиметрического и дифракционного исследования сплавов Al-Ca (а) и Al-Ba (б).

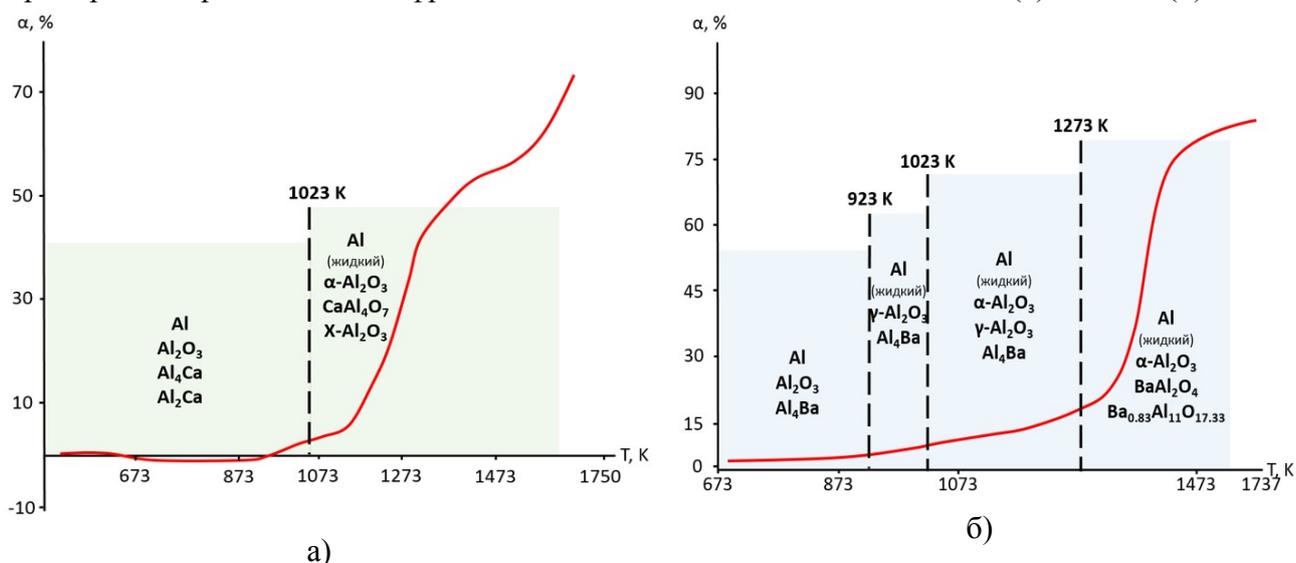
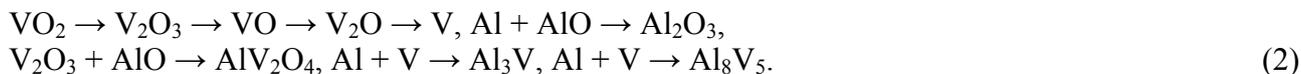
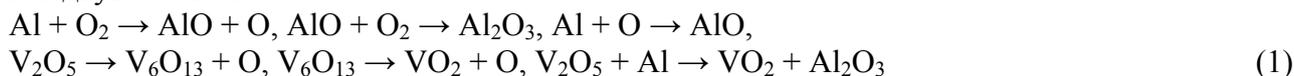


Рис. 1. Кривая ТГ сплавов: а) – Al-Ca; б) – Al-Ba

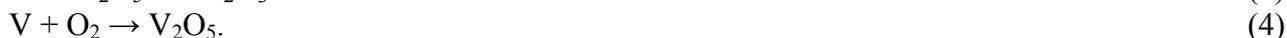
Видно, что области активного окисления соответствуют интервалам динамических перестроек структуры оксидов, образующихся в процессе окисления. В обеих системах максимальная скорость окисления соответствует температурам плавления интерметаллидов, находящихся в структуре порошка. Постоянная смена фазового состава, сопровождающаяся изменением структуры, повышением подвижности частиц и их реакционной способности, приводит к ускорению процесса взаимодействия порошков с кислородом воздуха за счет качественного изменения механизма диффузии и увеличения возможности доступа кислорода к металлической поверхности через дефекты структуры и трещины, появляющиеся в следствии напряжений, возникающих при росте новых фаз.

В случае порошка АСД-4, модифицированного V₂O₅, окисление начинается при температуре 773 К, конечная степень превращения ~ 90%. Установлено, что переход окисления в горение сразу же после плавления образца происходит при 940 К.

На основании литературных данных и результатов дифракционных исследований процесс горения порошка алюминия в контакте с пентоксидом ванадия можно представить, как двуволновой:



Как видно, каждая волна горения является сложным многостадийным процессом, включающим образование большого числа соединений, в том числе интерметаллидов Al_3V и Al_8V_5 . Фундаментом этого механизма, на наш взгляд, является способность ванадия менять степень окисления, то есть быть эффективным переносчиком кислорода. Упрощенная модель переноса кислорода от среды к металлу может быть представлена следующими реакциями:



Реакция (3) является основой известного термитного процесса с использованием пентоксида ванадия в качестве оксиданта. Низкотемпературная активация, вызванная добавками ванадийсодержащих гелей, вероятно, связана с разрушением покрывающей зерна металла оксидной пленки, например, согласно реакции:



На рис. 2 представлена схема механизма окисления модифицированного порошка алюминия пентоксидом ванадия.

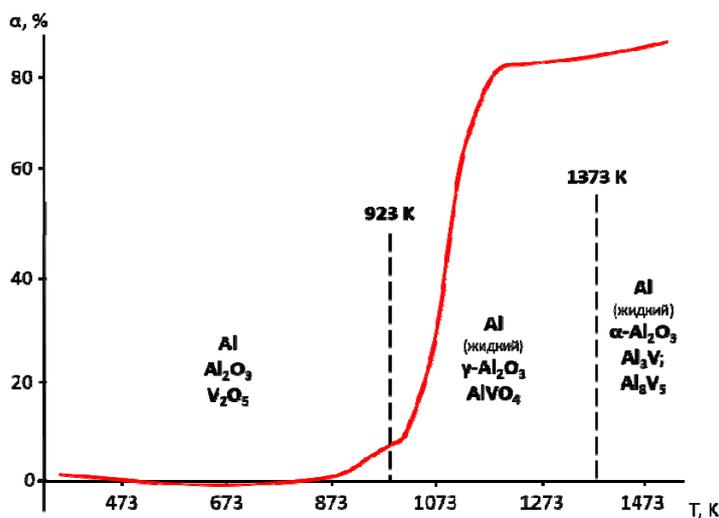


Рис. 2 – ТГ АСД-4, модифицированного $\text{V}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$

Низкотемпературное разрушение оксидной оболочки (уравнение 5) и многообразие процессов фазообразования, протекающих в процессе последующего нагрева модифицированного порошка алюминия, приводит к обеспечению эффективности доставки окислителя (кислорода) к металлической поверхности.

***IN SITU* ИССЛЕДОВАНИЕ АВТОКОЛЕБАНИЙ В РЕАКЦИИ ОКИСЛЕНИЯ МЕТАНА НА ПАЛЛАДИИ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКЦИИ**

Винокуров З.С., Сараев А.А., Каичев В.В., Шмаков А.Н.

Институт катализа СО РАН, Новосибирск

Изучение автоколебаний в гетерогенных каталитических реакциях [1-3] представляет фундаментальный интерес, поскольку открывает широкие возможности для получения информации об их детальном механизме.

В данной работе представлены результаты *in situ* исследований автоколебаний в реакциях окисления метана на палладиевой фольге методами РФА и масс-спектрометрии. Показано, что в температурном диапазоне 350-500°C в условиях дефицита кислорода в данной системе возникают автоколебания релаксационного типа, сопровождающиеся осцилляциями температуры катализатора и, соответственно, пиками выделения продуктов окисления метана. Резкий рост температуры катализатора соответствует протеканию экзотермической реакции полного окисления метана. Падение температуры, скорее всего, определяется переходом катализатора в неактивное состояние. Нами было проведено исследование изменения периода и характера осцилляций при варьировании температуры системы и скорости потока реакционной смеси при фиксированном молярном соотношении реагентов. Кроме этого, методом СЭМ в комбинации с техникой FIB (focused ion beam) показано, что под воздействием реакционной среды палладиевая фольга становится пористой со сложной морфологией практически по всей толщине фольги. Данный процесс, скорее всего, связан с периодическим окислением/восстановлением Pd (молярные объемы Pd и PdO отличаются в 1.7 раза).

