

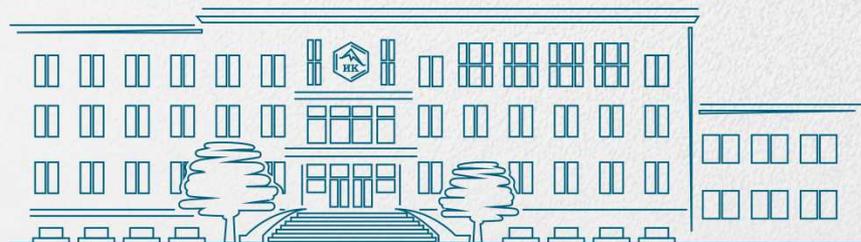


ИНСТИТУТ КАТАЛИЗА  
им. Г.К. БОРЕСКОВА



# Станция 1-2 «Структурная диагностика»

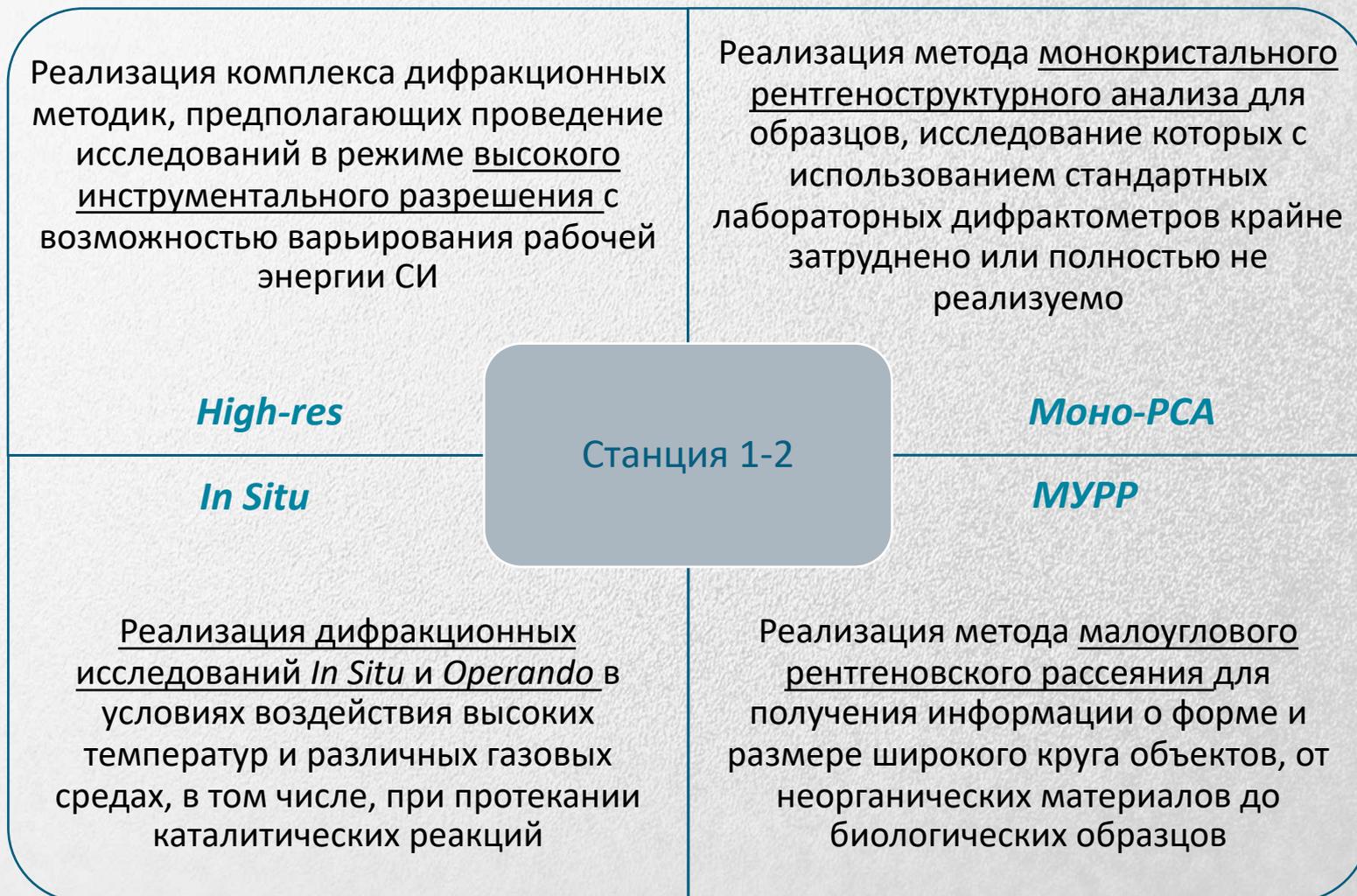
**Захаров Борис Александрович,**  
*проектный офис ЦКП «СКИФ»*  
[b.zakharov@catalysis.ru](mailto:b.zakharov@catalysis.ru)



Новосибирск, заседание НКС ЦКП «СКИФ»  
22.03.2019

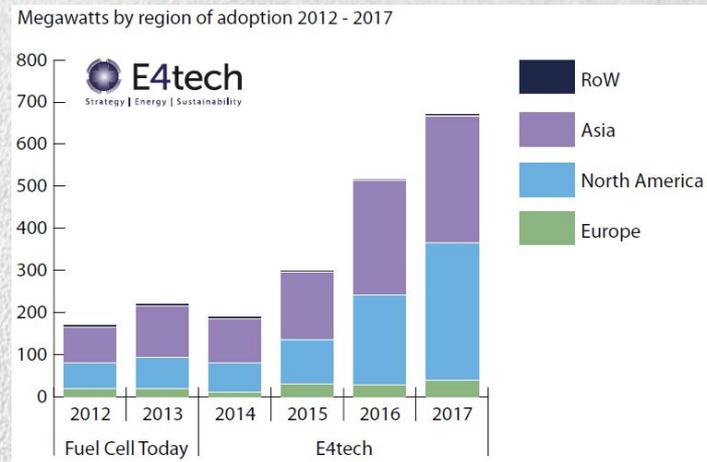
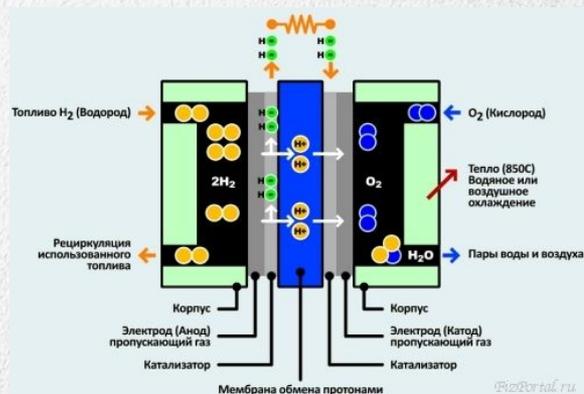
# Станция 1-2 «Структурная диагностика»

предназначена для решения широкого спектра исследовательских и технологических задач методами рентгеновской дифракции с использованием СИ



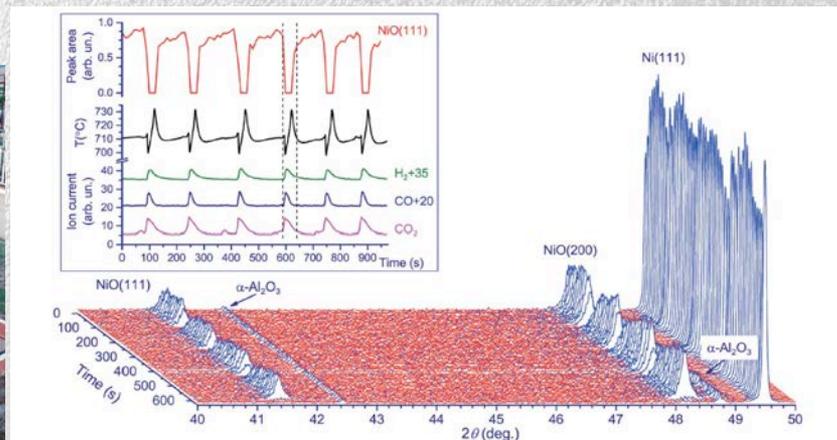
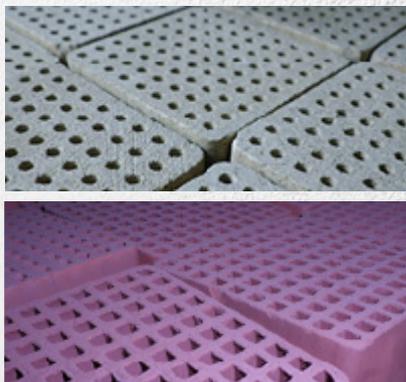
# Блок задач 1. Материалы для водородной энергетики и твердотельных топливных элементов

(ИК СО РАН, ИХТТМ СО РАН, МГУ, ТПУ, НГУ)



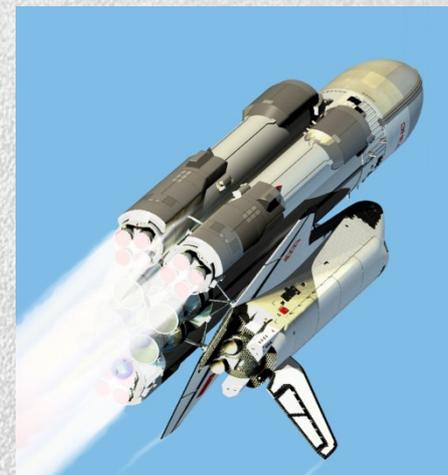
# Блок задач 2. Катализаторы для энергоэффективного катализа, нефтепереработки и экологических приложений

(ИК СО РАН, ИНХ СО РАН, НГУ)



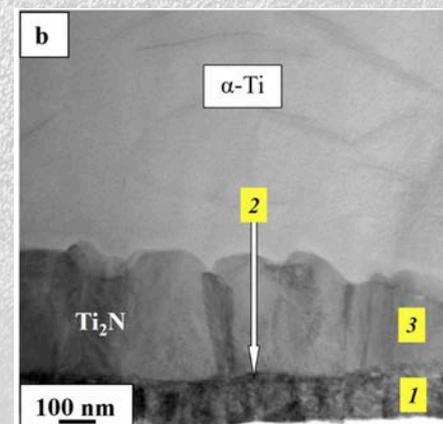
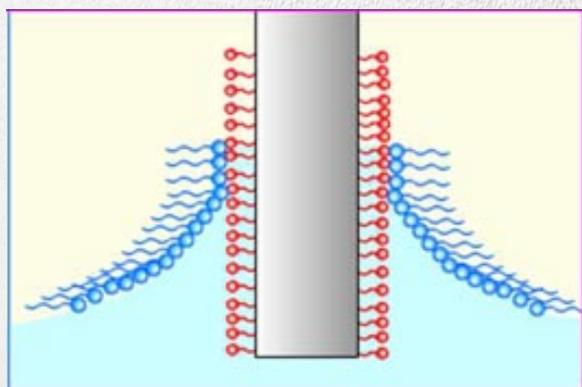
## Блок задач 3. Керамические и высокоэнергетические материалы

(ИХТТМ СО РАН, НЭВЗ, ФНПЦ АЛТАЙ, ИПХЭТ СО РАН, РФЯЦ ВНИИТФ, ИХТТ УрО РАН, НГУ)



