Учреждение Российской Академии наук Институт ядерной физики им.Г.И.Будкера Сибирского отделения РАН

Сибирский Центр Синхротронного и Терагерцового Излучения



ОТЧЁТ СИБИРСКОГО ЦЕНТРА СИНХРОТРОННОГО И ТЕРАГЕРЦОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ЗА 2008-2009 ГОДЫ

Новосибирск 2010

УДК 621.3.029.76:621.384.665 ББК В346; В381.1

В настоящем отчете в краткой форме изложены основные направления и результаты деятельности Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения в 2008-2009 годах. Описаны существующие и разрабатываемые экспериментальные станции на пучках синхротронного излучения из накопителей ВЭПП-3 и ВЭПП-4М, обсуждаются результаты исследований, проведенных на этих станциях в 2008-2009 годах. Приведены результаты деятельности Центра по использованию терагерцового излучения и разработке лазеров на свободных электронах. Описаны работы по созданию специализированных накопителей – источников СИ и специальных генераторов СИ – вигглеров и ондуляторов. Рассмотрены проекты новых российских источников СИ 3-го и 4-го поколений. Приведены краткие отчеты по конференциям и научным школам, организованным и проведенным в этот период в Центре, а также конференциям, на которых представлялись работы сотрудников Сибирского центра. С библиографией публикаций сотрудников Центра можно ознакомиться на сайте СЦСТИ.

Мы благодарны всем сотрудникам Сибирского центра и других организаций, предоставившим свои материалы для этого отчёта.

Редакторы-составители: В.Б.Барышев, К.В.Эпштейн.

СИБИРСКИЙ ЦЕНТР СИНХРОТРОННОГО И ТЕРАГЕРЦОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ 630090 Новосибирск, пр. ак. Лаврентьева 11, ИЯФ им. Г.И.Будкера СО РАН Факс: (383) 330-71-63, WWW: http://ssrc.inp.nsk.su/CKP/

Директор Центра: зам. директора Института ядерной физики им. Г.И.Будкера СО РАН, академик **КУЛИПАНОВ Геннадий Николаевич** Тел. (383) 329-44-98, E-mail: G.N.Kulipanov@inp.nsk.su

Руководители подразделений Центра:

зав. лабораторией 8-1

д.ф.-м.н. ВИНОКУРОВ Николай Александрович

- Тел. (383) 329-40-03, E-mail: N.A.Vinokurov@inp.nsk.su зав. лабораторией 8-2
- д.ф.-м.н. МЕЗЕНЦЕВ Николай Александрович
- Тел: (383) 329-41-55, E-mail: N.A.Mezentsev@inp.nsk.su

УДК 621.3.029.76:621.384.665 ББК В346; В381.1

ISBN 978-5-904968-01-4

На первой странице обложки: заведующий лабораторией Института ядерной физики им. Г.И. Будкера, лауреат Государственной премии Российской Федерации за 2009 год в области науки и технологий за достижения в области разработки и создания лазеров на свободных электронах, д.ф.-м.н. Н.А.Винокуров за пультом Новосибирского лазера на свободных электронах (NovoFEL).

Содержание

1. Введение	5
2. Работы на пучках СИ из ВЭПП-3	6
2.1. Экстремальные состояния вещества	6
2.2. LIGA-технология и рентгеновская литография	11
2.3. Дифрактометрия высокого разрешения	16
2.4. Рентгенофлуоресцентный элементный анализ	20
2.5. Дифрактометрия при высоких давлениях	24
2.6. Рентгеновская микроскопия и томография	27
2.7. Дифрактометрия с временным разрешением – «Дифракционное кино»	30
2.7. EXAFS-спектроскопия	32
3. Работы на пучках СИ из ВЭПП-4М	38
3.1. Метрология в ВУФ и мягком рентгене	38
3.2. Предварительная аттестация кристаллов для монохроматора	41
4. Работа с пучками терагерцового излучения	43
4.1. Новосибирский терагерцовый лазер на свободных электронах	43
4.2. Экспериментальные станции на пучках ТГц излучения	43
4.3. Вторая очередь Новосибирского ЛСЭ	56
5. Разработка и создание специализированных генераторов СИ	60
5.1 Специализированный накопитель – источник СИ «Сибирь-2»	60
5.2. Технологический накопительный комплекс (ТНК «Зеленоград»)	63
5.3. Сверхпроводящие вигглеры	65
5.4. Вигглеры-затухатели на постоянных NdFeB магнитах для источника СИ	69
РЕТКА-III (Гамбург)	
5.5. Радиационно-стойкий дипольный магнит для строящегося в GSI (Германия)	70
ионного ускорителя	
5.6. Каналы транспортировки ионного углеродного пучка к пациентам для	71
Центра терапии раковых заболеваний при университете Гунма, Япония	
5.7. Разработка нового источника синхротронного излучения для	72
Сибирского центра СИ	
5.8. Проект MARS	76
6. Конференции, совещания, семинары	80
6.1. XVII Международная конференция по использованию синхротронного	80
излучения «СИ-2008»	
6.2. Школа по подготовке специалистов «Синхротронное излучение в современных	80
технологиях»	

6.3. Школа для молодых специалистов «Синхротронное излучение. Дифракция						
и рассеяние»						
6.4. Конференции студентов и аспирантов СЦСТИ	83					
6.5. Участие сотрудников СЦСТИ с докладами на других научных мероприятиях	84					

1. Введение

На базе установок и лабораторий ИЯФ функционирует Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения (СЦСТИ), имеющий два направления работ. Одно из них – "синхротронное излучение", работы на пучках синхротронного излучения (СИ) из накопителей ВЭПП-3 и ВЭПП-4М, а также разработка и создание систем для генерации СИ для российских и зарубежных центров СИ. Другое – "терагерцовое излучение", работы с использованием излучения Новосибирского лазера на свободных электронах в терагерцовом диапазоне (110-240 мкм и 40-120 мкм), дальнейшее развитие Новосибирского ЛСЭ, а также участие в зарубежных проектах ЛСЭ.

Программа работ по направлению "синхротронное излучение" в 2008-2009 годы включала:

- проведение фундаментальных и прикладных исследований, а также разработку новых технологий с использованием синхротронного излучения накопителей ВЭПП–3 и ВЭПП-4М;

- создание экспериментального оборудования для работ с пучками СИ (каналы, экспериментальные станции, рентгеновская оптика, монохроматоры, детекторы);
- разработку и создание ускорителей специализированных источников СИ;
- разработку и создание специальных магнитных систем для генерации СИ вигглеров и ондуляторов;
- обучение и профессиональную подготовку студентов и аспирантов.

Для проведения работ на пучках СИ на накопителе ВЭПП-3 в 2009 году было выделено 1197 часов рабочего времени в режиме "Синхротронное излучение" (в 2008 г. – 1956 часов) и 432 часа в режиме "СИ" выделено на ВЭПП-4М (в 2008 году 240 часов). В экспериментах были задействованы 11 станций на 7 каналах вывода СИ из ВЭПП-3 и на 2 станции на каналах СИ из ВЭПП-4М. На станциях проводили работы исследовательские группы из 55 институтов и других организаций.

Программа работ по направлению "терагерцовое излучение" в 2008-2009 годы включала:

 развитие экспериментальных станций и проведение исследований на действующем однооборотном лазере терагерцового диапазона (110-240 мкм);

- завершение монтажа и запуск двухоборотного ускорителя-рекуператора; подготовка экспериментов на выведенном пучке из ЛСЭ 2-й очереди в диапазоне длин волн 40-120 мкм;

- работы по созданию третьей и четвертой дорожек ускорителя-рекуператора;
- участие в зарубежных проектах по разработке и созданию мощных ЛСЭ;
- обучение и профессиональную подготовку студентов и аспирантов.

Для выполнения исследований на пучках терагерцового излучения из Новосибирского лазера на свободных электронах в 2009 году было выделено 710 часов рабочего времени (в 2007 г. - 780 часов, в 2008 г. – 430); уменьшение в 2008 г. связано с работами по монтажу двухоборотного ускорителя-рекуператора для ЛСЭ 2-й очереди. Работа с пучками терагерцового излучения проводилась на 5-ти экспериментальных станциях. На станциях проводили исследования сотрудники 8 институтов СО РАН, Научно-технологического центра уникального приборостроения РАН (Москва), а также преподаватели, студенты и аспиранты Новосибирского государственного университета и Новосибирского государственного технического университета.

Работы Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения в 2008-2009 годы проводились при финансовой поддержке Федерального агентства по науке и инновациям (ФАНИ) в рамках Программы развития центров коллективного пользования (госконтракты ФАНИ № 02.552.11.7009, № 02.552.12.7001 и № 02.552.11.7081), а также большого количества интеграционных проектов СО РАН, РАН, проектов РФФИ и других источников финансирования, указанных далее по тексту.

2. Работы на пучках СИ из ВЭПП-3



Рис. 1. Фрагмент бункера для работ с пучками СИ на ВЭПП-3.

2.1. Экстремальные состояния вещества

Станция «Взрыв (Экстремальные состояния вещества)» предназначена для регистрации проходящего излучения и малоуглового рентгеновского рассеяния (МУРР) при исследовании детонационных и ударно-волновых процессов. Она является единственной в мире.

Участвующие организации:

- 1. Институт гидродинамики СО РАН, Новосибирск;
- 2. Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка;
- 3. Институт теплофизики экстремальных состояний РАН, Москва;
- 4. Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск;
- 5. Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск;
- 6. Институт химической кинетики и горения СО РАН, Новосибирск;
- 7. Институт ядерной физики им. Г.И.Будкера СО РАН, Новосибирск;

8. Российский федеральный ядерный центр "Всероссийский научноисследовательский институт технической физики" (РФЯЦ ВНИИТФ), г. Снежинск. Темы исследований и дополнительные источники финансирования:

1. Исследование процессов малоуглового рентгеновского рассеяния (МУРР) при детонации тротила, гексогена и ТГ50/50. Интеграционный проект СО РАН №23: Синхротронная диагностика быстропротекающих процессов (в том числе взрывных).

2. Исследование необратимых процессов, вызванных высокоинтенсивными воздействиями на конденсированные среды, с помощью синхротронного излучения (Грант РФФИ 06-02-17335-а).

3. Исследование ударной сжимаемости аэрогеля трех различных начальных плотностей в диапазоне скоростей ударника от 2 до 3 км/с. Программа Фундаментальных исследований Президиума РАН П-09 "Исследование вещества в экстремальных условиях" (координатор акад. В.Е. Фортов).

4. Исследование детонационных процессов в газовых, гетерогенных и конденсированных средах, в том числе для создания фундаментальных основ технологий. Исследование детонации и ударно-волновых процессов с использованием синхротронного излучения. Договор о научно техническом сотрудничестве ИЯФ СО РАН, РФЯЦ ВНИИТФ (г. Снежинск), ИХТТМ СО РАН, ИГиЛ СО РАН.

5. Исследование синтеза металлических наночастиц в экстремальных условиях детонации. Грант РФФИ 07-02-19382 Исследование методами синхротронного излучения физикохимических процессов в экстремальных условиях высоких температур и давлений: быстропротекающие деструкция и синтез. Программа СО РАН на 2009 г. раздел 5.1.4. "Разработка методов активного физического воздействия на химические превращения".

6. Исследования необратимых процессов в конденсированных (сплошных, пористых) средах, происходящие при интенсивных внешних, в том числе ударно-волновых, воздействиях. Гос. Программа 0120.0 406861.

7. Исследование поведения гомогенных и гетерогенных сред при высокоэнергетическом воздействии. Разработка методики измерения распределения плотности на фронте детонации цилиндрических зарядов малого диаметра с разрешением 100 мкм. Гос. Программа 0120.0 406860.

8. Измерение распределения плотности вдоль газовой кумулятивной струи при детонации ТГ 50/50. Гос. Программа 0120.0 406862.

9. Нестационарные явления в многофазных средах (динамика структуры течений, фазовые переходы, кумулятивный синтез, математические модели).

10. Изучение возможностей синхротронного излучения с энергией 30 - 60 кэВ для проведения исследования детонационных и ударно-волновых процессов в зарядах взрывчатых веществ до 1500 г; разработка станции "Детонация" на ВЭПП-4М (Грант РФФИ 07-02-01079-а).

Пример работы, выполненной в последние два года:

Исследование детонации и ударно-волновых процессов с использованием синхротронного излучения.

Работа проводилась в рамках Договора о научно техническом сотрудничестве ИЯФ СО РАН - РФЯЦ ВНИИТФ (г. Снежинск) - ИХТТМ СО РАН (г. Новосибирск) - ИГиЛ СО РАН (г. Новосибирск).

Взрывчатые вещества (ВВ) на основе триаминотринитробензола (ТАТБ) являются наиболее перспективными ВВ по условиям безопасности при их эксплуатации. В отличие от других ВВ этот тип ВВ при нагреве разлагается на вещества, не являющиеся взрывоопасными. Их разработка, исследования и испытания в настоящее время имеют приоритетный статус.

Исследование образования твердого конденсата во время детонации взрывчатых веществ ФЯЦ ВНИИТФ (г. Снежинск).

Основная задача химического взрывчатого вещества, используемого ФЯЦ ВНИИТФ - это оптимальное обжатие сферических изделий, за счет образования высокого давления

на фронте детонации. Однако, кроме роста давления, обусловленного, в основном, образованием газов CO₂, CO, N₂, H₂O, NO₂, возможно образование конденсированного углерода в виде аморфной фазы, графита и алмаза. Чем больше образуется конденсированного углерода, тем меньшее давление может быть достигнуто, что крайне нежелательно.

Сотрудники ИЯФ, ИГиЛ и ИХТТМ СО РАН разработали прямой динамический метод наблюдения за образованием твердой фазы в зоне химической реакции детонации, позволяющий измерить концентрацию образовавшихся наночастиц. Метод основан на рассеянии синхротронного излучения на образующихся наночастицах: интегральная интенсивность рассеяния пропорциональна числу наночастиц, а форма рассеяния несет информацию о размерах наночастиц. Метод является развитием статического метода малоуглового рентгеновского рассеяния (МУРР), применяемого для исследования нанообъектов.

Протестирована партия BB из ФЯЦ ВНИИТФ на основе триаминотринитробензола (ТАТБ) и получена информация о фазовом составе в зоне химической реакции во время детонации. Основные вопросы, на которые необходимо было ответить: 1) образуется ли конденсированная фаза углерода в зоне химической реакции; 2) если образуется, то сколько; 3) если образуется, то где, в какой области зоны химической реакции; 4) какую кристаллографическую форму принимает углерод – аморфную, графита или алмаза; 5) какие условия могут затормозить или уменьшить образование твердой фазы углерода.



Рис. 2. Схема проведения рентгенографического эксперимента:

1 – сверхбыстродействующий рентгеновский детектор DIMEX, 2 – исследуемый заряд взрывчатого вещества, 3 – луч синхротронного излучения.

ρ , г/см³, ТУ 75 11903-538-90



Рис. 3. Пространственное распределение плотности $\rho(r, z)$, г/см³. Заряд на основе ТАТБ.



Рис. 4. Пространственное распределение давления. Заряд на основе ТАТБ.

Исследовались прессованные заряды ТАТВ диаметром 20 мм. Результаты показывают, что в ТАТВ на фронте детонации фиксируются наночастицы размером $d\sim1.5$ нм. Далее размер частиц слабо растет и за время t=3-4 мкс достигает в ТАТВ значения $d\approx2.6$ нм. Судя по амплитуде сигналов МУРР, можно предположить, что следов наноалмазов в продуктах взрыва ТАТВ нет.

Вопрос о конденсации углерода при детонации ВВ с отрицательным кислородным балансом остаётся дискуссионным до настоящего времени. Ответ на него важен как для понимания физики явления, так и для оценки количества энергии, которая выделяется при экзотермической коагуляции углеродных кластеров

Оценки показывают, что метод МУРР в наших экспериментальных условиях дает возможность фиксировать рассеянное излучение от частиц размером от единиц до сотен нанометров.

За одну вспышку СИ детектор регистрирует рассеяние во все каналы (делает один кадр), фиксируя распределение МУРР от угла. Поскольку фронт детонации движется по

оси Z с постоянной скоростью 7.5 км/с (для ТАТВ с плотностью 1.81 г/см³), то через два периода следования импульсов СИ T = 0.5 мкс детектор записывает еще одно распределение МУРР (еще один кадр), формируя последовательность распределений сигналов МУРР. Фактически это рентгеновское дифракционное кино с временным сдвигом 0.5 мкс и длительностью каждого кадра в 1 нс.

При облучении исходных BB был зарегистрирован заметный сигнал МУРР практически исчезающий непосредственно на фронте детонации. Вероятно, это вызвано наличием в исходном BB заметных межкристаллических пор, которые устраняются при сжатии BB под воздействием мощной ударной волны. Кроме этого, даже при появлении частиц конденсированного углерода в этой зоне, где сжатие BB максимально, относительно малым оказывается значение "контрастности" – квадрата разности плотностей частиц углерода и BB $\cdot (\rho - \rho_0)^2$. Далее амплитуда сигнала плавно нарастает, изменяется также и угловое распределение МУРР.

В целом, при детонации конденсированных BB (TNT, RDX/TNT, TATB) зависимость МУРР от времени примерно одинаковое, но амплитуда интегрального МУРР (суммарного по всем каналам детектора) у них заметно отличается (рис. 5). Наибольший сигнал интегрального МУРР у смеси TNT/RDX. У зарядов из TNT и TATB он заметно меньше (примерно в 1,5 раза). Это означает, что рассеивающие частицы имеют меньшую плотность и, скорее всего, являются графитоподобными. Регистрируемых следов наноалмазов в TNT и TATB не отмечается, а если они есть, то их размер не превышает 1 нм.



Рис. 5. Зависимость интегрального МУРР от времени при детонации взрывчатых веществ TNT, TATB и TNT/RDX.

Из измерений распределений МУРР следует, что практически сразу за фронтом детонации фиксируются наночастицы размером $d\sim 1.5-2.5$ нм. Далее размер частиц слабо растет и на время t=3 мкс достигает $d\approx 2.5$ нм для ТАТВ. Судя по амплитуде сигналов МУРР, следов наноалмазов в продуктах взрыва ТАТВ размером более 1 нм не обнаружено.

2.2. LIGA-технология и рентгеновская литография

В 2009 году завершено оснащение специализированного лабораторного помещения «Чистая комната» высокотехнологичным оборудованием: плазмохимическая установка производства EDWARDS (Англия) АUTO 500 для очистки подложек и нанесения покрытий; установка POLI-300 для шлифования и полирования подложек и LIGA–изделий; сканирующий электронный микроскоп Hitachi S-3400N; лабораторный пресс с программируемым режимом прессования производства Schmidt Technology (США).

«Чистая комната» оснащена системами вентиляции и очистки воздуха по классу "100", центрифугой для нанесения резистивных слоев толщиной от единиц до сотен микрометров, вакуумной печью для отжига образцов, ультразвуковой установкой для жидкостного проявления экспонированных резистов, установкой микрогальваники с управляемым от ЭВМ источником тока, а также необходимой контрольно-измерительной аппаратурой.

На Рис. 6 показан фрагмент внешнего вида «чистой комнаты» и примеры установленного в ней оборудования.



Рис. 6. Специализированное лабораторное помещение «Чистая комната».

1 - фрагмент внешнего вида «чистой комнаты».

2 - сканирующий электронный микроскоп Hitachi S-3400N.

3 - слева: установленная в вытяжном шкафу центрифуга P6700 Series Spin Coaters производства Cookson Electronics для нанесения на твердые плоские подложки диаметром от 1 до 10 см резистивных слоев. Справа: Плазмохимическая установка производства EDWARDS AUTO 500 для очистки подложек и нанесения покрытий.

4 - установка POLI-300 для шлифования и полирования подложек и LIGA-изделий.

Основные направления работ в 2008-2009 годах:

1. Разработка технологических этапов LIGA-процесса:

- малозатратный метод рентгеношаблонов для LIGA в одностадийном процессе;
- методы контроля качества создаваемых рентгеношаблонов;
- метод изготовления оптических элементов с микропрофилем;
- метод изготовления свободновисящих медных сеточных структур;
- метод изготовления медных прессштампов;

- метод изготовления полимерных микроизделий методом горячей формовки, на примере изготовления микрофлюидных систем.

2. Разработка технологии синтеза микроструктурированных компонентов.

Выполняемые работы проводились при поддержке Междисциплинарного интеграционного проекта СО РАН № 15, Интеграционного проекта СО РАН № 55 и проекта РФФИ № 07-02-01459-а.

Участвующие организации:

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

Институт автоматики и электрометрии СО РАН, Новосибирск;

Новосибирский институт органической химии СО РАН, Новосибирск;

Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН;

Сибирская государственная геодезическая академия (СГГА).

Примеры работ:

Лучевые технологии синтеза микроструктурированных компонентов для офтальмологии, микрооптики и микрофотоэлектроники с применением новых оптических гибридных материалов.

Целью работы является разработка методов пространственной полутоновой модуляции синхротронного излучения с целью создания трехмерного рельефа микроструктурирования поверхности. Конечным потребителем новых технологий является оптическая промышленность, медицина (особенно офтальмология), фотоэлектроника и другие высокотехнологичные отрасли. Наиболее характерными и востребованными являются: растры микролинз и микропризм, гибридные дифракционнорефракционные объективы, интраокулярные линзы, синтезированные голограммы.