С помощью метода рентгеновской дифракции *in situ* было установлено, что в процессе автоколебаний при окислении метана наблюдается изменение фазового состава поверхности катализатора. Обнаружено, что происходит периодическое смещение рефлекса Pd(200) в область меньших углов, а также периодическое появление/исчезновение рефлекса новой фазы, что предположительно относится к палладию с растворенным в нем углеродом – фаза PdC_x. Максимальная разница в межплоскостных расстояниях для фазы металлического палладия и PdC_x достигает 0.045Å. Стоит отметить, что формирование фазы PdC_x наблюдается непосредственно перед переходом катализатора в низкоактивное состояние, причем рефлекс PdC_x(200) смещается со временем в сторону основного рефлекса палладия Pd(200). Смещение рефлекса PdC_x(200), вероятнее всего, связано с удалением углерода из объема катализатора.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП СЦСТИ.

Литература:

- [1] Zhang X. L., Hayward D. O., Mingos D. M. P. // Catal. Lett. 2002. V. 83. P. 149.
- [2] Deng Y., Nevell T. G. // Faraday Discuss. 1996. V. 105. P.
- [3] Bychkov V. Y., Tyulenin Y. P., Slinko M. M., Korchak V. N. // Appl. Catal. A. 2007. V. 321. P. 180.

ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА ГОДОВЫХ СЛОЕВ ВОБРАЗЦАХ ЗАМОРОЖЕННЫХ ДОННЫХ ОСАДКОВ МЕТОДОМ РФА СИ

Дарьин Ф.А.¹, Ракшун Я.В.¹, Сороколетов Д.С.¹, Дарьин А.В.².

¹ФГБУН Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, Новосибирск, Россия

²ФГБУН Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева СО РАН, Новосибирск, Россия

На экспериментальной станции «РФА-СИ» накопителя ВЭПП-3 Центра коллективного пользования «Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения» на базе ИЯФ СО РАН проведено исследование замороженного керна донных осадков с целью сравнения различных методов пробоотбора и модернизации станции для проведения исследований замороженных образцов.

Керны отбираются специальным пробоотборником, путем наморозки донных осадков без перемешивания слоев. В ходе транспортировки и пробоподготовки замороженное состояние поддерживается жидким азотом. Для эксперимента подготовлена ледяная пластина толщиной 3-4мм и наморожена на медный радиатор.

Измерения образцов проводились на энергии возбуждения 23 кэВ, время измерения в точке варьировалось от 5 до 15 сек. Общее время измерения образца составляло несколько часов. За это время видимых изменений (подтаивания) образца не происходило, за исключением образования на образце и пластине снежной «шубы», связанной с вымораживанием воды из окружающего воздуха.

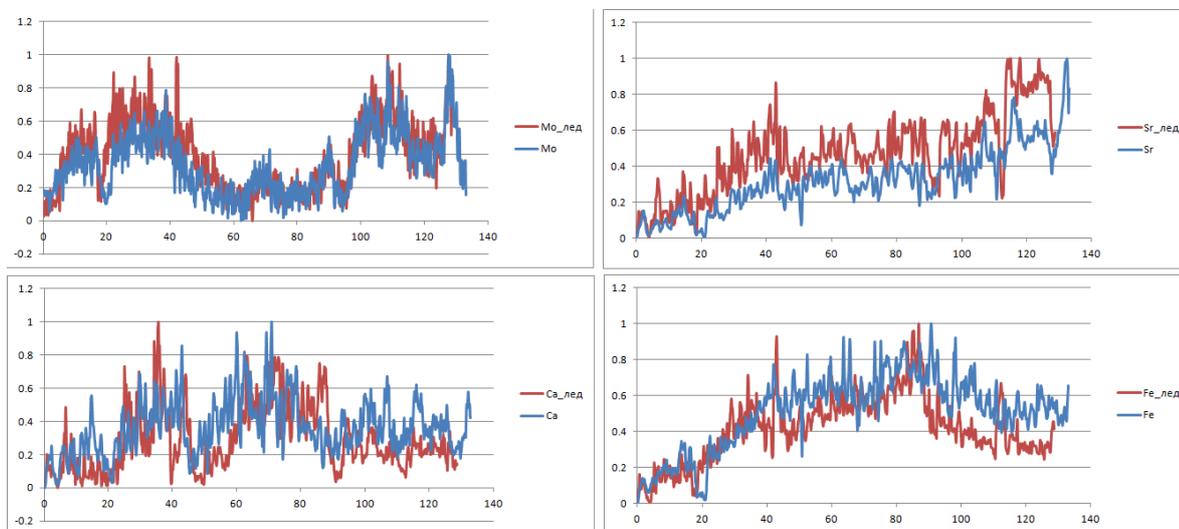


Рис. 1 – Сравнения распределения элементов в замороженном образце и высушенном образце

МЕТОД РЕГУЛЯРИЗАЦИИ ТИХОНОВА В ОБРАТНОЙ ЗАДАЧЕ МИКРО-РФА НА ПРИМЕРЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОБНОГО ОБРАЗЦА – ФРАГМЕНТА ЧИПА БИПОЛЯРНОГО ТРАНЗИСТОРА

Сороколетов Д. С., Ракшун Я.В.

Институт Ядерной Физики им. Г.И. Будкера

Микро-РФА – это неразрушающая методика исследования элементного состава образцов, обладающая предельным пространственным разрешением от десятков нм до десятков мкм, в зависимости от типа применяемой рентгеновской оптики и других факторов. Методика находит применение^[1] в анализе быстропротекающих процессов («in situ») и образцов со структурированной природой (медицинские, биологические, геологические образцы).

Пространственное разрешение методики может быть улучшено в 1.5-2 раза с помощью особых способов математической обработки экспериментальных данных. Исходя из того, что флуоресцентный сигнал в каждой точке пространства определяется сверткой аппаратной функции рентгенооптического прибора с распределением источников флуоресценции в образце, можно провести эксперимент-сканирование^[1] и решить трехмерную задачу деконволюции^[2] для определения этого распределения. Эта обратная задача относится к типу некорректных^[3] (по Адамару-Тихонову) – малая ошибка измеряемого сигнала при решении классическими способами приводит к большой погрешности восстанавливаемого геометрического профиля.

Существует ряд методов и множество алгоритмических подходов на их основе в решении некорректных задач, в которых находится приближение к обобщенному решению (обычно решению в смысле метода наименьших квадратов). Как правило, методы гарантируют лишь сходимости (в некотором смысле) к обобщенному решению, не давая никакой информации о точности получаемого решения.^[3] Специфика задач деконволюции заключается в их сильной некорректности из-за очень большого^[2] числа обусловленности при большой ширине аппаратной функции. Применение далеко не всех методов в этих задачах приводит к приемлемому качеству решения. Только численным исследованием метода или алгоритма в задаче восстановления пространственного распределения, которое задается схожим с ожидаемым в образце, можно проверить корректность их применения, при этом оценив возникающие погрешности различного характера.

Достоинство метода регуляризации Тихонова^[3] состоит в его простоте и том, что, несмотря на свое отношение к классу вариационных методов^[3], в некоторых случаях его можно интерпретировать^[2] как спектральный метод. На практике это означает, что в этих случаях в обратной задаче микро-РФА могут быть использованы средства классического спектрального анализа (или анализа, основанного на SVD^[2] – singular value decomposition). Это, например, определение оптимальных штрафных функций, исходя из спектра шумов, и применение некоторых подходов с предсказуемым для спектра решения результатом (оконное преобразование и др.). Все это позволяет, составив относительно несложную программу в какой-нибудь вычислительной среде, найти приближенное решение обратной задачи микро-РФА с оценкой его погрешности, имеющую понятную «физическую» природу.