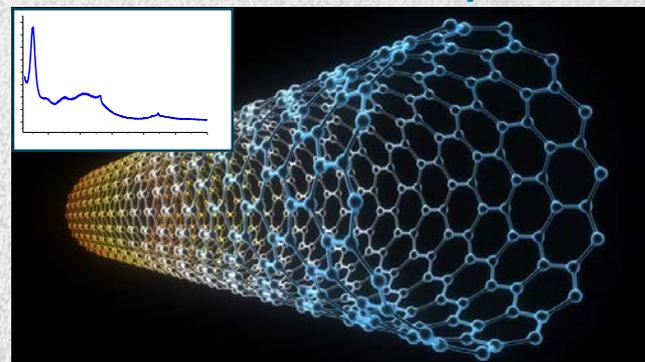
## Блок задач 4. Пленки

(ИСМ РАН, ИСЭ СО РАН, АлтГУ, ИХТТМ СО РАН, ИК РАН)



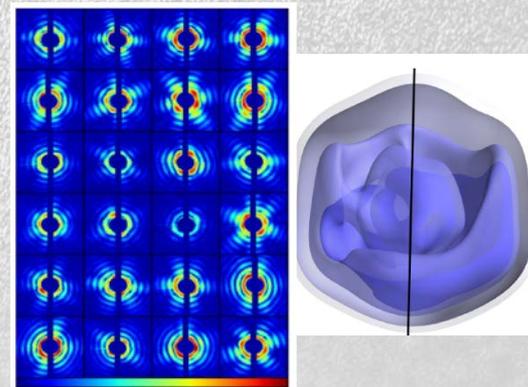
## Блок задач 5. Системы с частично разупорядоченной иерархической структурой: полимерные и углеродные материалы

(ИХТТМ СО РАН, ИК СО РАН, ИНХ СО РАН, компания OCSIAL, Новосибирский технопарк – ГК «Роснано»)



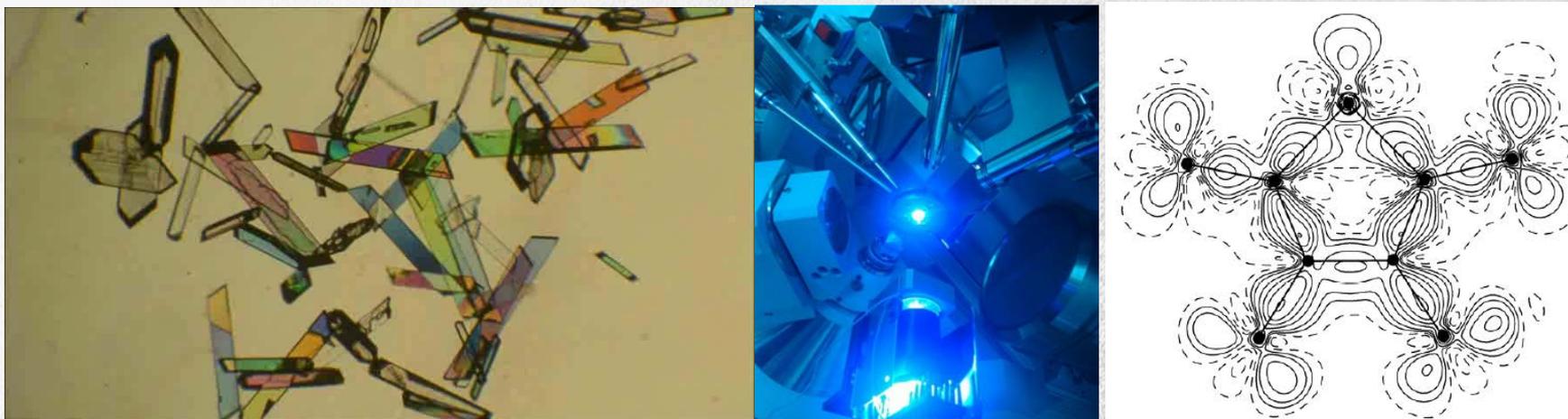
## Блок задач 6. Фармацевтические материалы

(ИК СО РАН, ИНХ СО РАН, НИОХ СО РАН, ИХКиГ СО РАН, НГУ, НГМУ, НИИТО, ГНЦ ВБ «Вектор»)



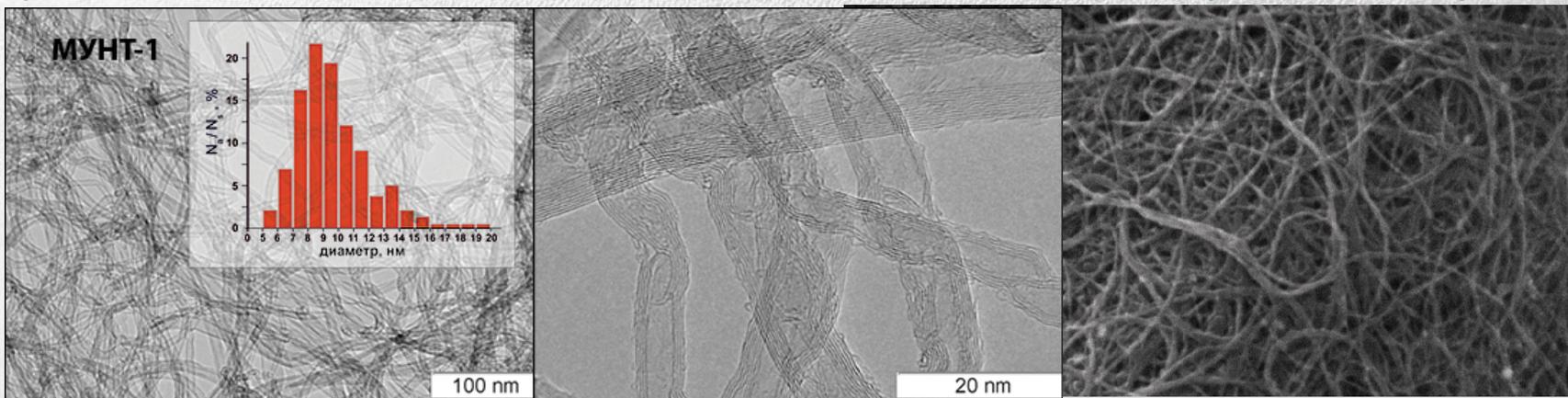
## Блок задач 7. Монокристаллы

(ИНХ СО РАН, ИК СО РАН, НИОХ СО РАН, ИГМ СО РАН, МТЦ СО РАН, НГУ)



## Блок задач 8. Структурная диагностика ультрадисперсных и наноструктурированных систем

(ИК СО РАН, ИХТТМ СО РАН, ИППУ СО РАН, ИТПМ СО РАН, КНЦ СО РАН, НГУ)



# Научные задачи Станции 1-2

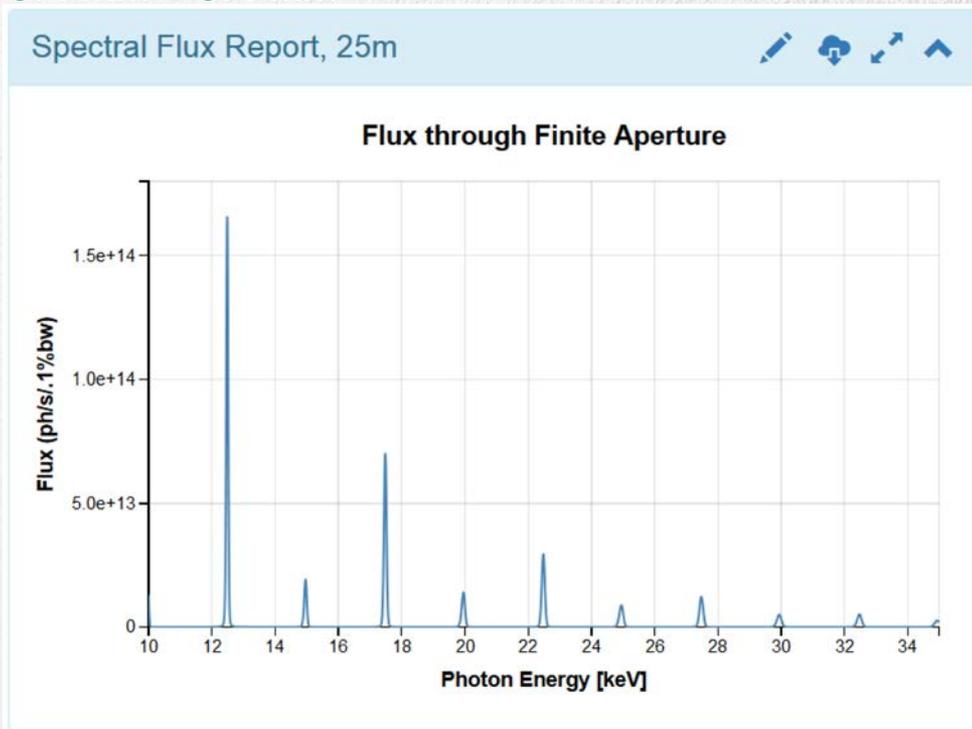
(1) Секция «Дифрактометрия высокого разрешения» (основная) (2) Секция «Монокристалльный РСА» (3) Секция «Исследования <i>In Situ</i> в условиях повышенных температур и различных газовых средах» (4) Секция «Малоугловое рентгеновское рассеяние»	(1)	(2)	(3)	(4)
Блок 1 «Материалы для водородной энергетики и твердотельных топливных элементов»	■	■	■	■
Блок 2 «Катализаторы для энергоэффективного катализа, нефтепереработки и экологических приложений»	■	■	■	■
Блок 3 «Керамические и высокоэнергетические материалы»	■	■	■	■
Блок 4 «Пленки»	■	■	■	■
Блок 5 «Системы с частично разупорядоченной иерархической структурой: полимерные и углеродные материалы»	■	■	■	■
Блок 6 «Фармацевтические материалы»	■	■	■	■
Блок 7 «Монокристаллы»	■	■	■	■
Блок 8 «Структурная диагностика ультрадисперсных и наноструктурированных систем»	■	■	■	■

# Источник: СП ондулятор

Основной режим:  $V = 1,06$  Тл,  $K = 1,54$

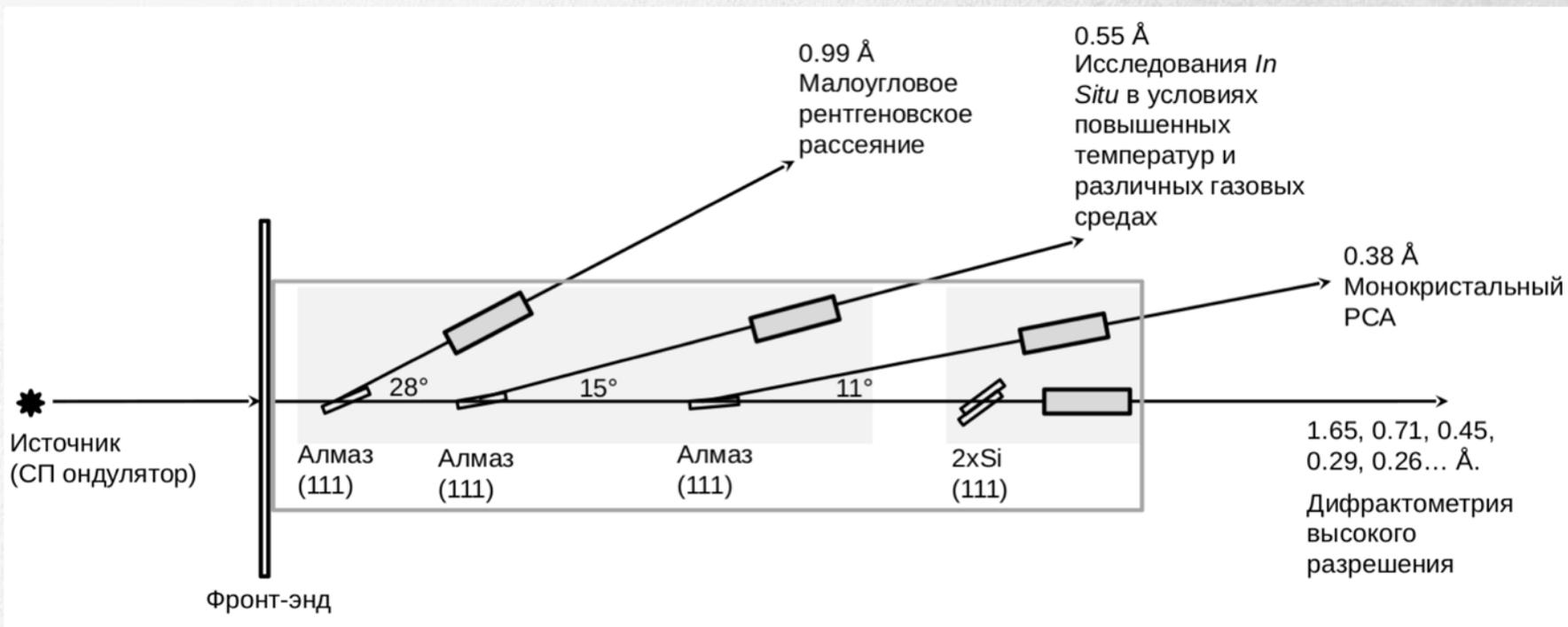
Период, мм	15.6
Длина, м	2
Число периодов	128
Межполюсный зазор	6
$V_{\max}$ , Тл	1.2
$K_{\max}$	1.75