Предложен и опробован способ формирования в позитивном рентгенорезисте (на примере ПММА) 3D микропрофилей с помощью динамической рентгенолитографии для формирования дифракционных элементов видимого диапазона. Для получения полутонового распределения экспозиционной дозы СИ при облучении резиста предложено использовать относительное поступательное движение резиста относительно зафиксированного в пучке СИ бинарного рентгеношаблона специального типа.

Изготовлено два рабочих рентгеношаблона с различными микроструктурами с поглощающим слоем Re-Ni на стеклоуглеродной подложке. Специализированная структура рисунка шаблона обеспечила в ПММА требуемую неоднородность дозы облучения, что после травления ПММА позволило получить «пилообразный» профиль как линейных призм, так и дифракционных зонных колец. С использованием созданных шаблонов методами глубокой рентгеновской литографии изготовлено 20 тестовых образцов с микроструктурами в резисте ПММА. Получены тестовые образцы, продемонстрирована принципиальная возможность применения предложенного метода для формирования 3D-микроструктур в позитивном рентгенорезисте (рис. 7, 8).



Рис. 7. Профилеграмма элементарной микропризмы в ПММА. Размер микропризмы 300×300 микрон.

Рис. 8. Изготовленный рентгеношаблон интраокулярной многофокусной линзы с поглощающим слоем Re/Ni на стеклографитовой подложке (увеличенный фрагмент шаблона – слева). Прототип мультифокальной интраокулярной линзы с дифракционным микрорельефом, изготовленный в ПММА методом глубокой рентгенолитографии (справа).

Разработка малозатратного одностадийного технологического процесса изготовления рентгеношаблонов (РШ).

Используемые в ведущих мировых исследовательских центрах способы изготовления рентгеношаблонов (РШ) для LIGA-технологии трудоемкие и

дорогостоящие, основаны на двухстадийной технологии. На первом этапе создается использованием электронно-лучевой промежуточный шаблон с литографии И гальванопластики поглощающего покрытия. Мягкая рентгеновская литография используется для формирования с помощью промежуточного шаблона рисунка в толстом слое полиметилметакрилата, последующая гальванопластика рентгенопоглощающего материала (например, золота) используется для создания рабочего шаблона для жесткого СИ. Поисковые работы требуют создания большого количества опытных образцов микроструктурированных изделий. Для таких элементов характерны критические размеры более 5 мкм.

Поэтому нами был разработан основанный на фотолитографии метод изготовления рентгеношаблонов (РШ) в одностадийном процессе с поглощающим рисунком из рения или золота на подложках двух типов: из стеклоуглерода и фольги из терморасширенного графита.

Рис. 9. а) заготовка РШ до гальванопластики - созданная фотолитогафически структура из SU-8 на стеклоуглероде. Ширина линий 30 мкм, высота рисунка 30 мкм; б) рентгеношаблон, полученный после электрохимического осаждения на заготовку 20 мкм слоя золота.

На первом этапе с помощью стандартной технологии фотолитографии создается необходимая структура в резисте SU-8, которая потом покрывается слоем рения или золота. Разработан оптимизированный способ гальванического осаждения сплава ренийникель на стеклоуглеродные подложки, обеспечивающий содержание рения в покрытии ~ 90%. Для гальванического осаждения золота на свободные от фоторезиста участки стеклоуглеродной подложки был испытан сульфитно-тиосульфатный электролит, который обеспечивает достаточно высокую скорость осаждения и качество золотого покрытия в порах микронного размера. Полученный в этих условиях осадок золота достаточно гладкий, не имеет разрывов при толщине покрытия около 30 мкм. Достигнутые результаты изготовления РШ удовлетворяют требованиям для проведения глубокой рентгеновской литографии на станции LIGA накопителя ВЭПП-3. Проведенные расчеты контраста шаблонов с подложкой из 500 мкм стеклоуглерода показывают, что для работы с излучением накопителя ВЭПП-3 на станции LIGA оптимальная толщина поглотителя составляет 17-22 мкм.

Контроль рисунка микроструктуры и состава поглощающего слоя осуществлялся с использованием сканирующего электронного микроскопа. Дополнительная проверка качества РШ проводилась непосредственно с использованием рентгеновского излучения на станции СИ «Рентгеновской микроскопии и томографии» накопителя ВЭПП-3. В

работе использовалось монохроматическое излучение с длиной волны λ =0.9 Å, отвечающей максимуму спектральной интенсивности СИ на станции «LIGA». Полученные на станции «Рентгеновская микроскопия и томография» изображения позволяют напрямую осуществлять контроль качества изготовления и контраста шаблона в рентгеновском излучении. На рентгеновских микроснимках дефектные участки с недостаточным контрастом представляются светлыми пятнами в темном рентгеноконтрастном поле. Тогда как полученное в сканирующем электронном микроскопе изображение не дает однозначной информации о контрасте шаблона.

Рис. 10. а) изображение шаблона, полученное с помощью СЭМ; б) рентгеновское изображение шаблона с недостаточной толщиной поглощающего слоя (*Au*), получено на станции «Рентгеновская микроскопия и томография»; в) рентгеновское изображение шаблона после дополнительного увеличения толщины поглощающего слоя золота, получено на станции «Рентгеновская микроскопия и томография».

Разработан технологический процесс изготовления полимерных микроизделий методом горячей формовки. Для этого разработан метод изготовления медных прессштампов с микрорисунком, использующий технологии рентгенолитографии и электроосаждения. На базе лабораторного пресса (производства Schmidt Technology), дополненного устройством автоматического задания температуры формуемого образца, создана лабораторная установка получения микрорельефов на поверхности полимерных пластиков. Первые результаты изготовления прототипов микрофлюидных аналитических систем получены на образцах из органического стекла марки ТОСП (ГОСТ 17622-72).

Рис. 11. Изготовленный по LIGA-технологии латунный штамп с гальванически осажденным медным топологическим рисунком (высота рельефа ~ 35 мкм, минимальный

латеральный размер ~ 50 мкм) и полученный с его помощью микрорельеф биочипа на поверхности оргстекла.

2.3. Дифрактометрия высокого разрешения

Станция предназначена для прецизионных исследований структуры поликристаллических материалов методами рентгеновской дифрактометрии.

Участвующие организации:

- Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск.
- Институт неорганической химии им. А.В.Николаева СО РАН, Новосибирск.
- Институт физики полупроводников СО РАН, Новосибирск.
- Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск. •
- Институт химии и химической технологии СО РАН, Красноярск. •
- Томский политехнический университет. •
- Томский государственный университет. •
- Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г.Томск. •

Работы проводились при финансовой поддержке СО РАН и РФФИ:

1. Междисциплинарный интеграционный проект СО РАН № 82 "Кислородная проницаемость массивных и нанесенных мембран на основе перовскитов со смешанной проводимостью"

2. Грант РФФИ № 09-03-90424-Укр ф а "Разработка и исследование металл-оксидных катализаторов для гетерогенно-каталитических процессов получения и очистки водорода"

Темы работ:

1. Структура мезоструктурированных силикатов типа Solid Core - Mesoporous Shell с различным диаметром мезопор, различным диаметром силикатного ядра и различной толщиной мезопористого покрытия (Институт катализа СО РАН).

2. Мезоструктурированные силикатные материалы, вариация размера мезопор с различной температурой гидротермальной обработки (Институт катализа СО РАН, Институт химии и химической технологии СО РАН, г. Красноярск).

3. Тонкие пленки мезоструктурированных силикатных материалов (Институт катализа СО PAH).

4. Гетероструктуры на основе германия и кремния. Квантовые точки (Институт физики полупроводников СО РАН, Институт катализа СО РАН).

5. Сцинтилляционные материалы нового поколения на основе тройных молибдатов (Институт неорганической химии СО РАН).

6. Кислород-проводящие материалы на основе перовскитоподобных оксидов (Институт катализа СО РАН, Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН).

7. Упрочняющие покрытия на основе нитрида титана (Томский политехнический университет).

8. Структурные изменения и релаксационные процессы в палладии при внедрении водорода (Томский политехнический университет).

9. Медно-цериевые катализаторы получения и очистки водорода от примесей СО (Институт катализа СО РАН)

10. Релаксационные процессы в цирконии при пластических деформациях (Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск)

11. Катализаторы на основе интерметаллидов никеля-алюминия для процессов углекислотной конверсии метана (Институт катализа СО РАН, Томский государственный университет).

Примеры работ:

1. Мезоструктурированные материалы.

В настоящее время более 90% промышленных химических процессов осуществляются на адсорбентах и гетерогенных катализаторах. Эффективность их использования зависит не только от химического и фазового состава, но и от текстурных характеристик: удельной поверхности, объёма пор и их распределения по эффективным размерам. Поэтому направленное регулирование текстурных параметров катализаторов и адсорбентов является важной задачей. С точки зрения катализа привлекательные и уникальные свойства силикатных мезопористых мезофазных материалов (MMM) - большая удельная поверхность, достигающая 1000 м²/г и более, большая пористость (более 1 см³/г) и узкое распределение пор по размерам.

Один из типичных примеров МММ – силикат SBA-15, имеющий двумерную гексагональную упаковку однородных по размеру пор, близких по форме к цилиндрическим. Регулирование текстурных параметров таких материалов может осуществляться изменением температуры гидротермальной обработки (ГТО), проводимой в процессе синтеза до удаления структурообразующего агента ПАВ Pluronic P123. Текстурные характеристики (удельная поверхность мезопор, удельный объем мезопор, распределение мезопор и микропор по размерам) определяются из изотерм сорбции азота, структурные (параметр двумерной элементарной ячейки, степень регулярности структуры) – рентгеновской дифракцией на станции «Аномальное Рассеяние» в Сибирском центре синхротронного излучения. Распределение пор по размерам представлены на рис. 5.

Рис.12. Распределения мезопор по размерам для материала SBA-15 при различных температурах гидротермальной обработки (от 23°C до 150°C).

Рассчитанные по приведенным зависимостям текстурные и структурные характеристики полученных материалов представлены в таблице 2-1.

Температура	Удельная поверхность,			Объём пор, м ³ /г			d ₁₀ , нм	а ₀ , нм	Диаметр
110	M ² /Γ								пор*, нм
	A _{БЭТ} ,	А _{вн} ,	А _{мезо} ,	V _Σ ,	V _{микро} ,	V _{мезо} ,			
	M^2/Γ	M^2/Γ	M^2/Γ	см ³ /г	cM^{3}/Γ	см ³ /г			
23°C	607	41	456	0,54	0,073	0,49	8,02	9,26	5,1
50°C	708	16	460	0,70	0,11	0,67	9,19	10,61	6,5
90°C	871	100	648	1,13	0,11	0,99	10,50	12,13	8,7
120°C	601	170	578	1,16	0,02	0,95	10,76	12,43	9,5
150°C	450	151	391	1,22	0,03	1,01	11,02	12,74	11,2

Таблица 2-1.

С увеличением температуры ГТО от 23 до 150°С происходит увеличение параметра супрамолекулярной ячейки от 9,3 до 13 нм и размера пор (от 6,5 до 12 нм) получаемых мезофазных материалов, также увеличивается объём мезопор и уменьшается объём микропор. Таким образом, вариацией температуры ГТО достигается направленное изменение структурно-текстурных параметров мезоструктурированных материалов.

2. Кислород-проводящие материалы на основе перовскитоподобных оксидов.

Интерес к перовскитоподобным оксидам вызван их уникальными свойствами, например, смешанной электронно-ионной (кислородной) проводимостью, что позволяет применять такие материалы в качестве электродов в топливных элементах и кислородпроницаемых мембран. Было проведено исследование релаксационных процессов, происходящих при нагреве на воздухе образцов кобальтита стронция, допированного железом и ниобием, предварительно прокаленных в вакууме для получения кислород-дефицитной фазы перовскитоподобного смешанного оксида (Рис.13а). Исследование проводилось методом *ex situ*, т.е. образец нагревался в вакууме, затем охлаждался и извлекался в атмосферу. Ранее экспериментально было показано, что при комнатной температуре релаксационные процессы столь медленны, что не происходит заметных изменений структуры образца в течение более чем трех месяцев, что позволяет в данном случае применять предложенный метод.

Рис.13. Изменение параметра элементарной ячейки кобальтита стронция (a) с температурой прокаливания в вакууме; (б) с температурой нагрева кислород-дефицитного образца на воздухе; (в) со временем нагрева кислород-дефицитного образца на воздухе; (г) сдвиг рефлекса (200) с температурой нагрева кислород-дефицитного образца на воздухе.

В результате нагрева образца в вакууме возникает вторая фаза, изоструктурная исходной, но с большим дефицитом по кислороду. Параметр элементарной ячейки первой фазы остаётся практически неизменным, независимо от температуры прогрева, в то время как для второй фазы наблюдается постоянный рост с увеличением температуры. Поскольку с повышением температуры прогрева уменьшается содержание кислорода в структуре, а регистрация дифракционных картин происходит при комнатной температуре, то изменения параметра элементарной ячейки могут быть обусловлены только изменением кислородной стехиометрии. Следовательно, вторая фаза обладает дефицитом по кислороду, изменяющимся при различных температурах прогрева.

Если кислород-дефицитный оксид нагреть на воздухе, можно ожидать внедрение кислорода в структуру, причем, чем выше температура, тем больше поток кислорода внутрь образца и тем меньше кислородный дефицит в нём. В данном исследовании процессов релаксации кислород-дефицитные образцы подвергались нагреву на воздухе в интервале температур 160-400°С (Рис.13б) в течение времени от 15 мин до 67 часов (Рис.13в) в зависимости от температуры прогрева. После этого проводилась регистрация рентгенограмм *ex situ*. Температура прогрева в вакууме 550°С выбрана из-за того, что

именно при этой температуре прогрева наблюдалось наибольшее расщепление рефлексов на дифракционных картинах. На рисунке 13г показаны дифракционные картины профиля линии 200 в зависимости от температуры прогрева T<400°C (длина волны излучения λ=1.53951Å). При изменении температуры прогрева не изменяются относительные интенсивности рефлексов, относящихся к разным фазам, а наблюдается лишь смещение рефлекса второй фазы в область больших углов. Поэтому внедрение кислорода в структуру не ведёт к изменению соотношения содержания обеих фаз в образце, а только оказывает влияние на кислородную стехиометрию второй фазы.

Создание новой станции «Прецизионная дифрактометрия II» (ВЭПП-3, канал СИ № 6)

На канале вывода синхротронного излучения № 6 накопителя электронов ВЭПП-3 создана станция «Прецизионная дифрактометрия II». Станция предназначена для прецизионных исследований поликристаллических материалов методами рентгеновской дифрактометрии. Монохроматизация излучения осуществляется однократным отражением от кристалла-монохроматора, расположенного под углом ~15.7° к направлению первичного пучка с отклонением монохроматизированного пучка в вертикальной плоскости вверх.

Конструкция монохроматора предполагает установку на поворотном устройстве 5 различных кристаллов, обеспечивая выбор одной из 5 возможных энергий излучения в зависимости от типа используемого кристалла. Одна из позиций поворотного устройства оставлена свободной для пропускания первичного пучка на другую экспериментальную станцию, смонтированную на этом же канале. В настоящее время на поворотном устройстве установлены кристаллы Si(111), Si(220) и Ge(111).

На станции используется прецизионный гониометр HUBER 480, имеющий шаг по углу 0.005°. Гониометр расположен вертикально, на нем смонтирована панель для крепления системы детектирования. В качестве детектирующего оборудования могут быть использованы либо однокоординатный детектор ОД-3-350 с фокусным расстоянием 350 мм, либо набор сцинтилляционных детекторов с размещенными перед ними кристаллами-анализаторами. В этом случае реализована 4-канальная схема детектирования с интервалом между каналами 20°. В качестве держателя образца могут служить открытая кювета, высокотемпературная камера HTK-2000, камера-реактор XRK-900 (Anton Paar) и др. Управление станцией осуществляется комплексом автоматизации на базе персонального компьютера.

В 2009 году на станции проведены первые работы: определен диапазон энергий фотонов, получены рентгенограммы стандартного образца SRM676 (корунд). С использованием камеры-реактора Anton Paar XRK-900 получены экспериментальные данные по изменению структуры и фазового состава интерметаллидного Ni-Al катализатора углекислотной конверсии метана в условиях реакционной среды при температурах до 830°С (Институт катализа СО РАН, Томский государственный университет).

2.4. Рентгенофлуоресцентный элементный анализ

Станция предназначена для определения элементного состава образцов различного происхождения: геологических пород, биологических тканей, аэрозолей и др. методом рентгенофлуоресцентного элементного анализа с использованием синхротронного излучения (РФА-СИ). Элементный анализ может быть осуществлен как в локальном, так и в сканирующем режиме.

Рис. 14. Станция "Рентгенофлуоресцентный элементный анализ" на ВЭПП-3.

Участвующие организации:

- Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, Новосибирск;
- Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева СО РАН, Новосибирск;
- Институт химической кинетики и горения СО РАН, Новосибирск;
- Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск;
- Научно-исследовательский институт патологии кровообращения им. Е.Н. Мешалкина, Новосибирск;
- Институт леса им. В.Н.Сукачева СО РАН, Красноярск;
- Институт природных ресурсов, экологии и криологии СО РАН, Чита;
- Институт земной коры СО РАН, Иркутск;
- Лимнологический институт СО РАН, Иркутск.

Темы работ:

1. Разработка инструментального метода определения металлов платиновой группы и серебра методом РФА-СИ (Институт геологии и минералогии им.В.С. Соболева СО РАН, г. Новосибирск; Институт природных ресурсов, экологии и криологии СО РАН, г.Чита). Работа проводилась в рамках Интеграционного проекта СО РАН №83 «Разработка комплекса инструментальных ядерно-физических методов определения металлов платиновой группы, рения, золота и серебра в трудно вскрываемых горных породах и рудах сложного состава».

2. Оценочные и мониторинговые эффекты крупных пожаров и их тяжести на круговорот и распространение углерода, на здоровье леса и его жизнеспособность (Институт химической кинетики и горения СО РАН, г. Новосибирск; Институт леса им. В.Н.Сукачева СО РАН, г. Красноярск). В рамках Проекта NASA NRA-99-OES-06

«Estimating and Monitoring Effects of Area Burned and Fire Severity on Carbon Cycling, Emissions, and Forest Health and Sustainability».

3. Экспрессный анализ генетической изменчивости количественных признаков в популяциях древесных растений: эффективность методов, не требующих смены поколений (Институт химической кинетики и горения СО РАН, Новосибирск; Институт природных ресурсов, экологии и криологии СО РАН, Чита; Институт леса им. В.Н. Сукачева, СО РАН, г. Красноярск). Проект РФФИ № 07-04-01714а.

4. Гетерогенная химия и физика атмосферы. Влияние атмосферных аэрозолей на биогеохимические циклы (Институт химической кинетики и горения СО РАН, Новосибирск; Институт природных ресурсов, экологии и криологии СО РАН, Чита; Институт леса им. В.Н. Сукачева, СО РАН, г. Красноярск). Программа СО РАН: – 18.3. Химия и физикохимия объектов окружающей среды.

5. Разработка методов исследования распределения химических элементов в биотканях с сердечно-сосудистой патологией методом рентгеновской флуоресценции с использованием синхротронного излучения (Научно-исследовательский институт патологии кровообращения им. ак. Е.Н. Мешалкина, Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН; Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН).

6. Разработка методов анализа химического состава новых материалов (кристаллов и плёнок) на основе РФА СИ, при отсутствии стандартного образца (Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН; Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН).

Грант ИНТАС - СО РАН 06-1000013-9002 "New layered 3-d materials for spintronics"; Грант РФФИ № 07-03-91555-ННИО/А.

7. Изучение кернов донных отложений соленого озера Шира (Хакасия) в целях реконструкции состояния среды в прошлом и прогноза климатического хода в будущем. Институт нефтегазовой геологии и геофизики СО РАН; Институт земной коры СО РАН; Институт геологии и минералогии СО РАН; Лимнологический институт СО РАН, г. Иркутск. Грант РФФИ 09-05-98027-р_сибирь_а; Грант РФФИ 08-05-00392-а; Интеграционный грант N38 СО РАН «Минеральные озера Центральной Азии – архив палеоклиматических летописей высокого разрешения и возобновляемая жидкая руда».

Пример работы 2009 года:

Изучение кернов донных отложений из озера Шира.

Изучение кернов донных отложений континентальных озер, в частности минеральных озер Центральной Азии, обусловлено интересом к зафиксированных в них данных об изменениях состояния среды в прошлом и надеждами на возможность прогноза климатического хода в будущем, а также желанием оценить их минеральные ресурсы.

