

ISSN 0367-6765

Том 87, Номер 5

Май 2023



ИЗВЕСТИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ



www.sciencejournals.ru

В журнале "Известия Российской академии наук. Серия физическая" публикуются полнотекстовые статьи, подготовленные по материалам лучших докладов, рекомендованных программными комитетами научных конференций, симпозиумов и совещаний, созываемых Российской академией наук.



СОДЕРЖАНИЕ

Том 87, номер 5, 2023

Синхротронное излучение и излучение лазеров на свободных электронах: генерация и применение

Работы с использованием синхротронного излучения в Новосибирском научном центре

- К. В. Золотарев, А. И. Анчаров, З. С. Винокуров, Б. Г. Гольденберг, Ф. А. Дарьин,
В. В. Кривенцов, Г. Н. Кулипанов, К. Э. Купер, А. А. Легкодымов, Г. А. Любас, А. Д. Николенко,
К. А. Тен, Б. П. Толочко, М. Р. Шарафутдинов, А. Н. Шмаков, Е. Б. Левичев,
П. А. Пиминов, А. Н. Журавлев* 614

Сверхпроводящий ондулятор с периодом 15.6 мм и полем 1.2 Тл

- В. А. Шкаруба, А. В. Брагин, А. А. Волков, А. И. Ерохин, А. В. Зорин, Ф. П. Казанцев,
П. В. Каноник, Н. А. Мезенцев, А. Н. Сафронов, А. А. Седов, О. А. Тарасенко,
С. В. Хрущев, В. М. Цуканов* 627

Методы минимизации магнитных интегралов в сверхпроводящих вставных устройствах

- А. В. Зорин, Н. А. Мезенцев, В. А. Шкаруба, В. М. Цуканов, А. А. Волков, О. А. Тарасенко,
П. В. Каноник, Ф. П. Казанцев* 635

Коррекция фазовых ошибок сверхпроводящего ондулятора

- П. В. Каноник, В. А. Шкаруба, А. А. Волков, А. И. Ерохин, А. В. Зорин, Ф. П. Казанцев,
Н. А. Мезенцев, О. А. Тарасенко, С. В. Хрущев, В. М. Цуканов* 640

Сосредоточенные сверхвысоковакуумные насосы на базе нераспыляемых геттеров

- А. А. Краснов, А. М. Семенов* 646

Килоамперный электронный пучок линейного индукционного ускорителя — как драйвер
для субмиллиметрового лазера на свободных электронах

- Е. С. Сандалов, С. Л. Синицкий, А. В. Аржанников, Д. А. Никифоров, Д. И. Сковородин,
В. А. Павлюченко, Н. С. Гинзбург, Н. Ю. Песков, Р. В. Протас, Д. Ю. Карасев* 652

Криогенная система сверхпроводящего ондулятора, основанная на косвенном охлаждении

- С. В. Хрущев, В. М. Цуканов, В. А. Шкаруба, Н. А. Мезенцев, А. Н. Сафронов* 660

Магнитные измерения сверхпроводящего ондулятора датчиками Холла

- В. М. Цуканов, С. В. Хрущев, А. А. Волков, А. В. Зорин, П. В. Каноник,
Н. А. Мезенцев, В. А. Шкаруба* 665

Фотоинжекторный комплекс в ИПФ РАН: расчетные параметры и текущая стадия разработки

- Н. Ю. Песков, А. В. Афанасьев, И. В. Бандуркин, А. А. Вихарев, А. М. Горбачев,
К. В. Минеев, Ю. С. Опарина, А. В. Савилов* 670

Получение и исследование материалов для подавления внешних вибраций
в ответственных узлах ускорителей синхротронного излучения

- Ф. К. Горбунов, А. А. Фадина, Т. В. А. Нгуен* 675

Концепция экспериментальной станции для измерения малоуглового рентгеновского
рассеяния с высоким временным разрешением

- И. А. Рубцов, Я. В. Зубавичус, К. А. Тен, Э. Р. Прууэл, А. О. Кашкаров, К. Э. Купер,
А. А. Студенников, Б. П. Толочко, Л. И. Шехтман* 680

Корректировка изменений прямого пучка при получении рентгеновских томографических
изображений с помощью глубоких сверточных нейросетей

- А. Ю. Григорьев, А. В. Бузмаков* 685

Влияние поверхностных трещин и текстуры на остаточные напряжения в вольфраме
после воздействия плазмы

- И. И. Балаш, С. Р. Казанцев, А. Н. Шмаков, П. А. Пиминов, В. М. Борин* 692

Получение высокопрочной слабо проводящей керамики на основе алюмината бария <i>А. А. Жданок, Л. К. Бердникова, З. А. Коротаева, Б. П. Толочко, В. В. Булгаков, М. А. Михайленко</i>	696
Исследование влияния облучения на процесс термической трансформации кристаллов гексанитрогексаазаизовюрцитана с использованием синхротронного излучения <i>М. А. Михайленко, М. Р. Шарафутдинов, К. Б. Герасимов, Е. В. Артемова, П. И. Калмыков, М. В. Коробейников, Б. П. Толочко, П. А. Пименов</i>	703
Исследование условий формирования α_2 -фазы в механокомпозитах системы Ti–Al методами синхротронного излучения <i>А. В. Собачкин, М. В. Логинова, А. А. Ситников, В. И. Яковлев, В. Ю. Филимонов, А. З. Негодяев, А. Ю. Мясников, М. Р. Шарафутдинов, А. А. Попова</i>	708
Исследование влияния модифицирующих добавок на свойства меди, полученной методом литья <i>Б. П. Толочко, А. А. Жданок, В. А. Кузнецов, З. А. Коротаева, Л. К. Бердникова, Н. В. Степанова, М. А. Михайленко</i>	714
Комплексное исследование рыхлых пещерных отложений среднеазиатского региона с применением рентгеновских методов анализа <i>Е. П. Базарова, Ю. Н. Шолохова</i>	721
Рентгенофлуоресцентный анализ с использованием синхротронного излучения для исследования сибирских кустарников урбоэкосистемы <i>Е. М. Лях, Е. П. Храмова, А. Ю. Луговская, Я. В. Ракиун, Д. С. Сороколетов</i>	726
Рентгенофлуоресцентный анализ с использованием синхротронного излучения в ботанических исследованиях: элементный состав растений из Горного Алтая (сем. Fabaceae) <i>Е. П. Храмова, С. Я. Сыева, Я. В. Ракиун, Д. С. Сороколетов</i>	733
Особенности XANES спектров вблизи Cl K-края в комплексах переходных металлов {MCl ₆ } ⁿ⁻ (M = Rh, Pd, Re, Os, Ir, Pt) <i>А. Д. Федоренко, И. П. Асанов, Т. И. Асанова, Д. Б. Васильченко, А. Д. Николенко, П. А. Пиминов, К. Ю. Карюкина</i>	738
Терагерцовые гиротроны с приосевыми электронными пучками на высоких циклотронных гармониках для физических приложений <i>И. В. Бандуркин, Ю. К. Калынов, И. В. Ошарин, А. В. Савилов, Е. С. Семенов, Д. Ю. Щегольков</i>	747
Электродинамическая система мощного ТГц лазера на свободных электронах на основе линейного индукционного ускорителя “ЛИУ”: моделирование и “холодные” тесты <i>Н. Ю. Песков, А. В. Аржанников, В. И. Белоусов, Н. С. Гинзбург, В. Ю. Заславский, Д. А. Никифоров, Ю. С. Опарина, А. В. Савилов, Е. С. Сандалов, С. Л. Сеницкий, Д. И. Соболев</i>	755

Contents

Vol. 87, No. 5, 2023

Synchrotron and Free Electron Laser Radiation: Generation and Applications

Synchrotron radiation-based works at the Novosibirsk research center

- K. V. Zolotarev, A. I. Ancharov, Z. S. Vinokurov, B. G. Goldenberg, F. A. Darin, V. V. Kriventsov,
G. N. Kulipanov, K. E. Cooper, A. A. Legkodymov, G. A. Lyubas, A. D. Nikolenko, K. A. Ten,
B. P. Tolochko, M. R. Sharafutdinov, A. N. Shmakov, E. B. Levichev, P. A. Piminov, A. N. Zhuravlev* 614

Superconducting undulator with period of 15.6 mm and magnetic field of 1.2 T

- V. A. Shkaruba, A. V. Bragin, A. A. Volkov, A. I. Erokhin, A. V. Zorin, F. P. Kazantsev, P. V. Kanonik,
N. A. Mezentsev, A. N. Safronov, A. A. Sedov, O. A. Tarasenko, S. V. Khrushchev, V. M. Tsukanov* 627

Magnetic integrals minimization methods for superconducting insertion devices

- A. V. Zorin, N. A. Mezentsev, V. A. Shkaruba, V. M. Tsukanov, A. A. Volkov, O. A. Tarasenko,
P. V. Kanonik, F. P. Kazantsev* 635

Correction of the phase error of a superconducting undulator

- P. V. Kanonik, V. A. Shkaruba, A. A. Volkov, A. I. Erokhin, A. V. Zorin, F. P. Kazantsev,
N. A. Mezentsev, O. A. Tarasenko, S. V. Khrushchev, V. M. Tsukanov* 640

The lumped ultra-high vacuum pumps based on non-evaporable getters

- A. A. Krasnov, A. M. Semenov* 646

The electron beam of the linear induction accelerator with kiloampere current as a driver
for the submillimeter free electron laser

- E. S. Sandalov, S. L. Sinitsky, A. V. Arzhannikov, D. A. Nikiforov, D. I. Skovorodin, V. A. Pavlyuchenko,
N. S. Ginzburg, N. Yu. Peskov, R. V. Protas, D. Yu. Karasev* 652

Superconducting undulator cryogenic system based on indirect cooling

- S. V. Khrushchev, V. M. Tsukanov, V. A. Shkaruba, N. A. Mezentsev, A. N. Safronov* 660

Hall probe magnetic measurements of the superconducting undulator

- V. M. Tsukanov, S. V. Khrushchev, A. A. Volkov, A. V. Zorin, P. V. Kanonik,
N. A. Mezentsev, V. A. Shkaruba* 665

Photoinjector complex in IAP RAS: design parameters and current state of realization

- N. Yu. Peskov, A. V. Afanasiev, I. V. Bandurkin, A. A. Vikharev, A. M. Gorbachev, K. V. Mineev,
Yu. S. Oparina, A. V. Savilov* 670

Obtaining and researching materials for suppressing external vibrations in the responsible nodes
of synchrotron radiation accelerators

- F. K. Gorbunov, A. A. Fadina, T. V. A. Nguyen* 675

Conceptual design of the experimental section for measuring time resolved small angle X-ray scattering

- I. A. Rubtsov, Ya. V. Zubavichus, K. A. Ten, E. R. Pruiel, A. O. Kashkarov, K. E. Kuper,
A. A. Studennikov, B. P. Tolochko, L. I. Shekhtman* 680

Flat-field correction on X-ray tomographic images using deep convolutional neural networks

- A. Yu. Grigorev, A. V. Buzmakov* 685

Surface cracks and texture influence on residual stresses in tungsten after plasma exposure

- I. I. Balash, S. R. Kazantsev, A. N. Shmakov, P. A. Piminov, V. M. Borin* 692

Production of high-strength weakly conductive ceramics based on barium aluminate <i>A. A. Zhdanok, L. K. Berdnikova, Z. A. Korotaeva, B. P. Tolochko, V. V. Bulgakov, M. A. Mikhaylenko</i>	696
Investigation of irradiation effect on the thermal transformation process of hexaaminonitrowurtzitane crystals using synchrotron radiation <i>M. A. Mikhailenko, M. R. Sharafutdinov, K. B. Gerasimov, E. V. Artemova, P. I. Kalmykov, M. V. Korobeinikov, B. P. Tolochko, P. A. Piminov</i>	703
Investigation of the conditions for the formation of the α_2 -phase in mechanocomposites of the Ti–Al system by synchrotron radiation methods <i>A. V. Sobachkin, M. V. Loginova, A. A. Sitnikov, V. I. Yakovlev, V. Y. Filimonov, A. Z. Negodyaev, A. Y. Myasnikov, M. R. Sharafutdinov, A. A. Popova</i>	708
Investigation of the effect of modifying additives on the properties of copper obtained by casting <i>B. P. Tolochko, A. A. Zhdanok, V. A. Kuznetsov, Z. A. Korotaeva, L. K. Berdnikova, N. V. Stepanova, M. A. Mikhaylenko</i>	714
Complex study of loose cave deposits of the central Asian region using X-ray analysis methods <i>E. P. Bazarova, Yu. N. Sholokhova</i>	721
SR-XRFA in research of Siberian shrubs of the urban ecosystem <i>E. M. Lyakh, E. P. Khramova, A. Yu. Lugovskaya, Ia. V. Rakshun, D. S. Sorokoletov</i>	726
SR-XRFA in botanical research: the element composition of the Altai Mountain plants (family Fabaceae) <i>E. P. Khramova, S. Ya. Syeva, Ya. V. Rakshun, D. S. Sorokoletov</i>	733
Features of Cl <i>K</i> -edge XANES spectra of metal transition complexes {MCl ₆ } ^{<i>n</i>–} (M = Rh, Pd, Re, Os, Ir, Pt) <i>A. D. Fedorenko, I. P. Asanov, T. I. Asanova, A. D. Nikolenko, P. A. Piminov, K. Yu. Karyukina</i>	738
High-harmonic large-orbit terahertz gyrotrons for physical applications <i>I. V. Bandurkin, Yu. K. Kalynov, I. V. Osharin, A. V. Savilov, E. S. Semenov, D. Yu. Shchegolkov</i>	747
Electrodynamic system for powerful THz-band free-electron laser based on linear induction accelerator “LIU”: simulations and “cold” tests <i>N. Yu. Peskov, A. V. Arzhannikov, V. I. Belousov, N. S. Ginzburg, V. Yu. Zaslavsky, D. A. Nikiforov, Yu. S. Oparina, A. V. Savilov, E. S. Sandalov, S. L. Sinitsky, D. I. Sobolev</i>	755

Синхротронное излучение и излучение лазеров на свободных электронах: генерация и применение

Редактор тематического выпуска
канд. физ.-мат. наук **А. Д. Николенко**

УДК 621.384.639

РАБОТЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ В НОВОСИБИРСКОМ НАУЧНОМ ЦЕНТРЕ

© 2023 г. К. В. Золотарев^{1, 2, 3, *}, А. И. Анчаров^{1, 4}, З. С. Винокуров^{1, 2, 3}, Б. Г. Гольденберг^{1, 2},
Ф. А. Дарьин^{1, 2}, В. В. Кривенцов^{1, 3}, Г. Н. Кулипанов^{1, 2}, К. Э. Купер^{1, 2}, А. А. Легкодымов^{1, 2},
Г. А. Любас⁴, А. Д. Николенко^{1, 2, 3}, К. А. Тен^{1, 5}, Б. П. Толочко^{1, 4}, М. Р. Шарафутдинов^{1, 2, 4},
А. Н. Шмаков^{1, 2, 3}, Е. Б. Левичев^{1, 2}, П. А. Пиминов^{1, 2}, А. Н. Журавлев^{1, 2}

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Федеральный исследовательский центр “Институт катализа имени Г.К. Борескова
Сибирского отделения Российской академии наук”, Центр коллективного пользования
“Сибирский кольцевой источник фотонов”, Кольцово, Россия

³Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Федеральный исследовательский центр
“Институт катализа имени Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук”, Новосибирск, Россия

⁴Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт химии твердого тела и механохимии Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

⁵Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт гидродинамики имени М.А. Лаврентьева Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

*E-mail: K.V. Zolotarev@inp.nsk.su

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

Описаны возможности Центра коллективного пользования “Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения” предоставляющего исследователям доступ к современным аналитическим методам на основе пучков синхротронного излучения для проведения широкого спектра научных работ. В настоящее время генеральное направление развития центра сосредоточено на разработке новых оригинальных подходов в использовании синхротронного излучения.