Нами были разработаны две программы в среде Matlab. Они имеют в своем составе SVD. Одна из них моделирует пространственное распределение флуоресцентного сигнала решением «прямой» задачи конволюции, при этом модельное распределение источников задается пользователем. Другая находит решение задачи деконволюции методом регуляризации Тихонова, в предположении, что шумы сигнала имеют простую статистическую природу. Пространственное распределение флуоресцентного сигнала, уровень шумов и параметр регуляризации, здесь имеющий смысл граничной пространственной частоты, задаются пользователем. С помощью этих программ нами была

предпринята попытка восстановления профиля позолоченных фрагментов чипа биполярного СВЧ транзистора BFG135^[4] и предсказаны и проанализированы сопутствующие ошибки.
Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант № 14-02-00631.

Литература

1. MacDonald C. A. Focusing polycapillary optics and their applications // X-Ray Optics and Instr. 2010. (Cited on pp. 10, 10.)
2. Hansen P. C., Nagy J. G., O'Leary D. P. Deblurring Images, Matrices, Spectra, and Filtering. SIAM, Philadelphia, 2006. (Cited on pp. 34, 59, 71-74, 9-12.)
3. Леонов А.С. Решение некорректно поставленных обратных задач. Очерк теории, практические алгоритмы и демонстрации в МАТЛАБ. Изд. 2-е. — М.: Книжный дом “ЛИБРОКОМ”, 2012. 336 с. (Ссылки на стр. 15, 45-48, 66, 61-66.)
4. <http://zeptobars.ru/ru/read/BFG135-NPN-7GHz-RF-BJT>

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ GEANT4 ДЛЯ ОЦЕНКИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ПОГЛОЩЕННЫХ ДОЗ ПРИМЕНИТЕЛЬНО К МИКРОПУЧКОВОЙ РАДИОТЕРАПИИ РАКА

Лемзяков А.Г., Гольденберг Б.Г., Купер К.Э.

Институт ядерной физики им. Г. И. Будкера СО РАН, Новосибирск, Россия

В настоящий момент в ИЯФ проводятся работы в рамках гранта РФФИ по исследованию микропучковой терапии рака (МПРТ). Это один из перспективных методов лечения неоперабельных опухолей[1]. Идея заключается в использовании матрицы микропучков (ширина одного пучка порядка 100 мкм) жесткого рентгеновского излучения (энергия более 30 кэВ) для радиотерапевтического воздействия на опухолевые клетки. При этом, один из важнейших параметров, определяющих эффективность МПРТ — отношение дозы в теневой области и в зоне засветки. Существуют разные подходы к формированию такой матрицы. Например, можно использовать набор коллиматоров, которые сдвиганием друг относительно друга позволяют регулировать ширины пучков и, таким образом, получать линейку щелей требуемого размера[2]. В СЦСТИ коллиматоры изготавливались из листов тантала 3 мм толщиной электроискровой резкой.

В ходе работ необходимо было оценить распределение поглощенных доз с учетом рассеивания и вторичного переизлучения в тканеэквивалентном материале и определить оптимальные параметры коллиматоров и режимов облучения. В качестве аналога при расчетах использовался полимер ПММА (полиметилметакрилат), так как он имеет плотность и элементный состав достаточно близкий к биологической ткани.

Для решения этих задач используется моделирование методом Монте-Карло с использованием библиотеки Geant4. Построена модель и получены аналитические результаты распределения доз по объему ПММА.

1. D. Anselmi, A. Bravin & P. Romanelli (2011). Microbeam radiosurgery using synchrotron-generated submillimetric beams: a new tool for the treatment of brain disorders. *Neurosurgical Review* **34** (2), 133-142. (Doi: 10.1007/s10143-010-0292-3.)
2. E. Bräuer-Krisch, H. Requardt, T. Brochard, G. Berruyer, M. Renier, J. A. Laissue & A. Bravin (2009). New technology enables high precision multislit collimators for microbeam radiation therapy. *Review of Scientific Instruments* **80** (7), -. (Doi: <http://dx.doi.org/10.1063/1.3170035>.)

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА XAFS СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ

В.В. Кривенцов

Институт катализа СО РАН, Новосибирск

Метод XAFS спектроскопии, в различных методических вариантах, реализованных с использованием синхротронного излучения, является общепризнанным мощным инструментом исследования состояния элементов и локальной структуры для разнообразных систем в практически любых агрегатных состояниях: сплавов, дисперсных систем, растворов, стекол, ультраразбавленных систем и др. Следует отметить, что метод XAFS спектроскопии наиболее эффективен при изучении наноразмерных систем “сложного” состава, с характерным размером менее 100 нм и низким содержанием по исследуемому элементу, когда применение других структурных методов заведомо проблематично и мало информативно.

В представленном докладе рассмотрены физические основы метода XAFS спектроскопии, методические и аппаратные особенности, методы предобработки экспериментальных данных и анализа структурной информации. На примере широкого круга различных наноразмерных систем продемонстрированы возможности XAFS спектроскопии, как самостоятельного метода, так и в комплексе с другими физическими методами исследования - ПЭМВР, СЭМ, РФЭС, РФА СИ и др. Показана перспективность использованного комплексного подхода для исследования разбавленных наноструктурированных систем, капсулированных упорядоченных полупроводниковых наноструктур, нанокомпозитных катализаторов сложного состава, биологических наноматериалов.

Работа проводилась при поддержке РФФИ (13-03-12193, 14-03-01066, 15-33-50477_мол_нр, 15-33-50478_мол_нр), Президиума РАН (программа 24).

ИЗМЕРЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ДЕТОНАЦИОННЫХ И УДАРНО-ВОЛНОВЫХ ТЕЧЕНИЙ

Прууэл Э.Р., Тен К.А., Кашкаров А.О.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт гидродинамики им. М.А. Лаврентьева Сибирского отделения Российской академии наук (ИГиЛ СО РАН)

В докладе приводятся экспериментальные данные о пространственном распределении плотности, массовой скорости и давления при детонации цилиндрических зарядов взрывчатых веществ (ВВ). Данные о распределении параметров течения продуктов детонации получены с помощью специально разработанного невозмущающего метода рентгеновской томографии плотности с применением синхротронного излучения и последующего восстановления пространственного распределения вектора массовой скорости и давления. Предложенная методика восстановления скорости и давления основывается на решении уравнений газовой динамики с использованием уже экспериментально определенного пространственного распределения плотности. По полученным данным построены также адиабаты разгрузки продуктов взрыва в координатах давление-плотность и давление-массовая скорость. Результаты дают детальную основу для построения полных уравнений состояния продуктов детонации исследованных ВВ.

МЕТОДИКИ СИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ДИНАМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ

Титов В.М., Тен К.А., Пруэл Э.Р.

ИГиЛ СО РАН

Синхротронное излучение (СИ), как источник рентгеновского излучения, обладает рядом уникальных свойств, основными из которых являются большая интенсивность потока, позволяющая использовать очень малое время экспозиции ($\tau \leq 1$ нс), высокая периодичность во времени ($\Delta t = 100 \div 2500$ нс) и малая угловая расходимость. Это выгодно отличает СИ от обычного рентгена и позволяет при регистрации излучения, проходящего через вещество, получать многокадровую картину распределения плотности в ударных волнах и в детонирующем ВВ с хорошим разрешением.

В Новосибирске для исследования взрывных процессов используется синхротронное излучение (энергия 20 – 80 кэВ) от коллайдеров ВЭПП-3 и ВЭПП-4. Для регистрации используется разработанный в ИЯФ СО РАН детектор DIMEX с линейным разрешением 100 мкм.