Полученная совокупность данных сканирующего рентгенофлуоресцентного 5 кернов донных отложений из соленого озера Шира (Хакасия) позволила анализа установить во всех кернах общие особенности распределения Sr по глубине. Стронций контрастно обогащает (до 6000 г/т) два слоя в толще осадков; слои эти есть и в относительно глубоководных отложениях (глубина воды свыше 12 м), и в относительно мелководных (менее 12 м), где добытый материал изначально был окислен – без признаков черного гидротроилита. Визуально слои, обогащенные стронцием, малопримечательны и имеют много общего со многими другими горизонтами. Аномалия стронция в двух слоях служит их уникальным идентификатором и позволяет строить корреляцию отложений, отобранных в разных точках озера. Корреляция данных по содержанию Sr в пяти изученных кернах показана на Рис. 7. Корреляция проведена с учетом данных о скоростях осадконакопления в различных точках озера, где были взяты керны. Мы предполагаем одновременное формирование каждого слоя по всей площади озера Шира. Причины аномалии и пути поступления значительных количеств Sr в осадок

пока не ясны. Электронный микроскоп, оборудованный детектором флуоресценции, показал отсутствие минеральных фаз-концентраторов стронция (правда, за одним исключением, которое должно служить предметом отдельного обсуждения, но не претендует на универсальность). По-видимому, стронций рассеянным образом входит в структуру карбонатов, а увеличение его количества связано либо (1) со значительным обогащением воды растворенными соединениями стронция (например, при снижении уровня озера) на момент формирования осадка, либо (2) с изменением состава и рН воды, приводившими к выпадению стронция. В пользу последнего свидетельствует также высокая корреляция содержания стронция с содержанием урана: аномальные концентрации последнего в двух обсуждаемых слоях достигают 45 г/т. Некоторое сопутствующее увеличение концентраций Zr, Ti и других элементов, поступающих со взвесью, позволяет допустить также сорбционную природу урана (и, по-видимому, стронция – хотя бы отчасти) в этих горизонтах. Изменения в среде, ставшие причиной стронциевых аномалий в осадках, еще предстоит изучить, однако не вызывает сомнений их универсальная природа по всему озеру и повсеместное нахождение в лечебных грязях, являющихся одним из основных ресурсов озера Шира.

Обработка полученных в экспериментах 2009 года данных продолжается. Интерпретация некоторых результатов возможна лишь при продолжении измерений кернов донных отложений из оз. Шира, начавшихся в предыдущие годы.

2.5. Дифрактометрия при высоких давлениях

Станция предназначена для проведения дифракционных исследований с использованием жесткого рентгеновского излучения в условиях высоких давлений и/или высоких и низких температур.

Участвующие организации:

- Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск;
- Институт геологии и минералогии СО РАН, Новосибирск;
- Институт неорганической химии СО РАН, Новосибирск;
- Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург.

Работы проводились при поддержке проектов РФФИ № 08-03-00738-а, РФФИ № 08-03-00636-а, РФФИ № 07-08-00338-а, РФФИ № 07-05-00113-а и Проекта СО РАН по работе со сторонними организациями №138.

Темы работ:

1. Проведение исследований процессов контактного плавления и эвтектической кристаллизации в системах Bi-In, Bi-Sn, In-Sn (ИХТТМ СО РАН).

2. Проведение исследований воздействия активаций на регулирование процессов взаимодействия твердых металлов и их соединений с металлическими расплавами с целью создания функциональных материалов с заданной структурой и свойствами (ИХТТМ СО РАН).

3. Исследование упорядочения вакансий в нестехиометрических кислород-проводящих перовскитах АВОЗ (ИХТТМ СО РАН).

4. Дифракционные исследования фазовых превращений в микропористых алюмосиликатах при высоких давлениях (ИГМ СО РАН).

5. Исследования кристаллизации молекулярных кристаллов из растворов и дифракционные исследования их структуры *in situ* (ИНХ СО РАН).

6. Проведение исследований кристаллической структуры фазы высокого давления PbSnS (ИФМ УрО РАН).

Примеры работ:

Дифракционные исследования фазовых превращений в микропористых

алюмосиликатах при высоких давлениях (Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева СО РАН).

Повышенный интерес к изучению поведения микропористых минералов, в частности цеолитов, при высоких давлениях обусловлен большой технологической значимостью получаемых на их основе нанопористых материалов. Одно из их свойств молекулярных компонентов. внутрипоровых Сжатие цеолитов подвижность В проникающей водной среде может приводить к эффекту сверхгидратациии – появлению дополнительных молекул воды в структурных полостях цеолита. Сверхгидратация сопровождается увеличением объема внутренних пор и перераспределением связей внутри водно-катионных комплексов, заполняющих полости, что может вести к резкому физико-химических свойств соединения, например, к увеличению изменению диффузионной подвижности молекул воды, ионной проводимости и другим эффектам.

В связи с открытой недавно аномалией ионной проводимости в синтетическом цеолите NaA при сжатии его в водной среде при 1 ГПа встает задача структурной интерпретации этого явления. По имеющимся данным относительно невысокая сжимаемость NaA в воде косвенно свидетельствует в пользу вхождения дополнительных молекул воды (сверхгидратации) без существенных деформаций каркаса и фазовых превращений. Подчеркнем, что эти данные получены для гидростатических условий сжатия цеолита в избытке воды, тогда как проводимость была измерена импедансным

методом в негидростатических условиях, что предполагает более сложный механизм деформации. Здесь приводятся результаты изучения сжимаемости и структурных изменений в цеолите NaA при негидростатическом сжатии в воде до 3 ГПа.

Проведены 2 серии экспериментов: (1) квази-гидростатическое сжатие тонкокристаллического синтетического цеолита NaA в избытке чистой воды при 0-3.7 ГПа для сопоставления с предыдущими данными и (2) сжатие в негидростатических условиях, обеспечиваемых смешиванием порошка цеолита с водой примерно в равных объемных количествах (влажный NaA), что соответствует способу приготовления образца для измерений проводимости импедансным методом. Образец помещался в ячейку высокого давления с алмазными наковальнями. Порошковые дифракционные измерения проводились на 4 канале накопителя ВЭПП-3 (λ =0.3685Å), параметры эл.ячейки (простр. группа *Pm*-3*m*) и структура цеолита NaA при 0 и 0.37 ГПа уточнялись методом Ритвельда с использованием пакета программ GSAS.

Вплоть до 0.8 ГПа сжимаемость влажного NaA близка к таковой В гидростатических условиях. При *Р*≥1 ГПа дальний порядок структуры цеолита нарушается (начало аморфизации), что проявляется в заметном уширении дифракционных пиков и сокращении объема ячейки по сравнению с гидростатическим сжатием (рис. 1). Дифракционные пики практически исчезают при 2 ГПа, что соответствует давлению аморфизации цеолита при отсутствии сжимающей среды. Отметим, что, несмотря на начало аморфизации, объем ячейки влажного NaA гораздо ближе к сверхидратированному цеолиту в гидростатической водной среде, чем к объему «схлопнувшейся» структуры цеолита, сжимаемого в непроникающей среде. Это говорит о сохранении сверхгидратированного состояния в частично аморфизованном влажном NaA при 1-2 ГПа. После снятия нагрузки дифракционный профиль и исходный объем цеолита восстанавливаются (рис. 1), аналогично экспериментам по импедансному измерению ионной проводимости.

Структура цеолита NaA уточнена при давлении P=0.37 ГПа, отвечающем нижней границе аномального увеличения ионной проводимости. Основное отличие от структуры при нормальном давлении – возрастание заселенности водных позиций Ow1, Ow2 и Ow5, приводящее к увеличению общего содержания воды в цеолите примерно на 30%.

После сброса давления до 0 ГПа сверхгидратированное состояние цеолита NaA частично сохраняется: общее содержание воды остается на 10% выше исходного, и заселенность водных позиций Ow1, Ow2 и Ow5 выше по сравнению с исходной структурой.

Суммируя полученные данные, можно заключить, что структурный механизм индуцированной давлением аномальной проводимости в цеолите NaA включает факторов: (1) сверхгидратацию цеолитных комбинацию двух основных пор. усиливающую и создающую новые пути для внутрипоровой ионно-молекулярной диффузии, и (2) частичное разупорядочение структуры, вызванное аморфизацией в негидростатичных условиях, сопровождающее, по данным других исследований, усиление проводимости в цеолитах типа LTA. Уточнение структуры при 0.37 ГПа выявило селективное дозаполнение внекаркасных водных и катионной позиций, ведущее к увеличению общего содержания H₂O в NaA на 30%. Механизм индуцированной давлением аномальной проводимости в цеолите NaA включает комбинацию двух основных факторов: (1) сверхгидратацию цеолитных пор, усиливающую и создающую новые пути для внутрипоровой ионно-молекулярной диффузии, и (2) частичное разупорядочение структуры, вызванное аморфизацией в негидростатичных условиях сжатия.

Исследование процессов контактного плавления и эвтектической кристаллизации (Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН).

Взаимодействие веществ находящихся в твердом и жидком состоянии проявляются в различных областях промышленности: при спекании с участием жидкой фазы, в процессах СВС, при пайке, в металлургических процессах и при механохимическом синтезе. Несмотря на важность, строгой теории взаимодействия веществ находящихся в твердом и жидком состоянии не существует. Контактное плавление происходит в системах, имеющих на диаграмме состояния эвтектические точки. Например, кремний плавится при температуре 1414°С, а золото 1064°С, но если нагреть зону контакта между золотом и кремнием выше 370°С, то появится жидкая фаза и начнется процесс плавления.

В системе In-Sn экспериментально установлено наличие двух ограниченных областей твердых растворов на основе индия и твердых растворов на основе олова и двух промежуточных фаз: β, имеющей гранецентрированную тетрагональную решетку и γ, имеющей простую гексагональную решетку. В системе имеется эвтектика при 47 ат. % олова в сплаве, с температурой плавления 119°С.

Фольги из исследуемых металлов толщиной 50-70 мкм накладывались рядом друг с другом, с перекрытием 0.2 мм, зажимались между покровными стеклами и помещались в держатель образца высокотемпературной камеры. Образец нагревался до температуры, превышающей на 2°С эвтектическую, и выдерживался при этой температуре до исчезновения рефлексов от твердой фазы в исследуемом объеме. В дальнейшем происходило охлаждение образца со скоростью 2°С/час. В процессе плавления и кристаллизации производилась регистрация дифракционных картин с помощью детектора mar345.

Для исследования распределения фаз вдоль зоны контактного плавления была предложена методика одновременного рентгенофазового и рентгенофлуоресцентного анализа. Полупроводниковый детектор устанавливался над образцом, перпендикулярно оси пучка рентгеновского излучения. С его помощью регистрировалось возбуждаемое флуоресцентное излучение Используемое излучение (Екв=33.7 кэВ) позволяло возбуждать К-серию флуоресцентного излучения у элементов с атомным номером меньшим, чем у йода. Таким образом, регистрировался фазовый и элементный состав вдоль зоны контактного плавления.

Появление жидкой фазы в зоне контакта двух металлов фиксировалось по движению рефлексов от кристаллитов на дифракционной картине. Движение рефлексов происходит из-за того, что жидкая фаза распространяется по границам зерен, и они получают подвижность.

Система индий-олово. Через 50 минут после появления жидкой фазы на дифракционной картине остаются рефлексы от фазы индия и отдельные рефлексы от фазы InSn₄.Так же на дифракционной картине фиксируется диффузное рассеяние от крупного кристаллита находящегося в неотражающем положении, вероятно InSn₄. При расширении зоны плавления до размеров пучка фиксируется дифракционная картина от расплава (гало). При снижении температуры образца ниже эвтектической точки наблюдается появление отдельных рефлексов. Через 15 минут дифракционная картина состоит из отдельных рефлексов от мелкокристаллической фазы InSn₄ и двух, наложенных друг на друга картин диффузного рассеяния от кристаллитов, соизмеримых с размером пучка. Охлаждение до 110°С на вид дифракционной картины влияния практически не оказывает. При отключении нагревателя и охлаждении образца с печью, при промежуточной съемке в районе 55°С наблюдается распад крупных кристаллитов на более мелкие кристаллиты и появление малоугловых границ. Положение дифракционных максимумов соответствуют фазе InSn₄ и фазе In₃Sn со слегка деформированной решеткой.

Рис.16. Фрагменты дифракционных картин, полученных в ходе контактного плавления и последующей кристаллизации: а - через 50 мин. после начала плавления; б - в начале процесса кристаллизации; в - при медленном охлаждении до 110°С; г - при 55°С.

Появление на дифракционной картине диффузного рассеяния (большой шестиугольник на рис.16а) свидетельствует об образовании монокристалла - возможной фазы предплавления. Неправильный восьмиугольник, видимый на дифракционной картине при кристаллизации эвтектической композиции, может представлять фазу предкристаллизации. Дифракционные картины на рис. 16в и 16г показывают рост и распад бикристалла соответственно.

2.6. Рентгеновская микроскопия и томография

Станция «Рентгеновская микроскопия и томография» предназначена для исследования трехмерной структуры образцов с высоким пространственным разрешением. Темы работ:

- Исследование морфологии природных алмазов методом рентгеновской топографии.
- Исследование ростовых дислокаций в синтетических алмазах методом рентгеновской топографии.
- Получение данных о трехмерной структуре образцов взрывчатых веществ и ракетного топлива методом вычислительной рентгеновской томографии (ВРТ) с высоким пространственным разрешением.
- Исследование археологических находок неразрушающим методом ВРТ.
- Контроль качества рентгеношаблонов для LIGA-технологии.

Участвующие организации:

- Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, Новосибирск;
- Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева СО РАН, Новосибирск;
- Институт гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО РАН, Новосибирск;
- Институт химической кинетики и горения СО РАН, Новосибирск;
- Институт истории и материальной культуры РАН, Санкт-Петербург.

Работы проводилась в рамках:

1. Гранта РФФИ № 09-05-00985-а «Зонально-секториальное строение алмазов из кимберлитовых месторождений Якутии как отражение эволюции условий их образования».

2. Междисциплинарного интеграционного проекта СО РАН № 51 «Влияние среды на морфологию, реальную структуру и изотопный состав углерода алмаза».

Основой станции "Рентгеновская микроскопия и томография" является установка Bragg magnifier, работающая на принципе брэгговской дифракции от асимметрично срезанных кристаллов.

Рис. 17. Схема станции "Рентгеновская микроскопия и томография".

Дифракция от двух асимметрично срезанных кристаллов позволяет получить увеличенное изображение в рентгеновском диапазоне. При 20-кратном факторе увеличения можно регистрировать изображение с пространственным разрешением не хуже чем 2-3 мкм.

Контроль рисунка микроструктуры и состава поглощающего слоя рентгеношаблона осуществлялся с использованием монохроматического излучения с длиной волны λ =0.9 Å, отвечающей максимуму спектральной интенсивности СИ на станции LIGA. Полученные изображения позволяют напрямую осуществлять контроль качества изготовления и контраста шаблона в рентгеновском излучении.

Асимметрично срезанные кристаллы имеют кривую качения, составляющую несколько угловых секунд, отражая только те лучи, которые лежат вблизи угла Брэгга. Тем самым происходит подчеркивание деталей на границе сред, обусловленное рефракцией рентгеновского излучения в исследуемом объекте. Рефракционный контраст позволяет получать качественные изображения объектов, неконтрастных в рентгеновском диапазоне. Это свойство работающей установки очень важно при исследовании состава энергетических материалов (ЭМ), таких как ракетное топливо, и взрывчатых веществ, слабо поглощающих рентгеновское излучение.

Рисунок 18. 3D-изображение энергетического материала (ЭМ) с графиком объемного распределения размеров пор.

Исследование трехмерной структуры ЭМ с помощью ВРТ позволяет оценить качество изготовления на основе объемного распределения плотности в изучаемом объекте. Приведенные рентгеновские томограммы (рис. 18) показали возможность

получения распределения пор размером от 5-6 мкм. Наличие неоднородностей и пор влияет на скорость горения и распространения детонационного фронта, являясь важным параметром при изготовлении ЭМ. Отличительная особенность такого подхода при исследовании ЭМ - возможность рассматривать внутреннюю структуру в произвольной плоскости и под любым углом.

Совместно с Институтом геологии и минералогии СО РАН были продолжены работы по изучению морфологии природных алмазов из кимберлитовых трубок и россыпей Якутской алмазоносной провинции. С помощью метода рентгеновской топографии (РТ) были получены данные о дефектах, связанных с нарушениями строения кристаллической решетки алмаза.

Так же РТ является идеальной технологией при изучении ростовых дислокаций в синтетических алмазах, невидимых при исследованиях с помощью анизотропного травления. На рис. 19 представлены примеры топограмм, полученных для природного и синтетического алмаза.

Рисунок 19. Рентгеновские топограммы природного (а) и синтетического (b) алмаза.

С помощью метода ВРТ с использованием полихроматического излучения (40-80 кэВ) были изучены археологические находки, найденные в верховьях Лены (рис. 20).

Рисунок 20. Наконечник копья древнего человека в кости бизона, найденной в верховьях р. Лены (рентгеновская томограмма).

На основании полученных данных можно делать выводы о культуре и ареале распространения человека в эпоху палеолита.

2.7. Дифрактометрия с временным разрешением – «Дифракционное кино»

Станция предназначена для исследования фазовых превращений в процессе химических реакций с участием твердых тел. Получение как качественных (стадийность фазообразования), так и количественных (кинетика) параметров этих реакций. На установке можно проводить исследования как в области больших (WAXS), так и в области малых углов (SAXS).

Участвующие организации:

- Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск.
- Институт неорганической химии СО РАН, Новосибирск. •
- Институт проблем переработки углеводородов СО РАН. •

В мае 2009 года на станции был установлен двухкоординатный детектор MarCCD (SX165) с гониометром mardtb. Время считывания данных (мертвое время) составляет 3-5 с, что существенно меньше, чем у Mar345, основанного на ImagePlate технологии. Таким образом, можно с хорошим временным разрешением исследовать процессы, протекающие за десятки секунд. Поскольку регистрируется полный дифракционный конус, то:

1) интегрированием по кольцу можно значительно улучшить статистику,

2) возможно получение информации о текстуре и зернистости образца.

Кроме того, используемая длина волны (порядка 1.5 Å) позволяет зарегистрировать дифракционную картину в области малых углов для d ~ 100-150 Å. Колимационная система mardtb обеспечивает формирование узкого пучка СИ, что актуально для исследований с большим пространственным разрешением.

Темы работ:

1. Исследование образования упорядоченных структур из наночастиц серебра при разложении его карбоксилатов (ИХТТМ СО РАН).

2. Изучение закономерностей образования наночастиц благородных металлов при разложении сложных комплексных солей (ИНХ СО РАН, работа проводилась в рамках гранта РФФИ № 08-03-00603-а).

3. Исследование фазового состава замороженного фронта реакции поверхностного самораспространяющегося синтеза катализаторов (Институт проблем переработки углеводородов СО РАН, работа проводилась в рамках гранта РФФИ № 08-03-00355-а).

Примеры работ:

Определение размеров получаемых фотонных кристаллов при формировании кристаллов из наночастиц серебра.

Работа является продолжением ранее начатых исследований по синтезу т.н. коллоидных кристаллов, состоящих из упорядоченных монодисперсных наночастиц серебра, в целях отработки технологии получения фотонных кристаллов.

Технологический процесс синтеза фотонных кристаллов включает (рис. 21):

1. выбор исходного материала, исследование процессов фазовых переходов в карбоксилатах серебра и формирования среды, оптимальной для образования монодисперсных частиц серебра;

2. контроль и управление процессом самосборки фотонных кристаллов размером до 25 мкм;

3. исследование структуры полученных фотонных кристаллов.

Рис. 21. Технологический процесс синтеза фотонного кристалла из капсулированных наночастиц серебра.

Ранее исследования термически индуцированных фазовых переходов в карбоксилатах серебра, проведенные с использованием однокоординатного детектора ОД-3, показали, что образующиеся при термическом разложении капсулированные наночастицы серебра имеют одинаковый размер и формируют упорядоченную структуру.

Использование двухкоординатного детектора MarCCD позволило определить размер конечного продукта - самоорганизующихся фотонных кристаллов путем уменьшения апертуры коллиматора пучка СИ вплоть до перехода от дифрактограммы "поликристаллического" образца к дифрактограмме "монокристалла".

Образец, полученный нагревом стеарата серебра, был охлажден и помещен в держатель образца двухкоординатного детектора MarCCD. Полученная дифрактограмма при освещении образца рентгеновским пучком размером 200×300 мкм представлена на рис. 22 а. Затем размер пучка был поэтапно уменьшен до 25×25 микрон. Дифрактограмма представлена на рис. 22 б.

Рисунок 22. Двухмерные дифрактограммы синтезированных структур из капсулированных наночастиц серебра: а) размер пучка СИ 200×300 мкм, б) – 25×25 мкм.

Сравнение этих картин показывает, что когда размер пучка большой, то количество кристалликов, попавших в него, велико и они дают дифракционные кольца – типичную дифрактограмму поликристаллического объекта. При существенном уменьшении размера пучка количество кристалликов уменьшается вплоть до одного, дающего дифракционную картину как от монокристалла. Таким образом, размер получаемого кристаллика для данной упорядоченной структуры должен быть порядка (не более) 25 мкм. Данный эффект можно было обнаружить только с помощью двухкоординатного детектора.

2.8. EXAFS-спектроскопия

1. Назначение станции - исследование зарядового состояния и структуры локального окружения атомов избранного химического элемента (координационное число, межатомные расстояния). В зависимости от применяемой методики и типа исследуемого объекта преимущественно анализируются: объем, поверхность либо поверхностные слои.