DOI: 10.31857/S0367676522701095, EDN: KNFFTM

ВВЕДЕНИЕ

Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения, образованный на базе Института ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН (Новосибирск), является центром коллективного пользования и обеспечивает возможность использования синхротронного излучения и излучения лазера на свободных электронах в терагерцовом диапазоне спектра для исследовательских групп из других организаций.

Исследования с использованием СИ проводятся в центре более пятидесяти лет, поэтому можно сказать, что центр является одним из самых долговременно действующих подобных организаций во всем мире. Первые работы с ис-

пользованием СИ в центре начались в семидесятые годы двадцатого века.

Так как центр находится в Новосибирске, удобное географическое положение и большая концентрация научно-исследовательских институтов Сибирского отделения российской академии наук в окружении центра обеспечивают устойчивый спрос на возможности проведения мультидисциплинарных исследований с использованием СИ. Научные группы как из Новосибирска, так и из других крупных научных центров Сибири (Томск, Красноярск, Иркутск, Барнаул, Омск и др.) являются постоянными пользователями аналитических методик, организованных в центре.

На базе центра организовано квалифицированное пользовательское сообщество, позволяющее проводить эффективное использование синхротронного и терагерцового излучения для исследований в различных науках.

Большое количество университетов городов Сибирского научного кластера, обеспечивает постоянный приток молодых пользовательских кадров, специалистов по организации исследований с использованием излучений и для инженерного сопровождения исследовательского процесса.

Возможности центра по обеспечению различных исследований будут рассмотрены в следующих разделах.

ОСНОВНЫЕ НАПРАВЛЕНИЯ ДЕЯТЕЛЬНОСТИ СЦСТИ

Как отмечалось ранее, основным направлением деятельности центра является организация исследований с использованием синхротронного излучения и терагерцового излучения лазеров на свободных электронах. Среди других направлений деятельности центра можно выделить следующие:

- разработка, создание и эксплуатация лазеров на свободных электронах;
- разработка и создание сильнополевых многополюсных сверхпроводящих устройств генерации излучений;
- разработка и производство магнитных элементов для различных ускорительных комплексов;
- разработка и производство уникальных высокоскоростных рентгеновских однокоординатных детекторов;
- участие в разработке, строительстве и подготовке научной программы ЦКП “Сибирский кольцевой источник фотонов” (СКИФ), участие в создании систем ускорительного комплекса и пользовательских станций;
- организация регулярных международных конференций SFR (Synchrotron and Free Electron Lasers Radiation, Generation and Applications);
- участие в университетских образовательных программах различного уровня, организация стажировок;
- международное сотрудничество.

Центр коллективного пользования зарегистрирован в национальном каталоге (<https://ckp-rf.ru/ckp/>), что позволяет участвовать в программе развития подобных центров и получать субсидии на развитие и обновление оборудования. Ежегодно проводящийся мониторинг центров подтверждает успешное функционирование центра, подтвержденное неоднократным удовлетворением подава-

емых заявок на выделение субсидий. Ежегодно в центре заключается около 50 пятилетних договоров о сотрудничестве с организациями пользователей. Заявки на проведение исследований можно подавать заполнением специальной формы на сайте центра (<https://ssrc.bioml.org/#!>). Ежегодно регистрируется около 200 заявок.

ИСТОЧНИКИ ИЗЛУЧЕНИЯ В СЦСТИ

В настоящее время в центре используется два источника излучения СИ ВЭПП-3 и ВЭПП-4М. Оба источника образуют единый ускорительный комплекс. ВЭПП-4М является электрон-позитронным коллайдером для проведения экспериментов в области физики высоких энергий и позволяет получать встречные пучки электронов и позитронов с энергией до 4.75 ГэВ. Накопитель ВЭПП-3 используется для предварительного ускорения пучков до энергии 2 ГэВ и иногда для поляризации электронов перед их инжекцией в ВЭПП-4М. Первичные пучки электронов и позитронов поступают в ВЭПП-3 с энергией 360 МэВ из единого инжекционного комплекса ИЯФ, который также снабжает пучками электрон-позитронный коллайдер ВЭПП-2000.

Накопитель ВЭПП-3 оборудован трехполюсным шифтером для генерации синхротронного излучения. Излучение транспортируется к экспериментальным станциям по специальным вакуумным каналам, оборудованным специальными системами коллимации пучков и радиационными затворами — фронтендами вывода излучений. Пользовательские станции расположены в специальном экспериментальном зале размером около $7 \times 14 \text{ м}^2$. В настоящее время используется 8 каналов вывода.

На коллайдере ВЭПП-4М генерация излучения для исследований производится с использованием специализированного 9-полюсного вигглера установленного в северном полукольце, а также в двух поворотных магнитах. Для генерации СИ используется только электронное направление. Экспериментальный зал для работ с использованием СИ на ВЭПП-4М имеет существенно большую площадь ($50 \times 15 \text{ м}^2$), что позволяет размещать станции большего размера.

Основные параметры накопителей-источников, устройств генерации и характеристики точек излучения представлены в табл. 1. Спектральные характеристики излучения (в виде плотности потока фотонов) представлены на рис. 1.

В связи с тем, что накопительный комплекс ВЭПП-3/ВЭПП-4М активно используется для экспериментов по физике высоких энергий, и большинство режимов в этих экспериментах не

Таблица 1. Основные параметры источников СИ в СЦСТИ

	ВЭПП-3	ВЭПП-4М, низкая энергия	ВЭПП-4М, высокая энергия	
Энергия, ГэВ	2	1.9	4.5	
Длина орбиты, м	72	366		
Тип магнитной структуры	FODO	FODO		
Эмиттанс, нм · рад	~360	25	145	
Ток пучка, мА	150	20	20	
Количество сгустков	1, 2	1, 2	1, 2, 6, 17	
Устройства генерации	Трехполюсный шифтер (2 Тл)	Поворотный магнит (0.4 Тл)	Поворотный магнит (1 Тл)	Многополюсный вигглер (1.95 Тл, 7 + 2 полюсов)
Оптические функции β_x, β_y, η_x , м	2, 4.5, 0.7	9.64, 7.9, 0.9	7.5, 6.7, 1.15	9.7, 7.9, 1.16
Размеры источников $\sigma_x \times \sigma_y$, мм	0.9 × 0.3	2.3 × 0.1	3.5 × 0.2	1.5 × 0.25
Критическая энергия фотонов, кэВ	5.3	0.8	12	26.3
Количество каналов вывода	8	1	1	1 (3 станции)

совместимы с работами с использованием СИ, для последних выделяются временные интервалы (“заходы”). Общее количество выделяемого операционного времени на работы с использованием СИ обычно составляет 25% от общего времени функционирования комплекса. Режимы работ во время заходов предусматривают возможность одновременной работы на обоих накопителях. Выбор энергии пучков в обоих накопителях и распределение времени работ и моментов смены пучков в накопителях определяются исходя из планируемой программы исследований и в соответствии с пользовательскими заявками, которые формируются перед началом соответствующего захода. Протокол работ одного из заходов 2022 г. представлен на рис. 2. На графиках показаны значения токов пучка на накопителях ВЭПП-3 и ВЭПП-4М (соответственно первый сверху и третий графики). Энергия пучков изображается цветом заштрихованных областей под кривыми значения тока. На втором сверху и на нижнем графике показаны состояния радиационных затворов на каналах вывода излучений и соответственно время проведения измерений с использованием СИ.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ
СПЕЦИАЛИЗИРОВАННЫХ СТАНЦИЙ
ДЛЯ РЕАЛИЗАЦИИ
АНАЛИТИЧЕСКИХ МЕТОДИК

В данном разделе представлены краткие описания экспериментальных станций и реализуемых на них аналитических методиках.

Станции СИ ВЭПП-3

Станция “Прецизионная дифрактометрия и аномальное рассеяние”

Станция смонтирована на канале № 2 вывода СИ накопителя электронов ВЭПП-3 и предназначена для проведения исследований структуры и фазового состава поликристаллических материалов методами дифракции рентгеновского излучения с высоким инструментальным разрешением. В состав станции входят система коллимации, монохроматор, дифрактометр, радиационная защита и система автоматизации эксперимента. Апертура входного пучка СИ формируется горизонтальными и вертикальными входными танталовыми щелями, имеющими размеры соответственно ~0.1—2.5 и 5 мм. Расстояние от точки из-

лучения до входных щелей станции ~ 10 м. Для монохроматизации первичного “белого” пучка СИ используется совершенный плоский кристалл Si с прорезью по рабочей плоскости 111. Геометрические особенности кристалла позволяют получать монохроматическое излучение в диапазоне длин волн от ~ 0.07 до ~ 0.18 нм со степенью монохроматизации $\Delta\lambda/\lambda \sim (1-3) \cdot 10^{-4}$. Дифрактометр, установленный на станции, создан на базе двух прецизионных гониометров производства фирмы Microcontrol, обеспечивающих независимое движение образца и детектора с минимальным шагом по углу $2\Theta = 0.001^\circ$. Регистрация дифрагированного излучения осуществляется сцинтилляционным детектором “сцинтиллятор NaI(Tl) – фотумножитель ФЭУ-130”. Перед детектором установлен плоский совершенный кристалл-анализатор Ge(111), ориентированный под углом Брэгга к направлению дифрагированного пучка и играющий роль узкой “приемной щели”, обеспечивая высокое инструментальное разрешение дифрактометра.

На станции реализованы методики прецизионного определения параметров элементарной ячейки поликристаллических материалов, рентгенофазового анализа, дифракции под скользящим углом для исследования структуры и фазового состава приповерхностных слоев, определения микронапряжений и размеров областей когерентного рассеяния, а также гибридные дифракционно-спектральные методы, использующие возможность произвольного выбора рабочей энергии излучения и основанные на резонансных эффектах вблизи краев поглощения входящих в структуру химических элементов.

Станции “Локальный и сканирующий рентгенофлуоресцентный элементный анализ”

Станция смонтирована на третьем канале вывода излучения из накопителя ВЭПП-3 проводятся неdestructивные исследования по определению элементного состава (от S до U), природных и техногенных образцов.

Станция состоит из основных модулей: монохроматор-“бабочка” Si (111), энергетическое разрешение $dE/E \sim 3 \cdot 10^{-4}$, рабочий диапазон энергий 6–41 кэВ; системы коллимации и фокусировки пучка СИ, в режиме коллимации в диапазоне 50×50 мкм²– 2×12 мм², в режиме фокусировки 10×10 мкм²– 100×100 мкм² системы 3D подвижек образца с шагом 1 мкм–10 мм; детекторы Si(Li) Oxford Pentafet, Amptek XR100SDD и Hitachi Vortex ex-60. Обработка данных производится в программах AXIL и PyMCA. Определение концентрации проводится методом внешнего стандарта, имеются собственные разработки для анализа методом фундаментальных параметров.

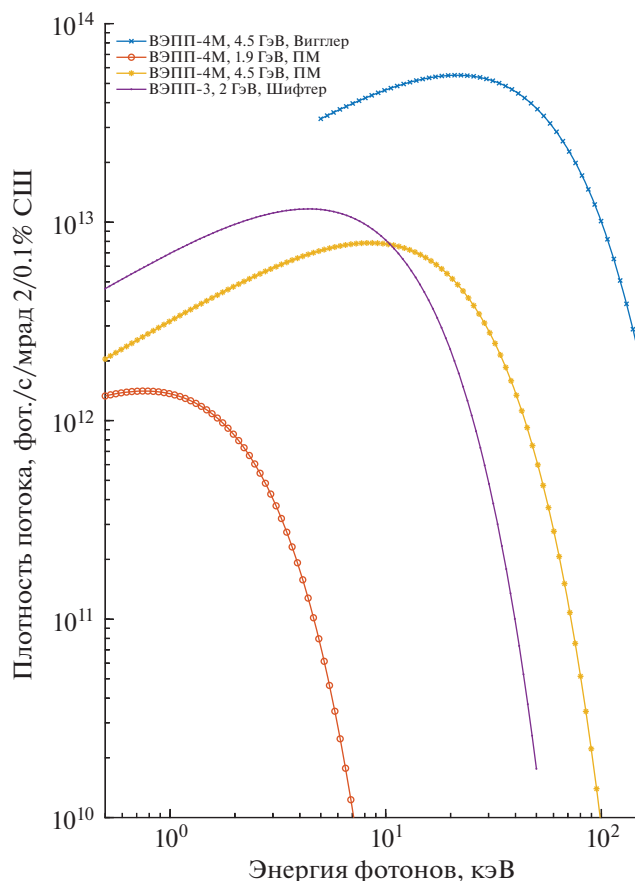


Рис. 1. Спектральные зависимости плотностей фотонных потоков основных устройств генерации излучений в СЦСТИ.

Аналитические исследования могут быть проведены в следующих экспериментальных режимах:

1. Анализ дискретных и протяженных образцов длиной до 300 мм. В этом режиме протяженные образцы сканируются с минимальным шагом 100 мкм, ширина пучка на образце задается выходными щелями монохроматора в диапазоне от 0.05–11 мм, а размер по высоте – набором щелей от 100 мкм до 2 мм.