На построенных станциях возможно проведение следующих динамических экспериментов:

1. Измерение динамики распределения мало-углового рентгеновского рассеяния (МУРР) в ударно-волновых и детонационных процессах. Метод МУРР широко применяется при анализе структуры дисперсных систем. Для вещества, которое состоит из однородной среды с равномерно расположенными центрами рассеяния, интенсивность рассеянного СИ при сферической форме этих частиц (размером d) зависит от форм-фактора $P(q, d)$ и отличия их плотности (ρ) от плотности среды (ρ_0). Угловая же зависимость форм-фактора $P(q, d)$ дает информацию о размере рассеивающей частицы d . Использование высоко-периодичного СИ от ускорительного комплекса при измерениях МУРР позволяет проследить эволюцию сигнала в процессе детонации ВВ, анализ которой дает возможность оценить размеры образующихся частиц конденсированного углерода и изменение этих размеров во времени после прохождения детонационной волны.
2. Измерение распределения плотности на фронте ударной и детонационной волны с разрешением 100 мкм. Получены распределения плотности на фронте детонации в мощных ВВ, а также при ударном сжатии высокопористого наноструктурного аэрогеля.
3. Измерение динамики распределения объемной плотности, давления и поля скоростей при разлете продуктов взрыва. Разработана методика восстановления объемных распределений полей скоростей и давления. Получены экспериментальные данные по штатным ВВ.

Полученные данные распределению параметров на фронте детонации и по динамике размеров наночастиц конденсированного углерода позволят лучше понять физику детонационных превращений и получить более адекватное уравнение состояния ВВ.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЛН ГОРЕНИЯ И ДЕТОНАЦИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ТЕРАГЕРЦОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НОВОСИБИРСКОГО ЛАЗЕРА НА СВОБОДНЫХ ЭЛЕКТРОНАХ

А.А. Васильев^{1,4}, Е.И. Пальчиков^{1,4}, В.В. Кубарев^{2,4}, Е.Н. Чесноков³, П.В. Кошляков³, А.В. Долгих^{1,4}, И.Ю. Красников^{1,4}

1 Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт гидродинамики им. М.А. Лаврентьева Сибирского отделения Российской академии наук (ИГиЛ СО РАН)

2 Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук (ИЯФ СО РАН)

3 Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химической кинетики и горения им. В.В. Воеводского Сибирского отделения Российской академии наук (ИХКиГ СО РАН)

4 «Новосибирский государственный университет» (НГУ)

Аннотация. Описаны схемы, экспериментальные методы и результаты экспериментов по изучению волн горения в смеси водород-кислород с помощью терагерцового излучения новосибирского лазера на свободных электронах. Обсуждается выбор линий поглощения H_2O и OH для регистрации. Изучено распределение поглощения на длине волны 166.81 мкм вдоль поперечного сечения стационарного пламени кислородно-водородной горелки. Представлены результаты, полученные в динамическом эксперименте с распространяющимся вдоль трубы пламенем с помощью пироэлектрических детекторов, детекторов Шоттки, оптических датчиков. Обсуждаются возникшие проблемы и задачи, которые необходимо решить для дальнейшего продвижения исследования по изучению перехода волн горения в детонационные волны.

Введение. Совместная система уравнений газовой динамики и химической кинетики, описывающая распространение волн горения в химически активных средах является неустойчивой. Поэтому структура получаемых волн горения и детонации является существенно не одномерной. Пространственная неоднородность фронта значительно усложняет изучение кинетики химических реакций во время горения и детонации и препятствует ответу на вопрос – что является контуром зоны реакции в такой структуре? Знание подробной динамики химических процессов в волнах горения и детонации позволит создавать более адекватные модели для их описания и численного моделирования, более точно описывать нестационарные процессы перехода от дозвукового горения к сверхзвуковой детонации.

Данная работа является попыткой преодолеть существующие трудности в записи подробной динамики реакций за фронтом горения газовых смесей с использованием Новосибирского лазера на свободных электронах (ЛСЭ). Терагерцевый диапазон длин волн от 115 до 200 мкм содержит много линий поглощения полярных молекул воды и радикалов OH . Большинство исходных компонентов сгорания являются неполярными и прозрачным (например, O_2 , H_2). Лазер на свободных электронах может быть настроен на любую линию поглощения излучения в этом диапазоне, что делает возможным изучение кинетики волн горения и детонации в газовых смесях. Лазер может таким образом помочь создать уникальные методы измерения в терагерцовом диапазоне.

Динамические эксперименты. Наше исследование было выполнено в диапазоне 115-200 мкм. Для измерения поглощения на линии 166,81 мкм в ламинарном пламени, мы использовали охлаждаемую горелку шириной 20 мм и длиной вдоль луча ЛСЭ 80 мм. Из Рис. 1 видно, что поглощение паров воды на линии 166,81 мкм в данном случае составляет ~ 50-60%.

Исследование волн горения в стехиометрической смеси в $2\text{H}_2 + \text{O}_2$ были проведены в канале диаметром 40 мм с длиной 1 м как на линиях поглощения воды, тае и линиях OH

радикалов. Также были проведены эксперименты с одновременной регистрацией в оптическом диапазоне (рис. 2) на длинах волн от 0,4 до 0,9 мкм.

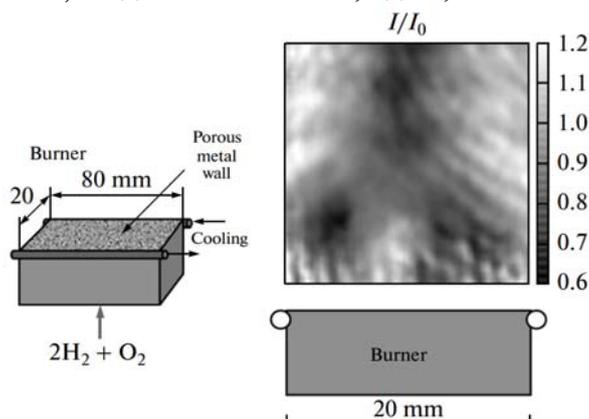


Рисунок. 1. Пространственное распределение интенсивности ЛСЭ излучения, прошедшего через пламя горелки. Темные области соответствуют высокой концентрации паров воды.

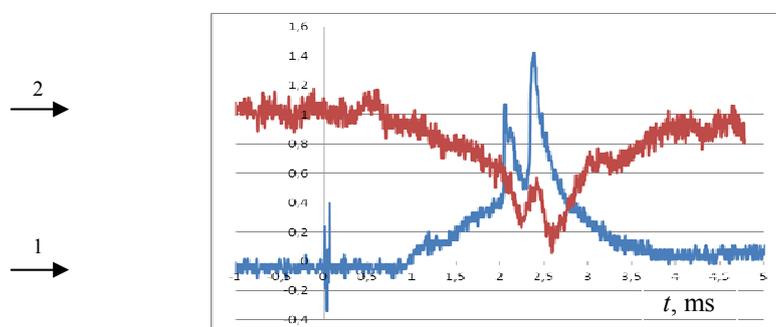


Рисунок. 2. Канал 1 – излучение оптического диапазона; канал 2 - сигнал терагерцового ЛСЭ настроенного на линию ОН 119,3 мкм регистрируемый детектором на барьере Шоттки. Измерение проведено на расстоянии 300 мм от точки зажигания.

Выводы. С помощью детектора на основе пироэлектрической матрицы, было получено пространственное распределение водяного пара в поперечном сечении водородно-кислородного ламинарного пламени при сжигании стехиометрической смеси $2\text{H}_2 + \text{O}_2$.

В динамических экспериментах с распространяющимся пламенем использовались одиночные пироэлектрические детекторы, сверхбыстрый детектор Шоттки и кремниевый фотоприемник. Была исследована динамика сгорания смеси $2\text{H}_2 + \text{O}_2$ в цилиндрическом канале со скоростями фронта горения от 10 м/с до 160 м/с. Типичные этапы процесса горения на расстоянии 300 мм от точки зажигания происходили в интервалах времени от 2 мс до 30 мс. Эти скорости являются типичными для ламинарного и турбулентного ускоренного дозвукового горения.

Были зарегистрированы: корреляция на временах порядка нескольких миллисекунд между поглощением терагерцового излучения и оптическим сигналом излучения пламени; ускорение фронта пламени с образованием головной ударной волны.