2. Участвующие организации:

- Институт катализа им.Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск, Россия;
- Институт физической химии им. Л.В. Писаржевского НАН, Киев, Украина;
- Московский Государственный университет им. М.В. Ломоносова, факультет наук о материалах, Москва, Россия;
- Московский Государственный университет им. М.В. Ломоносова, химический факультет, Москва, Россия;
- Физико-технический институт УрО РАН, Ижевск, Россия;
- Удмуртский Государственный университет, Ижевск, Россия;
- Объединенный институт ядерных исследований, Дубна, Россия;
- Институт физики твердого тела Латвийского университета, Рига, Латвия;
- Институт Хана и Майтнер, Берлин, Германия;
- Институт спектроскопии РАН, Троицк, Россия;
- Институт физики твердого тела и полупроводников, Минск, Белоруссия.
- Саратовский государственный университет;
- Институт общей и неорганической химии РАН, Москва;
- Институт нефтехимического синтеза РАН, Москва;
- Институт материаловедения, Севилья, Испания.
- Университет Севильи, Испания.

3. В 2008-2009 годах работы финансировались в рамках программ Президиума РАН № 27 "Основы фундаментальных исследований нанотехнологий и наноматериалов", Федерального агентства по науке и инновациям (контракт ФАНИ № 02.513.11.3203), РФФИ (08-03-01016а), РФФИ (АF-080391758а), РФФИ (08-03-92502-НЦНИЛа), РФФИ (08-03-00823а), РФФИ (08-03-01150а), РФФИ (08-02-00404а), РФФИ (08-03-00603а), РФФИ (09-03-01012а), РФФИ (09-03-90424-Укр_ф_а), РФФИ (09-03-00089а), РФФИ (09-03-00133а), РФФИ (09-03-00328а), РФФИ (09-03-00514а), РФФИ (09-05-98019а), РФФИ (09-03-00780а), РФФИ (09-03-00346а), интеграционного проект СО РАН № 4.15 «Нанокомпозитные катализаторы для процессов получения и очистки водорода».

4. Основные направления и краткие результаты работ в 2008-2009 годах:

1) Определение локальной структуры допированных наносистем на основе смешанных оксидов церия и циркония. Основной целью данной работы являлась разработка научных основ создания эффективных катализаторов для каталитических процессов получения очищенной от СО обогащенной водородом газовой смеси для топливных элементов. Работа выполнялась в два этапа: на первом этапе исследовались тройные системы -

медьсодержащие катализаторы на основе оксидов церия и циркония, на втором этапе исследовались нанесенные бинарные медно-цериевые катализаторы на оксидах циркония, титана, марганца и алюминия.

Основной результат 1этапа: Изучено формирование активного компонента (оксидов меди) в тройных медьцерийциркониевых катализаторах и в двойных - медноцериевых и медноциркониевых системах. Обнаруженные в двойных системах особенности формирования соединений меди на поверхности носителей имеют место и в тройных медноцерий-циркониевых катализаторах. Так, взаимодействие меди с оксидом церия и циркония моноклинной модификации показано методами РФЭС и EXAFS. Прослежено изменение состояния меди от изолированных ионов до объемной фазы CuO по мере увеличения ее содержания в составе катализаторов от 2 до 20 вес.%.

Основной результат 2 этапа: Интерес к медноцериевым катализаторам обусловлен их использованием в процессе PROX - селективного окисления монооксида углерода для очистки водорода при его получении из любого органического сырья. Изучен фазовый состав и состояние активного компонента в катализаторах, содержащих 10%Cu/20%CeO₂ на оксидах циркония, титана, марганца и алюминия до и после реакции (методы PФA и XAFS). В реакции наиболее активным является катализатора каталитическая активность существенно снижается. В катализаторах особая роль принадлежит оксиду церия – он выполняет функцию обратимого источника кислорода. При его отсутствии во всех катализаторах CuO восстанавливается: в процессе реакции до фазы металлической меди (в случае носителей Al₂O₃, ZrO₂) и до закиси меди Cu₂O (в случае носителей TiO₂ и MnO₂). Наибольшее количество Cu₂O фиксируется для носителя TiO₂. Таким образом, оксид церия стабилизирует активное состояние оксида меди CuO в случае, если носитель не изменяется. При изменении фазового состава носителя, например, его восстановлении (в случае MnO₂) стабилизирующая роль CeO₂ нивелируется.

2) Исследование атомной структуры тонких нанокомпозитных пленок изоэлектронного ряда германия: Германий и материалы его изоэлектронного ряда (арсенид галлия, селенид и сульфид цинка) являются традиционными материалами, давно используемыми для производства полупроводниковых приборов. В течение последних нескольких лет успешно развиваются методики (прежде всего, эпитаксиальные), позволяющие получать различные нанообъекты из перечисленных выше материалов. Наилучшим примером таких объектов являются квантовые точки германия на поверхности монокристаллического кремния. В связи с этим все больший интерес привлекают нанокомпозиты на основе германия и материалов его изоэлектронного ряда в диэлектрической матрице или матрице широкозонного полупроводника. Такие структуры препятствуют переносу заряда между отдельными квантовыми точками с помощью пространственного разделения элементов и защищают наноструктуры от внешних воздействий. Кроме того, наличие матрицы дает возможность значительно снизить эффективность рекомбинации электрондырочных пар на дефектах полупроводника, что открывает широкие перспективы дизайна элементов наноэлектроники.

На данном этапе исследовались образцы тонких пленок Ge, напыленные на кварцевые и кремниевые подложки при различных температурах подложки методами EXAFS и ACM. Наличие только одного пика на кривых PPA для исследованных низкотемпературных образцов, соответствующего первой координационной сфере подразумевает, что в пленках преобладает аморфная фаза. В то же время, локальная атомная структура образца, полученного отжигом при температуре 450 $^{\circ}$ C, близка к кристаллической, поскольку вклад кристаллической фазы достигает 80%. Следует отметить, что отжиг при температуре 450 $^{\circ}$ C существенно меняет размер и плотность распределения зерен. При формировании плёнки германия не наследуют текстуру и дефекты подложки SiO₂. При температуре подложки 100 $^{\circ}$ C на поверхности наблюдаются

сферические включения с высотой 0,5–1,5 нм. Размер включений составляет 60–70 нм. В данном случае фазовый состав для исследованных образцов, полученный из анализа изображений фазового контраста, составляет 81% аморфной и 19% кристаллической фаз, что хорошо согласуется с EXAFS-данными.

Основной результат: Были выполнены ACM и EXAFS-исследования морфологии поверхности и локальной атомной структуры объема пленок германия. Было показано, что пленки имеют аморфно-нанокристаллический состав, процентные доли аморфной и кристаллической фаз зависят от температуры конденсации. Зависимость размеров зерен для образца, полученного при температуре конденсации 100⁰C, не соответствует классической линейной зависимости, что требует дополнительных исследований.

3) Методом XAFS спектроскопии для широкого ряда модельных и реальных нанесенных (оксидных и металоксидных) гетерогенных каталитических систем Pt, Pd, Ru, Au, Pd-Ce, Pd-Co, Pd-Mn, Au-Ce-Zr, Au-Ce, Cu-Zr-Ce и др. (катализаторы окисления СО и гетерометалические углеводородов. поликомпонентные наноструктурированные катализаторы превращения промышленно-важных субстратов, таких как метанол, метан, этанол и др.) выполнено исследование генезиса и особенностей формирования активного компонента. Для проведения корректного структурного XAFS исследования и разработки эффективных методов формирования активного компонента с заданными структурнофункциональными свойствами выполнен направленный поэтапный синтез модельных соединений, являющихся предшественниками данных систем. Дополнительно для всех синтезированных соединений было проведено комплексное исследование различными физико-химическими методами (РФА, ПЭМ, РФЭС и др.). В итоге, для исследованных систем получены новые данные о морфологии, атомной структуре, локальной структуре, зарядовом состоянии и симметрии ближайшего окружения, состоянии компонентов и фазовом составе. Данная уникальная информация позволила развить новые эффективные методики нанесения модифицированных высокодисперсными металлооксидными каталитическими системами покрытий (из неорганических и металлорганических прекурсоров; на основе золь-гель метода и различных моно- и гетероядерных металлокомплексов) на оксидные подложки различной природы.

4) Проведено комплексное структурное исследование особенностей формирования активного компонента высокодисперсной Pd-содержащей каталитической наносистемы (углекислотного риформинга метана в синтез-газ), стабилизированной на матрице TiO₂ методами XAFS спектроскопии, РФА, РФЭС. Нанокомпозит был приготовлен из биметаллического предшественника PdCo(µ-OOCMe)₄(NCMe) и PdMn(µ-OOCMe)₄(NCMe), с последующей обработкой несколькими способами: прокалка на воздухе и в аргоне, облучение СВЧ. Детально исследован генезис и локальная структура приготовленных различными способами Pd-содержащих катализаторов. Подробно рассмотрены возможные варианты структурных моделей.

5) Проведено исследование состояния и структуры активного компонента медноциркониевого катализатора методами XAFS спектроскопии, рентгеновской дифракции, РФЭС и UV. Модельные катализаторы с различным содержанием меди (1-10%Cu) были приготовлены методом пропитки на стабилизированном иттрием тетрагональном оксиде циркония. Установлено, что малая часть меди локализована в виде отдельных ионов, растворенных в приповерхностных слоях кубической решетки оксида ZrO₂. Тогда как большая часть меди существует в виде линейных цепочек стабилизированных на поверхности носителя. Выполнено исследование модельного медно-цериевого катализатора, нанесенного на моноклинный оксид циркония, методами XAFS спектроскопии и XRD. Установлен оптимальный состав катализатора для реакции совместной конверсии СО и водорода. Детально изучены формы стабилизации меди, локализованные на поверхности катализатора. Показано, что при малых покрытиях (не более 5%) ионы меди локализованы преимущественно на поверхности CeO₂. Увеличение покрытия до 10% и выше приводит к образованию объемной фазы CuO на поверхности катализатора и, вследствие этого, к понижению активности.

6) Методами EXAFS спектроскопии, рентгеновской дифракции и электронной микроскопии высокого разрешения выполнено исследование особенностей формирования нитевидных наноструктур германия. В качестве основного метода синтеза данных структур применялся метод термического испарения материала на мезопористые пленки оксида алюминия, полученные анодным окислением и используемые в качестве темплата. Контрольный синтез проводился при тех же температурах напыления на гладкие пленки оксида алюминия, кварца и кремния. Синтезируемые материалы характеризуются высокой степенью упорядоченности отдельных структур нанометрового размера в пределах массива матрицы оксида алюминия. В ходе отработки режимов получения установлено, что длина нитевидных наноструктур Ge зависит от температуры матрицы, на которую производится напыление. В диапазоне температур от -150[°] C до 150[°] C материал не успевает проникать достаточно глубоко в поры матрицы. При более высоких температурах, адгезия напыляемого материала к материалу матрицы ухудшается, что позволяет парам более глубоко проникнуть в поры. Установлено, что нитевидные наноструктры германия в матрице состоят из более мелких аморфных кластеров в сравнении контрольными образцами, полученными при таких же температурах. После отжига при температуре 450С в атмосфере аргона германий кристаллизуется, а после отжига на воздухе происходит полное окисление исследуемых наноструктур.

7) Выполнено структурное XAFS исследование наносистемы PdO-CeO₂ после восстановительных и окислительных предобработок в сравнении с монометаллическими аналогами, нанесенными на оксид алюминия. В результате исследования разработан новый метод приготовления высокодисперсной смешанно-оксидной наносистемы PdO-CeO₂, стабилизированной на оксидном носителе. Новый подход к синтезу, обеспечивающий непосредственный контакт наночастиц PdO с CeO₂ на поверхности носителя. заключается использовании В качестве предшественника В гетерометаллического комплекса PdII₂CeIV₂ (m-OOCMe)₁₂(H₂O)₂. Показано, что сильное взаимодействие между Pd и оксидом церия влияет на способность к восстановлению как PdO, так и CeO₂, что, в свою очередь, приводит к увеличению низкотемпературной активности в окислении СО при резком изменении вида кривой зажигания-затухания.

8) Проведено структурное EXAFS исследование упорядоченных массивов наноточек ZnSe. полученных методом термического напыления материала матрицы на мезопористого упорядоченным оксида алюминия с расположением каналов. Дополнительно система была исследована методами просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения и XRD. Получены новые данные о геометрических размерах наноточек в массиве, а также параметры локальной атомной структуры, межатомные расстояния и координационные числа в сравнении с данными для пленок ZnSe, синтезированных на гладкой поверхности непористого Al₂O₃. На основании анализа полученных данных установлено, что наноточки селенида цинка представляют собой мелкие нанокристаллические включения нестехиометрического состава в аморфную фазу материала матрицы.

Всего за 2008-2009 годы по работам, проведенным на станции EXAFSспектроскопии, опубликовано и принято к печати более 50 публикаций, включая статьи в рецензируемых журналах (более 20), статьи в сборниках трудов конференций (более 15). Представлено более 20 докладов на российских и международных научных конференциях.

5. Примеры работ, выполненных за 2008-2009 годы:

Исследование генезиса нанесенных золотых наносистем, стабилизированных на смешанных оксидных матрицах.

Известно, что золото, в силу своей электронной структуры, является наиболее химически инертным среди металлов платиновой группы, однако диспергированные в различных матрицах золотые наноразмерные образования проявляют высокую каталитическую активность во многих промышленно важных реакциях. Очевидно, что развернутый и достоверный анализ природы золотых образований очень важен для разработки новых эффективных золотых катализаторов для различных приложений.

Выполнено исследование генезиса образований золота, полученных при нанесении золота на наноразмерные смешанные оксиды алюминия, церия и циркония, приготовленные методом золь-гель, используя металлоорганические соединения этих металлов. Согласно комплексному анализу данных XAFS-спектроскопии, с привлечением данных электронной спетроскопии диффузного отражения (ЭСДО), рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), смешанные оксиды Al-Ce-Zr-O, приготовленные методом золь-гель, являются высокоэффективным материалом для стабилизации различных форм золота: катионов золота Au³⁺, локализованных на поверхности носителя в незначительно искаженной октаэдрической координации для образцов обработанных водородом при 150°C; металлических наночастиц золота с размером около 2 нм, а также кластеров золота диаметром менее 1 нм в образцах, восстановленных водородом при 300°С.

Рис. 23. Спектры XANES (Au-L₃ край, * - белая линия) и функции радиального распределения атомов (PPA) локального окружения золота для исследованных образцов и образцов сравнения (реперов): а) Au-Al₂O₃, 150° C; б) Au-Al₂O₃-CeZrO₂, 150° C; в) Au-
Al₂O₃-CeO₂, 150°C; г) Au-Al₂O₃, 300°C; д) Au-Al₂O₃-CeZrO₂, 300°C; е) Au-Al₂O₃-CeO₂, 300°C; ж) золотая фольга - Au⁰ (пунктир, *0.5); з) оксид золота - Au₂O₃.

Исследование особенностей формирования активного компонента нанесенных низкопроцентных платиновых каталитических наносистем.

Известно, что платина является одним из наиболее активных и стабильных катализаторов окисления СО и углеводородов. Вследствие этого, система Pt/y-Al₂O₃ широко используется для окислительной очистки отходящих газов промышленных предприятий и выхлопных газов автомобильных двигателей. Очевидно, что размер частиц, и состояние платины в катализаторах являются ключевыми факторами управления каталитической активностью через изменение природы активных центров, а сами эти параметры задаются подходящей процедурой приготовления катализаторов. На примере серии нанесенных на γ-Al₂O₃ высокодисперсных низкопроцентных платиновых катализаторов с различным размером частиц активного компонента показана возможность регулирования состояния нанесенной платины на поверхности носителя при варьировании условий приготовления катализатора. Для исследования локальной структуры и электронного состоянии нанесенной платины использован метод спектроскопии, и дополнительно образцы были охарактеризованы XANES/EXAFS методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (ПЭМВР). Показано, что на поверхности носителя могут быть получены различные формы платиновых частиц - объемные или поверхностные оксиды Pt(II) или Pt(IV), смешанные металл-оксидные структуры, объемные частицы металлической платины и плоские поверхностные частицы Pt⁰, сильно взаимодействующие с носителем.



Рис. 24. Спектры XANES ((Pt-L₃ край, *-белая линия) и функции радиального распределения атомов (PPA) локального окружения платины для исследованных образцов катализаторов Pt/γ -Al₂O₃ и образцов сравнения: a) PtO₂; б) II; в) I; г) III; д) IV; е) V; ж) VI; з) VII; и) Pt фольга (*0.5).

3. Работы на пучках СИ из ВЭПП-4М

К началу 2010 года в бункере СИ на ВЭПП-4М была одна действующая метрологическая станция "Космос" и вторая создаваемая станция "Взрыв".



Рис. 25. Бункер СИ на ВЭПП-4. На переднем плане создаваемая станция "Взрыв". На заднем плане действующая метрологическая станция "Космос".

3.1. Метрология в ВУФ и мягком рентгене

Сравнительное исследование радиационной стойкости детекторов AXUV и SPD.

Работа проводилась в рамках проекта МНТЦ № 2920 «Абсолютный измеритель мощности на основе ВТСП термометра для синхротронного излучения».

Облучение детекторов проводилось на бесфольговом канале № 10 вывода СИ из накопителя ВЭПП-3 «розовым» пучком синхротронного излучения и полученные детекторами радиационные повреждения далее исследовались на ВЭПП-4М. Жесткая компонента СИ обрезалась платиновыми зеркалами полного внешнего отражения, мягкая - фильтром (1 мкм полипропилен + 0.1 мкм олова), 98% мощности излучения лежит в области 150-300 эВ. Зонные характеристики обоих детекторов приведены на рисунках 26а и 266.



Рис. 26а. Зонная характеристика AXUV после облучения. Доза - 7· 10⁶ Гр. Область засветки - 1 × 3 мм². Наблюдается существенная деградация чувствительности детектора.



Рис. 26б. Зонная характеристика SPD после облучения. Доза - 8 ·10⁷ Гр. Область засветки - 1×3 мм². Деградации чувствительности детектора не наблюдается.

Констатировано существенное превосходство радиационной стойкости SPD по сравнению с AXUV.

Испытания ВТСП болометра на пучке СИ

Участвующие организации: ИЯФ СО РАН, ФГУП ГОИ (С.-Петербург). Работа выполнялась в рамках проекта МНТЦ 2920

На станции был установлен прототип эталонного детектора, представляющего собой болометр со сверхпроводящей пленкой в качестве измерителя температуры. Измерение интенсивности падающего излучения основано на принципе замещения лучистой мощности, поглощенной в подложке чувствительного элемента болометра, электрической мощностью нагревателя, расположенного на его лицевой стороне. Детектор изготовлен совместно с ГОИ (Петербург) в рамках выполнения проекта МНТЦ. Проведено испытание болометра на белом пучке СИ. В ходе испытаний мощность входного пучка варьировалась в пределах 135 µВт - 3 µВт путем снижения тока накопителя (в пределах 900-55 мкА) и введением в пучок пленочных фильтров различной проницаемости. Минимальная зарегистрированная мощность составила 3.2 мкВт, при этом соотношение сигнал/шум составило 1/2.Фактором, ограничивающим обнаружительную способность болометра, в данном эксперименте явились флуктуация темнового сигнала.



Рис. 27. Результаты испытания ВТСП болометра на пучке СИ.

Результат выполнения работы:

Продемонстрирована работоспособность прибора в условиях работы на реальном пучке СИ. После доведения болометра до предельных параметров (предельная обнаружительная способность - 10 нВт), сравнения его показаний с подобным прибором в РТВ (Берлин, Германия) и его формальной сертификации станция метрологии получит абсолютный детектор, который будет использован в качестве первичного стандарта при калибровке других типов детекторов.

Отработка методик калибровки полупроводниковых детекторов.

В связи с тем, что станция не имеет собственного калиброванного абсолютного детектора, для привязки спектральной чувствительности был использован детектор AXUV-100, типовая спектральная чувствительность которого хорошо известна из литературы. В рамках измерений было проведено сравнение спектрального отклика детекторов AXUV-100 и SPD. Пройдены участки спектра 80 - 165 эВ и 200 - 650 эВ. Продемонстрировано, что чувствительность SPD во всем измеряемом диапазоне составляет 85-97% от чувствительности AXUV.

Отработана методика определения однородности чувствительности детекторов по поверхности. Измерения однородности проводились при разных энергиях фотонов и дали сходные результаты. Измерение проводилось путем сканирования детектором относительно тонкого (обычно 0.5 мм²) монохроматического пучка. Испытаны детекторы AXUV-100 и SPD. Измерения проводились на энергии фотонов 110.5 эВ. Для обоих детекторов наблюдается неоднородность чувствительности порядка 1.5-2%.

В рамках отработки методики самокалибровки проведены измерения поверхностной плотности бора на детекторе SPD (рис. 28).



Рис. 28. Относительный спектральный отклик детектора SPD вблизи К-края бора в зависимости от угла падения на него излучения. (δ - угол между нормалью к поверхности детектора и падающим на него пучком).

В качестве нормировочного спектра использован сигнал детектора AXUV-100, не имеющий особенностей спектральной характеристики вблизи К-края бора (160-260 эВ). По соотношению провалов спектральной характеристики для разных углов δ и таблицам поглощения бора определена его поверхностная плотность на детекторе (около 0.85 мкг/см²).