2. Конфокальная рентгеновской микроскопия (КРМ) в 2D и 3D вариантах. Модуль КРМ позволяет проводить исследования образца с высоким пространственным разрешением в однолинзовой схеме или конфокальной [1]. Исследование проводится за счет перемещения образца по трем координатам с минимальным шагом 0.1 мкм, максимальный размер исследуемой области составляет 25.4 мм по трем координатам. Размеры фокусного пятна на образце или конфокального объема (для двулинзовой схемы) можно изменять с учетом аппаратной функции прибора [2, 3]. Ха-

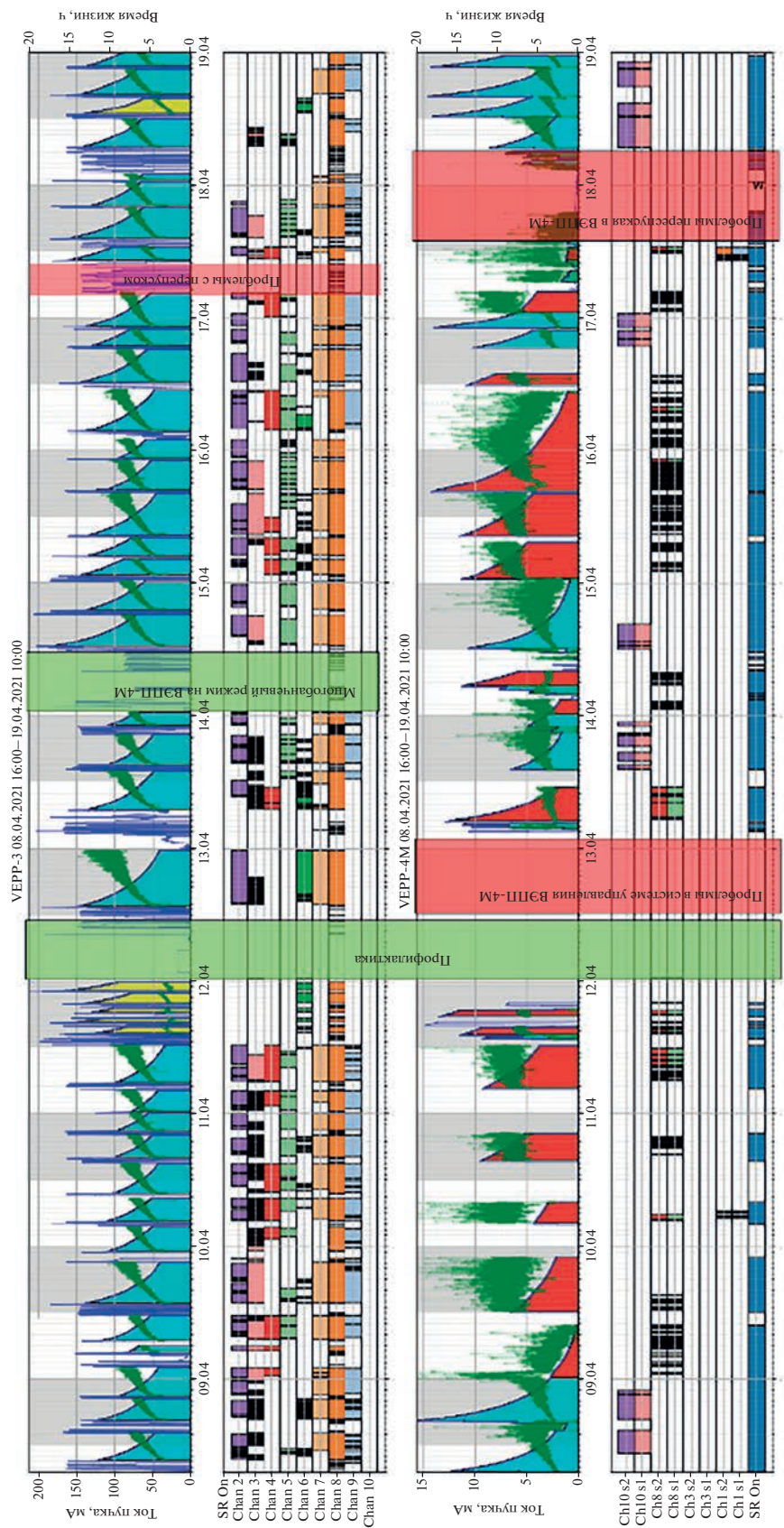


Рис. 2. Протокол работ с использованием СИ (заход 08-19.04.2022).

ракетные размеры конфокального объема составляют от 10 до 50 мкм.

3. Полное внешнее отражение (ПВО). В этом режиме используются два детектора, закрепленные сверху и сбоку от образца.

На станции разработаны и аттестованы три методики измерений: “Методика выполнения измерений при определении элементного состава образцов горных пород методом рентгенофлуоресцентного анализа с использованием синхротронного излучения из накопителя ВЭПП-3” [4], “Методика выполнения измерений при проведении рентгенофлуоресцентного анализа с использованием рентгеновской концентрирующей оптики (поликапиллярные линзы)” [5] и “Конфокальная рентгеновская микроскопия в диапазоне энергий 12–26 кэВ на основе поликапиллярной оптики”.

Станция “Высокие давления”

Станция установлена на канале СИ № 4 ВЭПП-3. Предназначена для исследования структуры вещества с использованием излучения с энергией 33 кэВ.

При уменьшении длины волны используемого рентгеновского излучения, происходит уменьшение углов дифракции, и все дифракционные максимумы смещаются в область малых углов. Поэтому появляется возможность, с помощью плоского двухкоординатного детектора зарегистрировать основной набор дифракционных максимумов. Использование двухкоординатного детектора дает возможность получать информацию не только о положении и интенсивности дифракционных колец, но и о распределении интенсивности по кольцу.

Для исследований, проводимых на станции, были разработаны следующие методики:

- In situ дифрактометрия для исследования структурных изменений, происходящих в ходе химических реакций при высоких температурах.
- Рентгенодифракционные исследования при высоких давлениях в алмазных наковальнях [6].
- Проведение рентгендифракционных исследований структуры веществ в условиях низких температур.
- Проведение рентгендифракционных исследований структуры веществ в условиях сдвига под давлением.
- Методика выполнения измерений температурного коэффициента линейного расширения кристаллических веществ методом дифракции синхротронного излучения с использованием рентгеновского двухкоординатного детектора.

- Фазовый анализ сварных швов алюминиевых сплавов при сканировании пучком СИ микронных размеров.

В последние годы получены интересные результаты:

— при исследовании двойных карбонатов К-Са с различной стехиометрией К:Са в широком диапазоне P - T , выявлены новые интересные особенности механизмов сжатия структуры, которые свидетельствуют об ограниченном распространении карбонатов щелочных металлов в виде кристаллических фаз в глубинноземных условиях.

— исследована эволюция структурно-фазового состава сварных соединений термически упрочняемых алюминиевых и алюминиево-литиевых сплавов с помощью СИ и показано, что при лазерной сварке сплава Д16Т на границе дендрита в сварном шве формируются мелесодержащие стабильные фазы $\theta(\text{Al}_2\text{Cu})$ и $\text{S}(\text{Al}_2\text{CuMg})$ [7].

Станция “Рентгеновская микроскопия и томография”

Станция “Рентгеновская микроскопия и томография” создана на базе канала вывода СИ № 5-А из ускорителя электронов ВЭПП-3. Источником СИ является вигглер с магнитным полем 2 Тл, расположенным на расстоянии 15 м от места размещения объекта исследования. На станции проводятся эксперименты, позволяющие исследовать структуру образца на микрометровом уровне методами рентгеномископии, топографии и томографии. Возможности станции позволяют работать как с монохроматическим, так и с полихроматическим рентгеновским излучением. Для монохроматизации пучка СИ используется монокристалл кремния с вырезанным каналом и рабочей плоскостью (111), находящийся на расстоянии 12 м от источника излучения. Монохроматор позволяет работать с энергетическим спектром излучения в диапазоне от 5 до 45 кэВ. Рабочее поле исследования образца составляет $3 \times 3 \text{ мм}^2$. В качестве детектора рентгеновского излучения используется ПЗС матрица с размером 2048×2048 пикселей ORCA Flash4.0 v3 фирмы “Hamamatsu” и сцинтиллятор GGAG толщиной 10 мкм. Приведенный размер пикселя в соответствии оптической системой детектора составляет $1.65 \times 1.65 \text{ мкм}^2$. Система окружения образца позволяет проводить исследования при давлениях до 10 МПа и температуре до -40°C [8].

Станция “Дифракционное кино”

Станция “Дифракционное кино” установлена на канале СИ № 5-Б ВЭПП-3. Она предназначена для исследования изменения структуры веще-

ства во время химических твердотельных реакций, и под воздействием различных внешних воздействий — высокой/низкой температуры, давления и т.п., а также для исследования слабо рассеивающих объектов [9–11].

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

Дифрагированное образцом излучение регистрируется однокоординатным детектором ОД-3 или двухкоординатным SX-165 CCD. Беспараллаксный детектор ОД-3 с фокусным расстоянием 350 мм имеет 3328 каналов, угол регистрации ~ 30 градусов, максимальную загрузку — около 10 МГц, минимальное время кадра — 1 мкс, максимальное количество кадров — 64 (при максимальном угловом разрешении).

На станции реализованы методики:

- порошковая дифрактометрия с временным разрешением (режим “кино”);
- малоугловое рентгеновское рассеяния;
- высокотемпературная дифрактометрия;
- аномальное рассеяние на К-краю никеля;
- дифрактометрия самораспространяющегося высокотемпературного синтеза [12].

Станция оснащена уникальным оборудованием:

- однокоординатным детектором ОД-3;
- двухкоординатными детекторами SX-165 CCD и EIGER2 R 1M;
- криогенной гелиевой камерой с диапазоном температур 4–400 К.

Один из последних экспериментов на станции — изучено *in situ* влияние γ -облучения на макрокинетические параметры синтеза во время теплового взрыва [13]. Установлено, что воздействие γ -облучения на механоактивированную порошковую смесь состава Ti 64 мас. % + Al приводит к изменению тепловых параметров горения: максимальная температура синтеза и скорость горения снижаются. Скорость нагрева необлученной смеси составляет 204.8 К/с, а облученной — 81.6 К/с. Рассчитаны зависимости массовых долей синтезированных соединений от времени и температуры от стадии предварительного нагрева до завершения теплового взрыва. Однофазный равновесный продукт состава γ -(TiAl) образуется в γ -облученной механоактивированной смеси. Синтезированный продукт горения без γ -облучения имеет сложный фазовый состав: 72% γ -(TiAl); TiAl₃ (26%) и остаточный Ti (2%).

Станция “LIGA-технология и рентгеновская литография”

Станция расположена на нулевом (центральном) канале вывода излучения из шифтера на накопителе ВЭПП-3. Станция предназначена для отработки следующих технологических процессов:

- Методика глубокой рентгеновской литографии в “жестком” спектре (10–20 кэВ) в толстых (до 1 мм и более) резистивных слоях для изготовления микроструктур, в том числе рентгеношаблонов.
- Субмикронная рентгенолитография в “мягком” спектре (3–7 кэВ, при энергии электронов 1.2 ГэВ) для формирования в тонких слоях резистов микроструктур с размером топологии 0.5 мкм.
- Исследование воздействия синхротронного излучения на свойства материалов.

Станция оборудована комплектом прецизионной микромеханики для точного перемещения образцов во время проведения экспозиции.

Для выполнения ряда задач с использованием мягкого рентгеновского излучения на накопителе ВЭПП-3 отработан специальный режим работ с энергией пучка 1.2 ГэВ.

После настройки процесса экспозиции образцов основные работы выполняется в автоматическом режиме без участия операторов.

Для проведения сопутствующих работ, связанных с LIGA-технологией в центре оборудовано специализированное технологическое помещение для обработки подложек и резистов “Чистая комната” (ранее ISO 5, ныне ISO 6-7), оснащенное системой рециркуляции и очистки воздуха, лабиринтно-вытяжными шкафами (4 шт.) и лабораторным оборудованием для обработки и исследования резистов:

- Полировальная установка POLI-300.
- Центрифуга для нанесения резиста SCS P — 6708D, Cookson Electronics.
- Вакуумный сушильный шкаф.
- УЗ ванна для проявления резистов.
- Оптический профилометр.
- Оптический микроскоп KEYENCE VHX-5000.
- сканирующий электронный микроскоп Hitachi S-3400N.
- Спектрофотометр Shimadzu UV-3600 Plus

Станция “Субмикросекундная диагностика”

Станция установлена на канале СИ ВЭПП-3 № 0-б и предназначена для исследования быстро-

протекающих процессов, таких как детонация, ударные волны, горение и др. На ней можно проводить эксперименты с использованием до 50 г взрывчатого вещества (ВВ) [14, 15].

На станции используется полихроматическое излучение из вигглера с полем 2 Тл.

Особенностью станции является использование взрывной камеры ВК-005 с тонкими входными/выходными бериллиевыми окнами для прохода пучка СИ и системой подавления ударной волны.

Важными элементом станции является коллиматор Кратки, формирующий безфоновый пучок микронных размеров для экспериментов с использованием методик малоуглового рентгеновского рассеяния или осесимметричной рентгеновской томографии.

Определяющее звено станции – система регистрации на основе быстрого однокоординатного детектора DIMEX [16]. Система регистрации обеспечивает регистрацию излучения от одного банча электронов длительностью 1 нс. Как правило эксперименты по исследованию детонации проводятся с двумя банчами электронов в ВЭПП-3 с временным интервалом между ними в 125 нс. В этом режиме детектор регистрирует 100 кадров с общим временем 12.5 мкс, что вполне достаточно для съема всей информации о детонационном процессе.

На станции реализованы методы измерения распределения плотности (осесимметричная томография) и рентгеновского малоуглового рассеяния с временным разрешением 1 нс.

На станции проведено исследование двух сходящихся ударных волн в практически важных для ВНИИТФ материалах, что позволило получить информацию об их взаимодействии. Ранее во ВНИИТФ был проведен аналогичный эксперимент с использованием манганиновых датчиков, но результаты этого эксперимента не удалось проинтерпретировать из-за их недостоверности.

Исследованы процессы на внешней границе металлов при воздействии на них ударных волн (эффект Рэлея–Тэйлора – “пыление”). Обнаружено возникновение наночастиц в потоках “пыли”. Эксперименты с СИ позволили провести калибровку методик ВНИИТФ, использующих лазерный доплер эффект и пьезо-датчики. Данная калибровка позволит корректно проводить эксперименты во ВНИИТФ [17, 18].

Станция укомплектована взрывной камерой ВК-005 и PDV лазерным измерителем скорости.

Станция in situ поликристаллической рентгеновской дифракции “Прецизионная дифрактометрия-2”

Станция смонтирована на шестом канале вывода СИ накопителя электронов ВЭПП-3 (ЦКП “СЦСТИ”, Новосибирск, Россия). Комплекс станции включает однокристалльный монохроматор с возможностью изменения длины волны излучения ($\lambda = 0.10084, 0.16467$ и 0.17153 нм), систему коллимации и рентгеновский дифрактометр с однокоординатным позиционно-чувствительным детектором ОД-3М [19]. Дифрактометр оснащен высокотемпературной камерой-реактором ХРК-900 (Anton Paar, Австрия) и системой подачи газов (до 3 различных газовых смесей со скоростью до 200 мл/мин) на базе контроллеров расходов газов SmartTrak 50 (Sierra Instruments, США) для проведения исследований в реакционных средах до 900°C. Для контроля газовой среды на станции предусмотрено использование квадрупольного масс-спектрометра UGA100 (SRS, США). Также на станции возможно использование высокотемпературной вакуумной камеры НТК2000 (Anton Paar, Австрия) для проведения исследований покрытий на термостойкость в условиях вакуума ($\sim 10^{-4}$ мбар) до 2300°C и жаростойкость на воздухе (1 атм) до 1500°C. Решаемые на станции задачи в основном включают регистрацию методом рентгеновской дифракции термически или реакционно индуцированных процессов с временным разрешением от 1 с до 5 ч [20–22].

Экспериментальная станция “Люминесценция с временным разрешением”

Станция “Люминесценция с временным разрешением” установлена на канале СИ № 6-В ВЭПП-3. Предназначена для исследования рентгеновской флуоресценции, люминесценция с пикосекундным временным разрешением и изучения быстротекущих процессов в стробоскопическом режиме.

Диапазон энергии возбуждения 3–62 кэВ.

Для исследований, проводимых на станции, были разработаны следующие методики:

- спектроскопия рентгеновской флуоресценции;
- люминесценция с пикосекундным временным разрешением.

В последние годы получены интересные результаты:

1. Проведено экспериментальное исследование люминесценции образцов ПММА с молекулярной массой в диапазоне $0.2 \cdot 10^6$ – $6 \cdot 10^6$ при возбуждении СИ пучка в диапазоне 3–60 кэВ.