## Спектр источника через апертуру 0.4 мм × 0.4 мм



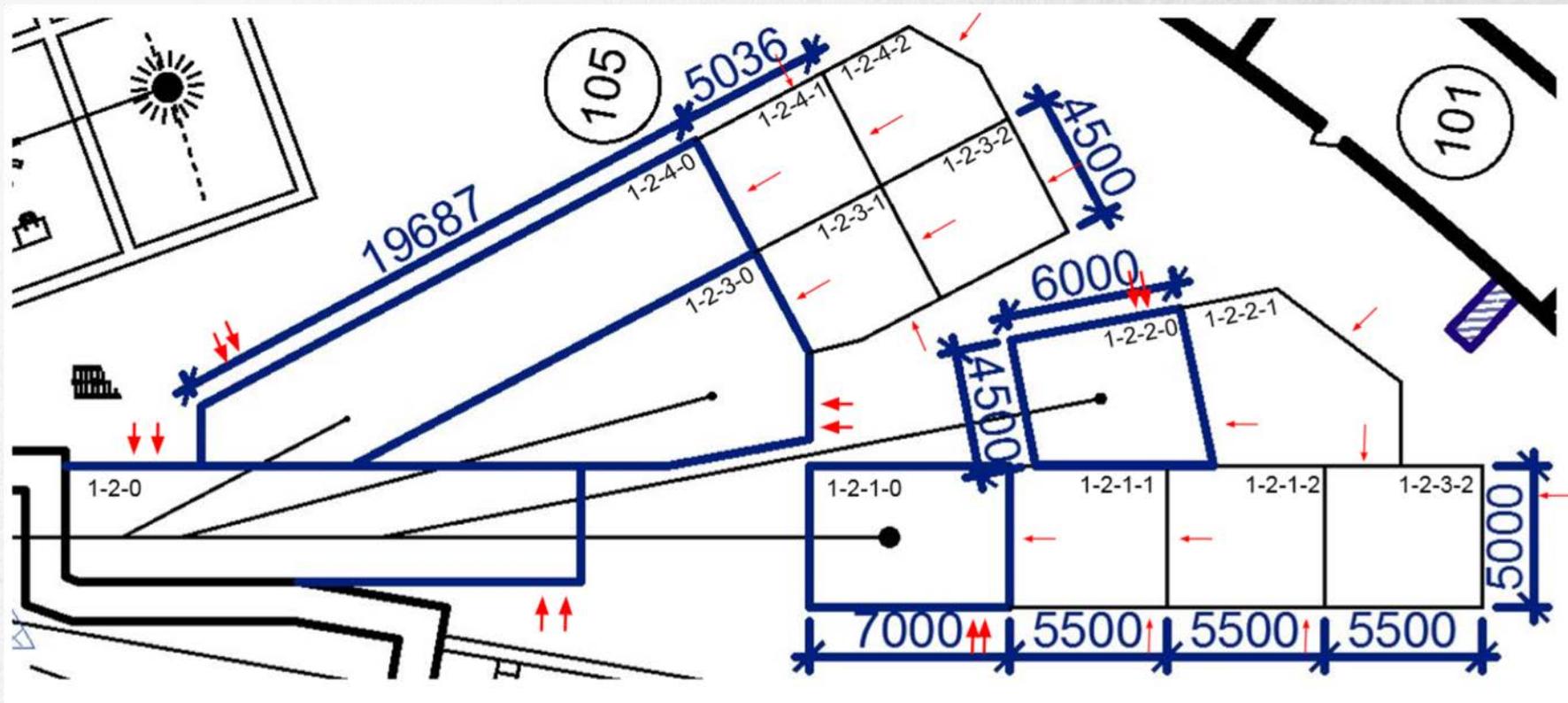
Гармоника	Энергия, кэВ	$\lambda$ , Å	Секция
1	2.5	4.96	-
3	7.5	1.65	Дифрактометрия высокого разрешения (низкоинтенсивная)
5	12.5	0.99	Малоугловое рентгеновское рассеяние (4)
7	17.5	0.71	Дифрактометрия высокого разрешения (1 основная)
9	22.5	0.55	Исследования <i>In Situ</i> в условиях повышенных температур и различных газовых средах (3)
11	27.5	0.45	Дифрактометрия высокого разрешения
13	32.5	0.38	Монокристалльный PCA (2)
15	37.5	0.33	Малоугловое рентгеновское рассеяние (побочн.)
17	42.5	0.29	Дифрактометрия высокого разрешения
19	47.5	0.26	Дифрактометрия высокого разрешения

# Отведение гармоник от основного пучка



- В основном режиме, при использовании на секциях станции гармоник 12.5, 17.5, 22.5, 32.5 кэВ, возможно одновременное и независимое функционирование всех четырех секций станции.
- В дополнительном режиме возможно варьирование величины магнитного поля в ондуляторе до 1.2 Тл, и, как следствие, длины волны для секции «Дифрактометрия высокого разрешения», расположенной на прямом пучке (5-35 кэВ). В данном режиме работы секции, расположенные на отведенных каналах, в работе не задействованы.

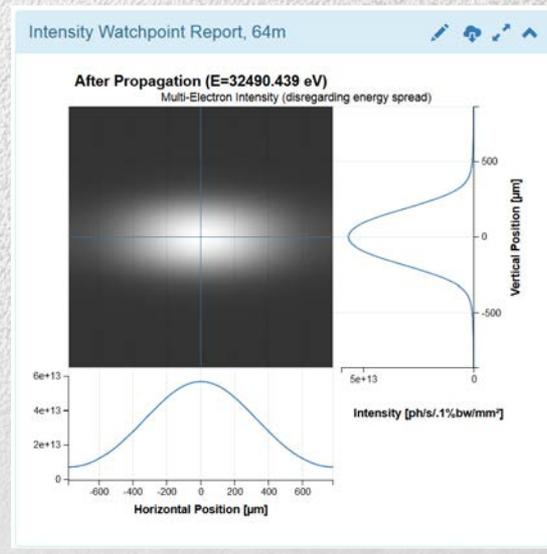
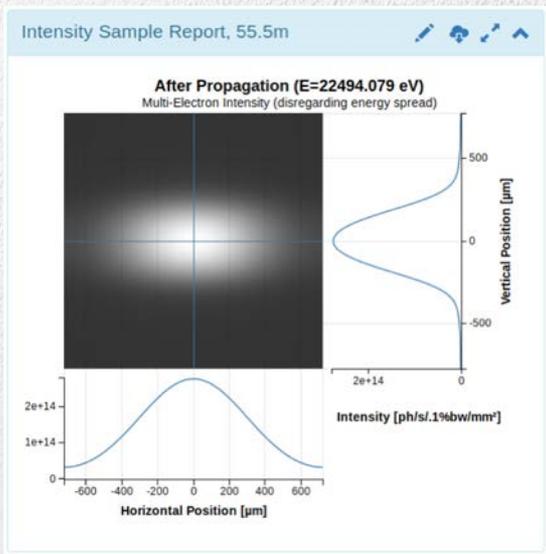
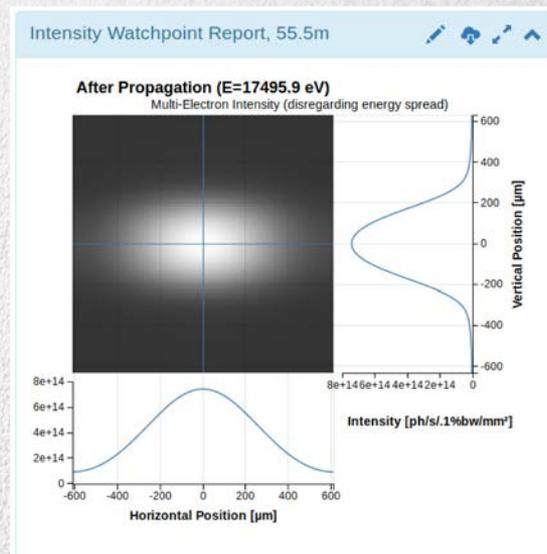
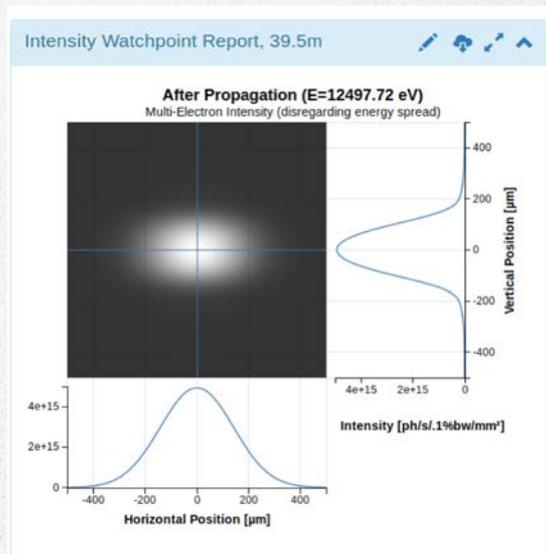
## Общая схема станции 1-2



1-2-0 - Оптический хатч, 1-2-х-(0) - экспериментальные хатчи, 1-2-х-1 - контрольная комната; 1-2-х-2 - помещение пробоподготовки.

Синим цветом обозначены стены помещений, требующих радиационной защиты, черных - стены (перегородки) без спецтребований на радиационную защиту. Стрелками показано необходимое расположение дверей, двумя - двойные (широкие) двери.