Тем же методом самокалибровки определено, что на поверхности обоих детекторов нет углеродсодержащих слоев, способных повлиять на спектральные характеристики исследуемых детекторов в мягкой рентгеновской области.

3.2. Предварительная аттестация кристаллов для монохроматора.

Участвующие организации: ИЯФ им. Г.И. Будкера СО РАН, ФИ РАН им. П.Н. Лебедева.

В экспериментальном объеме станции установлен и запущен рефлектометр (рис. 29), позволяющий реализовывать различные оптические схемы по калибровке рентгеновской оптики. В состав рефлектометра входит набор из трех угловых и одной моторизированных подвижек, позволяющих реализовывать линейной различные калибровочные схемы. Измерительные потребности оптические рефлектометра обеспечиваются набором полупроводниковых детекторов типа AXUV (пр-во IRD Inc., США) и SPD (разработчик - ФТИ им. Иоффе, Санкт-Петербург) и двухкоординатным детектором на основе ПЗС-матрицы "e2v CCD47-20" с пространственным разрешением 13 мкм. Электроника детектора разработана ФИ РАН им. П.Н. Лебедева (Москва).





Первые результаты получены при аттестации кристаллов для изображающего телескопа космического базирования, проектируемого в ФИ РАН им. П.Н. Лебедева. Белый пучок СИ проходил через 10-мкм алюминиевый фильтр и последовательно отражался от двух параллельных кристаллов. Измерялась интенсивность пучка после его отражения сначала от первого, а затем от второго кристаллов. Отношение интенсивностей дало пиковый коэффициент отражения. Путем изменения угла второго кристалла относительно первого измерена его кривая качания и определено спектральное разрешение. Наилучший результат продемонстрировали кристаллы бифталата рубидия RbAP (химическая формула C₆H₄(COOH)(COORb)). Работа велась во втором порядке отражения от плоскости 001, что соответствовало энергии 991.3 эВ (угол Брэгга - 75°). Измеренный пиковый коэффициент отражения кристаллов составил 1.2 %, относительное спектральное разрешение - $\Delta E/E = 3 \cdot 10^{-4}$. По морфологии пуска СИ, отраженного от кристаллов, проведена оценка их качества.

Результат выполнения работы:

Методический: На станции запущен в эксплуатацию рефлектометр нормального падения. Практический: Измерен коэффициент отражения кристаллов, их спектральное разрешение, даны рекомендации по использованию этих кристаллов в составе рентгеновского телескопа.

4. Работа с пучками терагерцового излучения

4.1. Новосибирский терагерцовый лазер на свободных электронах

Новосибирский лазер на свободных электронах (ЛСЭ) по-прежнему остается самым мощным в мире источником терагерцового излучения. Максимальная величина средней мощности излучения, достигнутая при частоте повторения импульсов 11,2 МГц, составляет 500 Вт. В 2009 году Новосибирский ЛСЭ работал на пользователей около 710 часов. В стандартном режиме работы на пользователей при частоте повторения 5,6 МГц средняя мощность излучения на рабочих станциях зависела от длины волны излучения и настройки ускорительной системы и составляла в 50 – 150 Вт. При этом излучение ЛСЭ линейно поляризовано и полностью пространственно когерентно, длина волны перестраивается в интервале 120 – 240 мкм, относительная спектральная ширина составляет менее 1% (полная ширина на полувысоте), а длительность импульсов - около 100 пс (полная ширина на полувысоте).

В 2009 году в работах на ЛСЭ непосредственно участвовали сотрудники Института ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, Института химической кинетики и горения СО РАН, Института цитологии и генетики СО РАН, Института физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, Института гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО РАН, Института теоретической и прикладной механики СО РАН, Конструкторскотехнологического института научного приборостроения, Института оптики атмосферы СО РАН (Томск), Научно-технологического центра уникального приборостроения РАН также преподаватели, студенты аспиранты Новосибирского (Москва), а И государственного университета и Новосибирского государственного технического университета.

Первой из двух основных задач 2009 года была организация регулярных работ на шести рабочих станциях пользователей. Второй задачей был запуск второй очереди Новосибирского ЛСЭ.

4.2. Экспериментальные станции на пучках ТГц излучения

Станция «Метрология» предназначена для диагностики, контроля и оптимизации параметров излучения ЛСЭ и проведения физических экспериментов с этим излучением.



Рис. 30. Эксперимент по измерению длины когерентности терагерцового излучения из Новосибирского лазера на свободных электронах (NovoFEL) проводит г.н.с. ИЯФ СО РАН, профессор НГУ Б.А. Князев.

В 2009 г. проводились следующие работы.

1) Исследовалось взаимодействие излучения субмиллиметрового диапазона с мелкими уровнями ловушек в узкозонном полупроводнике-сегнетоэлектрике PbSnTe:In при гелиевых температурах в условиях преобладания инжекции электронов из контактов и ограничении тока пространственным зарядом. В зависимости от уровня инжекции и длины волны излучения наблюдалось как увеличение, так и уменьшение тока со сложной динамикой его изменения при «включении» и «выключении» освещения лазером. Полученные результаты находят объяснение в рамках модели, учитывающей сложное распределение уровней ловушек по энергии в запрещенной зоне, которые имеют различное сечение захвата электронов, и неоднородность электрического поля между катодом и анодом в условиях ограничения инжекционного тока пространственным зарядом. Работа выполнена сотрудниками Института физики полупроводников и ИЯФ СО 07-02-01336-a проекта РФФИ «Изучение взаимодействия PAH в рамках субмиллиметрового излучения с фононной подсистемой PbSnTe:In вблизи точки сегнетоэлектрического фазового перехода», программы Президиума РАН № 2720 «Создание высокочувствительных фотоприемников на основе пленок PbSnTe:In для оптических методов и спектроскопии в терагерцовом диапазоне частот», программы Президиума РАН № 2734 «Исследование спектра электронных состояний в наногетероструктурах Si/CaF₂/BaF₂/PbSnTe:In».

2) Исследовались спектральные свойства двумерных массивов оптически активных структур на основе трехмерных микрооболочек. Получены углы вращения линейной поляризации терагерцового излучения до ± 17 град/слой в образцах площадью 1×2 см². Измерены спектры дихроизма, пропускания и отражения для волн линейной и двух круговых поляризаций. Исследованы свойства этих структур как метаматериалов. Показано, что на определенных частотах эффективный показатель преломления объемного материала, созданного на основе измеренных слоев, может достигать выполнена сотрудниками отрицательных значений. Работа Института физики полупровдников и ИЯФ СО РАН в рамках проекта РФФИ № 09-02-12303-офи_м «Исследование взаимодействия терагерцового излучения с новыми функциональными резонансными метаматериалами для устройств управления поляризацией, фазой, интенсивностью и направлением распространения излучения» и междисциплинарного интеграционного проекта СО РАН № 24 «Метаматериалы на основе прецизионных микрои нанооболочек для терагерцового и инфракрасного диапазонов».

Станция физико-химических и биологических исследований предназначена для изучения воздействия излучения на микро- и нанообъекты и исследования продуктов абляции нуклеиновых кислот, белков и ферментов, полимеров и минеральных кластеров.

В 2009 году работы с биологическими объектами на этой станции и станции «Химия» проводились при финансовой поддержке в рамках грантов: Проект 27.8/69 Программы РАН «Основы фундаментальных исследований нанотехнологий и наноматериалов», междисциплинарный интерграционный проект СО РАН № 39, грант РФФИ 09-02-12100.

Открытое в Новосибирском Центре коллективного пользования терагерцового излучения явление мягкой абляции позволяет бездеструктивно переводить в аэрозольную фазу сложные биологические макромолекулы, генерировать аэрозольные наночастицы из порошков и коллоидных растворов. Для практического применения данного явления необходимо провести сравнительное исследование фракционного состава образующихся аэрозольных наночастиц с размерами исходных молекул и кластеров определенными традиционными методами.

Определение масс биологических макромолекул на сегодняшний день является трудоемкой и дорогостоящей процедурой. Явление мягкой абляции, возможно, позволит значительно упростить и ускорить процесс молекулярного взвешивания. Для

исследования возможности сопоставления размеров биомакромолекул в аэрозольной форме молекулярных масс были проведены исследования фрагментов ДНК λ-hind. Исследовались четыре монодисперсные фракции этой ДНК с известными массами. Для эксперимента был взят коммерчески доступный препарат ДНК фага лямбда, (НПО «Сибэнзим»). гидролизованной рестриктазой HindIII Было проведено электрофоретическое разделение препарата в 1% агарозном геле, из которого далее были препаративно выделены отдельные фрагменты ДНК-гидролизата. Проводилась абляция данных образцов под действием излучения лазера на свободных электронах с параметрами: λ = 128±2 мкм, длительность импульса 50 пс, частота 5,6 МГц, мощность 20 Вт.

С увеличением массы увеличивался и размер, а полученную зависимость размеров от масс (рис.31) можно аппроксимировать функцией пропорциональной корню кубическому из диаметра [1].



Рис. 31. Размеры и массы четырёх фракций ДНК *λ*-hind

Явление неразрушающей абляции [2] также может быть использовано для контролируемой генерации нанообъектов различного происхождения в аэрозольной фазе с целью дальнейшего их научного и технологического использования: нанесение покрытий, определение размеров, исследование биологической и каталитической активности и т.д.

Проведенные за отчетный период сравнительные эксперименты с нанопорошками различного происхождения показали, что терагерцовое излучение лазера на свободных электронах (ЛСЭ) в паре с диффузионным спектрометром аэрозолей [3] дает более точную и детальную информацию об их размерах по сравнению с традиционными методами электронной микроскопии и динамического светорассеяния. Поскольку наш метод не требует сложных процедур пробоподготовки и позволяет определять размеры частиц за 10 минут, мы полагаем, что разработка этого метода будет чрезвычайно полезна нашему научному сообществу, занимающемуся созданием и исследованием нанообъектов биологического и неорганического происхождения.

Эксперименты проводились с коммерчески доступными нанопорошками окиси кремния (таркосил, производство ИЯФ) и синтетических алмазов (НПО "Алтай"). Образцы исследовались методами электронной сканирующей микроскопии (SEM),

атомно-силовой микроскопии (AFM), динамическим светорассеянием (DLS) и нашим методом.

На рис. 32 и 33 приведены результаты сравнения размерных распределений образцов, полученные указанными методами [4].



Рис. 32. Сравнение размерных распределений нанопорошка двуокиси кремния (таркосил), полученных методами неразрушающей абляции (Ablation), динамического светорассеяния (DLS), атомно-силовой (AFM) и сканирующей электронной микроскопии (SEM). На рисунке приведены размеры основных фракций в нанометрах.



Рис. 33. Сравнение размерных распределений алмазного нанопорошка (НПО Алтай), полученных методами неразрушающей абляции (Ablation), динамического светорассеяния (DLS), атомно-силовой (AFM) и сканирующей электронной микроскопии (SEM). На рисунке приведены размеры основных фракций в нанометрах.

Таким образом, на основании проведенного сравнительного исследования показано, что метод неразрушающей терагерцовой лазерной абляции дает результаты сопоставимые с другими методами определения размеров наночастиц, при этом является более оперативным и более информативным, требует минимальной пробоподготовки. Для

дальнейшего развития методики требуется расширение круга исследуемых веществ и материалов с целью установления области применения метода и его возможных ограничений. На наш взгляд метод неразрушающей лазерной абляции может найти широкое применение в различных нанотехнологических приложениях.

Всего за отчетный период зарегистрировано 180 спектров аэрозоля, полученных в результате абляции, исследовано 80 различных образцов. В работе участвовали сотрудники Института химической кинетики и горения, Института цитологии и генетики и ИЯФ СО РАН.

Литература

[1]* М.С. Вагин, А.С. Уницын, А.К. Петров, А.С. Козлов, С.Б.Малышкин, В.М.Попик, Т.Н. Горячковская, С.Е. Пельтек, Исследование возможности определения масс биологических нанообъектов методом терагерцовой лазерной абляции // Вестник НГУ. Серия: Физика. – 2009. – Т. 4, вып. 3. – С. 74 – 77.

[2] А.К. Петров, А.С. Козлов, М.Б. Тарабан, Т.Н. Горячковская, С.Б. Малышкин, В.М. Попик, С.Е. Пельтек, Мягкая абляция биологических объектов под воздействием субмиллиметрового излучения лазера на свободных электронах // Доклады академии наук. – 2005. - Т.404, №5. - С.698-700.

[3] A.N. Ankilov et al. Particle size dependent response of aerosol counters // Atmos. Res. – 2002. - V. 62, N. 3-4. - P. 209-237.

[4]* А.С. Уницын, М.С. Вагин, А.К. Петров, А.С. Козлов, С.Б.Малышкин, В.М.Попик, С.Е. Пельтек, Исследование дисперсного состава продуктов лазерной субмиллиметровой абляции неорганических наносистем // Вестник НГУ. Серия: Физика. – 2009. – Т. 4, вып. 2. – С. 8 – 12.

Станция «Химия» позволяет работать с пучком излучения большого диаметра. В 2008-2009 г.г. на ней проведены следующие работы:

1) Исследование воздействие терагерцового излучения на генетический материал. Известно, что энергия связей, стабилизирующих вторичную структуру ДНК, лежит в терагерцовой области. Поэтому возможен поиск резонансных частот терагерцового излучения, разрушающих эти связи и, следовательно, вторичную структуру ДНК без разрушения первичной структуры полимерных цепей ДНК. Для изучения этого явления была разработана специальная модельная система, позволяющая визуализировать этот процесс с помощью меченых флюорохромом олигонуклеотидов. В качестве модельного объекта использована ДНК плазмиды pUC18. В случае если под воздействием терагерцового излучения происходит разрушение водородных связей на отдельных участках ДНК, то в этом месте происходит гибридизация с олигонуклеотидом. Результаты гибридизации визуализировали при помощи элекрофоретического разделения ДНК в 1% агарозном геле. Проверена работоспособность модельной системы в случае обычной температурной денатурации ДНК. Модельную систему облучали терагерцовым излучением следующих длин волн: 125, 129, 139, 140, 141, 200 мкм при временах экспозиции от 5 до 30 мин. Показано, что выбранные участки ДНК не имеют резонансных частот при этих длинах волн.

2) Исследование воздействия терагерцового излучения на стрессочувствительные системы клетки. В основе работы геносенсоров лежит способность клетки отвечать на воздействие повреждающих агентов активацией своих защитных систем. Каскады генов защитных систем бактериальной клетки активируются в присутствии агентов, повреждающих структуру и функции клетки. Промоторы таких генов и являются чувствительным звеном биосенсорной конструкции. В созданных искусственных генетических конструкциях промоторы генов защитных систем запускают синтез репортерного флуоресцентного белка (GFP, Green Fluorescent Protein) в клетках E.coli, накопление которого легко тестировать с помощью обычного флуоресцентного модельного микроскопа. использована В качестве объекта была серия

стрессочувствительных геносенсоров, созданных в ИЦиГ СО РАН с использованием промоторов генов уfiA и katG. В результате проведенных экспериментов установлено, что под действием терагерцового излучения в системе на базе геносенсора katG происходит накопление GFP, что свидетельствует об индукции защитных механизмов клеток E.coli. Система на основе геносенсора уfiA не реагировала на терагерцового излучения в реакции геносенсоров связано с селективным воздействием терагерцового излучения на разные защитные системы клеток E.coli.

3) Исследование интегрального протеомного ответа клетки E.coli на воздействие терагерцовым излучением. Протеом, в отличие от генома, не является постоянной характеристикой клетки и специфично реагирует на изменения условий внешней среды. В качестве основного объекта исследования выбраны клетки E.coli – хорошо изученный в генетическом и протемном отношении организм. Анализ протеома E.coli до и после облучения терагерцовым излучением проводили современными методами протеомного анализа, включающими двумерный электрофорез (рис. 34) с последующей идентификацией белков методом MALDI-TOF масс-спектрометрии (рис. 35).



Рис. 34. Электрофореграмма в двумерном 12% ПААГ-ДСН суммарного белка Е. coli после воздействия ТГц излучения. Стрелками обозначены идентифицированные фракции, экспрессия которых различалась более чем в два раза по сравнению с фракциями контрольного образца.

Проведено исследование воздействия терагерцового излучения на биологические объекты трех типов. Не выявлено воздействия на вторичную структуру ДНК, показана индукция защитных механизмов клеток и изменение экспрессии генов Glutamine synthetase, Phosphoglucosamine mutase, Glucarate dehydratase, Cysteine desulfurase, Uridine phosphorylase Escherichia coli в ответ на воздействие терагерцового излучения.

В работе участвовали сотрудники Института химической кинетики и горения, Института цитологии и генетики и ИЯФ СО РАН.



Рис. 35. Пептидный масс-спектр триптического гидролизата электрофоретической фракции № 3 суммарного белка Е. coli.

Станция «Спектроскопия и интроскопия (СпИн)» предназначена для исследования спектров поглощения веществ и субстанций, а также для любых квазиоптических экспериментов с визуализацией изображений.

Состав станции: оптический стол, набор линз, зеркал и дифракционных оптических элементов, оптико-механические элементы (в том числе прецизионные моторизованные вращательные и поступательные подвижки, управляемые компьютером), термограф, матричные болометрические приемники, термочувствительные люминесцентные детекторы излучения, термочувствительный интерферометр Физо, пироэлектрические детекторы, ПЗС-камера с микроканальным усилителем PI Max2, цифровые регистраторы сигналов Handyscope-3 и Handyscope-4, осциллографы Tektronix, резонансные усилители, акусто-оптические детекторы, дисковый накопитель на 6 терабайт и другое оборудование.

В 2009 г. работы на станции велись при поддержке грантов:

1. Грант РФФИ 07-02-13547-офи-ц "Разработка методов построения спектрометров полного внутреннего отражения для биомедицинских применений с терагерцовым лазером на свободных электронах в качестве источника излучения".

2. Грант РФФИ_09-02-12158-офи_м "Разработка физических основ томографии, голографии и метрологии с использованием источника когерентного монохроматического терагерцового излучения".

3. Интеграционный проект СО РАН № 89 "Разработка метода терагерцовой изображающей спектроскопии нарушенного полного внутреннего отражения с функцией ближнепольного микроскопа".

Были получены следующие основные результаты:

Впервые создан изображающий НПВО-спектрометр [1, 2,] терагерцового диапазона с широким рабочим полем, способный работать в режиме реального времени. Общий вид изображающего НПВО-спектрометра приведен на рис. 36. Источником излучения служит Новосибирский лазер на свободных электронах, генерирующий непрерывную последовательность импульсов длительностью около 100 пс, следующих с частотой повторения 5.6 МГц. Длина волны излучения может плавно перестраиваться в интервале от 120 до 240 мкм при относительной ширине линии генерации 0.3÷1%.

Образцы располагаются на одной из сменных кремниевых призм. Матричный микроболометрический приемник (ММБП) на основе окиси ванадия размером 320×240 элементов, разработанный в ИФП СО РАН, позволяет записывать изображения отраженного от поверхности раздела призма-образец излучения в реальном времени со скоростью 20 кадров в секунду. Впервые зарегистрирована в терагерцовом диапазоне динамика НПВО-спектров разных объектов. Пример наблюдения процесса растворения капли этанола в воде приведен на рис. 37.

Продолжались работы по созданию матричных микроболометрических приемников (ММБП) для терагерцового диапазона. Сотрудниками ИФП СО РАН создан макет ММБП, в котором каждый микроболометр интегрирован с индивидуальной антенной. Эксперименты на ЛСЭ показали, что чувствительность такого приемника в 5-6 раз выше обычного [3].



Рис. 36. Общий вид спектрометра нарушенного полного внутреннего отражения с кремниевыми призмами.

0 ms	45 ms	100 ms
	*	•
125 ms	175 ms	230 ms
•	•	•
310 ms	385 ms	480 ms
•	1.00	Ser April
Sec. a contract	N	b .

Рис. 37. Изображения, полученные с помощью матрицы микроболометров в НПВОспектрометре при инжекции капли этанола в кювету с водой, расположенную на поверхности кремниевой призмы; источник излучения лазер на свободных электронах, длина волны излучения 130 мкм, р-поляризация, угол падения – 57°. Выполнены детальные исследования спекл-структуры изображений объектов, освещаемых когерентным монохроматическим терагерцовым излучением лазера на свободных электронах [4]. Впервые исследована статистика спеклов в этом диапазоне и продемонстрирована спекл-фотография в терагерцовом диапазоне в реальном времени. Результаты позволяют перейти к разработке методов спекл-метрологии в терагерцовом диапазоне [6].

Конструкторско-технологическим институтом научного приборостроения разработаны пропускающие дифракционные оптические элементы из полипропилена высокого давления, предназначенные для работы в интенсивных пучках терагерцового излучения (см. ссылки [4, 5] в трудах конференции). Испытания шести образцов ДОЭ с помощью матричных микроболометрических приемников показали весьма высокое качество фокального пятна в пучках со средней мощностью излучения 100 – 150 Вт. Разработка технологии продолжается.