Установлено, что с увеличением молекулярной массы ПММА максимум полосы люминесценции ПММА смещается в длинноволновую сторону (красное смещение), а время затухания люминесценции уменьшается. Также наблюдается увеличение ширины полосы люминесценции с увеличением молекулярной массы. Эти эффекты объясняются упорядочением структуры полимера и увеличением плотности, что приводит к уменьшению межатомных расстояний и, следовательно, к смещению электронных уровней и изменению их ширины [23].

2. С целью установления роли различных катионных подрешеток хризоберилла BeAl_2O_4 в процессах автолокализации электронных возбуждений (ЭВ) получены спектры рентгеновской флуоресценции (СРФ), возбуждаемой в области L-края поглощения алюминия и K-края поглощения бериллия. В обоих случаях наблюдаются признаки проявления релаксации катионных возбуждений в виде длинноволнового плеча резонансного пика возбуждающих фотонов спектров рентгеновской флуоресценции. Потери энергии на релаксацию ЭВ, оцененные по величине длинноволнового плеча, больше в случае релаксации катионных экситонов, возбуждаемых в подрешетке бериллия. Таким образом, можно заключить, что для кристаллов хризоберилла наблюдается участие обеих катионных подрешеток в процессах релаксации ЭВ. На основании сравнения потерь энергии на автолокализацию экситонов в спектрах фотолюминесценции (СФЛ) и спектрах рентгеновской флуоресценции СРФ можно предположить, что полоса собственной люминесценции 3.9 эВ кристаллов BeAl_2O_4 обусловлена излучательным распадом анионных автолокализованных экситонов (АЛЭ) в бериллийкислородных тетраэдрах, а полоса свечения 5.2 эВ – распадом АЛЭ в алюминий-кислородных полиэдрах [24].

Экспериментальная станция “EXAFS-спектроскопия”

Станция располагается на восьмом канале вывода излучения из шифтера ВЭПП-3 и предназначена для получения спектров рентгеновского поглощения (XANES и EXAFS) различных, как правило, рентгеноаморфных образцов, в жидкофазном, твердом и высокодисперсном состояниях. Полученные данные позволяют определять электронное строение, а также структуру – параметры локального окружения (координационные числа, межатомные расстояния) относительно исследуемых атомов, в том числе и для образцов, для которых неприемлемы рентгенографические структурные методы.

Основные технические характеристики станции “EXAFS-спектроскопия”:

Изучаемые химические элементы – элементы начиная с Ti; Энергетический диапазон работы 4–33 кэВ; Погрешность измерения коэффициента поглощения рентгеновского излучения: 0.2%; Концентрации изучаемого элемента: 0.01–100 мас. %; Область измеряемых межатомных расстояний: 1.5–8 Å ($\pm 1\%$); Погрешность определения координационных чисел: $\pm 10\%$; Погрешность определения фактора Дебая: $\pm 40\%$.

В настоящее время установка используется для исследования методами XANES и EXAFS спектроскопии высокодисперсных объектов, функциональных наноматериалов и катализаторов, для которых стандартные рентгеноструктурные методы неинформативны. В зависимости от применяемой методики анализируются: объем, поверхность либо приповерхностные слои. Реализованы 3 методики записи XANES и EXAFS спектров: “на пропускание”, полного фототока, по выходу рентгеновской флуоресценции. Разработаны уникальные методики подготовки образцов для съемки реакционно-активных соединений и катализаторов в инертных условиях.

Станции СИ ВЭПП-4М

На накопителе ВЭПП-4М в настоящее время действует 6 станций. Три из них используют излучение из многополюсного вигглера. Остальные установлены на каналах вывода излучения из поворотных магнитов ВЭПП-4М. Станции СИ ВЭПП-4М описаны в следующих разделах.

Технологическая станция СИ, ВЭПП-4

На канале № 1 вывода СИ из накопителя ВЭПП-4М создана специализированная “Технологическая станция”, предназначенная для практического обучения студентов ВУЗов основам синхротронных методов исследования и тестирования элементов аппаратуры для синхротронных экспериментов. В создании станции и реализации методик принимают непосредственное участие студенты, Новосибирских ВУЗов различных специальностей в рамках выполнения курсовых и дипломных работ. Студенты участвуют в проектировании и сборки, разрабатывают методики проведения экспериментов и программное обеспечение для автоматизации аппаратуры станции. Модульная концепция построения станции позволяет вводить станцию в эксплуатацию поэтапно, модернизировать ее, и реализовать различные исследовательские методы.

Модульная концепция подразумевает возможность изменения конфигурации экспериментов и развития станции.

На станции проводятся учебно-демонстрационные работы для ознакомления с основами исследований на синхротронном излучении:

- техника безопасности при проведении исследований на СИ,
- измерение пространственного распределения мощности СИ,
- изучение работы и настройка монохроматора в диапазоне 6–24 кэВ,
- формирование заданных параметров излучения для последующих исследований,
- исследование взаимодействия СИ с веществом (поглощение, рентгенофлуоресцентный анализ).

Планируемое развитие станции основано на постановке на канал дифрактометра Mardtb с 2D гибридно-пиксельным детектором Pilatus 1M (Dectris, Швейцария). Это позволит эффективным образом реализовать на станции комплекс дифракционных методов, а именно порошковую дифракцию и рентгеноструктурный анализ монокристаллов, включая и макромолекулярную кристаллографию.

Станция “Экстремальное состояние вещества”

Станция установлена на канале СИ ВЭПП-4 № 8-6. Станция предназначена для исследования поведения вещества при давлениях до 300 кбар и температурах до 10000°C реализуемых при детонации и ударно-волновом нагружении [25].

На станции реализованы методы измерения распределения плотности (осесимметричная томография) и рентгеновского малоуглового рассеяния с временным разрешением 70 пс [26–28].

Измерено распределение плотности в зоне разлета практически важных для ВНИИТФ взрывчатых веществ больших размеров (до 200 г ТНТ) с временным разрешением 70 пс и статистической точностью 3%. Полученные данные были использованы для коррекции расчетов, выполняемых на суперкомпьютере ВНИИТФ.

Выполнено исследование динамики образования (нуклеации) продуктов детонации практически важных для ВНИИТФ взрывчатых веществ (впервые в мире), в том числе больших размеров (200 г ТНТ). Диапазон размеров измеряемых наночастиц зародышей 1–600 Å. Эти размеры зарядов соответствуют реально используемым боевым зарядам. Это принципиально, так как детонационные процессы зависят от размеров взрывчатки (масштабный эффект). Аналогичные эксперименты в мире не проводятся, но планиру-

ется в Argonne National Laboratory (США). Полученные данные позволили модернизировать коды суперкомпьютера ВНИИТФ, добавив в них расчет процесса нуклеации продуктов детонации.

На станции проводится тестирование быстрых однокоординатных детекторов, разрабатываемых в ИЯФ СО РАН специально для исследования быстропотекающих процессов [29].

Станция укомплектована следующим уникальным оборудованием: взрывная камера ВК-200, пневматическое нагружающее устройство, скоростная фотокамера НАНОГЕЙТ.

Станция “Жесткая рентгенооскопия”

Станция создана на базе канала вывода СИ № 8 из ускорителя электронов ВЭПП-4М. Источником СИ является 9-полюсный вигглер с магнитным полем 1.92 Тл, расположенным на расстоянии 33 м от места размещения объекта исследования. Станция предназначена для проведения исследований методами рентгеновской дифракции, флуоресцентного анализа и компьютерной томографии в жестком энергетическом диапазоне от 30 до 120 кэВ. Для выделения рабочей длины волны из энергетического спектра СИ используется двух-кристальный монохроматор, созданный на базе монокристалла кремния (111), работающий в параллельной брегговской геометрии.

Для проведения исследований фазового состава методами рентгеновской дифракции используется детектор Mar345s обладающий высокой квантовой эффективностью и динамическим диапазоном регистрации 17 Бит.

Оригинальная система, обеспечивающая аэродинамическую левитацию, позволяет производить нагрев шарообразного образца до температуры плавления и исключает возможность взаимодействия с материалом ячейки. Нагрев осуществляется непрерывным лазерным излучением, что обеспечивает возможность рентгеноструктурных исследований образцов при температурах свыше 2000°C [30].

Рентгенофлуоресцентный анализ проводится с использованием энергодисперсионного германиевого детектора фирмы “Canberra” с рабочей площадью 100 мм² и толщиной кристалла 10.5 мм. Энергетический диапазон СИ использующийся на станции позволяет получать информацию о концентрации “тяжелых” элементов с точностью 1 ppm. При проведении рентгенофлуоресцентного анализа предусмотрена возможность картирование образца с шагом 100 мкм.

Также на станции предусмотрена возможность получение томографических данных о структуре образцов размером до 100 мм в диаметре с про-

странственным разрешением не хуже 100 мкм [31]. Для томографической съемки используется детектор DM-20-08K10-00-R фирмы “Teledyne Dalsa”, позволяющий получать 16 битные широкоформатные изображения.

Станция “Плазма”

Станция установлена на канале СИ № 8-с ВЭПП-4 и предназначена для исследования поведения материалов стенок термоядерного реактора ITER при ELM – неустойчивости (Edge-Localized Mode instability), сопровождающейся сбросом энергии 100 Дж за время порядка 100 нс.

Пластины дивертора ITER будут сделаны из вольфрама, который может разрушиться при импульсном нагреве. Причинами образования трещин являются деформации и механические напряжения, вызванные резким повышением температуры тонкого поверхностного слоя.

Станция “Плазма” разработана для динамических измерений деформаций и механических напряжений в вольфраме при импульсном нагреве во время ELM сброса, которое моделируется лазерным импульсным излучением длительностью 100 нс с энергией до 100 Дж и длиной волны 1 мкм. Регистрация рентгенограмм осуществляется быстрым однокоординатным детектором DIMEX [32].

Первые результаты были получены на монокристаллическом вольфраме [33]. Наблюдаемая эволюция формы дифракционного пика согласуется с теоретическими предсказаниями, основанными на расчетах деформации, вызванной импульсным нагревом. Деконволюция распределения остаточных напряжений показала хорошее согласие с теоретической моделью распределения деформаций в тонком поверхностном слое образца при импульсном нагреве. Обнаружены три четко различимые стадии эволюции дифракционного пика, коррелирующие с эволюцией температурных и деформационных распределений. Остаточная пластическая деформация возрастала при последующих импульсах нагрева и приводила к разрушению образца, что сопровождалось раздвоением наблюдаемого дифракционного пика.

Кроме того, были проведены первые эксперименты по измерению дифракции на поликристаллическом вольфраме. Для этого эксперимента разрабатывается специальный детектор.

Станция “Космос”

Станция изначально была предназначена для проведения широкого круга метрологических работ по калибровке различного рода детекторов,

оптических элементов, а также целых модулей, работающих с излучением мягкого рентгеновского диапазона. Широкодиапазонный монохроматор, который был сконструирован для этих целей, использовал многослойные зеркала и позволял покрыть спектральный диапазон 30–3000 эВ и обеспечить спектральное разрешение, достаточное для проведения большинства метрологических измерений [34, 35]. Также монохроматор использовался для выполнения работ в ВУФ области. В этом случае на механизме монохроматора устанавливалось зеркало полного внешнего отражения и дифракционная решетка. Для подавления кратных порядков использовался MgF_2 , обеспечивающий эффективную работу в ВУФ диапазоне 11.5–23 А. С использованием этого монохроматора в промежутке 2015–2021 гг. была прокалибрована спектральная чувствительность трех полетных образцов прибора ВУСС-Э для трех космических миссий “Электро-Л” № 3, № 4 и № 5 [36]. При использовании в составе монохроматора кристаллов кремния Si(111) его спектральное разрешение возросло до $\Delta E/E = 10^{-4}$ во всем рабочем диапазоне 2000–9000 эВ [37], что позволило проводить измерения спектральных свойств (спектральное разрешение, пиковый коэффициент отражения) для рентгеновских кристаллов RbAP, слюды и кремния. Также, для проведения спектроскопических измерений для станции “Космос” был изготовлен новый двухкристалльный монохроматор, на котором оба кристалла были установлены на одном гониометре. При изготовлении кристаллов угол между поверхностью кристалла и кристаллографической поверхностью Si(111) был выбран равным приблизительно 0.3° , при этом кристаллы на механизме монохроматора были установлены в антипараллельной схеме, в результате чего направление полного внешнего отражения и направление луча, диафрагмировавшего от кристаллографической плоскости, отличаются друг от друга на 0.6° , что позволяет избежать паразитной длинноволновой засветки детектора без использования фильтров. Такая геометрия существенно повышает светосилу двухкристалльного монохроматора. На двухкристалльном монохроматоре проведен ряд измерений XAFS спектров вблизи краев К-краев химических элементов P, S, Cl, Ti, Cu и L-краев Mo, Nb [38–40].

В работе использовалось оборудование ЦКП “СЦСТИ” на базе УНУ “Комплекс ВЭПП-4 – ВЭПП-2000” в ИЯФ СО РАН.

Работы связанные с совершенствованием станции “LIGA-технология и рентгеновская литография” и оснащением “чистой комнаты” вы-