Полученные в этой работе данные по существенному поглощению терагерцового излучения продуктами реакции горения водородно-кислородной смеси (H_2O и OH) могут служить основой для создания более продвинутой установки, которая должна состоять из нескольких одновременно работающих детекторов Шоттки с уменьшенной чувствительностью к рефракционному отклонению терагерцового излучения, разнесённых вдоль оси цилиндрического канала. Для того чтобы видеть динамику сложной структуры

фронта, также необходима линейка (строка) из быстрых детекторов на барьере Шоттки. Данной линейки пока не существует и ее необходимо создать.

ЛИТЕРАТУРА

1. Васильев А.А., Пальчиков Е.И., Кубарев В.В., Чесноков Е.Н., Кошляков П.В., Долгих А.В., Красников И.Ю. Исследование нестационарных волн горения и детонации водородо-кислородной смеси в оптическом и терагерцовом диапазонах. // Известия РАН. Серия физическая, 2015, том 79, № 1, с. 196-202

КАЛИБРОВКА ДЕТЕКТОРОВ В МЯГКОМ РЕНТГЕНОВСКОМ И ВУФ ДИАПАЗОНЕ

А.Д. Николенко

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

Детекторы ВУФ и мягкого рентгеновского диапазона (10 эВ-5 кэВ) широко применяются для наблюдения высокотемпературной плазмы, в спектрометрах и телескопах космического базирования для астрофизических исследований, включая наблюдение процессов, протекающих на Солнце. Важным аспектом работы с детекторами ВУФ и мягкого рентгеновского диапазона является калибровка их основных потребительских параметров, к которым относятся:

- абсолютная спектральная чувствительность
- однородность чувствительности по приемной поверхности
- радиационная стойкость
- временные характеристики

В лекции описаны основные методики проведения измерений перечисленных параметров, возможности Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения по выполнению этих измерений. Также приведен обзор состояния работ в этом направлении в мировых метрологических центрах на примере NIST (США) и PTB (Германия).

СВЕТОИЗЛУЧАЮЩИЕ НАНОКОМПОЗИТЫ НА ОСНОВЕ ZNS:CU, ОСАЖДЕННЫЕ МЕТОДОМ ВЗРЫВНОГО ИСПАРЕНИЯ В МАТРИЦЫ ПОРИСТОГО АНОДНОГО AL₂O₃

Бельтюков А.Н.^а, Чукавин А.И.^а, Валеев Р.Г.^а, Кривенцов В.В.^{б,а}, Мезенцев Н.А.^в

^аФизико-технический институт УрО РАН, 426000, Ижевск, ул.Кирова 132

^бИнститут катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, 630090, г. Новосибирск, пр. Лаврентьева, 5

^вИнститут Ядерной Физики им. Г.И. Будкера СО РАН, 630090, г. Новосибирск, пр. Лаврентьева, 11

Одними из первых и самых эффективных материалов для электролюминесцентных источников света является сульфид цинка, легированный медью. Свечение в данном материале обусловлено созданием в результате химического взаимодействия гетеропереходов типа n(ZnS:Cu)-p(Cu₂SZn)-n(ZnS:Cu), обладающих эффективной эмиссией люминесценции.

В технике в основном используются порошки и пленки данного материала, полученные методами термического (молекулярно-лучевая эпитаксия) и химического осаждения с одновременным легированием. В данной работе предлагается новый метод, основанный на методе взрывного термического испарения пропорциональной смеси порошков ZnS и CuS, приготовленной для обеспечения нужной стехиометрии. Суть метода заключается в сыпании смеси из вибробункера на нагретый резистивным методом до температуры 1200 °С испаритель. Далее материал испаряется, и, достигая подложки, осаждается в порах матрицы. Полученные материалы были исследованы методами рентгено-фотоэлектронной спектроскопии, рентгеновской дифракции, а локальное атомное окружение вокруг атомов Zn и Cu – методами EXAFS и XANES-спектроскопии. Люминесценция исследована методом УФ-люминесцентной спектроскопии.

Работа выполнялась в рамках проекта РФФИ № 15-19-10002.

ИЗУЧЕНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ СОСТОЯНИЯ И СТРУКТУРЫ МОДЕЛЬНЫХ НИЗКОПРОЦЕНТНЫХ КАТАЛИТИЧЕСКИХ НАНОСИСТЕМ НА ОСНОВЕ МЕТАЛЛОВ ПЛАТИНОВОЙ ГРУППЫ НА УГЛЕРОДНЫХ НОСИТЕЛЯХ МЕТОДАМИ XANES И EXAFS

Е.П. Якимчук, В.В. Кривенцов, С.Ю. Троицкий, Б.Н. Новгородов, М.А. Губанов, А.В. Чистяков, И.П. Просвирин, А.В. Нартова, В.И. Бухтияров

Институт катализа СО РАН, Новосибирск, Россия

В работе представлены результаты XANES/EXAFS исследования состояния и локальной структуры металлов в активном компоненте низкопроцентных модельных металл-углеродных катализаторов дебензилирования аминов, содержащих наноразмерные формы Pt и Pd. Сегодня, нанесенные каталитические наносистемы, содержащие металлы платиновой группы, стабилизированные на углеродных носителях, вызывают огромный интерес исследователей, вследствие своей практической значимости; возможности варьирования каталитических свойств и применения для широкого ряда процессов (гидрирования, конверсии промышленных субстратов, дебензилирования аминов и тд.), низкой стоимости конечных продуктов, легкости утилизации и извлечения дорогостоящих компонентов из отработавших катализаторов. Модельные образцы были приготовлены, из предшественников различной природы, при варьировании способов синтеза и формирования нанесенного компонента, режимов восстановления и активации. Спектры XANES и EXAFS (Pt-L₃, Pd-K) исследованных образцов были записаны на EXAFS станции в СЦСТИ, Новосибирск. Локальная атомная структура и состояние платиновых металлов в катализаторах исследовались методом XAFS спектроскопии по выходу флюоресценции с селективной отсечкой фона. Определены длины химической связи и соответствующие координационные числа. Дополнительно методами РФЭС, ПЭМВР, РФА исследовались химический и фазовый состав, морфология образцов. Данные, полученные разными методами, хорошо согласуются. Рассмотрены возможные варианты структурных моделей. Установлены корреляции между строением активного компонента и каталитическими свойствами исследованных образцов. Показана перспективность предлагаемого подхода к исследованию модельных низкопроцентных наноразмерных каталитических систем, основе платиновых металлов, стабилизированных на углеродных носителях.

Работа выполнена при использовании оборудования ЦКП СЦСТИ и поддержке Минобрнауки России, Президиума РАН (программа 24), РФФИ (13-03-12193, 14-03-01066, 15-33-50477_мол_нр, 15-33-50478_мол_нр, 14-03-90032-Бел_a).

XAFS - ИССЛЕДОВАНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ СОСТОЯНИЯ АКТИВНОГО КОМПОНЕНТА НИЗКОПРОЦЕНТНЫХ НАНЕСЕННЫХ КАТАЛИТИЧЕСКИХ НАНОСИСТЕМ НА ОСНОВЕ ПЛАТИНЫ.

Губанов М.А.¹, Иванов Д.П.², Кривенцов В.В.², Якимчук Е.П.², Новгородов Б.Н.², Сорокина К.Н.², Зюзин Д.А.², Аксенов Д.Г.², Хорев А.Г.², Нечепуренко С.Ф.², Чистяков А.В.¹, Цодиков М.В.¹

¹Институт нефтехимического синтеза РАН, Москва

²Институт катализа СО РАН, Новосибирск

Представленная работа посвящена исследованию особенностей состояния активного компонента низкопроцентных нанесенных каталитических наносистем на основе платины методом XAFS спектроскопии.

Сегодня нанесенные Pt катализаторы используются для задач экологического катализа, в разнообразных промышленно-важных реакциях, процессах конверсии субстратов из возобновляемых источников: переработка продуктов ферментации биомассы дегидратацией алифатических биоспиртов в качественные компоненты биотоплив и получение ценных углеводов из растительных масел прямой гидрогенизацией. Проведенные ранее исследования показали, что промышленные Pt, PtMe низкопроцентные нанесенные катализаторы, демонстрируют хорошую активность и селективность. Исходные образцы модельных Pt, PtMe катализаторов были приготовлены золь-гель методом из различных моно- и биметаллических предшественников осаждением на $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Спектры XAFS (Pt-L₃) записаны в СЦСТИ, Новосибирск. Показано наличие металлических и оксидных форм стабилизации наночастиц активного компонента. Рассмотрены варианты возможных структурных моделей. Дополнительно образцы исследовались методами ПЭМВР, СЭМ, РФА, РФЭС. Полученные данные комплексом методов не противоречат друг другу.