# Сечения гармоник в точках размещения образцов (с учетом линз фронт-энда)

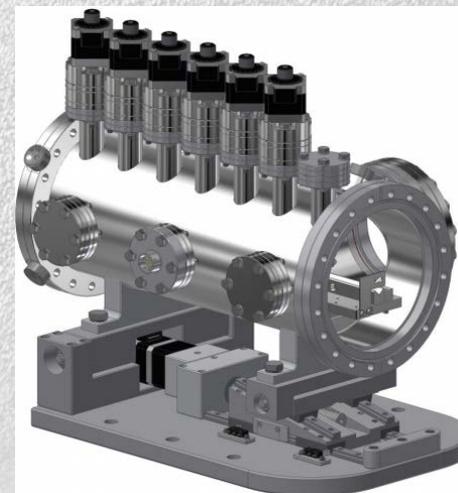
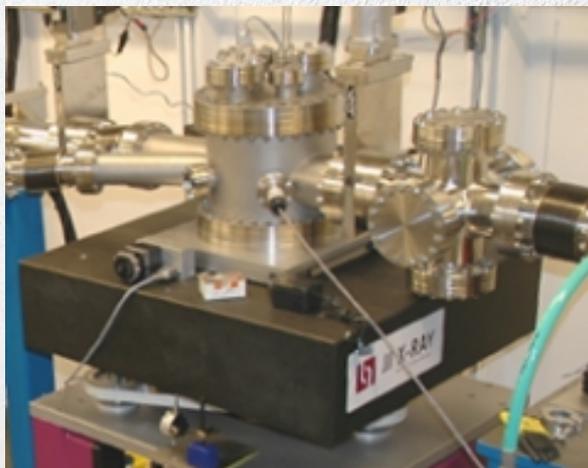


## Основные компоненты Станции 1-2

Полупрозрачные алмазные монохроматоры-сплиттеры (секции на отведенных пучках);

двухкристальный монохроматор с фиксированным выходом (основная секция);

трансфокаторы с преломляющими линзами (Ве и алмаз)



## Основные компоненты Станции 1-2

Дифрактометр высокого разрешения с многоканальной системой регистрации Newport (High-res);

системы позиционирования IDT с гониометрами Huber и гибридными НРС-детекторами Dectris (Моно-РСА, In Situ);

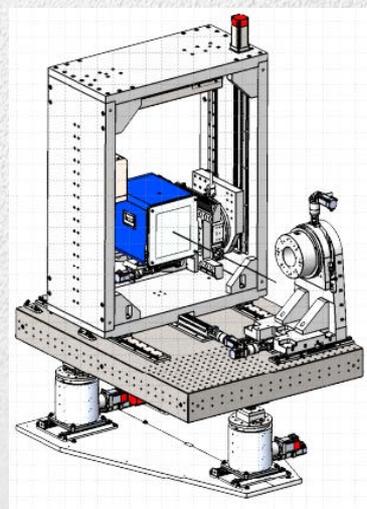
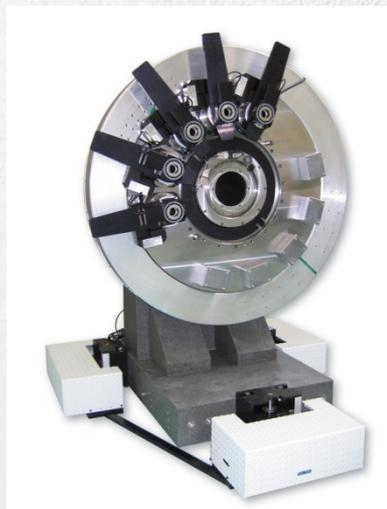
онлайн-спектрометр КР (Моно-РСА);

малоугловой дифрактометр Xeuss 2.0 с системами одновременной регистрации SAXS и WAXS (МУРР);

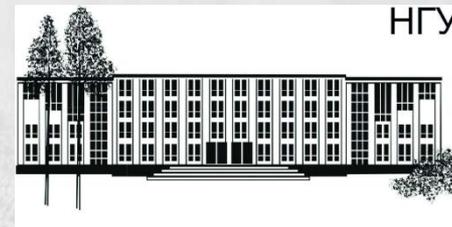
климатические и температурные камеры, химические реакторы;

системы подвода газа, газовые контроллеры, масс-спектрометры;

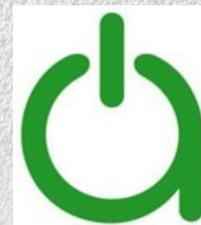
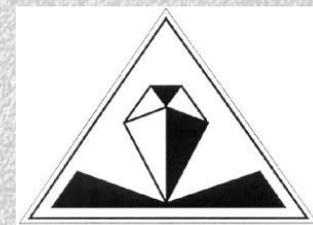
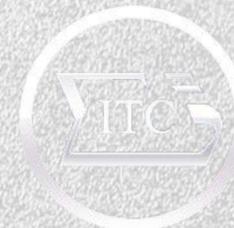
системы визуализации образца и детектирования прямого пучка (X-ray eye).



Спасибо за внимание!



НГУ



## **Блок задач 1. Материалы для водородной энергетики и твердотельных топливных элементов**

**Задача 1.1. *In Situ* исследования химических и фазовых превращений в сложных оксидных системах с катионами переходных металлов в широком диапазоне температур, давлений и в различных газовых средах**

**Задача 1.2. Изучение *In Situ* фазового состава кислородпроницаемых мембран в восстановительной и окислительной атмосферах с использованием эффекта аномального рассеяния**

**Задача 1.3. Исследование электрохимических реакций, в том числе, процессов наводороживания/дейтерирования, а также структурных изменений катодного и анодного материалов литиевых батарей**

**(ИК СО РАН, ИХТТМ СО РАН, МГУ, ТГТУ, НГУ)**

## **Блок задач 2. Катализаторы для энергоэффективного катализа, нефтепереработки и экологических приложений**

**Задача 2.1 Исследование структурных особенностей ультрадисперсных нанесённых катализаторов**

**Задача 2.2. Исследование механизмов формирования, активации и дезактивации катализаторов**

**Задача 2.3. *Operando* исследования катализаторов в режиме эксплуатации**

**(ИК СО РАН, ИНХ СО РАН, НГУ)**

## **Блок задач 3. Керамические и высокоэнергетические материалы**

**Задача 3.1. Исследование *In Situ* фазообразования в процессе синтеза наноразмерных керамических материалов**

**Задача 3.2. Изучение процессов старения высокоэнергетических материалов твердых ракетных топлив и ВВ**

**Задача 3.3. Воздействие ПАВ различной природы (Са, Ва, V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) на эффективность окисления дисперсного алюминия во время работы твердотопливного двигателя**

**(ИХТТМ СО РАН, НЭВЗ, ФНПЦ АЛТАЙ, ИПХЭТ СО РАН, РФЯЦ ВНИИТФ, ИХТТ УрО РАН, НГУ)**

## **Блок задач 4. Пленки**

**Задача 4.1. Исследование динамики процессов фазообразования при СВС в механоактивированных смесях и многослойных плёнках**

**Задача 4.2. Исследование структуры пленок Ленгмюра-Блоджетт**

**(ИСМ РАН, АлтГУ, ИХТТМ СО РАН, ИК РАН)**

## **Блок задач 5. Системы с частично разупорядоченной иерархической структурой: полимерные и углеродные материалы**

**Задача 5.1. Радиационно-термический синтез сверхвысокомолекулярного полиметилметакрилата с использованием промышленных ускорителей и исследование его структуры дифракционными методами**

**Задача 5.2. Исследования структуры природных полимеров на основе целлюлозы**

**Задача 5.3. Дифракционные исследования строения углеродных материалов и композитов на их основе в связи с условиями их синтеза и эксплуатации**

**Задача 5.4. Исследование упорядочения массивов однослойных нанотрубок с помощью межчастичной дифракции в области малых углов**

**(ИХТТМ СО РАН, ИК СО РАН, ИНХ СО РАН, компания OCSIAL, Новосибирский технопарк – ГК «Роснано»)**

## **Блок задач 6. Фармацевтические материалы**

**Создание новых и улучшение известных лекарственных препаратов, обеспечение импортозамещения в области фармации.**

**Задача 6.1. Исследование фазообразованная и изменений в образцах при выдерживании их в контролируемых условиях с определенной влажностью и температурой в климатических камерах**

**Задача 6.2. Качественный и количественный анализ образцов, выявление примесей, анализ размера ОКР**

**Задача 6.3. Изучение процессов *In Situ* в ходе замораживания фармацевтических растворов до криогенных температур и их отжига (вакуумной сушки) при пониженном давлении для получения дисперсных частиц, пористых композитных частиц и других форм с улучшенными характеристиками**

**Задача 6.4. Исследование процесса создания биосовместимых микро- и наноструктурированных полимерных материалов методами радиационной/крио-/химической сшивки и сублимационной сушки**

**Задача 6.5. Исследование биологических объектов (клеток, вирусов), выявление механизмов взаимодействия лекарственных веществ с биологическими мишенями**

**(ИК СО РАН, ИНХ СО РАН, НИОХ СО РАН, ИХКиГ СО РАН, НГУ, НГМУ, НИИТО)**

## **Блок задач 7. Монокристаллы**

**Задача 7.1. Рентгеноструктурный анализ монокристаллов. Установление кристаллической структуры и кристаллохимических особенностей новых синтезированных соединений**

**Задача 7.2. Исследование кристаллической структуры и морфологии монокристалльных образцов соединений, которые находят или могут найти применения в качестве компонентов функциональных материалов и устройств**

**Задача 7.3. Исследование динамики процессов с сохранением монокристаллов**

**(ИНХ СО РАН, ИК СО РАН, НИОХ СО РАН, ИГМ СО РАН, МТЦ СО РАН, НГУ)**

## **Блок задач 8. Структурная диагностика ультрадисперсных и наноструктурированных систем**

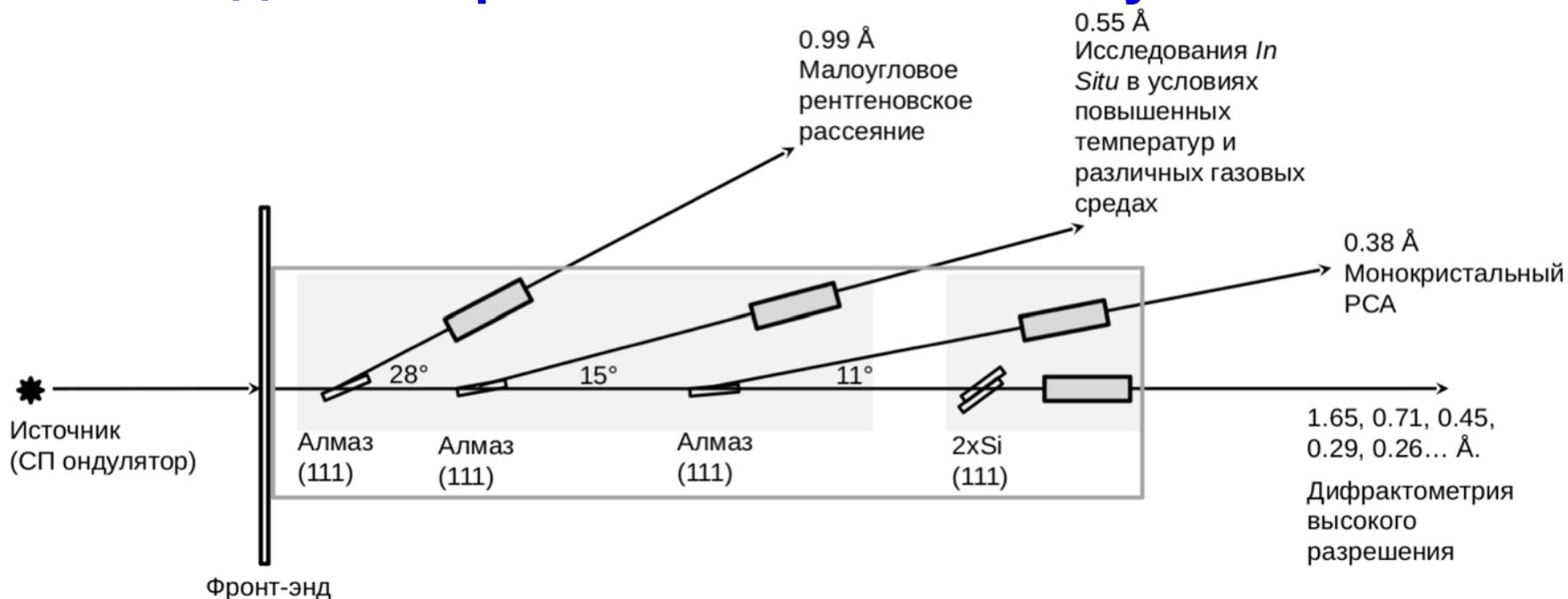
**Задача 8.1. Рентгеноструктурный анализ наноразмерных материалов, в том числе, путем анализа профиля дифракционных картин с использованием функции Дебая**