полнены в рамках Соглашения с Минобрнауки России № 075-15-2021-1359.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Дарьин Ф.А., Ракиун Я.В., Сороколетов Д.С. и др. // Ядерн. физ. и инж. 2017. Т. 8. № 1. С. 86.
2. Сороколетов Д.С., Ракиун Я.В., Дарьин Ф.А. // Автометрия. 2015. № 3. С. 94.
3. Сороколетов Д.С., Ракиун Я.В., Дарьин Ф.А., Гогин А.А. // Автометрия. 2022. Т. 58. № 1. С. 68.
4. Дарьин А.В., Ракиун Я.В. // Науч. вестн. Новосиб. гос. тех. ун-та. 2013. № 2(51). С. 112.
5. Дарьин А.В., Ракиун Я.В. // Науч. вестн. Новосиб. гос. тех. ун-та. 2013. № 2(51). С. 119.
6. Бадретдинова Л.Х., Костицын О.В., Смирнов Е.Б. и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2015. Т. 79. № 1. С. 21; Badretdinova L.K., Kostitsyn O.V., Smirnov E.B. et al. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2015. V. 79. No. 1. P. 15.
7. Malikov A., Orishich A., Vitoshkin I. et al. // J. Manufact. Process. 2021. V. 64. P. 620.
8. Drobchik A.N., Nikitin V.V., Fokin M.I. et al. // J. Synchrotron. Rad. 2022. V. 29. P. 515.
9. Evdokov O.V., Titov V.M., Tolochko B.P., Sharafutdinov M.R. // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2009. V. 603. No. 1–2. P. 194.
10. Sharafutdinov M.R., Korchagin M.A., Shkodich N.F. et al. // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2007. V. 575. No. 1–2. P. 149.
11. Ancharova U.V., Mikhailenko M.A., Tolochko B.P. et al. // IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Engin. 2015. V. 81. No. 1. Art. No. 012122.
12. Александров В.Е., Долголантеев А.В., Иоффе В.Б. и др. // ФГВ. 1983. № 4. С. 17; Aleksandrov V.V., Korchagin M.A., Tolochko B.P., Sheromov M.A. // Combust. Explos. Shock Waves. 1983. V. 19. No. 4. P. 430.
13. Loginova M., Sobachkin A., Sitnikov A. et al. // J. Synchrotron Rad. 2019. V. 26. P. 1671.
14. Аульченко В.М., Жуланов В.В., Кулипанов Г.Н. и др. // УФН. 2018. Т. 188. № 6. С. 577; Aulchenko V.M., Zhulanov V.V., Kulipanov G.N. et al. // Phys. Usp. 2018. V. 61. No. 6. P. 515.
15. Ten K.A., Aulchenko V.M., Lukjanchikov et al. // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2009. V. 603. No. 1–2. P. 102.
16. Aulchenko V.M., Baru S.E., Evdokov O.V. et al. // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2010. V. 623. No. 1. P. 600.
17. Ten K.A., Prueel E.R., Kashkarov A.O. et al. // J. Phys. Conf. Ser. 2019. V. 1147. No. 1. Art. No. 012020.
18. Ten K.A., Прюэл Э.Р., Кашкаров А.О. и др. // ФГВ. 2018. Т. 54. № 5. С. 103; Ten K.A., Prueel E.R., Kashkarov A.O. // Combust. Explos. Shock Waves. 2018. V. 54. No. 5. P. 606.
19. Aulchenko V.M., Evdokov O.V., Kutovenko V.D. et al. // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2009. V. 603. No. 1–2. P. 76.
20. Rempel S.V., Eselevich D.A., Vinokurov Z.S. et al. // Ceram. Int. 2022. V. 48. No. 2. P. 2843.
21. Mishchenko D., Vinokurov Z., Gerasimov E. et al. // Crystals. 2022. V. 12. No. 3. P. 344.
22. Kaichev V.V., Vinokurov Z.S., Saraev A.A. // Catal. Sci. Technol. 2021. V. 11. No. 13. P. 4392.
23. Lyubas G.A., Tolochko B.P., Ancharov A.I. et al. // AIP Conf. Proc. 2020. V. 2299. Art. No. 050007.
24. Иванов В.Ю., Зинин Э.И., Пустоваров В.А. // Поверхность. Рентген. синхротр. и нейтрон. исслед. 2015. № 10. С. 28; Ivanov V.Yu., Zinin E.I., Pustovarov V.A. // J. Surf. Invest. X-Ray. Synchrotron. Neutron. Tech. 2015. V. 9. No. 5. P. 1016.
25. Tolochko B.P., Kosov A.V., Evdokov O.V. et al. // Phys. Procedia. 2016. V. 84. P. 427.
26. Rubtsov I.A., Ten K.A., Prueel E.R. et al. // J. Phys. Conf. Ser. 2019. V. 1147. No. 1. Art. No. 012038.
27. Смирнов Е.Б., Музыря А.К., Костицын О.В. и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2015. Т. 79. № 1. С. 27; Smirnov E.B., Muzyrya A.K., Kostitsyn O.V. et al. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2015. V. 79. No. 1. P. 20.
28. Прюэл Э.Р., Тен К.А., Толочко Б.П. и др. // ДАН. 2013. Т. 448. № 1. С. 38; Prueel E.R., Ten K.A., Tolochko B.P. // Dokl. Phys. 2013. V. 58. No. 1. P. 24.
29. Aulchenko V.M., Evdokov O.V., Shekhtman L.I. et al. // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2009. V. 603. No. 1–2. P. 73.
30. Ivanov I.A., Dub V.S., Karabutov A.A. et al. // Sci. Reports. 2021. V. 11. No. 1. Art. No. 23501.
31. Marusin V.V., Kuper K.E. // Precambrian Res. 2020. V. 340. Art. No. 105627.
32. Aulchenko V., Shekhtman L., Zhulanov V. et al. // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2017. V. 845. P. 169.
33. Arakcheev A.S., Aulchenko V.M., Balash I.I. et al. // J. Synchrotron Rad. 2019. V. 26. P. 1644.
34. Николенко А.Д., Авакян С.В., Афанасьев И.М. и др. // Поверхность. Рентген. синхротр. и нейтрон. исслед. 2012. № 5. С. 13; Nikolenko A.D., Avakyan S.V., Afanasiev I.M. et al. // J. Surf. Invest. X-Ray. Synchrotron. Neutron. Tech. 2012. V. 6. P. 388.
35. Ахсаханян А.А., Вайнер Ю.А., Гарахин С.А. и др. // Поверхность. Рентген. синхротр. и нейтрон. исслед. 2019. № 1. С. 14; Akhsakhalyan A.A., Weiner Yu.A., Garakhin S.A. et al. // J. Surf. Invest. X-Ray. Synchrotron. Neutron. Tech. 2019. V. 13. P. 1.
36. Нусинов А.А., Алексеева А.В., Заверткин П.С. и др. // Гелиогеофиз. 2020. № 26. С. 31.
37. Заверткин П.С., Ивлешкин Д.В., Машковцев М.Р. и др. // Автометрия. 2019. Т. 55. № 2. С. 5.
38. Федоренко А.Д., Семушкина Г.И., Перегудова Н.Н. и др. // ЖСХ. 2021. Т. 62. № 6. С. 921; Fedorenko A.D., Semushkina G.I., Peregudova N.N. // J. Struct. Chem. 2021. V. 62. P. 853.
39. Федоренко А.Д., Фоменко Я.С., Гонгола М.И. и др. // ЖСХ. 2021. Т. 62. № 10. С. 1636; Fedorenko A.D., Fomenko I.S., Gongola M.I. et al. // J. Struct. Chem. 2021. V. 62. P. 1531.
40. Korotaev E.V., Syrovashin M.M., Filatova I.Y. et al. // AIP Conf. Proc. 2020. V. 2299. No. 1. Art. No. 080004.

Synchrotron radiation-based works at the Novosibirsk research center

**K. V. Zolotarev^{a, b, c, *}, A. I. Ancharov^{a, d}, Z. S. Vinokurov^{a, b, c}, B. G. Goldenberg^{a, b}, F. A. Darin^{a, b},
V. V. Kriventsov^{a, c}, G. N. Kulipanov^{a, b}, K. E. Cooper^{a, b}, A. A. Legkodymov^{a, b}, G. A. Lyubas^d,
A. D. Nikolenko^{a, b, c}, K. A. Ten^{a, e}, B. P. Tolochko^{a, d}, M. R. Sharafutdinov^{a, b, d}, A. N. Shmakov^{a, b, c},
E. B. Levichev^{a, b}, P. A. Piminov^{a, b}, A. N. Zhuravlev^{a, b}**

^a*Budker Institute of Nuclear Physics of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630090 Russia*

^b*Synchrotron Radiation Facility – Siberian Circular Photon Source “SKIF”, Boreskov Institute of Catalysis
of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Koltsovo, 630559 Russia*

^c*Federal Research Center Boreskov Institute of Catalysis of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences,
Novosibirsk, 630090 Russia*

^d*Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences,
Novosibirsk, 630090 Russia*

^e*Lavrentiev Institute of Hydrodynamics of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences,
Novosibirsk, 630090 Russia*

**e-mail: K.V. Zolotarev@inp.nsk.su*

The Center for Collective Use “Siberian Center for Synchrotron and Terahertz Radiation” provides users from various organizations with the opportunity to use modern analytical techniques using synchrotron radiation beams for a wide range of research work. At present, the general direction of the development of new techniques is focused on the development of new original approaches to the use of synchrotron radiation.

УДК 537.626:538.945

СВЕРХПРОВОДЯЩИЙ ОНДУЛЯТОР С ПЕРИОДОМ 15.6 мм И ПОЛЕМ 1.2 Тл

© 2023 г. В. А. Шкаруба^{1, 2, *}, А. В. Брагин¹, А. А. Волков^{1, 2}, А. И. Ерохин¹, А. В. Зорин¹,
Ф. П. Казанцев¹, П. В. Каноник¹, Н. А. Мезенцев^{1, 2}, А. Н. Сафронов¹, А. А. Седов¹,
О. А. Тарасенко¹, С. В. Хрущев^{1, 2}, В. М. Цуканов^{1, 2}

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Федеральный исследовательский центр Институт катализа имени Г.К. Борескова
Сибирского отделения Российской академии наук”,
Центр коллективного пользования “Сибирский кольцевой источник фотонов”, Кольцово, Россия

*E-mail: shkaruba@mail.ru

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

Сверхпроводящий ондулятор с периодом 15.6 мм и полем 1.2 Тл, созданный в ИЯФ СО РАН, был испытан в собственном криостате на основе косвенного охлаждения с нулевым расходом гелия. Представлены основные характеристики и особенности конструкции магнитной и криогенной систем этого вставного устройства. Описаны результаты измерений магнитного поля. Обсуждаются особенности работы криогенной системы в различных режимах.

DOI: 10.31857/S0367676522701289, EDN: ABVVMV

ВВЕДЕНИЕ

Наиболее востребованными устройствами для генерации синхротронного излучения на современных источниках СИ являются сверхпроводящие ондуляторы. Именно сверхпроводящие технологии позволяют достигать наибольшей величины уровня магнитного поля при минимальном периоде, по сравнению с аналогичными устройствами на постоянных магнитах [1–3]. Это дает возможность получать на источниках СИ с энергией до 3 ГэВ спектральные характеристики излучения, которые не уступают по яркости и величине потока фотонов машинам с более высокой энергией. Сверхпроводящий 119-периодный ондулятор с периодом 15.6 мм и полем 1.2 Тл был создан в ИЯФ СО РАН и испытан в собственном криостате на основе косвенного охлаждения с нулевым расходом гелия. Магнитная структура ондулятора основана на чередующихся активных и нейтральных полюсах [4, 5]. На основе измерений магнитного поля была рассчитана величина фазовой ошибки, которая не превышает 3 градусов, что является необходимым условием работоспособности ондулятора. Основные параметры ондулятора представлены в табл. 1.

МАГНИТНАЯ СИСТЕМА ОНДУЛЯТОРА

Магнитная система ондулятора, создающая вертикальное магнитное поле с периодически изменяющейся полярностью, конструктивно состоит из верхней и нижней половинки и основана на чередующихся активных и нейтральных полюсах. Такая схема была получена преобразованием из обычной магнитной структуры, где все полюса состоят из обмоток типа горизонтальный рейстрек, намотанных на железный сердечник и расположенных напротив друг друга. Так как на прямолнейных участках такой структуры токи в соседних обмотках протекают сонаправленно, то эти участки были объединены в единые обмотки двойной толщины и замкнуты снаружи поочередно то в одну, то в другую сторону. Магнитное поле всех активных полюсов на каждой из половинок магнита направлено навстречу друг другу и обе половинки сдвинуты относительно друг друга на полпериода. Таким образом, напротив каждого активного полюса, имеющего собственную обмотку, расположенного на одной из половинок магнита, находится нейтральный полюс другой половинки, как показано на 3-D модели на рис. 1а. При этом величина периода 15.6 мм складывается из ширины одного активного полюса

Таблица 1. Основные параметры ондулятора

Параметр	Значение
Номинальное магнитное поле, Тл	1.2
Период вигглера, мм	15.6
Межполюсный зазор, мм	8
Вертикальная апертура для пучка, мм	6
Горизонтальная апертура для пучка, мм	60
Число периодов	119
Магнитная длина, мм	~1900
Длина между фланцами	~2500
Ток в обмотке, А	~500
Мощность излучения (при $B = 1.2$ Тл, $I = 0.4$ А, $E = 3$ ГэВ), кВт	~7
Горизонтальный угол излучения, мрад	± 0.32
Среднеквадратичная фазовая ошибка, град	<3
Максимальное значение параметра отклонения K	~1.73

размером 11.4 мм и одного нейтрального полюса шириной 4.2 мм. На рис. 1б показан внешний вид готовой магнитной структуры с чередующимися активными и нейтральными полюсами.

Основным элементом магнитной структуры является сверхпроводящая катушка, намотанная

на железном сердечнике, конструкция которой была оптимизирована для получения максимального поля на орбите пучка. Внутри межполюсного зазора высотой 8 мм на расстоянии 0.5 мм располагается вакуумная камера пучка с толщиной стенки 0.5 мм. Таким образом, вертикальная апертура вакуумной камеры для электронного пучка имеет размер 6 мм. Использовался сверхпроводящий Nb–Ti/Cu провод диаметром 0.55 мм, включая лаковую изоляцию, имеющий критической ток 260 А в поле 7 Тл. Оптимальная обмотка с витками, расположенными в шахматном порядке, состоит из 7 слоев и 12 витков в каждом полном слое. Максимальное поле в критической области обмотки при токе 500 А составляет 4.25 Тл, что соответствует уровню поля 1.2 Тл на оси ондулятора.

Магнитная структура ондулятора состоит из 119 основных периодов с номинальным магнитным полем на орбите величиной 1.2 Тл, а также боковых катушек с полем 3/4 и 1/4 от величины основного поля, служащих для зануления интегралов поля и замыкания орбиты пучка. Для защиты обмоток при срыве сверхпроводимости использованы цепочки последовательно соединенных диодов и резисторов, подключенных параллельно основным обмоткам. На рис. 2а и 2б представлен внешний вид половинки магнита в процессе сборки и внешний вид магнита ондулятора в сборе, соответственно.

Схема с нейтральными и активными полюсами позволяет вдвое уменьшить количество катушек в ондуляторе. Также вдвое уменьшается и число электрических контактов между катушками и, соответственно, снижается мощность, выделяемая на этих соединениях при протекании тока. Еще одно преимущество данной схемы состоит в том, что, действие пондеромоторных сил, которые расталкивают две соседних обмотки между собой в магните обычной конфигурации, в

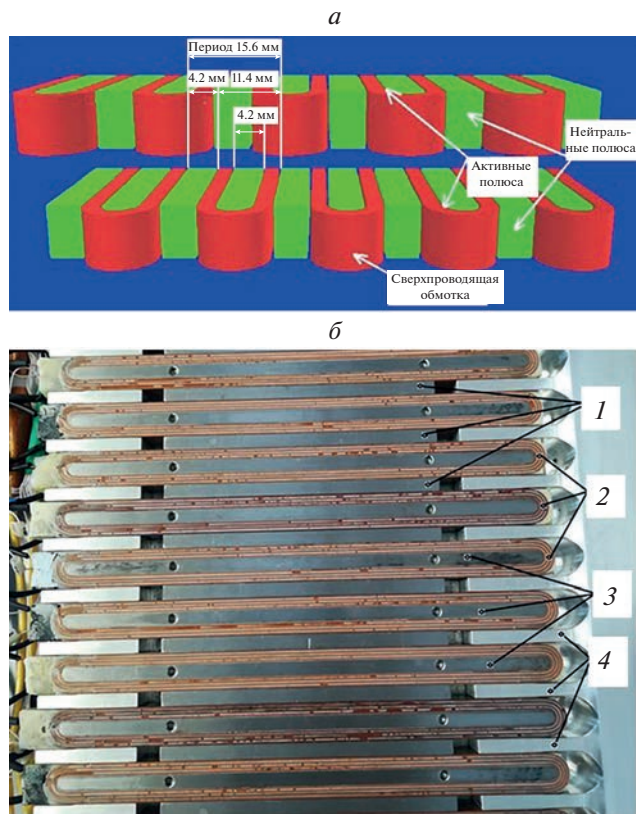


Рис. 1. Магнитная структура ондулятора с чередующимися активными и нейтральными полюсами: 3D модель (а), внешний вид (б).