Выполнены эксперименты по исследованию методов захвата свободной терагерцовой волны и формированию поверхностных плазмонов (ПП) на границе металлвоздух. Показано, что при дифракции на препятствиях (щелевых отверстиях специальной формы) происходит формирование ПП при р-поляризации падающего излучения, тогда как в случае s-поляризации такого захвата не происходит. Это однозначно свидетельствует о возникновении ПП. Эксперименты показали, однако, что при генерации ПП в режиме дифракции детектор наряду в ПП регистрирует одновременно и дифрагирования свободную волну. Для разделения ПП и свободной волны ведутся исследования альтернативных методов захвата. Кроме того предложен метод разделения этих волн с помощью "геодезических элементов" [5]. Пример возможного использования таких элементов приведен на рис. 38.



Рис. 38. Пример использования геодезических элементов для пространственного разделения свободной волны и поверхностного плазмона.



Рис. 39. Эксперименты по визуализации терагерцового излучения с помощью тепловизора и термочуствительного люминесцентного экрана.

Литература

- 1. Knyazev B.A., Kulipanov G.N., Vinokurov N.A. Novosibirsk terahertz free electron laser: instrumentation development and experimental achievements // Measurement science and technology. 2010. Vol. 21. P. 054017 (13 p.)
- 2. В.В. Герасимов, Б.А. Князев, В.С. Черкасский. Получение спектрально-селективных изображений объектов в режиме нарушенного полного внутреннего отражения в реальном времени в видимом и терагерцовом диапазонах // Оптика и спектроскопия, 4 стр. (принято к печати).
- М. А. Демьяненко, Д. Г. Есаев, В. Н. Овсюк, Б.И.Фомин, А. Л. Асеев, Б.А. Князев, Г.Н. Кулипанов, Н.А.Винокуров. Матричные микроболометрические приемники для инфракрасного и терагерцового диапазонов // Оптический журнал. - 2009. - Т. 76, вып. 12. - С. 5-11.
- Н. А. Винокуров, М. А. Демьяненко, Д. Г. Есаев, Б. А. Князев, Г. Н. Кулипанов, О. И. Чащина, В. С. Черкасский. Спекл-структура изображений объектов, освещаемых монохроматическим когерентным терагерцовым излучением // Квантовая электроника. – 2009. - Т.39, вып. 5. - С. 481.
- G.D. Bogomolov, G.N. Zhizhin, A.K. Nikitin, B. A. Knyazev. Geodesic elements to control terahertz surface plasmons // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Ser. A. - 2009. - V. 603, Issues 1/2. - P. 52-55/.
- O.I. Chashchina, B.A. Knyazev, G.N. Kulipanov, N.A. Vinokurov. Real-time speckle metrology using terahertz free electron laser radiation // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Ser. A. – 2009. - <u>V. 603, Issues 1/2</u>. - P. 50-51.

На **станции молекулярной спектроскопии** сотрудниками Института химической кинетики и горения и ИЯФ СО РАН выполнялась работа по интеграционному проекту СО РАН № 102 «Разработка фарадеевского ЛМР спектрометра терагерцового диапазона с использованием лазера на свободных электронах».

Возможность использования излучения терагерцовой области (1 - 10 ТГц или 30 – 300 мкм) для детектирования свободных радикалов представляет интерес в первую очередь для диагностики пламени. В этой области находятся линии вращательных переходов многих свободных радикалов, играющих важную роль в процессах горения. К ним относятся радикалы ОН, СN, CH, CH₂ и другие. Привлекательной особенностью является малое рассеивание длинноволнового излучения на частицах микронных размеров. В отличие от существующих оптических методов детектирования радикалов, использующих излучение лазеров видимого и УФ диапазонов метод, использующий излучение терагерцового диапазона, может быть пригоден для изучения сильно рассеивающих сред, непрозрачных в видимом диапазоне. Примером таких объектов являются пламена с большим содержанием сажистых частиц. Задачей настоящего исследования является изучение возможности использования излучения терагерцового ЛСЭ для детектирования парамагнитных частиц в газе.

В терагерцовой области находятся линии вращательных переходов сравнительно малых молекул, обладающих малым моментом инерции. Кроме того, необходимо наличие постоянного дипольного момента. Этим требованиям лучше всего удовлетворяют двух и трехатомные гидриды, такие как молекула воды H₂O и водородсодержащие радикалы OH, CH, CH₂. Поскольку обычно концентрация воды в пламени значительно больше концентрации свободных радикалов, большинство линий поглощения пламени в терагерцовой области относится к спектру H₂O.

Радикал ОН является удобным объектом исследования из-за наличия интенсивных линий поглощения в терагерцовой области. В область перестройки ЛСЭ попадают две линии поглощения радикала ОН, лежащие на 1835 ГГц и 2512 ГГц. Эти линии соответствуют переходам с нижних вращательных уровней электронных состояний ${}^{2}\Pi_{1/2}$ (${}^{1}_{2} \rightarrow 1{}^{1}_{2}$), и ${}^{2}\Pi_{3/2}$ (${}^{1}_{2} \rightarrow 2{}^{1}_{2}$)

Чувствительным методом регистрации парамагнитных частиц является регистрация вращения плоскости поляризации в магнитном поле (эффект Фарадея). Поворот плоскости поляризации в магнитном поле возникает из-за разницы показателей преломления среды для волн с правой и с левой круговыми поляризациями. Вследствие аномальной дисперсии показателя преломления среды для излучения, имеющего частоту близкую к частоте линии поглощения парамагнитной частицы, величина поворота плоскости поляризации при достижении резонанса намного увеличивается. Высокая чувствительность Фарадеевского метода обеспечивается возможностью измерения малых углов поворота плоскости поляризации излучения.

На рис. 40 изображена схема экспериментальной установки. Установка состоит из между электромагнита, полюсами которого располагается горелка, входного поляризатора, анализатора (выходного поляризатора), приемника излучения И необходимых оптических элементов. Излучение ЛСЭ направлялось вдоль магнитного поля через отверстия, просверленные в полюсах магнита. Для фокусировки излучения использовалась комбинация выпуклого и вогнутого сферических зеркал. Диаметр луча в области горелки составлял около 1 мм. Для регистрации интенсивности излучения после анализатора использовался пироэлектрический приемник излучения МГ-33. Поскольку пироприемники чувствительны к переменному сигналу, излучение модулировалось вращающимся диском с отверстиями на частоте около 300 Гц. Переменный сигнал с приемника излучения регистрировался с помощью синхронного детектора УСД-2 и вводился в компьютер.



Рис. 40. Схема экспериментальной установки для детектирования фарадеевского вращения плоскости поляризации излучения ЛСЭ в пламени.

Излучение ЛСЭ линейно поляризовано, но степень поляризации оказалась недостаточно высокой – 99.5%. Чтобы улучшить степень поляризации перед входом в электромагнит устанавливался дополнительный поляризатор. Направление его оси выставлялось вдоль направления поляризации лазерного излучения. В качестве анализатора использовался широкополосный поляризатор компании Tydex (Санкт-Петербург). Он обеспечивал подавление нежелательной поляризации до 10⁻³ в диапазоне

длин волн 120 – 180 мкм. Направление оси анализатора было повернуто на угол $\frac{\pi}{2} + \varphi_0$

относительно направления поляризации лазера, где φ_0 – небольшое отклонение.

Перед началом измерений частота излучения ЛСЭ настраивалась на линию поглощения. Для измерения спектра лазерного излучения использовался Фурьеспектрометр Bruker IFS-66V. Собственно измерения состояли в сравнении интенсивности излучения, прошедшего через анализатор с выключенным магнитным полем и с включенным полем. Если при включении магнитного поля происходит поворот плоскости поляризации на угол $\Delta \phi$, то интенсивность излучения на приемнике:

$$I = I_0 \cdot \sin^2(\varphi_0 + \Delta \varphi) \approx I_0 \cdot (\varphi_0^2 + 2\varphi_0 \cdot \Delta \varphi + \Delta \varphi^2)$$
(1)

Соответственно изменение интенсивности при включении и выключении поля: $\Delta I \approx I_0 \cdot (2\varphi_0 \cdot \Delta \varphi + \Delta \varphi^2)$ (2)

Перед работой с пламенем была проверена работа установки на линиях поглощения NO. На место горелки в этих экспериментах устанавливалась оптическая кювета с полиэтиленовыми окнами, заполненная NO. Молекулы NO обладают постоянным магнитным моментом, и на линиях поглощения NO, так же как и на линиях поглощения свободных радикалов, должен наблюдаться эффект Фарадея.



Рис.41. Наблюдение эффекта Фарадея во вращательном спектре NO. Вверху спектр излучения ЛСЭ. Вертикальной линией показано положение линии поглощения NO ${}^{2}\Pi_{3/2}(16.5) \leftarrow {}^{2}\Pi_{3/2}(15.5)$. Внизу показано изменение интенсивности излучения при включении и выключении магнитного поля 8 кГс.

На рис. 41 приведены результаты экспериментов c NO. Наблюдалось индуцированное магнитным полем вращение плоскости поляризации излучения ЛСЭ терагерцового диапазона. Эффект наблюдался, когда лазерное излучение было настроено на линию поглощения молекулы NO. Вверху слева показаны спектр излучения ЛСЭ и линия поглощения во вращательном спектре NO. Внизу слева показана интенсивность излучения, прошедшего кювету с NO и анализатор. При включении магнитного поля (моменты включения и выключения отмечены вертикальными линиями) плоскость поляризации поворачивается, что приводит к изменению интенсивности излучения, прошедшего анализатор. При выключении поля интенсивность восстанавливается. Некоторая задержка связана с тем, что из-за большой индуктивности обмотки электромагнита магнитное поле возрастает медленно. Если же линия лазера отстроена в сторону от линии поглощения NO, как это показано на рисунках справа, то магнитное поле не оказывает влияния на поляризацию терагерцового излучения.



Рис. 42. Изменение плоскости поляризации в магнитном поле на частоте 1843 ГГц радикала ОН.

На рис. 42 показаны результаты экспериментов по вращению плоскости поляризации на линии ${}^{2}\Pi_{1/2}$ (${}^{\prime}_{2} \rightarrow 1 {}^{\prime}_{2}$) радикала ОН. Между полюсами магнита размещалась описанная выше горелка. Эффект удалось зарегистрировать, когда ЛСЭ был настроен на частоту 1843 ГГц. Ширина линии ЛСЭ на полувысоте составляла 18 ГГц. Рассчитанный по формуле (2) угол поворота плоскости поляризации излучения лазера составил 1.4 $\cdot 10^{-3}$ рад.

Таким образом, величина поворота плоскости поляризации в магнитном поле для терагерцового излучения, настроенного на линии поглощения радикала ОН в пламени при атмосферном давлении, является доступной для измерения (~ 10^{-3} рад). Основной путь повышения чувствительности в настоящее время - это уменьшение шумов излучения ЛСЭ. Возможности: а) повышение частоты модуляции магнитного поля от 0.1 Гц до 300 - 1000 Гц, б) использование симметричной модуляции магнитного поля от – H до + H.

4.3. Вторая очередь Новосибирского ЛСЭ

Работа по созданию и запуску второй очереди Новосибирского ЛСЭ проводилась при финансовой поддержке в рамках Интеграционного проекта СО РАН № 6/2006 «Разработка и изготовление ЛСЭ второй очереди», "Базового" проекта фундаментальных исследований РАН № 2.6.6.4 "Создание ЛСЭ терагерцового и инфракрасного диапазонов со средней мощностью до 50 кВт", Интеграционного проекта СО РАН № 52 "Запуск ЛСЭ второй очереди, разработка и изготовление элементов ЛСЭ третьей очереди" Госконтракта № 02.740.11.0430 на выполнение НИР по теме «Запуск второй очереди мощного лазера на свободных электронах и разработка элементов третьей очереди», и Инициативного проекта РФФИ № 09-02-12121-офи м «Разработка методов измерения параметров мощного терагерцового излучения и методов управления этими параметрами».

Для продвижения в более высокочастотную часть терагерцового диапазона создается вторая очередь лазера на свободных электронах (ЛСЭ). Для создания ЛСЭ, работающего в диапазоне частот 3 – 10 ТГц, был построен и запущен первый в мире ускоритель-рекуператор (УР) с двумя дорожками (т. е., с четырехкратным прохождением электронного пучка через высокочастотные резонаторы).

Полномасштабный УР использует ту же ускоряющую ВЧ-структуру, что и УР первой очереди, но расположен, в отличие от последнего, в горизонтальной плоскости (рис. 43). Таким образом, не требуется демонтаж одного для постройки другого. Выбор режима работы осуществляется простым переключением поворотных магнитов.



Рис. 43. Схема полномасштабного 4-оборотного ускорителя-рекуператора (плюс одна дорожка в вертикальной плоскости с ЛСЭ ТГц диапазона 110-240 мкм.

ЛСЭ второй очереди размещен на второй дорожке УР. В дальнейшем планируется установить на последнюю (40 МэВ) дорожку УР мощный ЛСЭ ближнего ИК диапазона в области длин волн 5 – 12 мкм.

В 2009 г. был смонтирован оптический резонатор ЛСЭ второй очереди. На рис. 44 показана схема оптического резонатора. Он представляет собой двухзеркальный резонатор с длиной Рэлея около 3 м. Отверстие в левом зеркале служит для вывода излучения в канал вывода, а в отверстие в правом зеркале вводится излучение юстировочного лазера.



Рис. 44. Схема оптического резонатора.

На рисунке 45 изображено левое зеркало. Излучение, выходящее через отверстие в зеркале, проходит через вакуумное окно. Последнее представляет собой алмазную пластинку, повернутую вокруг вертикальной оси на угол Брюстера, что обеспечивает полное прохождение излучения в канал вывода.



Рис. 45. Левое зеркало с выводным окном.

Положения узлов оптического резонатора выставлены с требуемой точностью. Отлажено дистанционное управление зеркалами и проведена точная юстировка зеркал. Достигнуты требуемые точности координатной выставки (0.2 мм) и угловой юстировки зеркал (5·10⁻⁵ радиана).

После юстировки оптического резонатора был получен режим генерации вынужденного излучения на ЛСЭ второй очереди. Средняя мощность излучения составляла 0,5 кВт, а длина волны перестраивалась от 50 до 80 микрон. Как и ЛСЭ первой очереди, ЛСЭ второй очереди по средней мощности излучения в своем спектральном диапазоне значительно превосходит аналогичные зарубежные установки.



Рис. 46. Фотография 2-оборотного ускорителя-рекуператора (плюс одна дорожка в вертикальной плоскости с ЛСЭ ТГц диапазона 110-240 мкм).

Был спроектирован, изготовлен и смонтирован канал вывода излучения, позволяющий направлять излучение ЛСЭ второй очереди на существующие пользовательские станции. В состав канала входит четыре зеркала и объем, заполняемый сухим азотом.

Таким образом, ЛСЭ на второй дорожке УР заработал в 2009 г., а его излучение выведено на пользовательские станции в начале 2010 г.

5. Разработка и создание специализированных генераторов СИ

5.1 Специализированный накопитель – источник СИ «Сибирь–2»

синхротронного излучения Курчатовский источник (КИСИ, Г. Москва) специализированный ускорительный комплекс, предназначенный для генерации пучков синхротронного излучения (СИ). Он был полностью разработан и изготовлен в ИЯФ СО РАН (руководитель проекта В.Н. Корчуганов) в период 1989-1994 годы и размещен на территории РНЦ "Курчатовский институт". Комплекс включает в себя два накопителя электронов: «Сибирь-1» на энергию 450 МэВ и «Сибирь–2» на 2.5 ГэВ. Первый пучок инжектирован в Сибирь–2 на 450 МэВ в 1995 г. В 1999 году состоялось официальное открытие источника СИ «Сибирь-2».



Рис. 47. Москва, РНЦ «Курчатовский институт», 1999 год. Процедура инаугурации источника СИ «Сибирь-2».

В период с 1999 по 2005 г. проводилась работа по повышению тока и времени жизни пучка в накопителе «Сибирь-2», а также по увеличению количества экспериментальных станций на пучках СИ.

Весной 2007 года были проведены сборка и полный цикл испытаний на территории заказчика 21-полюсного сверхпроводящего вигглера с максимальным магнитным полем 7.7 Тл и периодом 164 мм, изготовленного в ИЯФ по контракту с РНЦ «Курчатовский институт» для источника синхротронного излучения «Сибирь-2». В декабре 2007 вигглер был установлен на накопитель «Сибирь-2».



Рис. 48. Монтаж 21-полюсного сверхпроводящего вигглера с полем 7.7 Тесла и периодом 164 мм на накопителе «Сибирь-2».

В течение 2008 года был освоен режим работы со СП вигглером; заложены 3 канала вывода СИ из него; начато проектирование и изготовление экспериментальных станций на этих каналах.

К началу 2009 года источник СИ «Сибирь-2» вышел на постоянный режим работы:

- Энергия 2.5 ГэВ.
- Максимальный ток 230 мА.
- Ток в начале суточного цикла 100 мА. Выбранное значение рабочего тока обеспечивает время жизни 20-25 часов и работу в режиме одно накопление в сутки.
- Действуют 9 экспериментальных станций; еще несколько в стадии изготовления элементов и сборки.



Рис. 49. «Сибирь-2» сегодня: общий вид основного кольца накопителя с каналами вывода СИ (слева).



Рис. 50. Пультовая комплекса «Сибирь-1-2».

В течение 2009 года была проведена работа по реконструкции 180 МГц ускоряющей структуры «Сибирь-2». Два старых медных резонатора заменены на три новых биметаллических (рис. 51). Целью замены было обеспечение работы с СП вигглерами на полном рабочем токе и повышение надежности работы.



Рис. 51. Новая ускоряющая структура источника СИ «Сибирь-2» из трех биметаллических 180 МГц резонаторов.

5.2. Технологический накопительный комплекс (ТНК «Зеленоград»)

Накопитель-источник СИ для российского научно-производственного центра микроэлектроники (г. Зеленоград) был спроектирован и изготовлен в ИЯФ в 1990 – 1996 годы (руководитель проекта В.Н. Корчуганов). Его основное назначение – производство изделий микромеханики методами рентгеновской литографии и LIGA-технологии, контроль технологических процессов, исследовательские работы. В 1997-2001 годы финансирование проекта было приостановлено, и только в 2002 году была начата поэтапная сборка и запуск всех систем ТНК. К началу 2006 года уже был получен захват электронного пучка в бустерном кольце (малом накопителе).

8 февраля 2007 г. было подписано распоряжение правительства РФ №146-Р «О создании Центра высоких технологий на базе инженерно-производственного комплекса с синхротроном «Зеленоград» (новое название ТНК) и началось полномасштабное финансирование проекта.

С этого времени были начаты работы по модернизации всего оборудования комплекса ТНК. За прошедшие 15 лет технические решения, заложенные в проект ТНК, во многом устарели. Была проведена ревизия всех элементов ТНК, модернизация системы питания постоянных магнитов, ВЧ-системы большого накопителя, диагностики пучков, автоматической системы управления комплексом. В этом же году были начаты работы по ревизии и модернизации всех элементов магнитной системы большого накопителя (БН), хранившихся в ИЯФ с 1996 г. Были проведены магнитные измерения дипольных магнитов БН и необходимая доработка магнитопроводов.

В конце 2007 года после модернизации всех систем инжекционного комплекса и отладки программного обеспечения был получен захват электронов из линейного ускорителя в малый накопитель (МН), захваченный пучок в МН был ускорен до проектного значения энергии 450 МэВ.



Рис. 52. Участники работ по запуску и выведению на проектные параметры инжекционного комплекса ТНК (75 МэВ линейный ускоритель, электронно-оптические канал ЭОК-1, малый накопитель).

В 2008 году были продолжены работы на инжекционной части комплекса. Одновременно были продолжены работы по монтажу магнитных элементов на большом накопителе (БН) и модернизации сильноточных источников питания. Также в течение 2008 года в ИЯФ были изготовлены ВЧ генератор на новых генераторных лампах и резонаторы 180 МГц, начаты работы по изготовлению новых вакуумных камер БН и источников питания для магниторазрядных насосов.

Для улучшения управления всеми элементами инжекционного комплекса с учетом использования аппаратуры CAN была изменена конфигурация системы управления, написана и введена в эксплуатацию новая версия программного обеспечения.

К началу 2009 года была закончена длительная тренировка линейного ускорителя, которая позволила повысить энергию электронов на выходе линейного ускорителя (ЛУ) до 65 МэВ, увеличить разовый захват электронов в малый накопитель (МН). После оптимизации параметров систем питания и управления, отладки программного обеспечения был получен режим работы, позволяющий накопить в МН до 70 мА электронов. Дальнейшее увеличение накопленного тока связано с длительным обезгаживанием стенок вакуумной камеры пучком синхротронного излучения. Были отработаны режимы поднятия энергии накопленных в МН электронов до 450 МэВ и режимы перепуска электронов из МН в канал ЭОК-2 к главному кольцу. Инжекционный комплекс готов к началу работ на большой накопитель.

В течение 2009 года была полностью изготовлена, смонтирована и поставлена под откачку вакуумная система большого накопителя.

Структура ТНК подобна структуре источника СИ «Сибирь-2», за исключением более коротких прямолинейных промежутков. Начальная проектная энергия ТНК – 1.6 ГэВ, для ее увеличения до 2.5 ГэВ в ИЯФ были изготовлены более мощный ВЧ генератор на генераторных лампах фирмы Thales и два биметаллических 180 МГц резонатора, установленных в основное кольцо ТНК в конце 2009 года.