**Задача 8.2. Исследование ближнего порядка в нанокристаллических и аморфных материалах, построение кривых радиального распределения атомов**

**Задача 8.3. Исследование строения когерентных 3D наноструктур на основе анализа диффузного рассеяния рентгеновских лучей**

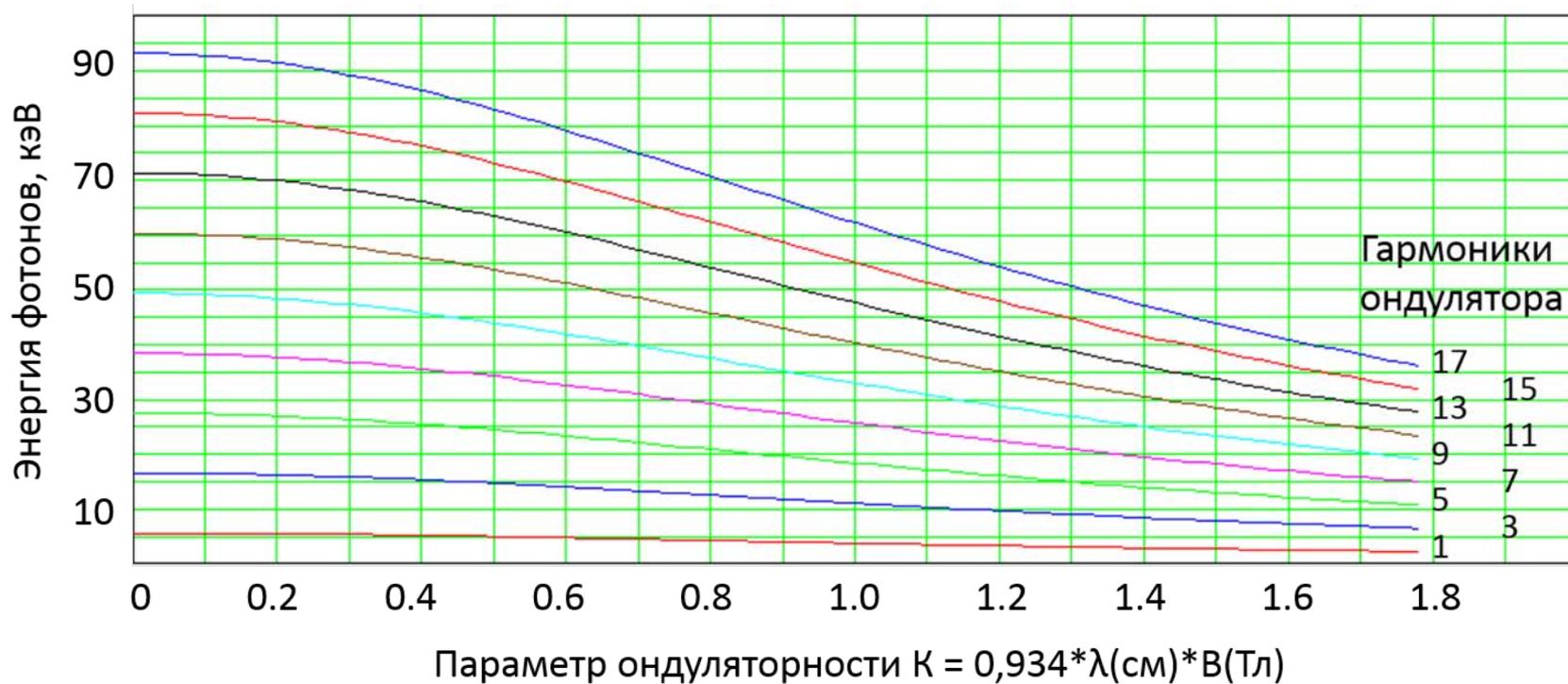
**(ИК СО РАН, ИХТТМ СО РАН, ИППУ СО РАН, ИТПМ СО РАН, КНЦ СО РАН, НГУ)**

# Отведение гармоник от основного пучка



№	$E$ , кэВ	$\lambda$ , Å	$\mu_D$ , мм	$I/I_0$	Секция
7	17,5	0,71	6,009	0,69	секция 1 «Дифрактометрия высокого разрешения»
13	32,5	0,38	11,429	0,90**	секция 2 «Монокристалльный PCA»
9	22,5	0,55	9,569	0,96*	секция 3 «Исследования <i>In Situ</i> в условиях повышенных температур и различных газовых средах»
5	12,5	0,99	2,524		секция 4 «Малоугловое рентгеновское рассеяние»

# Работа вставного устройства в дополнительном режиме



# Моделирование с использованием программного обеспечения Synchrotron Radiation Workshop, SRW, <https://beta.sirepo.com/#/srw>

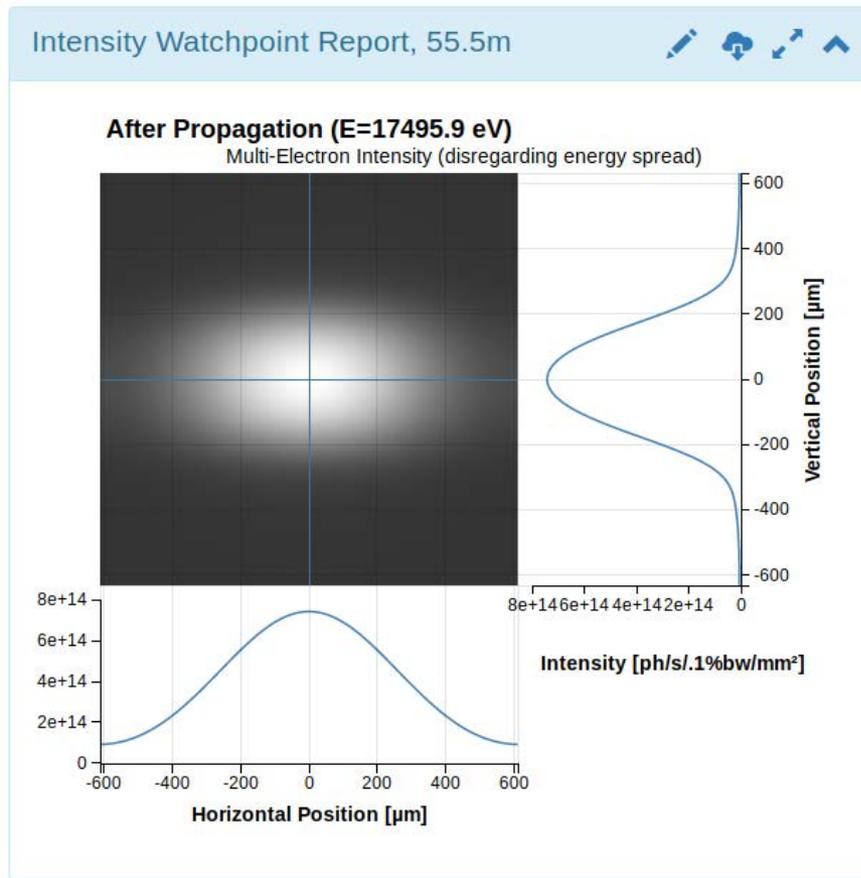
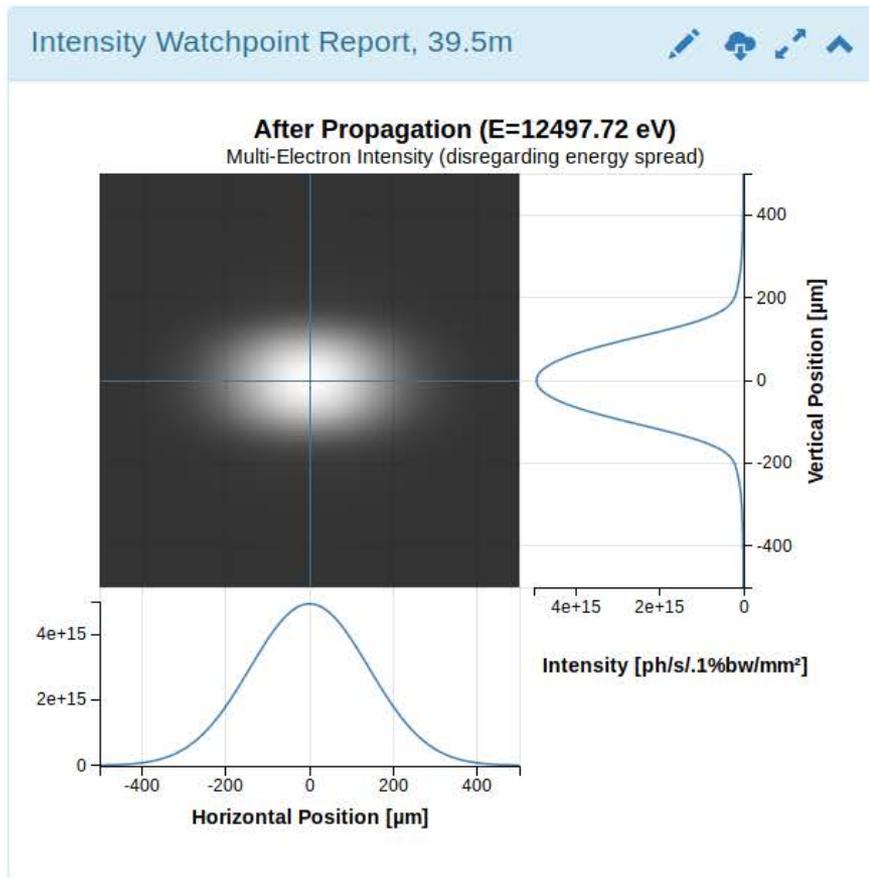
- расчет спектра источника;
- расчет сечений и интенсивности пучка СИ при прохождении через оптические элементы канала.

Поддерживается и активно используется Брукгейвенской национальной лабораторией.

Ссылки:

- M.S. Rakitin, O. Chubar, P. Moeller, R. Nagler and D.L. Bruhwiler, "Sirepo: a web-based interface for physical optics simulations - its deployment and use at NSLS-II," Proc. SPIE 10388, 103880R (2017).
- O. Chubar, M.S. Rakitin, Y.-C. Chen-Wiegart, A. Fluerasu and L. Wiegart, "Simulation of experiments with partially coherent x-rays using Synchrotron Radiation Workshop," Proc. SPIE 10388, 1038811 (2017).
- O. Chubar, Fluerasu, A., Berman, L., Kaznatcheev and K., Wiegart, L. "Wavefront propagation simulations for beamlines and experiments with 'Synchrotron Radiation Workshop'," J. Phys.: Conf. Ser. 425, 162001 (2013).
- O. Chubar, Elleaume, P., Kuznetsov, S. and Snigirev, A., "Physical Optics Computer Code Optimized for Synchrotron Radiation," Proc. SPIE 4769, 145 (2002).
- O. Chubar and P. Elleaume, "Accurate and Efficient Computation of Synchrotron Radiation in the Near Field Region" Proc. European Part. Accel. Conf., 1177 (1998).