данной схеме уравнивается, так как силы направлены внутрь объединенной обмотки двойной толщины. Таким образом, сверхпроводящие обмотки становятся более устойчивыми к потере сверхпроводимости благодаря ограничению движения витков провода под действием пондеромоторных сил. Это позволяет устанавливать катушки в пазы магнита без использования специального механического бандажирования, необходимого в конструкции с обычной конфигурацией. Верхняя и нижняя половинка магнита изготовлена из алюминиевого сплава 6063, имеющего высокую теплопроводность в рабочем диапазоне температур ~ 3 К, что важно для сухого магнита с косвенным охлаждением, работающего в вакууме. Конструктивно данная схема с высокой точностью обеспечивает стабильный размер периода на всей длине ондулятора, что минимизирует вклад погрешности длины периода в величину фазовой ошибки.

КРИОГЕННАЯ СИСТЕМА ОНДУЛЯТОРА

Криогенная система ондулятора с нулевым расходом гелия работает на принципе косвенного охлаждения, при котором магнит располагается не в сосуде с жидким гелием, а в вакууме и охлаждение всех элементов криостата производится посредством криокулеров [6]. Это дает возможность убрать из магнитного зазора камеру гелиевого сосуда и использовать только одну вакуумную камеру для пролета пучка и, соответственно, увеличить уровень магнитного поля за счет уменьшения величины магнитного зазора.

Принцип работы криостата с нулевым расходом гелия, основан на перехвате всех притоков тепла снаружи криостата, а также тепла, выделяемого внутри криостата от протекающего тока и воздействия электронного пучка, на соответствующие ступени криокулеров. В криостате используется два криокулера Sumitomo SRDK-415D и два криокулера Sumitomo SRDK-408S. Рабочая температура магнита на уровне ~ 3.5 К поддерживается за счет циркуляции жидкого гелия по каналам, просверленным в верхней и нижней половинках магнита. При этом жидкий гелий, находится в небольшом сосуде объемом ~ 30 л, расположенном вне магнита в защитном вакууме криостата. Охлаждение и реконденсация испарившегося гелия производится двумя вторыми ступенями криокулеров SRDK-415D, имеющими мощность 1.5 Вт при температуре 4.2 К, через медные теплообменники, встроенные гелиевый сосуд.

Ввод тока в обмотки магнита производится посредством комбинированных тоководов, состоящих из последовательно соединенных между собой латунных стержней и керамических ВТСП тоководов, охлаждаемых соответствующими ступенями криокулеров SRDK-415D. При этом приток

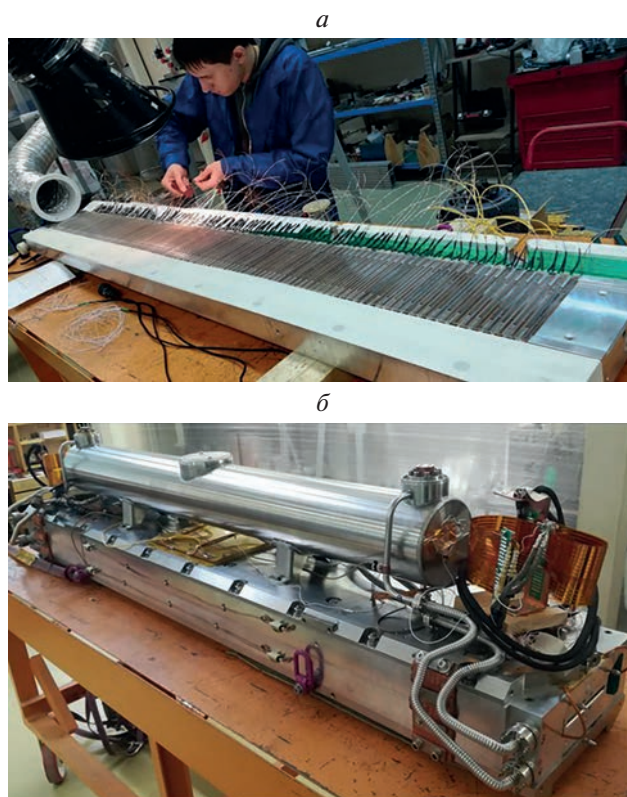


Рис. 2. Внешний вид магнита ондулятора: половинки магнита в процессе сборки (а), магнит в сборе с установленным гелиевым сосудом (б).

тепла, приходящий снаружи по оптимизированному латунному тоководу, а также джоулево тепло, выделяемое при протекании тока, перехватывается в месте контакта с внутренним тоководом первой ступенью криокулера с температурой 60 К. Нижняя часть внутреннего ВТСП токовода охлаждается 4 К ступенью криокулера. Охлаждение медного теплового экрана криостата производится одновременно всеми четырьмя 60 К ступенями криокулеров с общей холодильной мощностью 180 Вт. На рис. 3а представлена конструкция криостата на основе косвенного охлаждения.

Камера пучка, изготовленная методом экструзии из алюминиевого сплава 6063, имеет толщину стенок 0.5 мм и расположена с зазором 0.5 мм относительно поверхности сверхпроводящих полюсов. Внутренняя апертура вакуумной камеры имеет размер 6 мм по вертикали и 60 мм по горизонтали. Для увеличения эффективности отвода тепла, наводимого в стенках камеры токами изображения и синхротронным излучением, используются дополнительные медные тепловоды, охлаждаемые вторыми ступенями нижних криокулеров SRDK-408S с минимальной температурой 8 К. Сечение магнитного зазора с вакуумной камерой внутри показано на рис. 3б.

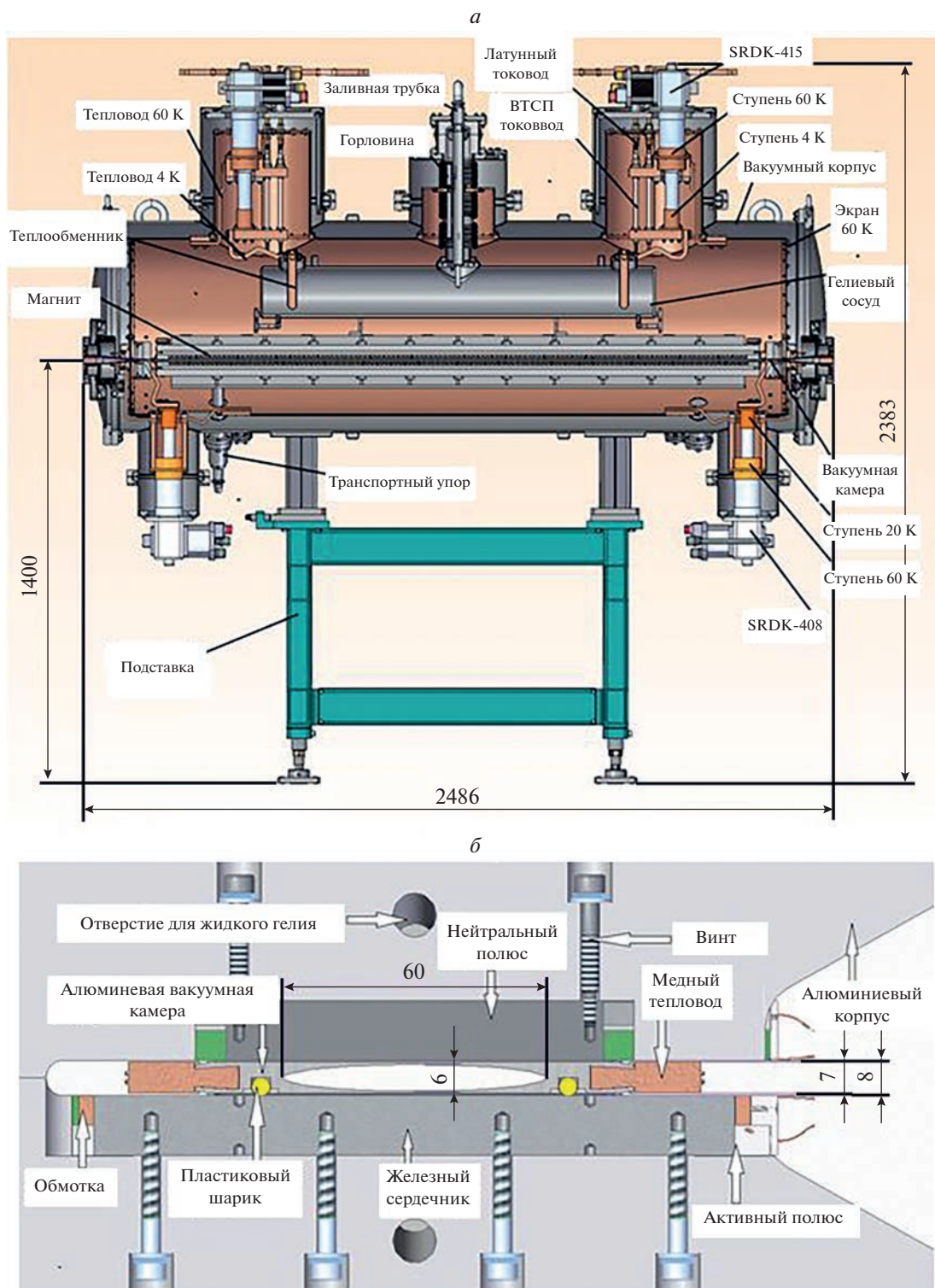


Рис. 3. Конструкция криостата ондулятора на основе косвенного охлаждения: продольное сечение криостата (а), сечение магнитного зазора с вакуумной камерой внутри (б).

Для предварительного охлаждения магнита до рабочих температур используется холодильная мощность первых ступеней криокулеров SRDK-415D с

температурой 60 К. В качестве тепловода используются две азотные тепловые трубки сифонного типа, соединяющие ступени криокулера с магни-

том, каждая из которых обеспечивает отвод тепла величиной до 100 Вт [7]. При достижении температуры замерзания азота ~ 64 К тепловая связь между магнитом и криокулером автоматически прерывается. Для предотвращения преждевременного замерзания тепловых трубок и повышения эффективности их работы используются резистивные нагреватели, управляемые по специальному алгоритму на основе измерения температуры азота. По достижению минимально возможной температуры с помощью тепловых трубок дальнейшее охлаждение магнита происходит только за счет циркуляции гелия, охлаждаемого вторыми ступенями криокулеров SRDK-415D через медные теплообменники в гелиевом сосуде.

Особенностью работы данного криостата является полный отказ от использования жидких хладагентов, как в процессе захолаживания, так и во время длительной эксплуатации. Для предварительного охлаждения и достижения рабочего температурного режима используется только газообразный гелий, который подается в гелиевый сосуд непосредственно из баллона со сжатым гелием. При подаче газообразного гелия из баллона с помощью редуктора поддерживается постоянное абсолютное давление на уровне ~ 1.8 бар. Криостат оборудован клапаном аварийного сброса давления, срабатывающий при давлении в сосуде ~ 2 бар. По мере понижения температуры плотность гелия в криостате постепенно увеличивается и, по достижению соответствующей температуры, начинается ожижение гелия и повышение его уровня в гелиевом сосуде. При этом всего одного стандартного баллона с газообразным гелием, содержащего ~ 5.7 м³ газа, что эквивалентно ~ 8 л жидкого гелия, достаточно для охлаждения магнита до рабочей температуры и достижения уровня гелия величиной $\sim 10\%$.

Общий расчетный приток тепла в криостат на холодную массу с температурой 4.2 К составляет ~ 2 Вт, а соответствующая полная холодильная мощность вторых ступеней криокулеров SRDK-415D равна ~ 3 Вт. Поэтому избыточная охлаждающая мощность величиной ~ 1 Вт в тепловом балансе криостата приводит к переохлаждению магнита до температуры ~ 3.5 К и соответственно понижению абсолютного давления в гелиевом сосуде, отсеченном от наружной атмосферы, до ~ 0.7 бар. Таким образом, криостат не только не расходует жидкий гелий, но и работает при давлении ниже давления наружной атмосферы. Работа при пониженной температуре не только повышает надежность работы криостата и увеличивает ресурс работы криокулеров за счет снижения тепловой нагрузки, но и дает возможность увеличить уровень магнитного поля благодаря смещению токовой характеристики сверхпроводящего провода. Кроме того, наличие отрицательного давления создает дополнительный буферный объем в

гелиевом сосуде, что позволяет сохранять постоянным объем гелия в криостате во время срыва сверхпроводимости, так как давление в сосуде при этом не превышает давления срабатывания аварийного клапана ~ 2 бар. В таком режиме криогенная система ондулятора позволяет работать автономно внутри биозащиты синхротрона в течение нескольких лет.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ.

В процессе изготовления ондулятора было проведено несколько циклов испытаний полного размерного 119-периодного ондулятора в собственном криостате с косвенным охлаждением. Особенность проведения измерений магнитного поля в таком ондуляторе состоит в том, что при столь малом “холодном” межполюсном зазоре величиной 8 мм, соответствующая вертикальная апертура вакуумной камеры для пучка, равная всего 6 мм, не позволяет разместить в ней еще и измерительную камеру с “теплой” апертурой, достаточной для установки измерительной каретки с датчиком Холла. Поэтому для проведения магнитных измерений собственная камера была заменена на специально изготовленную измерительную алюминиевую камеру с доступной вертикальной апертурой 5.5 мм, открытую на атмосферу. Для тепловой изоляции измерительной камеры в доступном зазоре между сверхпроводящими обмотками и наружной атмосферой, равном всего 0.75 мм, был помещен тепловой экран из медной фольги толщиной 0.2 мм с температурой ~ 20 К, а также несколько слоев экранно-вакуумной изоляции с нейлоновыми дистанцирующимися проставками. Несмотря на наличие тепловой изоляции, температура внутри “теплого” зазора измерительной камеры не поднималась выше 50 К, что создавало дополнительные трудности для проведения магнитных измерений датчиком Холла и потребовало вводить дополнительную коррекцию измерений, учитывающую реальную температуру.

Для исключения неконтролируемого нагрева сверхпроводящих обмоток ондулятора со стороны измерительной камеры первое включение ондулятора было проведено вообще без камеры с вакуумированным зазором между полюсами магнита. В процессе тренировки при быстром подъеме поля в течение 5 мин со скоростью ~ 2 А/с удалось достичь максимального уровня поля 1.26 Тл. Однако уровень поля, обеспечивающий долговременную стабильную работу, не превышал 1.15 Тл. При более высоких полях происходила неконтролируемая потеря сверхпроводимости через несколько минут после установки поля. Был обнаружен эффект пульсации температуры на контактах между последовательно соединенными обмотками, который возникал при превышении

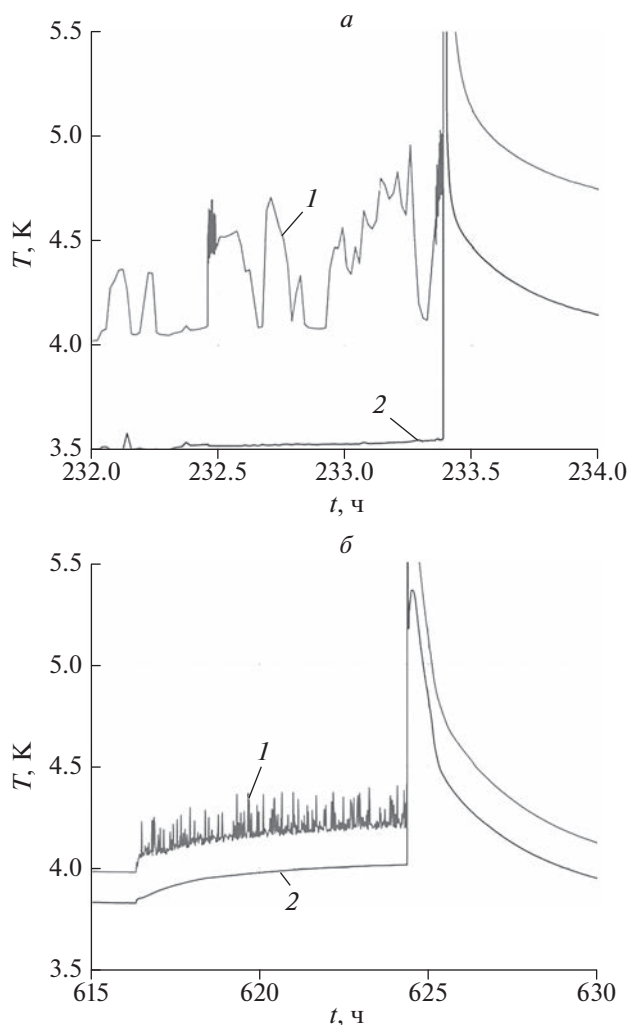


Рис. 4. Поведение температуры Nb–Ti контакта (1) и магнита (2): рост температуры контакта до 5 К без дополнительного охлаждения (а), стабилизация температуры на 4.3 К с дополнительным охлаждением (б).