Рис. 53. Рабочий момент монтажа вакуумной системы большого кольца источника СИ «Зеленоград».

5.3. Сверхпроводящие вигглеры

В 2008 году продолжались контрактные работы по разработке и изготовлению различных сверхпроводящих криогенно-магнитных систем для генерации СИ.

1. В 2008 году был спроектирован и успешно испытан «короткий» прототип магнитной системы многополюсного вигглера (рис. 54) для строящегося накопителя ALBA-CELLS (Испания). В настоящее время ведется изготовление полноразмерного 119полюсного вигглера с периодом 30 мм, магнитным полем 2.2 Тл и межполюсным зазором 12.6 мм. В июне 2009 года запланирована установка и запуск вигглера непосредственно на накопительном кольце.



Рис. 54. Сборка «короткого» прототипа многополюсного вигглера с полем 2.2 Тл и периодом 30 мм для накопителя ALBA-CELLS (Испания).

2. Так же в 2008 году была спроектирована и изготовлена магнитная система 35полюсного вигглера с полем 3.6 Тл и периодом 60 мм (рис. 55) для накопителя LNLS (г. Кампинас, Бразилия). В июле 2008 года магнит был успешно испытан в погружном криостате и получен проектный уровень поля. В январе 2009 года вигглер был испытан в собственном криостате.



Рис. 55. Магнитная система многополюсного вигглера с полем 3.6 Тл и периодом 60 мм для накопителя LNLS (г. Кампинас, Бразилия).

3. В декабре 2008 года была завершена сборка, проведен полный цикл испытаний и измерений многополюсного 49-полюсного вигглера с периодом 48 мм, магнитным полем 4.3 Тл и межполюсным зазором 14 мм для накопителя DLS (Diamond Light Source, Англия). Это уже второй сверхпроводящий вигглер, изготовленный ИЯФ для DLS (рис. 56). В данном вигглере был достигнут нулевой расход потребления жидкого гелия и получены необходимые параметры качества магнитного поля. В марте 2009 года вигглер был доставлен и собран на территории накопителя DLS. После заключительных испытаний и проведения цикла магнитных измерений вигглер был установлен на накопитель (рис. 57) и начал работать в обычном режиме. Этот канал излучения с высокой интенсивностью фотонов в спектральном диапазоне 10-150 кэВ имеет название JEEP (Joint Engineering, Environmental and Processing). Он будет использоваться для материаловедения, химической инженерии, геологии и неразрушающего контроля крупных механических изделий (например, деталей самолетов).



Рис. 56. Процесс сборки в ИЯФ 49-полюсного вигглера с полем 4.3 Тл для накопителя DLS (Англия) в собственном криостате.



Рис. 57. Монтаж 49-полюсного вигглера с полем 4.3 Тл на накопитель DLS (Англия).

В 2009 году проводилось одновременно несколько контрактных работ по разработке и изготовлению различных сверхпроводящих криогенно-магнитных систем для генерации СИ.

4. В сентябре 2009 после полной модернизации криогенной системы был вновь запущен в эксплуатацию трехполюсный шифтер с полем 7.5 Тл на накопителе LSU-CAMD (США). Этот вигглер, изготовленный в ИЯФ еще в 1997 году, успешно проработал на накопителе 12 лет. Однако такой важный потребительский параметр, как расход жидкого гелия, перестал удовлетворять современным требованиям. Поэтому по отдельному контракту магнитная система вигглера была извлечена из старого криостата и помещена во вновь изготовленный криостат. При этом сама магнитная система осталась практически неизменной. В новой криогенной системе без использования жидкого азота расход жидкого гелия был уменьшен почти в ~50 раз, что по сравнению с предыдущим значением, позволяет производить подливку гелия не чаще, чем раз в 4 месяца вместо каждых трех дней. В модернизированной криогенной системе были использованы один криокулер фирмы Sumitomo с производительностью 1.5 Ватт при температуре 4.2 К для охлаждение гелиевого сосуда и токовводов, а также один криокулер с температурами 20 и 60 К для охлаждения экранов. В настоящее время модернизированный шифтер продолжает успешно работать на накопителе LSU-CAMD (рис. 58).



Рис. 58. Процесс переноса на накопитель LSU-CAMD модернизированного шифтера с полем 7.5 Тл.

5. В августе 2009 был доставлен, собран и полностью испытан 35-полюсный вигглер с полем 3.6 Тл и периодом 60 мм для накопителя LNLS (г. Кампинас, Бразилия) В декабре 2009 этот вигглер был установлен непосредственно на накопитель (рис. 59).



Рис. 59. 35-полюсный вигглер с полем 3.6 Тл и периодом 60 мм на накопителе LNLS (г. Кампинас, Бразилия)

В 2009 году была изготовлена и успешно испытана полноразмерная магнитная 6. система 119-полюсного вигглера длиной 1892 мм с периодом 31 мм, магнитным полем 2.2 Тл и межполюсным зазором 12.6 мм для строящегося накопителя ALBA-CELLS (Испания). Такой вигглер уже вплотную приближается по своим параметрам к ондуляторам. Отличительной особенностью его является так же использование в качестве материала для изготовления обмоток тонкого сверхпроводящего провода всего 0.55 MM с рекордным для такого сечения диаметром токовыми характеристиками (240 А в поле 7 Тл). При использовании такого тонкого провода следовало особое внимание уделять защите сверхпроводника от сгорания и выводу энергии при срыве сверхпроводимости. Дело в том, что предельные токовые параметры этого провода достигаются за счет уменьшения сечения меди, необходимой лля стабилизации сверхпроводника. Большое количество сверхпроводящих катушек, соединяемых последовательно, накладывало дополнительные жесткие требования на качество изготовления и методику проверки каждой сверхпроводящей катушки, а также на качество электрических контактов между ними. Магнитная система (рис. 60) была успешно испытана в погружном криостате и были достигнуты необходимые параметры магнитного поля В настоящее время ведется изготовление собственного криостата вигглера. В феврале 2010 запланировано испытание вигглера в криостате, а в апреле 2010 предполагается установка и запуск непосредственно на накопительном кольце ALBA-CELLS.



Рис. 60. Магнитная система 119-полюсного вигглера с полем 2.2 Тл и периодом 31 мм для накопителя ALBA-CELLS (Испания)

5.4. Вигглеры-затухатели на постоянных NdFeB магнитах для источника СИ PETRA-III (Гамбург)

Закончена контрактная работа по производству 21 вигглера-затухателя на постоянных магнитах для накопителя-источника СИ РЕТRA-III (DESY, Германия).

Вигглеры для PETRA-3 устанавлены в двух прямолинейных промежутках, по 10 штук в каждом (1 вигглер запасной), и предназначены для уменьшения эмитанса пучка электронов в кольце.

Магнитные параметры вигглеров следующие:

Период	20 см
Амплитуда поля	15.6 кГс
Вертикальный зазор	24 мм
Длина	4м

Вначале был изготовлен полномасштабный прототип вигглера, а затем, после одобрения конструкции вигглера специалистами DESY, в течении полутора лет были изготовлены и настроены все 20 вигглеров. За 2008-2009 годы все вигглеры были установлены в кольце PETRA-III (рис. 61 и 62). В феврале 2009 года начался запуск ускорителя, а к концу года получено уменьшение эмитанса пучка электронов в кольце до рекордного значения 10⁻⁹ м.рад.

Помимо вигглеров, для PETRA-III в ИЯФ были также спроектированы и изготовлены приёмники синхротронного излучения из вигглеров суммарной мощностью 800 кВт и вакуумная система для прямолинейных промежутков.



Рис. 61. Установка вигглеров в прямолинейных промежутках РЕТКА- III (2008 г.)



Рис. 62. Вигглеры производства ИЯФ на работающем источнике СИ PETRA- III (из доклада Hermann Franz на Международной школе молодых ученых, 11 ноября 2009, Москва).

5.5. Радиационно-стойкий дипольный магнит для строящегося в GSI (Германия) ионного ускорителя

В Германии строится международный научно-исследовательский ускорительный центр GSI, активное участие в котором принимает Россия. В ИЯФ СО РАН разрабатывался и строится дипольный магнит для Super-FRS, который предназначен для вывода пучков вторичных ионов (вторичные ионы получаются бомбардировкой мишени ускоренными ионами или протонами) в исследовательские станции. В связи с тем, что дипольный магнит расположен после мишени, вторичные ионы имеют большой разброс по углам и координатам.

Дипольный магнит имеет зазор между полюсами 0.18 м, область однородного $(\pm 3 \cdot 10^{-4})$ магнитного поля по горизонтали ± 0.195 м, эффективную магнитную длину 2.4 м, радиус изгиба 12.5 м. Вес магнита около 100 тонн. Дипольный магнит должен перестраивать магнитное поле в диапазоне от 0.15 Тл до 1.6 Тл за 120 секунд. Дипольный магнит будет расположен в зоне сильной наведенной радиации и важной особенностью магнита является полное отсутствие каких-либо конструктивных элементов, содержащих органические соединения.

Контрактная работа по разработке и изготовлению первого (из трех) радиационностойкого дипольного магнита для ускорительного центра GSI (Германия) была начата в 2007 году и будет закончена в 2009 году

В 2009 году закончено, изготовлено и собрано железное ярмо магнита, произведены радиационно-стойкие катушки, собран магнит в целом (рис. 63). В первой половине 2010 года будут проведены магнитные измерения, доработка полюсов по данным этих измерений и отправка магнита заказчику.



Рис. 63. Радиационно-стойкий дипольный магнит Н типа.

5.6. Каналы транспортировки ионного углеродного пучка к пациентам для Центра терапии раковых заболеваний при университете Гунма, Япония.

Для Центра терапии раковых заболеваний при университете Гунма (Япония) ИЯФ СО РАН спроектировал, изготовил и поставил 4 высокоэнергетичных канала (400 МэВ/нуклон) и 1 технический (от инжектора до синхротрона, 4 МэВ/нуклон) В поставку входят: поворотные магниты (15 шт), квадруполи (26), корректоры (24), вакуумные камеры (рис. 64).



Рис. 64. Каналы, спроектированные и изготовленные в ИЯФ, на ускорителе ионов углерода Центра терапии раковых заболеваний при Университете Гунма.

В течении 2009 г. осуществлен монтаж и тестирование каналов транспортировки углеродного пучка к пациенту на ускорителе в Университете Гунма. Осенью 2009 г. осуществлена успешная проводка пучка по каналам транспортировки, достигнута проектная интенсивность пучка на мишени 1.4·10⁹ pps (particle per second) на полной энергии, выполнена программа предклинических испытаний на фантомах.

Лечение первого пациента запланировано в 2010 г.

5.7. Разработка нового источника синхротронного излучения для Сибирского центра СИ

В 2009 году продолжались работы по разработке нового источника синхротронного излучения для Сибирского центра СИ. На данном этапе основное внимание уделялось разработке концептуального проекта строительства комплекса зданий и оценке параметров необходимых инженерных систем.

В Институте ядерной физики им. Г.И. Будкера более тридцати лет назад был организован Сибирский центр синхротронного излучения (СЦСИ). Долгое время он был единственным российским центром, где велась постоянная работа на пучках СИ в рентгеновском диапазоне. За время работы Центра вокруг него сложилась уникальная инфраструктура, позволяющая проводить оригинальные исследования. Эффективная работа центра также обуславливается тесным сотрудничеством с соседними институтами Сибирского отделения РАН и сильными междисциплинарными связями. Кроме того, тесные связи с другими научными центрами в Сибирском регионе (Томск, Красноярск, Иркутск, Барнаул) привели к созданию совместных исследовательских коллективов, вовлеченных в различные совместные проекты по разным научным направлениям.
Однако в настоящее время одной из главных проблем Сибирского центра СИ является отсутствие современного источника синхротронного излучения. Используемые в настоящее время накопители ВЭПП-3 и ВЭПП-4М не являются специализированными источниками СИ, и параметры их излучения не соответствуют современным требованиям. Также следует отметить, что эти накопители были построены более 30 лет назад и в настоящее время на них часто случаются серьезные неисправности, что дополнительно уменьшает возможное пучковое время.

Данная проблема актуальна для всей российской науки. В России, в настоящее время функционирует всего два центра по использованию СИ, и полностью отсутствуют современные источники СИ третьего поколения. Исследовательские группы вынуждены подавать заявки и проводить работы в международных центрах СИ, что сильно ограничивает круг организаций способных проводить такие исследования и снижает эффективность использования современных исследовательских методик.

В 2007 году было принято решение разработать и предложить к реализации проект современного источника СИ. Основные параметры предлагаемого источника, выработанные на основе анализа потребностей пользователей, представлены в табл.5-1.

Параметр	Величина		
Энергия электронов	2.2 ГэВ		
Поле в поворотных магнитах	8.5 Тл в сверхпроводящих магнитах		
	1.6 Тл в обычных магнитах		
Критическая энергия квантов	30 кэВ для СИ из сверхпроводящих магнитов		
СИ	6 кэВ для пучков из обычных магнитов		
Количество поворотных	4 сверхпроводящих		
магнитов	32 обычных		
Угол поворота в магнитах	15° в сверхпроводящих и центральных нормально-		
	проводящих магнитах		
	7.5° в нормально-проводящих боковых магнитах		
Фазовый объем пучка	~ 5 нм рад		
(горизонтальный равновесный			
эмиттанс)			
Ток пучка	500 – 1000 мА		
Время жизни пучка	8 – 10 часов		
Периметр орбиты	214 м		
Тип инжекции	на полной энергии с возможностью поддержания		
	рабочего тока пучка		

Табл. 5-1. Основные параметры накопителя – источника СИ.

Главной целью оптимизации магнитной структуры была минимизация натурального горизонтального эмиттанса, что обеспечивает высокую спектральную яркость источника. Дополнительными целями в процессе оптимизации были следующие:

- максимальные значения бета-функций не должны превышать 30 м на всем протяжении суперпериода;
- прямолинейные промежутки должны иметь нулевую дисперсионную функцию, чтобы избежать дополнительного увеличения эмиттанса за счет многополюсных сверхпроводящих вигглеров;
- структура должна иметь точки с хорошей сепарацией бета-функций, в которых можно установить секступольные линзы для компенсации натурального хроматизма;

- силы квадрупольных и секступольных линз не должны превосходить стандартные технологически достижимые величины: градиенты в квадрупольных линзах не должны превышать 50 Тл/м;
- структура должна предусматривать возможность установки магнитов 2-х типов: обычные теплые магниты и сверхпроводящие с полем 8.5 Тл;
- желательно иметь большое количество прямолинейных промежутков для установки устройств для генерации СИ (вигглеров и ондуляторов);

В качестве основной структуры была выбрана ТВА (Triple Bend Achromat) схема. Данная схема позволяет использовать магниты двух типов в качестве центральных (при условии равенства углов поворота) при практически одинаковой конфигурации оптических функций на концах ТВА-ячейки независимо от типа центрального магнита. Данная особенность, в свою очередь, позволяет гибко комбинировать ТВА-ячейки разных типов, т.е. количество сверхпроводящих магнитов в структуре может варьироваться. При 12-кратной симметрии кольца общее количество сверхпроводящих магнитов может составлять 2, 3, 4, 6 или 8.

Геометрическая схема одного суперпериода представлена на рис. 65. Суперпериод состоит из трех ТВА-ячеек. В средней ячейке центральный магнит является сверхпроводящим. В боковых ячейках в этом качестве выступают теплые магниты. Угол поворота орбиты во всех центральных магнитах один и тот же и составляет 15 градусов. Все боковые магниты – нормально проводящие, с полем 1.6 Тл и углом поворота 7.5 градуса.



Рис. 65. Геометрическая схема суперпериода магнитной структуры накопителя.

Полный угол поворота одной ТВА-ячейки составляет 30 градусов, а всего суперпериода – 90 градусов. Длины прямолинейных промежутков составляют 3 м во внутренних промежутках суперпериода, т.е. между центральной и боковыми ТВА-ячейками. Внешние промежутки, т.е. между суперпериодами, имеют длину 7 м. Всего доступно 8 коротких промежутков, в 2-х из них планируется разместить ВЧ-станцию и систему инжекции. В остальных можно устанавливать устройства генерации СИ (вигглеры или ондуляторы).

Длинные промежутки предназначены для установки длинных ондуляторов для получения пучков ондуляторного излучения высокой яркости.

Расчетный равновесный эмиттанс в данной схеме составляет 5.5 нм рад, что позволяет отнести данный источник к источникам СИ 3-го поколения. Полный периметр орбиты составляет 208.4 м.

Криогенная система.

Существующая в данный момент в ИЯФ СО РАН технология позволяет создавать сверхпроводящие поворотные магниты с нулевым расходом жидкого гелия. Функционирование системы поддерживается с помощью криогенных "кулеров" и "реконденсоров". Таким образом, расход жидкого гелия (и жидкого азота) происходит только в моменты первичного охлаждения систем после сборки (или ремонта).

Вакуумная система.

Вакуумная система включает в себя систему откачки (насосы с блоками питания), набор шиберов с ВЧ окном, вакуумную камеру накопителя.

В настоящий момент в ИЯФ СО РАН заканчивается разработка технологии напыления на внутренние поверхности вакуумных камер NEG покрытий (Not Evaporated Getters), позволяющей получать предельно низкое давление в камере. Такие технологии широко используются в современных ускорителях. Возможно использование данной технологии при изготовлении вакуумной камеры в рамках данного проекта.

В процессе предварительного проектирования была разработана общая концепция размещения комплекса зданий. По техзаданию ИЯФ в ООО "Стройпрогресс" составлен эскиз комплекса зданий (Рис. 66) с разрезами и поэтажной планировкой (работа финансировалась Федеральным агентством по науке и инновациям в рамках Программы развития центров коллективного пользования (госконтракт ФАНИ № 02.552.11.7081).



Рис. 66. Общий вид комплекса зданий для нового источника Сибирского центра СИ.

1-Кольцевое здание накопителя источника СИ с экспериментальным залом;

2-Центральное здание для размещения инжекционного комплекса с краном-балкой;

3-Здание для мастерских и технологического оборудования;

4-Лабораторно-офисное здание.

Также были произведены оценки необходимых мощностей основных инженерных систем и определены их спецификации и ориентировочная стоимость.

Система электропитания: общая установочная мощность всех систем составляет 9 МВт. Общая тепловая мощность, снимаемая с систем дистиллированной водой, составляет 2 МВт. Предварительная стоимость создания Центра СИ, включая здания, источник СИ и первые шесть экспериментальных станций, оценивается в 2.8 млрд. руб. (первая очередь – 2 млрд. руб.).

Расположение комплекса

В данном проекте предполагается разместить комплекс на территории Института ядерной физики СО РАН (рис. 67) возле пересечения улицы Ионосферная и улицы им. Ак. Будкера (бывшая ул. Физиков).



Рис. 67. Размещение комплекса зданий нового источника СИ на территории ИЯФ.

В соответствии с изложенной концепцией, было начато проектирование ускорительного комплекса. По результатам этой работы предполагается подготовить проектно-сметную документацию в концептуальный проект центра, работу над которым планируется продолжить в 2010 году.

5.8. Проект MARS

В 1997 г. тремя авторами из Института ядерной физики СО РАН (Н.А. Винокуров, Г.Н. Кулипанов, А.Н. Скринский) на конференции SRI-97 в Химеджи (Япония) была предложена новая концепция источника синхротронного излучения четвертого поколения со сверхмалым эмиттансом пучка электронов (~ 0.01 нм-рад) и энергетическим разбросом 0.01% на основе не накопителя заряженных частиц, а многооборотного ускорителя–рекуператора. Проект был назван MARS (Multy-pass Accelerator Recuperator

Source). Излучение из ондуляторов длиной 100 - 150 метров, установленных на таком ускорителе, будет превосходить по яркости источники СИ третьего поколения в диапазоне длин волн 0.1-4 нм на 3-4 порядка, обладать полной пространственной когерентностью и монохроматичностью ~ $10^{-3} - 10^{-4}$. Концепция "MARS" после детальной проработки и представления еще на ряде международных конференций ("ICFA workshop on future light sources", ANL, USA, 1999; "SRI-2000", Berlin, Germany, 2000; "ERLSYN-2002", Erlangen, Germany, 2002; "СИ-2004", Новосибирск, Россия, 2004; "RUPAC-2005", Дубна, Россия, 2005; "Nano-Beam 2005", Куоto, Japan, 2005) получила мировое признание.

Предлагаемый для создания в РНЦ «Курчатовский институт» проект источника СИ 4-го поколения "МАРС" показан на Рис. 68. Запуск такого источника СИ позволил бы российским ученым "обогнать, не догоняя" исследования, проводимые на источниках СИ 3-го поколения в Японии, США и Франции.



Рис. 68. Схема источника СИ 4-го поколения MARS.

Главным преимуществом ускорителя-рекуператора MARS перед накопительными кольцами является возможность использования постоянно "свежего" электронного пучка, эмиттанс которого не успевает вырасти за счет квантовых флуктуаций синхротронного излучения и эффекта внутреннего рассеяния.



Рис. 69. Каскадная схема инжекции и замедления электронного пучка в MARS.