# Сечения гармоник в точках размещения образцов с учетом линз фронт-энда



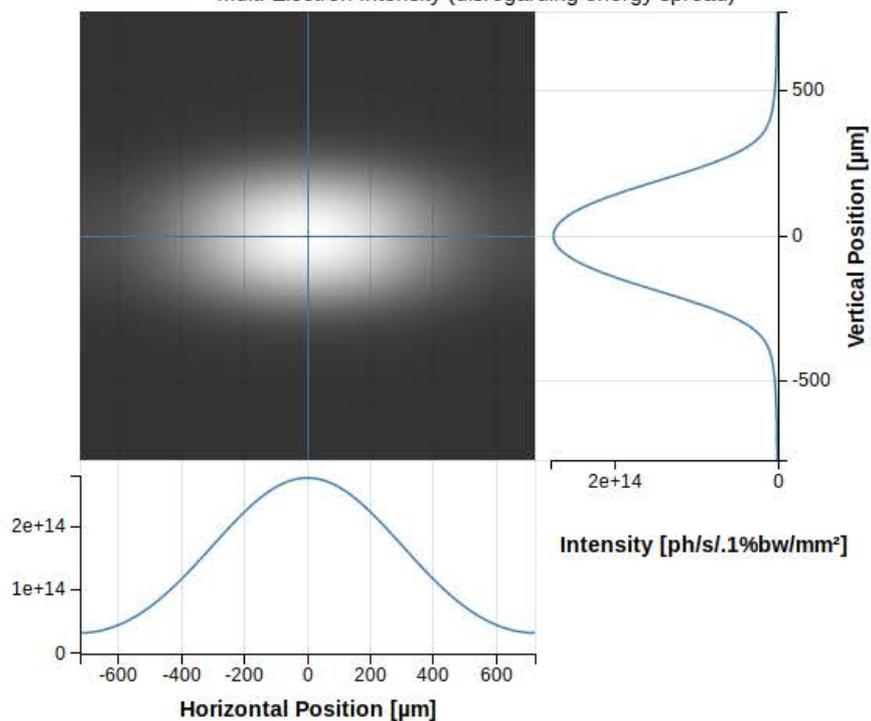
# Сечения гармоник в точках размещения образцов с учетом линз фронт-энда

Intensity Sample Report, 55.5m



After Propagation (E=22494.079 eV)

Multi-Electron Intensity (disregarding energy spread)

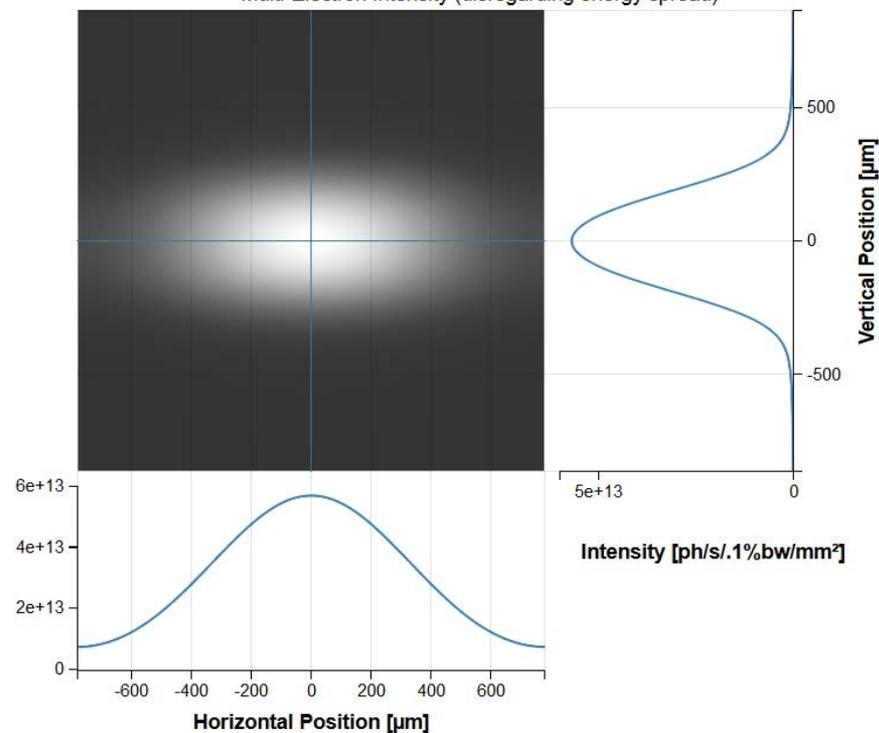


Intensity Watchpoint Report, 64m

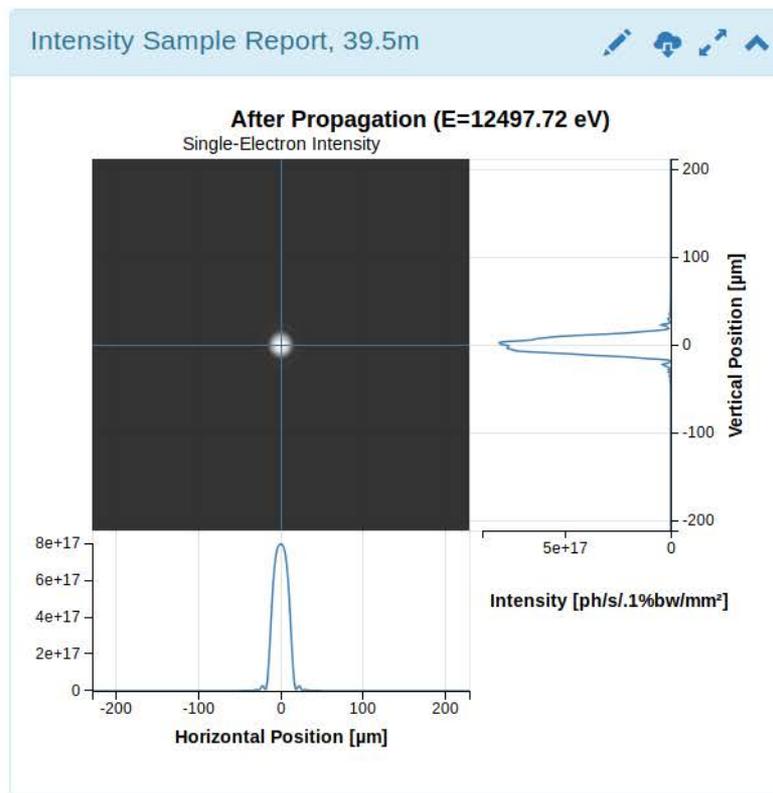
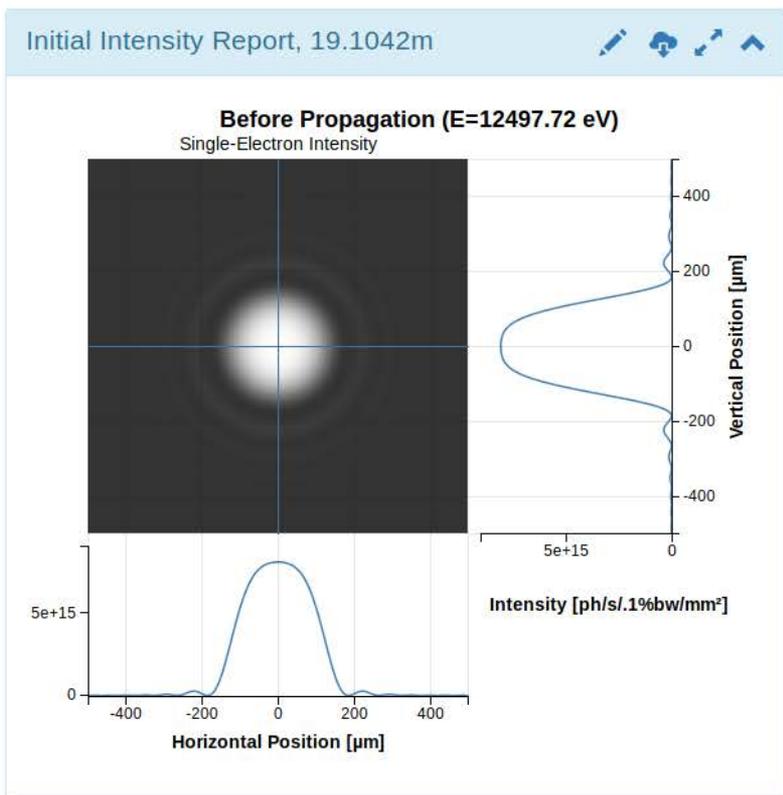
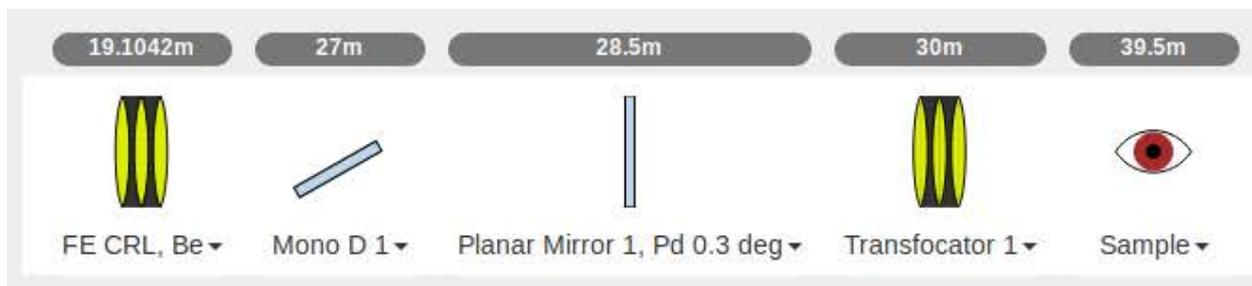


After Propagation (E=32490.439 eV)

Multi-Electron Intensity (disregarding energy spread)



# Секция «Малоугловое рентгеновское рассеяние»



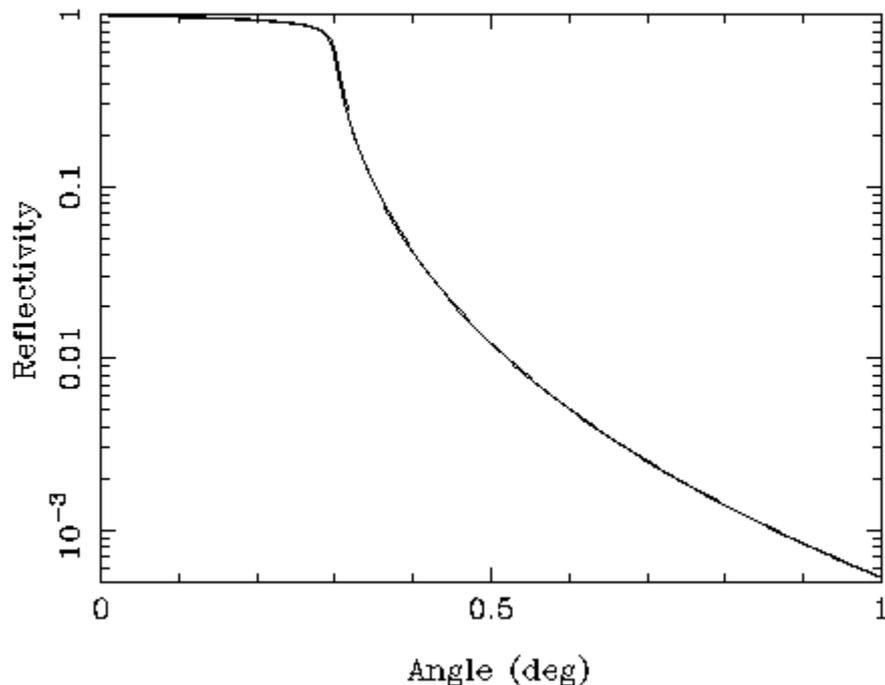
# Секция «Малоугловое рентгеновское рассеяние»