Работа выполнена при использовании оборудования ЦКП СЦСТИ (Новосибирск) и поддержке Минобрнауки России, Президиума РАН (программа 24), РФФИ (13-03-12193, 14-03-01066, 15-33-50477_мол_нр, 15-33-50478_мол_нр, 14-03-90032-Бел_a).

EXAFS - ИССЛЕДОВАНИЕ ЛОКАЛЬНОЙ СТРУКТУРЫ АКТИВНОГО КОМПОНЕНТА МОДЕЛЬНЫХ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ AU-ME КАТАЛИЗАТОРОВ

Чистяков А.В.¹, Кривенцов В.В.², Якимчук Е.П.², Новгородов Б.Н.², Иванов Д.П.², Зюзин Д.А.², Аксенов Д.Г.², Хорев А.Г.², Сорокина К.Н.², Нечепуренко С.Ф.², Николаев С.А.³, Губанов М.А.¹, Цодиков М.В.¹

¹Институт нефтехимического синтеза РАН, Москва

²Институт катализа СО РАН, Новосибирск

³Московский государственный университет, Химический факультет, Москва

Представленная работа посвящена изучению локальной структуры ~1%Au и AuMe (Me=Ni, Cu, Ag) модельных наноструктурированных катализаторов на оксидных носителях методом EXAFS. Исследование природы нано-форм стабилизации золота, необходимо для создания эффективных катализаторов для различных приложений, в том числе для создания мембрано-каталитических систем. Очевидно, что развитие методов синтеза может привести к значительному экономическому эффекту, вследствие снижения содержания золота и оптимизации каталитических свойств системы. Модельные катализаторы были приготовлены, из моно- и биметаллических комплексов, при варьировании способов синтеза (золь-гель, ионный обмен, пропитка), режимов восстановления, природы носителей. Спектры XAFS (Au-L3, Ni-K, Cu-K, Ag-K) образцов были записаны в СЦСТИ, Новосибирск. Выполнено исследование генезиса локальной структуры активного компонента, включая изучение окисленных предшественников и катализаторов после активации (восстановления). Показано, что в зависимости от предыстории, возможно образование различных наноразмерных форм золота, локализованных на носителе. Рассмотрены варианты структурных моделей. Дополнительно образцы исследовались ПЭМВР, РФА, РФЭС.

Работа выполнена при использовании оборудования ЦКП СЦСТИ (Новосибирск) и поддержке Минобрнауки России, Президиума РАН (программа 24), РФФИ (13-03-12193, 14-03-01066, 15-33-50477_мол_нр, 15-33-50478_мол_нр, 14-03-90032-Бел_а).

ИЗУЧЕНИЕ ГЕНЕЗИСА НАНОРАЗМЕРНЫХ ФОРМ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ, СТАБИЛИЗИРОВАННЫХ НА НОСИТЕЛЯХ РАЗЛИЧНОЙ ПРИРОДЫ МЕТОДОМ XAFS

Якимчук Е.П.¹, Кривенцов В.В.¹, Иванов Д.П.¹, Новгородов Б.Н.¹, Сорокина К.Н.¹, Зюзин Д.А.¹, Аксенов Д.Г.¹, Хорев А.Г.¹, Просвирина И.П.¹, Нечепуренко С.Ф.¹, Смирнова Н.С.², Губанов М.А.³, Чистяков А.В.³, Цодиков М.В.³

¹Институт катализа СО РАН, Новосибирск

²Институт проблем переработки углеводородов СО РАН, Омск

³Институт нефтехимического синтеза РАН, Москва

В работе представлены результаты исследования генезиса наноразмерных форм благородных металлов - Au, Pt, Pd, Ru и др., существующих в нанесенных моно- и биметаллических катализаторах, стабилизированных на оксидных и углеродных носителях различной природы методом XAFS. Хорошо известно, что наноразмерные формы благородных металлов проявляют высокую каталитическую активность в различных промышленно важных процессах, перспективны для задач нетрадиционной энергетики и экологического катализа. Разработка методов синтеза может привести к значительному экономическому эффекту, вследствие снижения содержания металла в активном компоненте и оптимизации каталитических свойств. Исследование природы различных форм стабилизации нанесенного металла, необходимо для создания новых эффективных катализаторов для различных приложений. Катализаторы были приготовлены, из различных неорганических предшественников, при варьировании способов синтеза (золь-гель, ионный обмен, пропитка), режимов восстановления, природы носителей. Спектры XAFS (Au-L₃, Pt-L₃, Pd-K, Ru-K) образцов были записаны на EXAFS станции в СЦСТИ. Выполнено исследование генезиса локальной структуры активного компонента, включая изучение окисленных предшественников и катализаторов после активации (восстановления) и изменения состояния активного компонента. Показано, что в зависимости от предыстории, возможно образование различных (металлических, металооксидных, оксидных) наноразмерных форм благородных металлов, локализованных на поверхности носителя. Определены длины химической связи и соответствующие координационные числа. Рассмотрены возможные варианты структурных моделей. Данные методов ПЭМ, РФЭС, РФА дополнительно использованных для исследования не противоречат данным XAFS. Установлены корреляции между формами стабилизированного металла и природой носителя.

Работа выполнена при использовании оборудования ЦКП СЦСТИ (Новосибирск) и поддержке Минобрнауки России, Президиума РАН (программа 24), РФФИ (13-03-12193, 14-03-01066, 15-33-50477_мол_нр, 15-33-50478_мол_нр, 14-03-90032-Бел_а).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛОКАЛЬНОЙ СТРУКТУРЫ АКТИВНОГО КОМПОНЕНТА БИМЕТАЛЛИЧЕСКИХ КАТАЛИЗАТОРОВ НА ОСНОВЕ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ ДЛЯ ЗАДАЧ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО КАТАЛИЗА

Якимчук Е.П.¹, Кривенцов В.В.¹, Иванов Д.П.¹, Новгородов Б.Н.¹, Сорокина К.Н.¹, Зюзин Д.А.¹, Аксенов Д.Г.¹, Хорев А.Г.¹, Просвирин И.П.¹, Нечепуренко С.Ф.¹, Смирнова Н.С.², Губанов М.А.³, Чистяков А.В.³, Цодиков М.В.³

¹Институт катализа СО РАН, Новосибирск

²Институт проблем переработки углеводородов СО РАН, Омск

³Институт нефтехимического синтеза РАН, Москва

Представленная работа посвящена изучению методом XAFS особенностей стабилизации и состояния металлов для низкопроцентных моно- и биметаллических палладиевых катализаторов нанесенных на оксидные носители, как предшественников мембранных систем. Компактные мембранные системы на основе моно и биметаллических палладиевых катализаторов активно применяются для локальной очистки газовых выбросов ТЭЦ, промышленных производств и подземных гаражей от токсичного СО, обеспечивая его высокоскоростное окисление, для процессов окислительной конверсии метана в различные продукты, например в органическое топливо, как альтернативный путь нефтяному направлению, также множестве других процессов. Как известно применение пористых мембранных систем для гетерогенно-каталитических реакций повышает селективность (без существенной потери производительности) и снижает энергопотребление. К новому направлению в этой области можно отнести разработки, направленные на создание нанореакторов, в котором возможно сочетание двух важных условий: интенсивного протекания каталитических реакций с одновременным селективным транспортом продуктов. В качестве объектов для разработки нанореакторов могут служить каналы пористых керамических мембран, модифицированные каталитическими системами. В работе использовались модельные низкопроцентные (~1%) катализаторы Pt, Pd, PtRe, PdZn, приготовленные методом пропитки из водных растворов солей палладия и золь-гель методом из моно- и биметаллических ацетатных комплексов-предшественников. Показана возможность целенаправленного варьирования состояния сформированных на поверхности носителя оксидных наноструктур Pt и Pd от практически атомарно-диспергированного металла до оксидных и металооксидных наночастиц. Для биметаллических катализаторов показана роль второго металла для стабилизации активного компонента. Установлено наличие дефектных поверхностных нанофаз - MeO_x . Однако по всей видимости, большая часть ионов второго металла внедряется в приповерхностную структуру носителя, при этом происходит стабилизация изолированных локализованных по дефектам ионов и образование сложной нанофазы взаимодействия MeO_x - оксидный носитель.