некоторого порогового значения тока. Так, при достижении величины тока более, чем ~ 250 А, температура контакта плавно повышалась с 4 К и начинала пульсировать с периодом ~ 2 –4 с с амплитудой до 5 К. Дальнейшее медленное увеличение тока приводило к общему нагреву магнита и срыву сверхпроводимости. Так как остаточное сопротивление контактов между обмотками, изготовленных методом холодной сварки сверхпроводящих жил, не превышает $\sim 10^{-10}$ Ом, то выделение джоулева тепла при токе 500 А не должно было превышать ~ 10 мВт. Однако обнаруженный эффект пульсации температуры мог приводить к дополнительному неконтролируемому нагреву. Для устранения обнаруженного эффекта, вероятно, связанного со скачками магнитного потока внутри соединений сверхпроводящих проводов, было сделано дополнительное охлаждение каж-

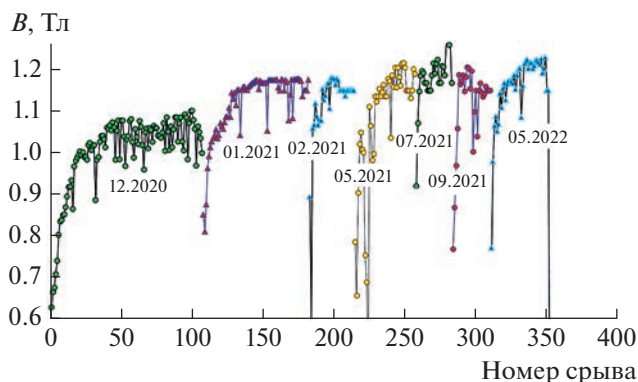


Рис. 5. График тренировки магнита ондулятора для получения максимального уровня магнитного поля.

дого из ~ 240 контактов с использованием электрически изолированных медных теплопроводов, отводящих тепло непосредственно на корпус магнита. Следующее испытание ондулятора, проведенное уже с установленной измерительной камерой, показало, что хотя температурные пульсации и сохранились, но уровень температур на контакте снизился до 4.3 К, что обеспечило стабильную работу на поле 1.22 Тл в течение нескольких суток. Поведение температуры контакта до и после дополнительного охлаждения представлены на рис. 4а и 4б, соответственно. График тренировки магнита на получение максимального магнитного поля приведен на рис. 5. Напряжения, возникающие на обмотках ондулятора при срывах сверхпроводимости длительностью не более 10 мс не превышали безопасных 150 В.

ФАЗОВАЯ ОШИБКА

Критерием качества ондулятора является величина фазовой ошибки, характеризующая отличие магнитного поля реального устройства от идеального синусоидального поля, которая должна быть не более 3 градусов. При использовании ондуляторов для генерации излучения на современных источниках СИ, имеющих малый эмиттанс и энергетический разброс, значение этого параметра особенно возрастает, так как большая величина фазовой ошибки будет ограничивать яркость излучения на высоких гармониках и не позволит в полной мере использовать возможности накопителя.

Качество магнитного поля ондулятора определяет величину фазовой ошибки, которая возрастает с увеличением разницы амплитуды поля между полюсами, а также с изменением величины периода на длине ондулятора. Различие амплитуды поля возрастает не только при изменении магнитного зазора, но и при разбросе геомет-

рических размеров обмоток, а также неточности установки обмоток в каркасе магнита. По оценкам эти отличия не должны превышать 10–20 мкм. Неточности в размере периода были минимизированы на всей длине магнита, так как пазы для установки катушек были профрезерованы именно с такой точностью. Однако обеспечить такую же повторяемость в изготовлении самих сверхпроводящих полюсов не представляется возможным. Поэтому величина фазовой ошибки ондулятора, вычисленная на основе магнитных измерений датчиком Холла сразу после изготовления ондулятора, оказалась более 5 градусов.

Для снижения величины фазовой ошибки было сделано несколько последовательных перестановок полюсов между собой на основе измерения амплитуд магнитного поля. Целью первой перестановки было получение плавного изменения магнитного зазора вдоль всего магнита. Затем были сделаны локальные перестановки полюсов с сильно различающимися амплитудами поля между собой. Однако сильное взаимное влияние магнитного поля соседних катушек не позволило точно определять амплитуду поля на каждом отдельном полюсе, поэтому величину фазовой ошибки не удалось снизить менее чем до 4 градусов. Дальнейшие попытки улучшить качество магнитного поля путем локальных изменений магнитной структуры не привели к заметному снижению величины фазовой ошибки, поэтому был предложен новый способ для ее коррекции.

Учитывая, что ошибки в амплитудах поля между полюсами не превышали ~1%, все последовательно соединенные обмотки на каждой из половинок магнита были разбиты на 12 одинаковых участков, каждый из которых был запитан отдельным корректирующим источником тока, величиной до 5 А, что составляет ~1% от максимального рабочего тока 500 А. Таким образом, используя возможность независимо изменять токи в каждой группе катушек, был предложен следующий алгоритм коррекции фазовой ошибки. В структуре с активными и нейтральными полюсами магнитное поле на всех полюсах верхней половинки магнита направлено вниз, к оси ондулятора, а на нижней половинке, соответственно, вверх. Поэтому появляется возможность независимо изменять величину поля одинаково на всех полюсах каждого из участков коррекции. На первом этапе на каждом из двух участков верхней и нижней половинок, расположенных друг напротив друга, одновременно создавались корректирующие магнитные поля, либо сонаправленные, либо противоположные основному направлению поля на каждом из этих участков. Это позволило минимизировать различие уровней магнитного поля между всеми 12 корректируемыми участками.

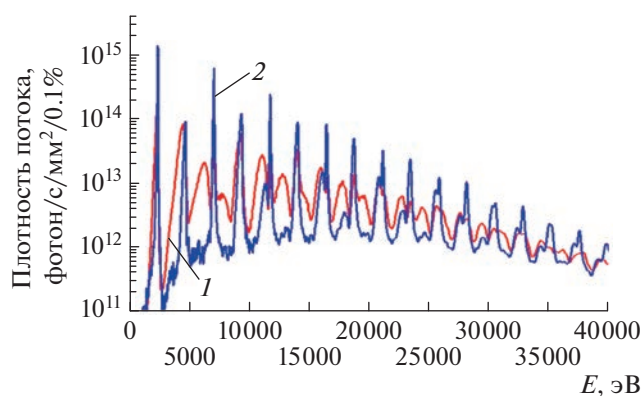


Рис. 6. Спектры излучения, рассчитанные программой SPECTRA на основе нескорректированного (1) и скорректированного магнитного поля (2) ондулятора ($E = 3$ ГэВ, $I = 400$ мА, $\epsilon_x = 75$ пм · рад, $B = 1.2$ Тл).

ми. На следующем этапе корректирующие поля на противоположных участках создавались уже сонаправлено между собой, либо вниз, либо вверх, что создавало дополнительные дипольные поля на оси ондулятора, позволяющие локально корректировать орбиту пучка на каждом из 12 участков. Таким образом, на каждом из этих двух этапов был осуществлен подбор корректирующих токов, суперпозиция которых позволила одновременно скорректировать как уровень магнитного поля, так и орбиту пучка в ондуляторе. В результате коррекции величина интегральной фазовой ошибки, вычисленной на основе скорректированного распределения магнитного поля вдоль ондулятора, составила 2.9 градуса, а локальная фазовая ошибка снизилась до 1.9 градуса. На рис. 6 представлены спектры излучения, рассчитанные программой SPECTRA [8] на основе нескорректированного и скорректированного магнитного поля ондулятора для энергии электронного пучка 3 ГэВ, тока 0.4 А и эмиттанса 75 пм · рад, из которых видно, что спектральные пики излучения после коррекции магнитного поля значительно выросли на всех гармониках.

Питание обмоток ондулятора корректирующими токами осуществлялась через специальные комбинированные токовводы, состоящие из последовательно соединенной медной проволоки, оптимизированной на протекание тока до ~5 А, ВТПС ленты и Nb–Ti проволоки. Места соединения всех участков комбинированных токовводов между собой охлаждались через изолированные теплоперехваты соответствующими ступенями криокулеров с температурами 60, 20 и 4 К. Внешний вид комбинированных токовводов для ввода токов коррекции фазовой ошибки представлен на рис. 7.

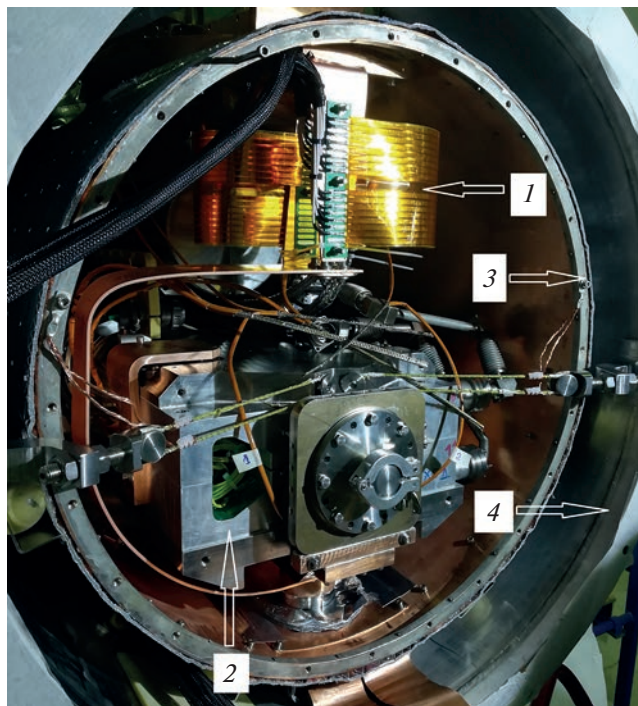


Рис. 7. Внешний вид конструкции комбинированных тоководов для ввода токов коррекции фазовой ошибки: 1 – тоководы, 2 – магнит, 3 – экран, 4 – корпус криостата.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Полноразмерный 119-полюсный сверхпроводящий ондулятор с периодом 15.6 мм, уровнем магнитного поля 1.2 Тл и апертурой для пучка 6 мм был успешно испытан в собственном крио-

стате на основе косвенного охлаждения. В ходе испытания был получен стабильный долговременный уровень магнитного поля величиной более 1.2 Тл, предложен и осуществлен метод коррекции, позволяющий достигать величины фазовой ошибки менее 3 градусов, а также продемонстрирована надежная долговременная работа криогенной системы с косвенным охлаждением, позволяющая работать автономно внутри биозащиты накопителя в течение нескольких лет.

Работа выполнена в рамках соглашения с Минобрнауки России № 075-15-2021-1359 и частично при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках государственного задания Института химии твердого тела и механохимии СО РАН (проект № FWUS-2021-0004).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Gluskin E., Mezentsev N.* // In: Synchrotron light sources and free-electron lasers. Cham: Springer, 2020.
2. *Kasa M., Borland M., Emery L. et al.* // Phys. Rev. Accel. Beams. 2020. V. 23. No. 5. Art. No. 050701.
3. *Casalbuoni S., Blomley E., Glamann N. et al.* // AIP Conf. Proc. 2016. V. 1741. Art. No. 020002.
4. *Mezentsev N.A., Khrushchev S.V., Shkaruba V.A. et al.* // Proc. RuPAC'16. (St. Petersburg, 2016). Art. No. TUCAMH01.
5. *Bragin A., Khrushchev S., Lev V. et al.* // IEEE Trans. Appl. Supercond. V. 28. No. 4. Art. No. 4101904.
6. *Bragin A., Gusev Ye., Khrushchev S. et al.* // Phys. Procedia. 2016. V. 84. P. 54.
7. *Tsukanov V.M., Khrushchev S.V., Mezentsev N.A. et al.* // AIP Conf. Proc. 2020. V. 2299. Art. No. 020018.
8. *Tanaka T., Kitamura H.* // J. Synchrotron Radiat. 2001. V. 8. No. 6. P. 1221.

Superconducting undulator with period of 15.6 mm and magnetic field of 1.2 T

V. A. Shkaruba^{a, b, *}, A. V. Bragin^a, A. A. Volkov^{a, b}, A. I. Erokhin^a, A. V. Zorin^a, F. P. Kazantsev^a, P. V. Kanonik^a, N. A. Mezentsev^{a, b}, A. N. Safronov^a, A. A. Sedov^a, O. A. Tarasenko^a, S. V. Khrushchev^{a, b}, V. M. Tsukanov^{a, b}

^a Budker Institute of Nuclear Physics of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630090 Russia

^b Synchrotron Radiation Facility – Siberian Circular Photon Source “SKIF”, Boreskov Institute of Catalysis of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Koltsovo, 630559, Russia

*e-mail: shkaruba@mail.ru

A superconducting undulator with a period of 15.6 mm and a field of 1.2 T created at Budker INP SB RAS was tested in its own cryostat based on indirect cooling with zero helium consumption. The report presents the main characteristics and design features of the magnetic and cryogenic systems of this insertion device. The results of measurements of the magnetic field are presented and the features of the operation of the cryogenic system in various modes are shown.

УДК 537.626:538.945

МЕТОДЫ МИНИМИЗАЦИИ МАГНИТНЫХ ИНТЕГРАЛОВ В СВЕРХПРОВОДЯЩИХ ВСТАВНЫХ УСТРОЙСТВАХ

© 2023 г. А. В. Зорин^{1, 2, 3, *}, Н. А. Мезенцев^{1, 2}, В. А. Шкаруба^{1, 2}, В. М. Цуканов^{1, 2},
А. А. Волков^{1, 2}, О. А. Тарасенко¹, П. В. Каноник^{1, 3}, Ф. П. Казанцев¹

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Федеральный исследовательский центр “Институт катализа имени Г.К. Борескова
Сибирского отделения Российской академии наук”,
Центр коллективного пользования “Сибирский кольцевой источник фотонов”, Кольцово, Россия

³Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
“Новосибирский национальный исследовательский государственный университет”, Новосибирск, Россия

*E-mail: a.v.zorin@inp.nsk.su

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

Метод магнитных измерений с помощью натянутой проволоки с постоянным током используется при производстве вставных устройств генерации синхротронного излучения. Метод позволяет измерить и минимизировать первый и второй интегралы магнитного поля вдоль траектории пучка в ускорителе. Рассмотрена проблема провисания проволоки.