Подавление кратных гармоник — зеркало с Pd-покрытием, 0,5 м

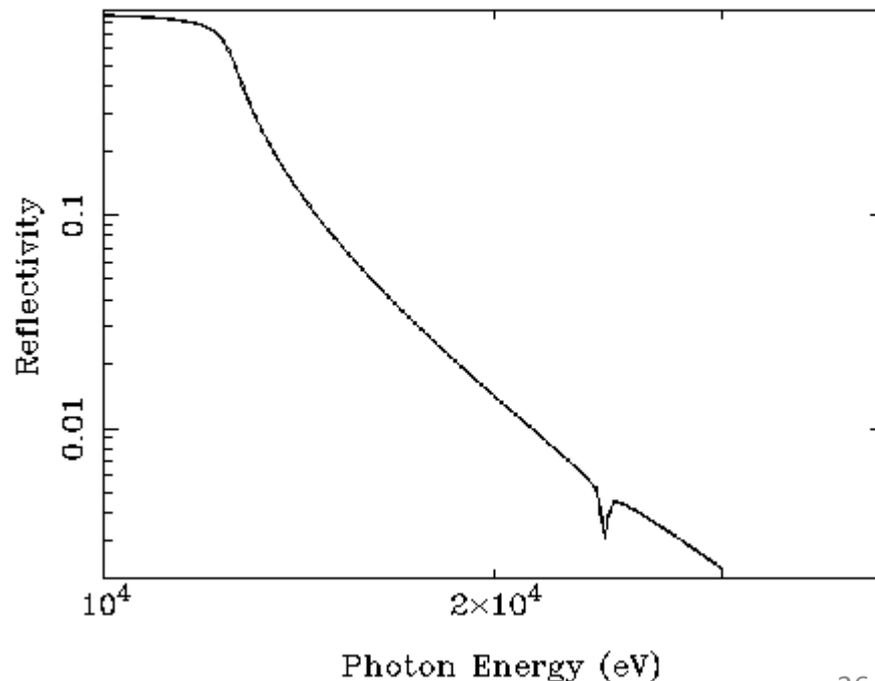
<https://www.j-tec.co.jp/english/optical/product.html>

[http://henke.lbl.gov/optical\\_constants/mirror2.html](http://henke.lbl.gov/optical_constants/mirror2.html)

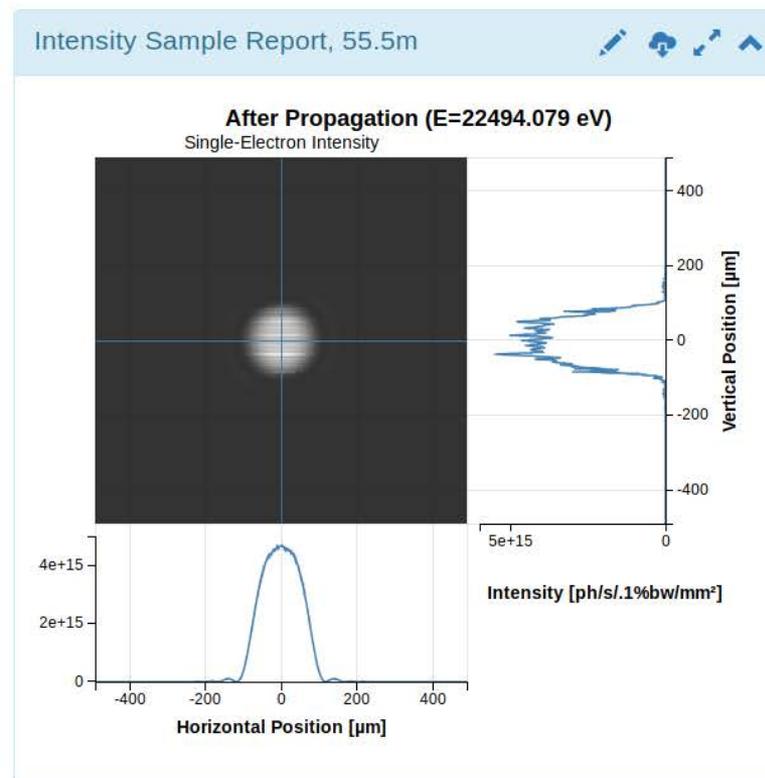
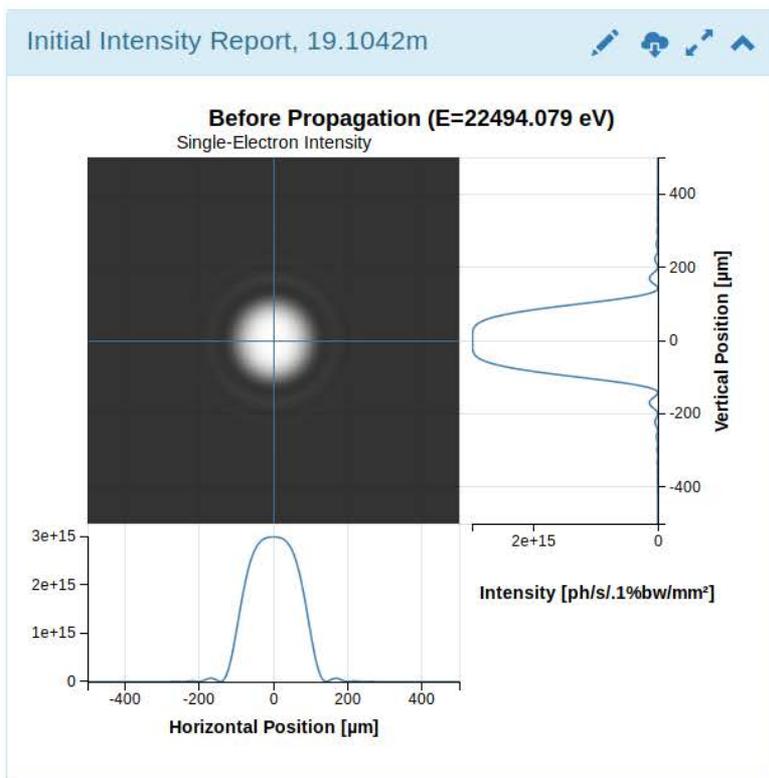
Pd Rho=12.02, Sig=0.1nm, P=1., E=12498.eV



Pd Rho=12.02, Sig=0.1nm, P=1., 0.3deg



# Секция «Исследования *In Situ* в условиях повышенных температур и различных газовых средах»



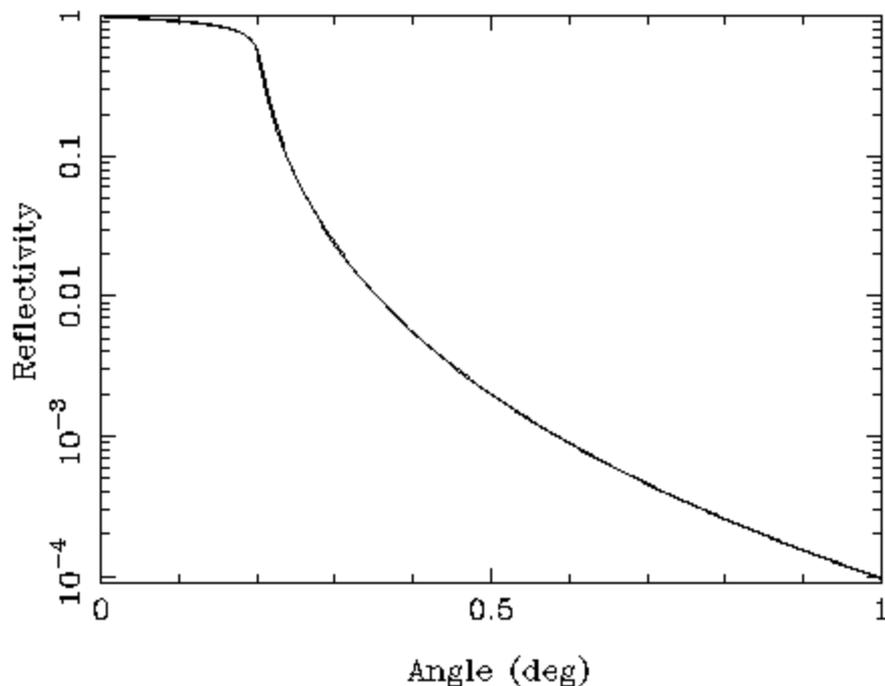
# Секция «Исследования *In Situ* в условиях повышенных температур и различных газовых средах»

Подавление кратных гармоник — зеркало с Au-покрытием, 0,6 м

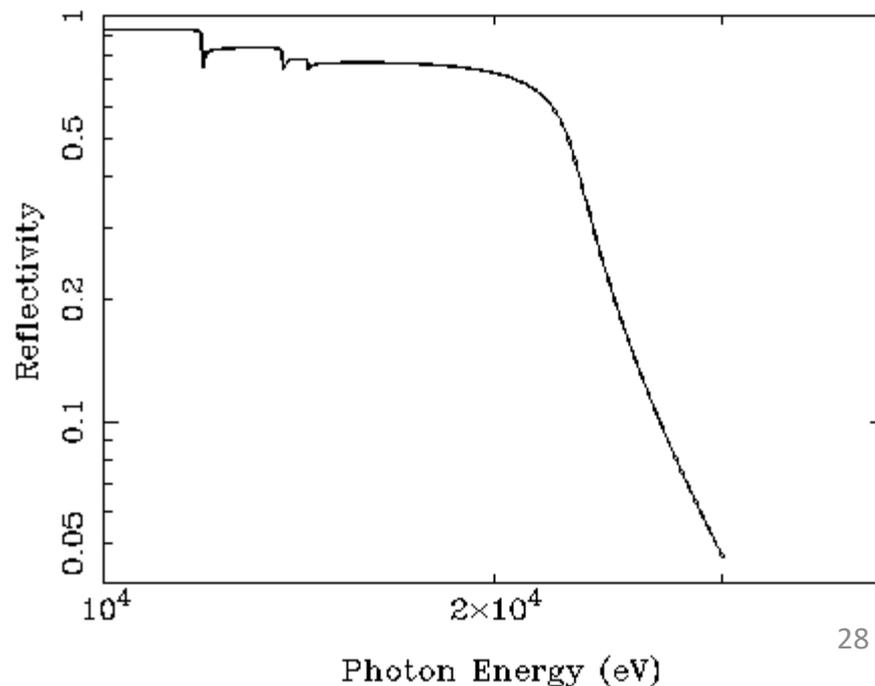
<https://www.j-tec.co.jp/english/optical/product.html>

[http://henke.lbl.gov/optical\\_constants/mirror2.html](http://henke.lbl.gov/optical_constants/mirror2.html)