Работа выполнена при использовании оборудования ЦКП СЦСТИ (Новосибирск) и поддержке Минобрнауки России, Президиума РАН (программа 24), РФФИ (13-03-12193, 14-03-01066, 15-33-50477_мол_нр, 15-33-50478_мол_нр, 14-03-90032-Бел_a).

АНИЗОТРОПНОЕ ТЕПЛОВОЕ РАСШИРЕНИЕ МОЛЕКУЛЯРНОГО КРИСТАЛЛА 1,3,5-ТРИАМИНО 2,4,6- ТРИНИТРОБЕНЗОЛА ПРИ НОРМАЛЬНОМ ДАВЛЕНИИ

А.В. Станкевич¹, Е.Б. Смирнов¹, О.В.Костицын¹, К.А. Тэн², А.Н.Шмаков³, Б.П. Толочко⁴

- ¹) ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ» им. академ. Е.И. Забабахина, Снежинск
²) Институт гидродинамики им. М.А.Лаврентьева СО РАН, Новосибирск
³) Институт катализа им. Г.К.Борескова СО РАН, Новосибирск
⁴) Институт химии твёрдого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск

При решении конструкционных задач многие вещества не применяются как обособленные, а используются совместно с другими материалами. Таким образом, резкое различие в их свойствах, например, параметров термического расширения, может привести к несоответствию эксплуатационным характеристикам изделий.

Анизотропное расширение молекулярного кристалла ТАТБ триклинной структуры описано в работе [1], там же авторы проанализировали расширение и его моноклинной модификации. При проведении исследований использовались методы дифракции рентгеновских лучей. Полученные средние значения линейных коэффициентов теплового расширения составили $10,1 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ для триклинного ТАТБ и $9,5 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ для моноклинного, среднее объёмное значение равно $30,4 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$. Однако рассмотренный температурный диапазон был ограничен в интервале 214-377К, а изобара ТАТБ при нормальном давлении построена с шагом от 9 до 13К, что не позволяет провести детальный анализ с целью математического описания его свойств в широком диапазоне.

При решении таких задач предельными условиями постановки эксперимента являются приближение к нулевой температуре и температуре термодеструкции с небольшим шагом и высокоскоростным сбором экспериментальных данных, например, в виде картины дифракции рентгеновских лучей. Следующее приближение к подобным исследованиям выполнено авторами работы [2] с помощью лабораторной дифракционной станции, в которой скорость регистрации не превышала $5\text{с}/2\Theta$. Изменения структуры определялись с шагом 10 в температурном диапазоне от 153 до 553К.

Следующим этапом изучения анизотропного расширения кристаллического ТАТБ стало проведение экспериментов на ускорителе СИ ВЭПП-3 с увеличенной на 3-6 порядков яркостью, по сравнению с лабораторными источниками. На дифракционной станции "ПРЕЦИЗИОННАЯ ДИФРАКТОМЕТРИЯ II", расположенной на канале вывода №6 накопителя электронов ВЭПП-3 Новосибирского центра синхротронного излучения можно достичь скорости регистрации $3 \cdot 10^8\text{с}/2\Theta$, что выполнено в рамках данной работы. В качестве детектирующего оборудования использовался беспараллаксный детектор OD-3M с фокусным расстоянием 350 мм, углом регистрации ~ 30 градусов и минимальным временем экспозиции – 1 мкс.

Монохроматизация излучения осуществлялась однократным отражением от кристалла-монокроматора Si(111), расположенного под углом $\sim 15.7^\circ$ к направлению первичного пучка с отклонением монохроматизированного пучка в вертикальной плоскости вверх. Энергия пучка СИ составляла 7 кэВ, длина волны 1,731 А.

В экспериментах производился нагрев образца от температуры $T_0=300\text{К}$ с шагом 20. Нагрев осуществлялся со скоростью $1^\circ\text{C}/\text{мин}$ в течение 20 минут. Далее образец выдерживался при заданной температуре в течение 20 минут, и снималась дифрактограмма. Цикл повторялся до достижения образцом температуры 513К. В результате была получена серия дифрактограмм, на которой прослеживается изменение положения ряда рефлексов (рис. 1), характеризующих анизотропное тепловое расширение ТАТБ.

При обработке данных использовались современные подходы решения порошковых рентгенограмм, в том числе и квантово-химические. В результате определена метрика

элементарной ячейки ВВ ТАТБ и её анизотропное изменение при температурном воздействии от 300 до 513К, а также линейные коэффициенты теплового расширения молекулярного кристалла в трёх ортогональных направлениях.

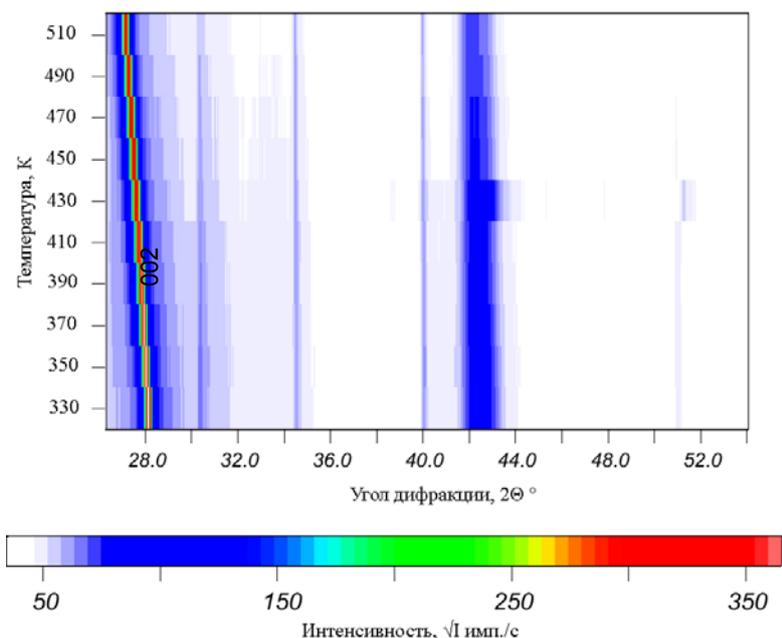


Рис. 1 – Полученная картина изменения положения дифракционных рефлексов триклинного ТАТБ при температурном воздействии

С целью анизотропного уточнения параметров структуры триклинного ТАТБ экспериментально полученные 1-D рентгенограммы поликристаллических образцов накладывались на рассчитанные с помощью предварительно построенных моделей структуры монокристаллов (рис. 2) [2]. Также можно использовать и ранее известные результаты монокристалльного РСА [3].