Каскадная схема инжекции и вывода замедленного пучка до поглотителя в MARS (рис. 69) позволяет решить три задачи:

- Эффективная фокусировка как ускоряемого, так и замедляемого пучков электронов, так как благодаря каскадной схеме отношение максимум/минимум энергии электронного пучка на любой магнитной дорожке не превышает 10.
- Радикальное снижение радиации и наведенной активности при сбросе пучка на поглотитель, т.к. каскадная схема инжекции позволяет использовать инжектор с E<10 МэВ.
- Уменьшение стоимости здания и ВЧ системы.

Таблица 5-2. Параметры источника СИ MARS и сравнение с параметрами лучшего из существующих источников СИ 3-го поколения: MARS (Ie = 3 mA) and Spring-8 (Ie = 100 mA).

SR source	SR from:	Number of	В,	F,
		beamlines	ph·sec ⁻¹ ·mm ⁻² ster ⁻¹	ph/·sec
			$(\delta\lambda/\lambda = 10^{-3})$	$(\delta\lambda/\lambda = 10^{-3})$
MARS	Undulator	48	10^{22}	$4.6 \cdot 10^{13}$
	$Nu \sim 10^2$			
	Undulator	12	10^{23}	$4.6 \cdot 10^{14}$
	$Nu \sim 10^3$			
	Undulator	4	10^{24}	$4.6 \cdot 10^{15}$
	$Nu \sim 10^4$			
SPring-8	Bending	23	10^{16}	10^{13}
	magnet			
	Undulator	34	$3 \cdot 10^{20}$	$2 \cdot 10^{15}$
	Nu ~ 130			
	Undulator	4	10^{21}	$1.2 \cdot 10^{16}$
	Nu ~ 780			

Средняя спектральная яркость MARS и рентгеновских ЛСЭ будет одинакова (см. рис. 70). Достоинством рентгеновских ЛСЭ является большая пиковая яркость и короткие импульсы излучения ~ 10 фемтосекунд. Неоспоримым преимуществом MARS является возможность одновременной работы 50 – 60 экспериментальных групп, тогда как на

рентгеновском ЛСЭ может работать, как правило, только одна группа с возможностью последовательного переключения пучка на пять экспериментальных станций.



Рис. 70. Шаги в повышении средней спектральной яркости источников рентгеновского излучения.

MARS в РНЦ "Курчатовский институт"

Реализация проекта "MARS" на территории РНЦ "Курчатовский институт" подробно обсуждалась в рамках Российско-германского рабочего совещания "Kurchatov Centre of Synchrotron Radiation and Nanotechnology" (18-19 февраля 2008 года, РНЦ КИ, Москва).

Учитывая габаритные размеры основных колец MARS (периметр 874 м, длина 340 м, ширина 170 м), имеется практически только один вариант размещения MARS на территории РНЦ "Курчатовский институт" (см. рис. 71).



Рис. 71. Проект размещения источника СИ MARS на территории РНЦ "Курчатовский институт".

В 2010 году планируется разработать концептуальный проект создания для РНЦ «Курчатовский институт» источника синхротронного излучения четвёртого поколения «МАРС» (по договору с РНЦ «Курчатовский институт»).

6. Конференции, совещания, семинары

6.1. XVII Международная конференция по использованию синхротронного излучения «СИ-2008»

С 16 по 20 июня в ИЯФ СО РАН прошла XVII Международная конференция по использованию синхротронного излучения "СИ-2008" (такие конференции проводятся с 1975 года с периодичностью один раз в 2 года). Конференция состоялась при финансовой поддержке Федерального агентства по науке и инновациям и РФФИ. На конференции присутствовали 147 официальных участников, из них сорок пять человек иногородних из различных городов России (Дубна, Зеленоград, Ижевск, Иркутск, Красноярск, Москва, Нижний Новгород, Пущино, Ростов-на-Дону, Санкт-Петербург, Саратов, Саров, Томск, Черноголовка). Пятьдесят пять участников конференции представляли институты Новосибирска и новосибирского Академгородка (без учета ИЯФ). В конференции также участвовало около 40 сотрудников ИЯФ. Семь участников представляли организации из США (SuperPower Inc), Германии (Institute of Microstructure Technology, BESSY-II) и Франции (Laboratoire Charles Fabry, Institut d'Optique, Palaiseau, ESRF). За четыре дня работы конференции было представляно 58 устных и 111 стендовых докладов.

Традиционно тематика конференции покрывала все вопросы, связанные с генерацией и использованием синхротронного и терагерцового излучения. Представление о научной тематике "СИ-2008" может дать перечисление секций конференции: "Статусы и научные программы российских и зарубежных центров СИ и ЛСЭ", "Спектроскопия на СИ", "Аппаратура для СИ", "Дифракция, рассеяние СИ", "Рентгенофлуоресцентный анализ на СИ", "Технологии с применением СИ", "ЛСЭ и источники терагерцевого излучения", "Применение терагерцового излучения". Большой интерес вызвали и доклады, связанные с перспективными планами развития российского синхротронного сообщества в целом и Сибирского центра, в частности, на базе создания специализированного источника СИ Siberia HB.

В рамках конференции в ИЯФ прошли выставки и семинары фирм-производителей и поставщиков научного оборудования (SuperPower Inc. (США), Intech (Россия), Научное оборудование (Россия), Anest Ivata (Япония)), позволившие участникам конференции ближе познакомиться с оборудованием и наладить контакты с представленными фирмами. По традиции (с 1986 года) Труды конференции были опубликованы отдельным томом в журнале "Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A (NIMA)", 2008, vol. 603, No 1/2. Конференция "СИ-2008", по мнению ее участников, прошла успешно и была очень плодотворной.

6.2. Школа по подготовке специалистов "Синхротронное излучение в современных технологиях"

С 6 по 12 октября 2008 г. Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения при участии Института катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Института ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН и Новосибирского государственного университета провел Школу по подготовке специалистов «Синхротронное излучение в современных технологиях» для молодых ученых и преподавателей ВУЗов, студентов и аспирантов. Школа по синхротронному излучению проводилась с целью подготовки специалистов по использованию методов, базирующихся на синхротронном излучении, для задач установления структуры и элементного состава сложных, в первую очередь, наноразмерных объектов, изучение которых невозможно традиционными методами.

Программный комитет школы включал ведущих специалистов в области применения синхротронного излучения. Председателем Программного комитета являлся директор Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения (СЦСТИ) академик Г.Н. Кулипанов. Организационный комитет, в основном, состоял из сотрудников СЦСТИ. Программа школы включала лекции - 32 академических часа, и практические занятия – 40 академических часов. В чтении лекций приняли участие 16 лекторов из числа ведущих сотрудников СЦСТИ, Южного федерального университета и Института молекулярной биофизики РАН (Пущино). По представленным лекторами материалам был подготовлен и издан сборник развернутых тезисов лекций, розданный всем участникам школы.

В работе школы приняли участие 37 слушателей, прошедших предварительную регистрацию, и 5 слушателей, изъявивших желание прослушать часть лекций без практических занятий. Из 37 участников школы:

- научных сотрудников, имеющих ученую степень - 3,

– младших научных сотрудников без ученой степени и аспирантов – 23,

студентов – 11.

Участники школы представляли 11 городов страны и 19 организаций. При подготовке школы желающим участникам было предложено подать заявки на исследование собственных образцов. Было подано 11 заявок на исследование методами EXAFS, дифрактометрии, рентгеновской микроскопии. Заявки подавались по разработанной для этого форме. Совместно с Новосибирским государственным университетом был разработан учебно-тематический план повышения квалификации по программе "Синхротронное излучение в современных технологиях". На основе этого курса 37 участникам по окончании школы вручены удостоверения государственного образца о повышении квалификации по программе "Синхротронное излучение в современных технологиях".

По результатам проведения школы в центр обратились три организации с запросом о проведении долгосрочных совместных работ. Это Институт металлургии УрО РАН, ФГУП НИИФП им. Ф.В. Лукина и Институт химии и химической технологии СО РАН. Принято решение о проведении следующей школы с более узконаправленной тематикой, посвященной использованию дифракционных методов на СИ.



Рис. 72. Участники Школы 2008 года: лекторы и слушатели.

6.3. Школа для молодых специалистов «Синхротронное излучение. Дифракция и рассеяние»

В период с 19 по 23 октября 2009 года в ИЯФ СО РАН была проведена 2-я школа для молодых специалистов «Синхротронное излучение. Дифракция и рассеяние». Её основная цель - обеспечить эффективное освоение молодыми исследователями и преподавателями лучших научных и методических достижений в области генерации и синхротронного излучения использования с углубленным анализом методик рентгеновской дифракции, малоуглового рассеяния, а также исследований быстропротекающих процессов на синхротронном излучении.

Слушателями Школы стали 106 человек, из них 98 молодых специалистов (моложе 35 лет на момент проведения) из следующих городов: Гатчина, Дубна, Екатеринбург, Зеленоград, Иваново, Ижевск, Иркутск, Казань, Красноярск, Москва, Новосибирск, Санкт-Петербург, Саров, Снежинск, Томск, Черноголовка, а также Карлсруэ (Германия) и Алматы (Казахстан).

Программа Школы включала 29 лекций. Среди российских лекторов были академик и член-корреспондент РАН, девять докторов и десять кандидатов наук. В работе Школы приняли участие три лектора из Германии. Слушатели познакомились с историей развития источников СИ в России и мире, узнали о перспективах развития и новых источников СИ, ТГц и ИК-излучения (Г.Н.Кулипанов «Источники проектах синхротронного излучения и лазеры на свободных электронах. История, статус и перспективы», К.В.Золотарев «Теория синхротронного излучения», и «Источник синхротронного излучения на сверхпроводящих магнитах», Н.А.Мезенцев ондуляторы в качестве источников жесткого «Сверхпроводящие вигглеры и рентгеновского излучения», Н.А.Винокуров «Новосибирский лазер на свободных электронах терагерцового диапазона»).

Темами остальных лекций были различные детекторы для экспериментов на пучках синхротронного излучения, методики использования СИ для исследования материалов: EXAFS, малоугловое рассеяние, резонансное рассеяние СИ, применение этих методик для исследования: материалов под высоким давлением, газовых гидратов, монокристаллов, быстропротекающих процессов (детонационных и ударно-волновых), фазового состава наноматериалов, твердофазных реакций, и др.; методики применения ТГц излучения. Все прочитанные лекции размещены на сайте Школы в Интернете по адресу: <u>http://ssrc.inp.nsk.su/school09/</u>.

Важное место в работе Школы отводилось практическим занятиям. Для этого в течение двух дней было выделено специальное время в работе семи станций Сибирского центра СИ. Группами по три человека слушатели имели возможность изучить работу каждой из задействованных в практических занятиях станций:

- исследование детонационных процессов (станция «Взрыв»);
- дифрактометрия с высоким разрешением и аномальное рассеяние;
- рентгенофлуоресцентный элементный анализ;
- дифрактометрия при высоких давлениях;
- рентгеновская томография и микроскопия;
- дифрактометрия с временным разрешением («дифракционное кино»);
- EXAFS-спектроскопия.

База данных о слушателях, собранная во время проведения этого мероприятия, впоследствии будет полезна для оповещения молодых ученых о событиях в Сибирском центре СИ, о вакансиях или открытых научных программах, и т.д.

Российско-германская школа для молодых специалистов «Синхротронное излучение» проведена при финансовой поддержке Федерального агентства по науке и инновациям

(контракт ФАНИ № 02.741.11.2029) и Российского фонда фундаментальных исследований (проект РФФИ № 09-02-06165-г).



Рис. 73. Групповой снимок участников и преподавателей Школы.

6.4. Конференции студентов и аспирантов СЦСТИ

7 мая 2008 года была проведена 7-я конференция студентов и аспирантов Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения. На конференции было представлено 13 докладов, из них 10 докладов студентов НГУ и НГТУ и 3 доклада аспирантов из 3-х институтов СО РАН: ИЯФ, ИХТТМ, ИНХ. Комиссией отмечен высокий уровень практически всех представленных работ и присуждено одно первое, два вторых и 3 третьих места с соответствующими награждениями победителей дипломами и денежными премиями. Почетными грамотами награждены два самых молодых участника конференции – студенты 3-го курса физико-технического факультета НГТУ.

27 апреля 2009 года была проведена 8-я конференция студентов и аспирантов Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения. На конференции было представлено 19 докладов, из них 10 докладов студентов НГУ и НГТУ и 5 докладов аспирантов из 4-х институтов СО РАН: ИЯФ, ИХТТМ, ИНХ (Новосибирск), ИГХ (Иркутск). В 2009 году Конференция являлась также частью Конкурса молодых ученых ИЯФ. Комиссией отмечен высокий уровень многих представленных работ и в рамках обоих конкурсов присуждено два первых, два вторых и 4 третьих места с соответствующими награждениями победителей дипломами и поощрениями в виде денежных премий и памятных подарков. Специальным памятным призом награжден многократный призер нашей конференции, аспирант ИЯФ Бондаренко А.В.



Рис. 74. Рабочий момент 8-й конференции студентов и аспирантов и награждение победителей.

6.5. Участие сотрудников СЦСТИ с докладами на других научных мероприятиях

1. Joint Accelerator School-08 (JAS-08), RRCAT, Indore, India, January 7-18, 2008.

2. Научная сессия "ИЯФ - 2008", 25-26 января 2008, ИЯФ им. Г.И. Будкера СО РАН, Новосибирск.

3. XV международная конференция «Математика, компьютеры, образование», 28 января-2 февраля, 2008, Дубна, ОИЯИ, МГУ.

4. Russian – German Workshop "Kurchatov centre of synchrotron radiation and nanotechnology", February 18-19, 2008, Moscow.

5. Международная конференция «Х Харитоновские тематические научные чтения», 11 – 14 марта 2008 года, Саров, РФЯЦ-ВНИИЭФ. – Саров, 2008

6. International seminar dedicated to the memory of Boris V. Chirikov, 23 May 2008, Novosibirsk, Russia.

7. 18th International Conference on Plasma Surface Interactions, Toledo, Spain, May 26-30, 2008.

8. 20-я Международная научно-техническая конференция по фотоэлектронике и приборам ночного видения. 27-30 мая 2008 г., Москва.

9. European conference on X-ray spectrometry (EXRS 2008). – Cavtat, Croatia, 16-20 June 2008.

10. VI International conference on bioinformatics of genome regulation and structure (BGRS'2008), Novosibirsk, Russia, June 22-28, 2008.

11. IX семинар «Минералогия техногенеза», 26-29 июня 2008 г., Миасс.

12. Высшие курсы стран СНГ по современным методам исследований наносистем и материалов (СИН-НАНО), 7 -26 июля 2008 г., Москва – Дубна.

13. Symposium on Catalysis for Ultra Clean Fuels. Post-conference of the 14th Intern. congress on catalysis, Dalian, China, July 21-24, 2008.

14. Совещание «Актуальные проблемы полупроводниковой фотоэлектроники» Фотоника-2008: Новосибирск, 19-23 августа 2008 г., Новосибирск.

15. 11-ый международный симпозиум «Порядок, беспорядок и свойства оксидов ОDPO-2008», г. Ростов-на-Дону - п. Лоо, сентябрь, 2008г.

16. 11-ый международный симпозиум «Фазовые превращения в металлах и сплавах, OMA-2008», г. Ростов-на-Дону - п. Лоо, сентябрь, 2008г.

17. Первый международный междисциплинарный симпозиум «Физика низкоразмерных систем и поверхностей» Low Dimensional Systems (LDS-2008). 5-9 сентября 2008 г., Ростов-на-Дону - п. Лоо.

18. 33rd International conference on infrared, millimeter and terahertz waves, Sept. 15–19, 2008, Pasadena, California, USA.

19. 10-я научно-техническая конференция «Медико-технические технологии на страже здоровья», 28 сентября-5 октября 2008 г., г. Монастир, Тунис.

20. 21-я Российская конференция по ускорителям заряженных частиц - XXI Russian particle accelerator conference: RuPAC-2008, Zvenigorod, 28 September – 3 October, 2008.

21. Всероссийская конференция "Развитие сети центров коллективного пользования научным оборудованием". Краснодар, 12-18 октября 2008 г.

22. Совещание «Рентгеновская оптика – 2008», г. Черноголовка, 6-9 октября 2008 г.

23. VI Всероссийская конференция по рентгеноспектральному анализу. 5-10 октября 2008 г., Краснодар.

24. Международный оптический конгресс "Оптика XXI века", Конференция «Фундаментальные проблемы оптики – 2008», 20-25 октября 2008 г., Санкт-Петербург.

25. Студенческая конференция "Оптика и фотоника", OSA & SPIE, Student Chapter, Институт автоматики и электрометрии, 10-11 ноября 2008.

26. Научная сессия "ИЯФ - 2009". ИЯФ им. Г.И. Будкера СО РАН, Новосибирск, 23-24 января 2009 г.

27. Всероссийский семинар по радиофизике миллиметровых и субмиллиметровых волн. Нижний Новгород, 2-5 марта 2009 г.

28. 8-й Петербургский международный форум ТЭК. Санкт-Петербург. 8-10 апреля 2008 г.

29. Третья Всероссийская конференция по наноматериалам, НАНО 2009: Тезисы докладов, Екатеринбург, 20-24 апреля 2009 г.

30. III International conference "Fundamental bases of mechanochemical technologies", FBMT-2009, May 27-30, 2009, Novosibirsk, Russia.

31. International Symposium on advances in hydro processing of oil Fractions, (ISAHOF 2009). Ixtapa-Zihuatanejo, Mexico, June 14-18, 2009

32. 40th International annual conference of ICT: Energetic materials. Characterisation, modeling and validation, June 23-26, 2009, Karlsruhe, FRG

33. The 9th International symposium on measurement technology and intelligent instruments: ISTC special session, Saint-Petrsburg, 29 June – 2 July, 2009.

34. 2-я Всероссийская школа-конференция молодых ученых «Функциональные наноматериалы в катализе и энергетике» 13-18 июля, 2009 г. Туристическая база «Чусовая», Свердловская область.

35. 3rd International school-conference on catalysis for young scientists "Catalyst design", July 13-18, 2009, Tourist center "Chusovaya", Ekaterinburg region, Russia.

36. II International symposium: Topical problems of biophotonics (TPB-2009). Inst. of Appl. Physics, Nizhny Novgorod – Samara – Nizhny Novgorod, 19-24 July, 2009.

37. 6th International conference XAFS'14, Camerino, Italy, 26 – 31 July 2009.

38. Russian-Japanese Workshop (review conference) "State of materials research and new trends in material science". Novosibirsk, 3-5 August 2009, Russia.

39. 31st International free electron laser conference FEL'09. Liverpool, UK. 23-28 August, 2009.

40. II Международный междисциплинарный симпозиум «Плавление – кристаллизация металлов и оксидов» (МСМО-2), 5-9 сентября 2009, г. Ростов-на-Дону – Лоо.

41. Second international workshop – exhibition "Strategy of development of large-scale research infrastructures of the Russian Federation and cooperation with the European Union". Russian centre for science and culture, Copenhagen, Denmark, September 7-8, 2009.

42. Russian-Indian symposium "Catalysts and environmental engineering", Sept. 13-14, 2009, Novosibirsk, Russia.

43. XXI conference on applied crystallography: Zakopane, Poland, 20-24 Sept. 2009.

44. The 34th International conference on infrared, millimeter, and terahertz wave IRMMW-THz'2009. Busan, Korea, Sept. 21–25, 2009.

45. 2nd International conference on X-ray analysis. Ulaanbaatar, Mongolia, September 23-26, 2009.

46. 1-я Всероссийская научная конференция «Методы исследования состава и структуры функциональных материалов. Новосибирск, 11-16 октября 2009 года.

47. Международная научная конференция, посвящённая 75-летию КазНУ им. аль-Фараби "Университеты XXI века: инновации и новые технологии" Алматы, 14-15 октября 2009 г.

48. Школа молодых специалистов «Синхротронное излучение. Дифракция и рассеяние». ИЯФ им. Г.И. Будкера СО РАН, Новосибирск, 19-23 октября 2009 г.

49. 7-я международная специализированная выставка «Лаборатория Экспо-2009». Москва, 10-13 ноября 2009 г.

50. International school for young scientists "Advanced Research in Photon Sciences. Experimental Capabilities of the European XFEL", Moscow, November 11-13, 2009.

51. VII национальная конференция «Рентгеновское, синхротронное излучения, нейтроны и электроны для исследования наносистем и материалов. Нано-био-инфокогнитивные технологии» (РСНЭ – НБИК 2009). Москва, 16-21 ноября 2009 г.

ИНСТИТУТ ЯДЕРНОЙ ФИЗИКИ им. Г.И. Будкера СО РАН

ОТЧЕТ

Сибирского Центра Синхротронного и Терагерцового Излучения (СЦСТИ) за 2008 – 2009 годы

Ответственный за выпуск А.В. Васильев

Сдано в набор 15 июня 2010 г. Подписано в печать 17 июня 2010 г. Формат 60х90 1/8 Объем 5.5 печ.л., 4.4 уч.-изд.л. Тираж 400 экз. Бесплатно. Заказ № 17

Новосибирск, 630090, пр. Академика Лаврентьева, 11, ИЯФ СО РАН