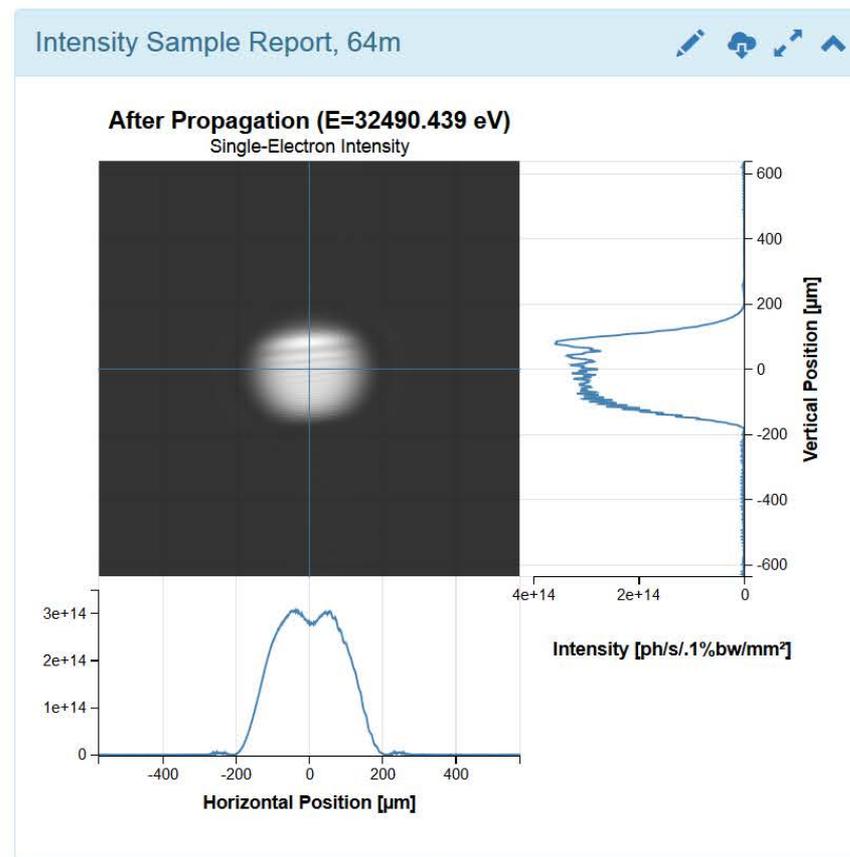
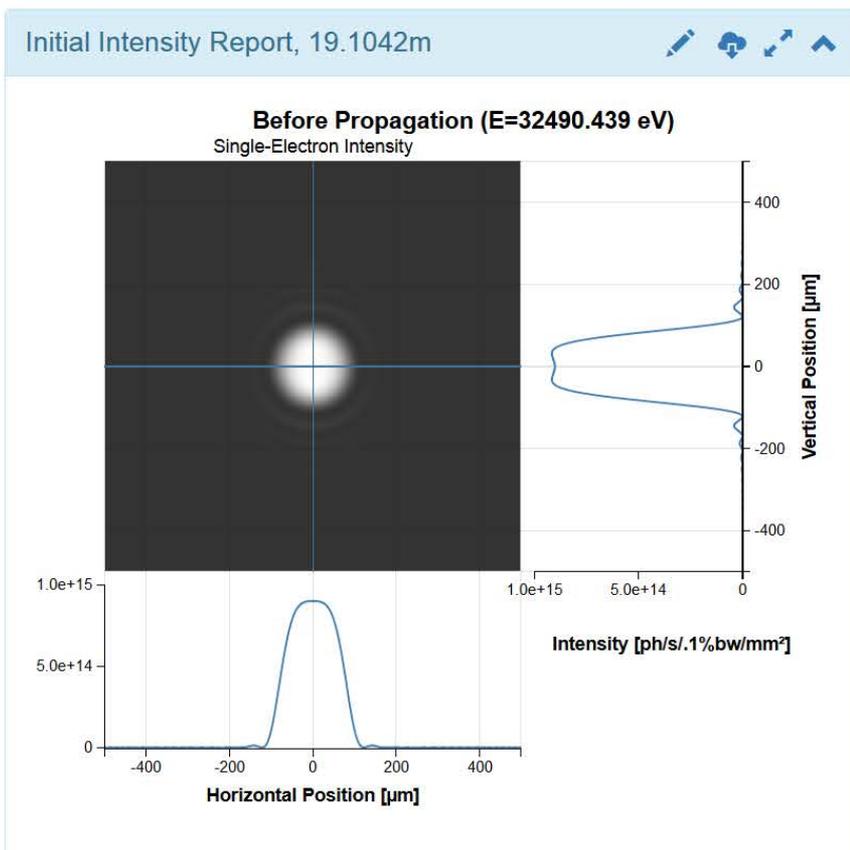
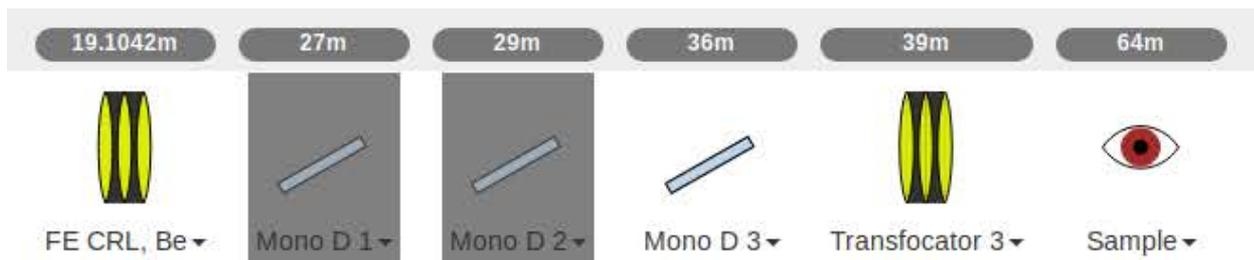
Au Rho=19.32, Sig=0.1nm, P=1., E=22494.eV



Au Rho=19.32, Sig=0.1nm, P=1., 0.2deg



# Секция «Монокристалльный РСА»



# Секция «Дифрактометрия высокого разрешения»

19.1042m 27m 29m 36m 39.5m 39.8m 41.5m 55.5m

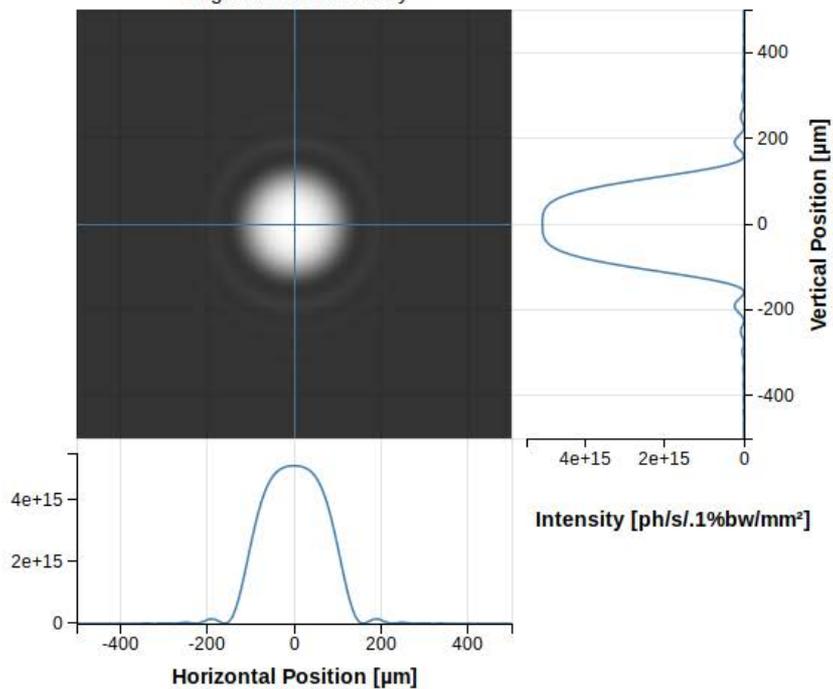
FE CRL, Be Mono D 1 Mono D 2 Mono D 3 DCM1 Si DCM2 Si Transfocator 4 Sample

Initial Intensity Report, 19.1042m



## Before Propagation (E=17495.9 eV)

Single-Electron Intensity

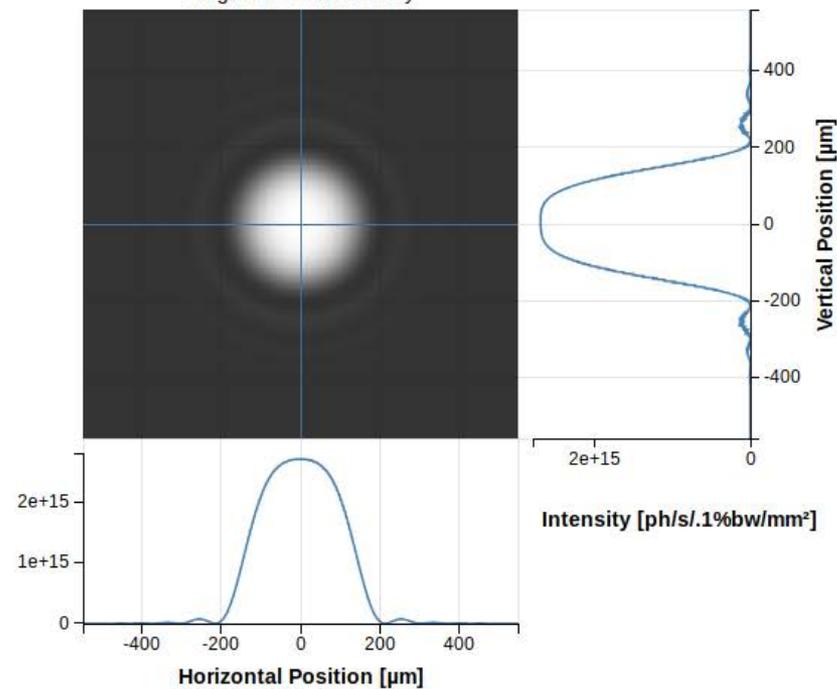


Intensity Watchpoint Report, 55.5m



## After Propagation (E=17495.9 eV)

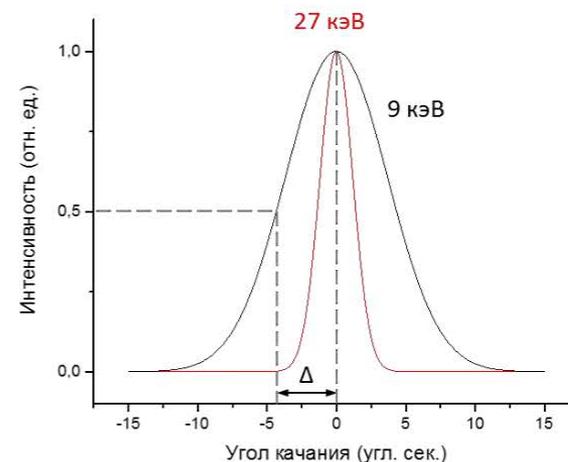
Single-Electron Intensity



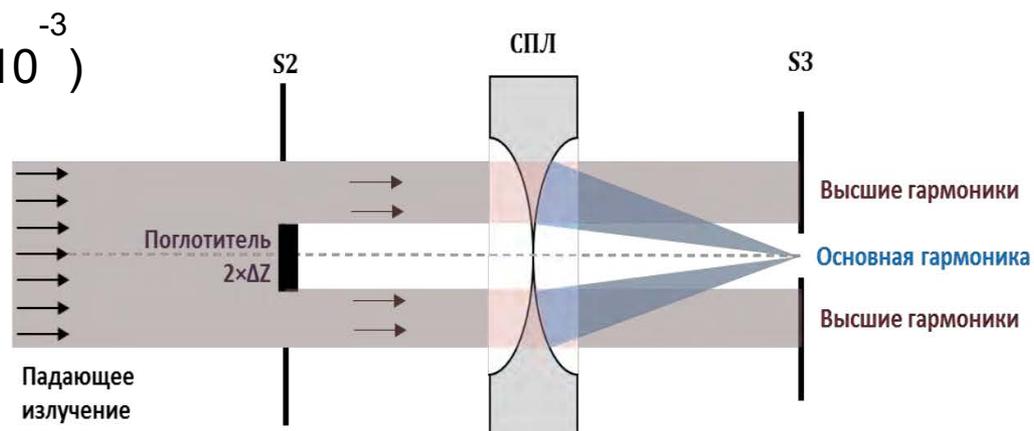
Подавление кратных гармоник на секциях

# «Монокристалльный РСА» и «Дифрактометрия высокого разрешения»

1) «Расстройка» монохроматора ( $\sim 10^{-2}$ )



2) Фокусировка на апертуре ( $\sim 10^{-3}$ )



Поликарпов и Снигирёв, 2016