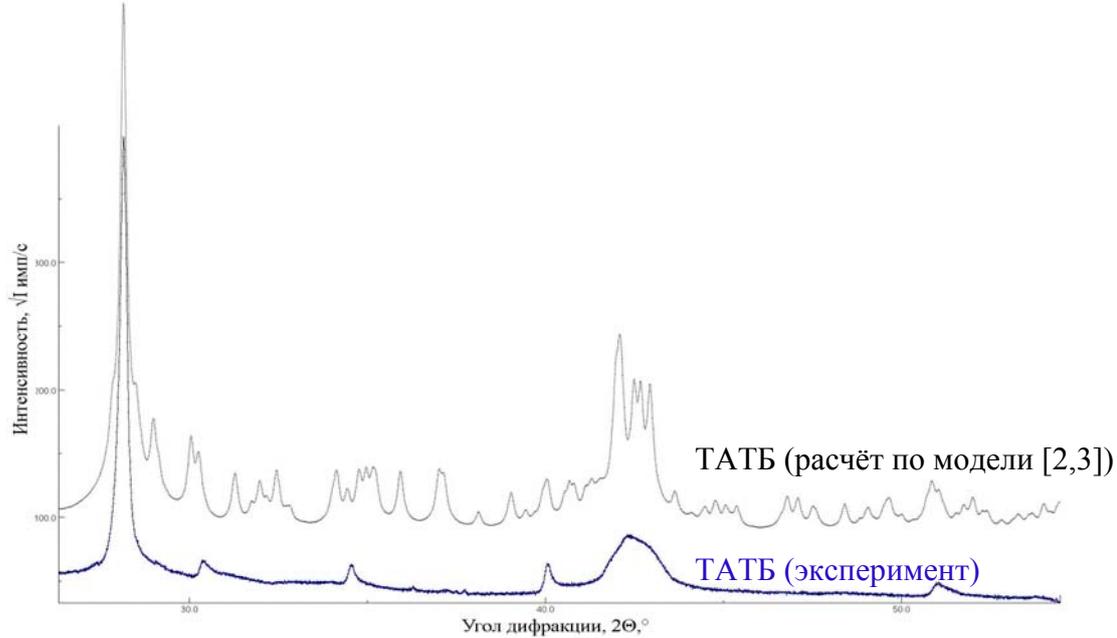


Рис. 2 – Рентгенограмма порошкообразного образца ТАТБ в нормальных условиях

На первоначальном этапе производилась калибровка модели, и определялись инструментальные поправки. Затем, для уточнения структуры при тепловом воздействии в изотропном приближении фиксировались параметры калибровки и параметры структуры,

подлежащие наименьшему изменению (*a*, *b*). Далее уточнялись текстура, размерные характеристики субструктуры, параметры элементарной ячейки в целом. В завершении корректировались экстинкция и независимые координаты атомов их статические смещения, тепловые Дебая-Валлера. Точность полнопрофильного анализа структуры ТАТБ оценивалась по разностным рентгенограммам и параметром R_{wp} , максимальное значение которого в нашем случае составило 0,04 (рис. 3).

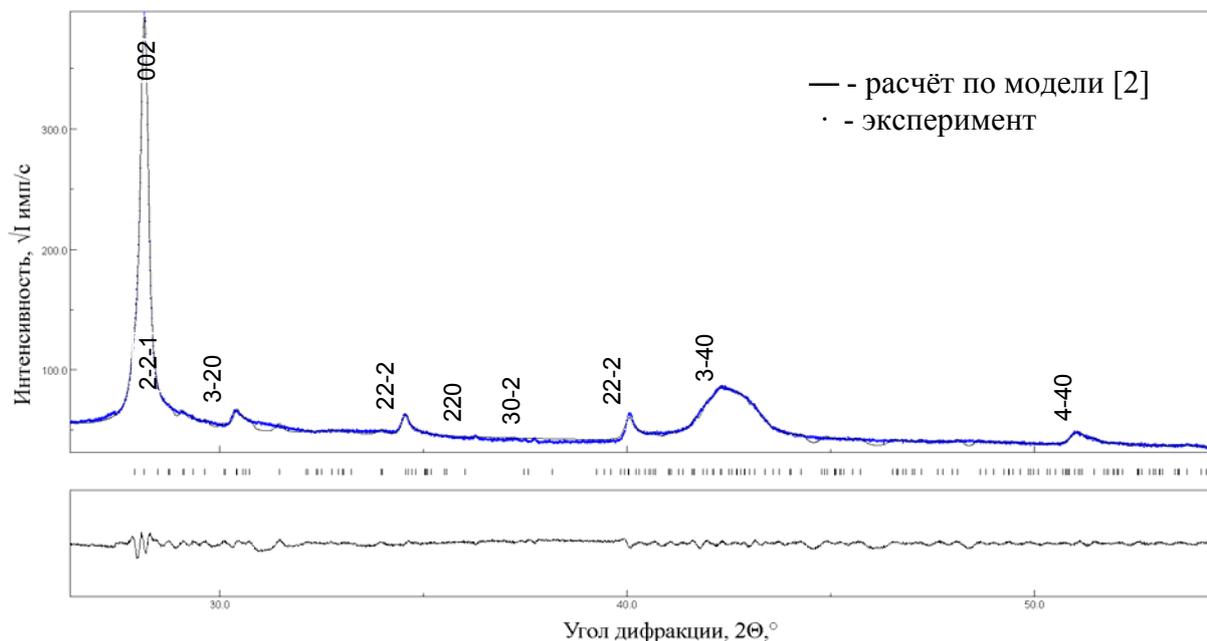


Рис. 3 – Полнопрофильный анализ методом Ритвелда рентгенограммы образца ТАТБ в нормальных условиях

Итогом обработки рентгенограмм в анизотропном приближении является построение относительного изменения метрики элементарной ячейки и изобары ТАТБ при атмосферном давлении (рис. 4).

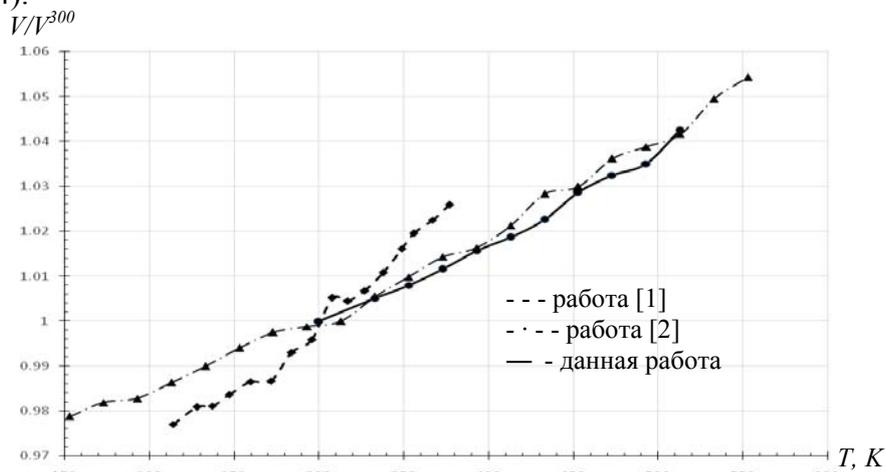


Рис. 4 – Изобарическое изменение объёма элементарной ячейки ТАТБ

Исследовательские работы по определению изменения структуры и свойств ТАТБ при каком-либо воздействии не потеряли своей актуальности. Это связано с особенностями его электронного строения и целенаправленным изучением новых свойств, которые могут привести к появлению альтернативных сценариев использования ТАТБ в техническом плане. По результатам данной работы получено среднее значение линейного ($7,1 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$) и объёмного ($20,3 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$) коэффициентов термического расширения. Стоит отметить, что в условиях квазиизобарического температурного воздействия изменение объёма элементарной

ячейки ТАТБ характеризуется анизотропией силовых параметров межмолекулярного взаимодействия, а основной вклад наблюдается в кристаллографическом направлении «с» ($17,2 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$).

Литература

- [1] John R. Kolb and H. F. Rizzo// Propellants and Explosives. – 1979. – V. 4. – P. 10-16.
- [2] Станкевич А.В., Костицын О.В., Тайбинов Н.П., Смирнов Е.Б., Тарасов А.Ю.// XII международная конференция «Забабахинские научные чтения», г. Снежинск, 02-06 июня 2014 г.
- [3] Cady, H.H. The crystal structure of 1,3,5-triamino-2,4,6-trinitrobenzene/ H.H. Cady, A.C. Larson// Acta Cryst. – 1965. – V.18. – P. 485-496.

Ответственный за выпуск М.В.Кузин
Работа поступила 4.09. 2015 г.

Сдано в набор 7.09. 2015 г.

Подписано в печать 8.09. 2015 г.

Формат 60x90 1/16 Объем 3,5 печ.л.

Тираж 70 экз. Бесплатно. Заказ № 12

Обработано на РС и отпечатано
на ротапинтере «ИЯФ им. Г.И. Будкера» СО РАН,
Новосибирск, 630090, пр. Академика Лаврентьева, 11