DOI: 10.31857/S0367676522701162, EDN: BBSGEE

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время в России ведется строительство Сибирского кольцевого источника фотонов (СКИФ) — специализированного источника синхротронного излучения (СИ) 4-го поколения с предельно низким эмиттансом. Для генерации СИ будут применяться, в том числе, такие вставные устройства (ВУ), как сверхпроводящие вигглеры и ондуляторы [1]. Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук (ИЯФ СО РАН) имеет 20-летний опыт разработки, производства, ввода в эксплуатацию, поддержки и модернизации подобных устройств [2] и участвует в поставке ВУ для СКИФ.

ВСТАВНЫЕ УСТРОЙСТВА

Многополюсный вигглер или ондулятор представляет собой последовательность магнитов, создающих знакопеременное магнитное поле на участке движения электронного пучка в ускорителе. Генерация СИ происходит за счет приобретения электронами ускорения под действием силы Лоренца [3]. Как правило, при проектировании кольцевого ускорителя оставляют прямолинейные

промежутки, в которые и устанавливают ВУ. При отсутствующем или выключенном ВУ траектория пучка в прямолинейном промежутке представляет собой отрезок горизонтальной прямой. Изменение траектории при работе ВУ на выходе прямолинейного промежутка можно описать двумя величинами: углом и смещением в каждой плоскости (горизонтальной и вертикальной). Легко показать, что они пропорциональны, соответственно, первому и второму интегралу магнитного поля по перемещению вдоль оси Oy (1, 2), рис. 1. Таким образом, при настройке ВУ требуется минимизировать и измерить первый и второй интегралы магнитного поля [4]. В случае ВУ на основе электромагнитов (в том числе сверхпроводящих) настройка осуществляется путем изменения тока в специальных корректирующих катушках.

$$I_1^x = \int_0^L B_z(y) dy, \quad (1)$$

$$I_2^x = \int_0^L dy \int_0^y B_z(y') dy'. \quad (2)$$

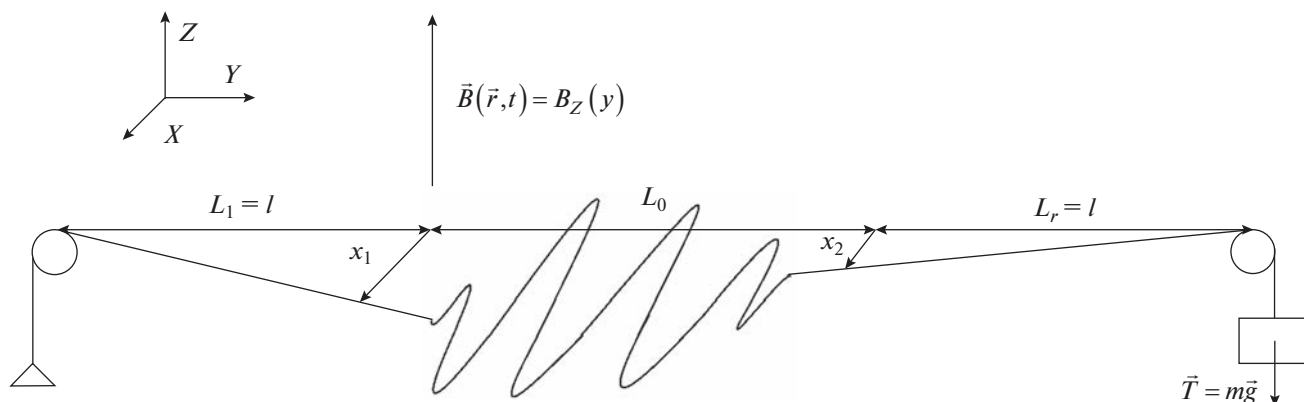


Рис. 1. Схема измерительной системы. Если магнитное поле имеет только вертикальную компоненту B_z , а провисание отсутствует, то проволока искривляется только в горизонтальной плоскости XY .

СИСТЕМЫ МАГНИТНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ

Известно несколько типов систем магнитных измерений. Датчик Холла измеряет магнитное поле, что позволяет получить максимум информации о поле, а не только вычислить магнитные интегралы. Недостатком такой системы является большое время сканирования (40 мин для двухметрового магнита), нестабильность параметров датчика в случае сверхпроводящих устройств из-за быстрого изменения температуры. Движущиеся контуры, генерирующие ЭДС по закону Фарадея, позволяют измерить одновременно лишь один интеграл (в зависимости от формы контура); их применяют для измерения постоянных магнитов с большим зазором. Натянутая вдоль траектории движения электронного пучка проволока с током наилучшим образом подходит для измерения сверхпроводящих ВУ с точки зрения геометрических размеров системы, так как внутренняя высота измерительной камеры современных ВУ может составлять 5 мм и менее. В свою очередь, в зависимости от формы тока такая система делится на несколько разновидностей. Метод импульсного тока является альтернативой методу с датчиком Холла, но предъявляет очень высокие требования к качеству проволоки (постоянству толщины, отсутствию эллипсности, примесей). Метод резонансной раскачки позволяет одновременно измерять множество интегралов, что актуально для ондуляторов, но чрезвычайно чувствителен к способу закрепления концов проволоки. Настоящая статья посвящена методу постоянного тока [5, 6], который является простым и эффективным для измерения двух магнитных интегралов и некоторых других характеристик магнитного поля.

На рис. 1 показана система измерений натянутой проволокой с постоянным током. Проволока опирается на ролики, находящиеся на одной высоте на расстоянии L_w друг от друга, и натягивает-

ся с помощью груза массы m с силой $T = mg$. На расстоянии L_l от левого ролика, максимально близко от левого края измерительной камеры, расположен датчик положения проволоки, измеряющий ее смещение x_1 вдоль оси Ox при включении постоянного тока I в проволоку. Аналогичный датчик, измеряющий смещение x_2 , расположен на расстоянии L_r от правого ролика. Расстояние между датчиками (длина измерительной камеры) — L_0 ($L_w = L_l + L_0 + L_r$), в этом промежутке расположен измеряемый магнит длиной L_m . Пусть $L_r = L_l = l$; $x_1, x_2 \ll l$; магнитное поле имеет только вертикальную компоненту и зависит только от координаты y ($B(x, y, z, t) = B_z(y)$, y лежит внутри L_m); пренебрежем провисанием проволоки. В таком случае известно [5], что X -компонента первого интеграла магнитного поля пропорциональна сумме смещений x_1 и x_2 , а второго — их разности (3, 4). При наличии компоненты магнитного поля B_x Z -компоненты магнитных интегралов определяются аналогичным образом через смещения по оси Z .

$$I_1^x = \frac{T}{\mu} (x_1 + x_2), \quad (3)$$

$$I_2^x = \frac{TL_w}{2\mu} (x_1 - x_2). \quad (4)$$

Для улучшения точности получившейся измерительной системы следует увеличивать ее чувствительность, а для этого можно уменьшать натяжение и увеличивать ток. При неизменном материале проволоки для увеличения тока требуется увеличивать площадь поперечного сечения проволоки. Это приводит к увеличению погонной плотности проволоки и ее провисанию. Таким образом, существенной проблемой является выбор проволоки (материал, толщина), силы тока и силы натяжения. Помимо провисания, необходимо учесть жесткость пучка, эффект фокусиров-

Таблица 1. Характеристики использованных проволок

Материал	Диаметр, мкм	Натяжение, Н	Ток, А
NbTi	300	73	5
Л63	200	4	2
Л63	300	18	3
БрБ2	200	37	2
Cu	400	20	5

ки [5] и требования к точности измерений, которые зависят от характеристик измеряемого ВУ, а не проволоки. Проволока без тока не должна взаимодействовать с магнитным полем; на практике это не всегда так, вероятно, из-за примесей в проволоке. Минимальная толщина проволоки связана с используемым датчиком положения; в нашем случае это 200 мкм для лазерного микрометра Metralight microXY. Как следствие, не существует одной лучшей проволоки; для каждого конкретного ВУ характеристики измерительной системы, в том числе материал и толщину проволоки, следует подбирать индивидуально.

На практике нами были испробованы следующие проволоки: сверхпроводящий NbTi-провод; проволока из бериллиевой бронзы БрБ2; проволока из латуни Л63; медный провод (табл. 1). Механические флуктуации положения проволоки за 1 мин составляют не более ± 3 мкм при установке датчиков на отдельных опорах и не более ± 7 мкм при установке датчиков на корпусе сверхпроводящего ВУ (увеличение флуктуаций связано с вибрацией ВУ из-за криокулеров и вакуумных насосов). При настройке интегралов их значения не превышают 10^{-5} Тл · м для I_1 и 10^{-5} Тл · м² для I_2 , что соответствует сумме и разности отклонений проволоки до 10 мкм. При измерении интегралов во время подъема и опускания поля их значения (за исключением области малых полей, обычно до 0.5–1.0 Тл, где играет роль остаточная намагниченность) не превышают 10^{-4} Тл · м и 10^{-4} Тл · м². Это типичные значения для сверхпроводящих вигглеров.

Провисание проволоки ограничивается в первую очередь высотой измерительной камеры: провисание не может быть больше этой величины на длине камеры L_0 . В реальности, однако, поле ВУ зависит от координаты z (рис. 2), особенно при удалении от центра по оси Ox , что требуется, например, для измерения секступольной компоненты магнитного поля. Можно ввести понятие медианной плоскости — это плоскость, на которой магнитное поле ВУ имеет только компоненту Z ; в идеальном случае она является горизонтальной и расположенной посередине между полюсами. Практический алгоритм поиска медианной плоскости приведен в [5]. Алгоритм подразумева-

ет перемещение проволоки в вертикальной плоскости, что накладывает более жесткие требования на провисание. Известно, что кривая провисания описывается цепной линией, являющейся нелинейной; провисание на длине магнита L_m отличается от провисания на длине измерительной камеры L_0 непропорционально отношению L_m/L_0 . Для большинства сверхпроводящих вигглеров приемлемым провисанием на длине L_m (1–2 м) является 0.5 мм, в некоторых случаях до 1.5 мм.

СВЕРХПРОВОДЯЩИЙ ОНДУЛЯТОР

В настоящее время в ИЯФ СО РАН разрабатывается сверхпроводящий ондулятор, имеющий множество особенностей по сравнению с производимыми ранее сверхпроводящими вигглерами. В частности, из-за наличия пассивных полюсов, сдвига активных полюсов в верхней и нижней половинах магнита [7] и особой конфигурации корректирующих катушек на концах ондулятора возникает существенное поле B_y , взаимодействующее с негоризонтальными участками проволоки и искажающее результаты измерений X -компонент магнитных интегралов. Была поставлена задача уменьшить провисание на длине $L_m = 2$ м до 0.1 мм, что невозможно с используемыми ранее проволоками при сохранении приемлемой точности измерений.

Было предложено использовать составную проволоку. В качестве токоведущей части взят однопроволочный медный провод сечением

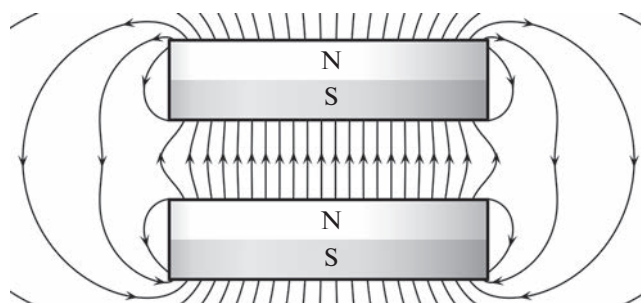


Рис. 2. Силовые линии магнитного поля одной пары катушек без учета магнитопровода.

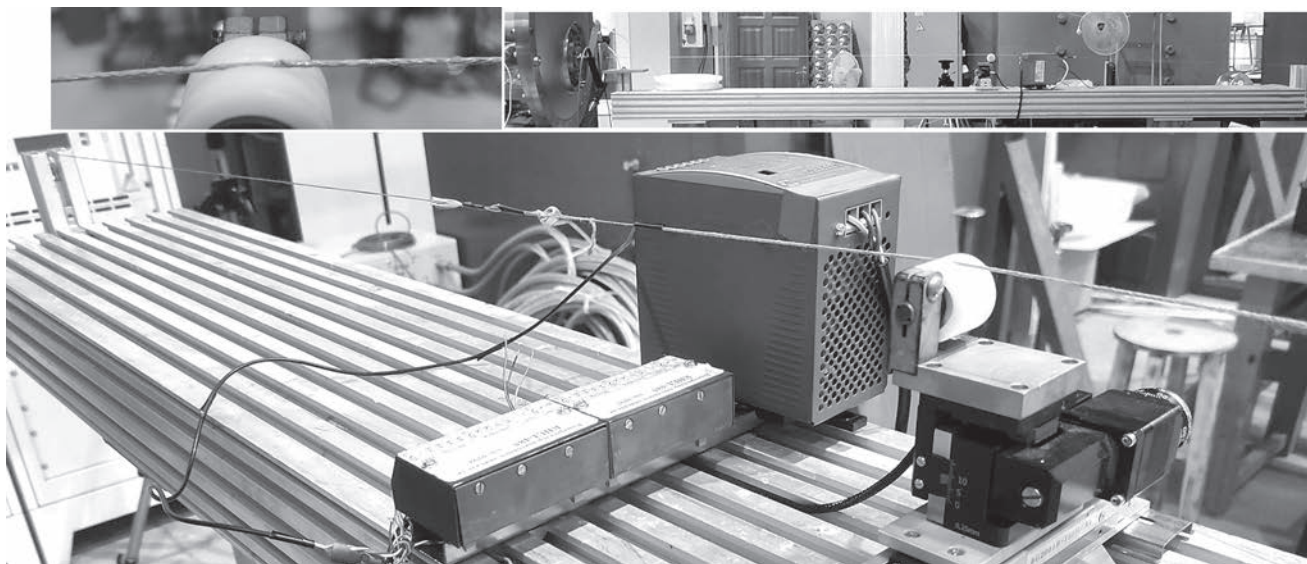


Рис. 3. Система натяжения составной проволоки. Токоведущий медный провод выходит из кевларового чулка между роликами. Ролик, установленный на моторизованных подвижках, испытывает минимальную нагрузку.

1 мм², что позволяет использовать ток более 10 А в долгосрочном режиме. Провод помещен в кевларовый чулок, выдерживающий натяжение более 300 Н. В связи с увеличившимися механическими нагрузками изменена система натяжения проволоки (рис. 3): по краям добавлена вспомогательная пара роликов, на которую приходится почти вся нагрузка; при этом внутренние ролики, которые и определяют положение проволоки с помощью моторизованных 2-координатных подвижек, испытывают нагрузку менее 10 Н.

Полученная система была испытана при измерениях сверхпроводящего ондулятора с максимальным полем 1.2 Тл. Экспериментально было обнаружено, что настройка интегралов с помощью проволоки с постоянным током возможна лишь в диапазоне 0.72–0.87 Тл. Компьютерное моделирование подтвердило, что при больших полях данный метод неприменим даже с нулевым провисанием из-за различных положений медианной плоскости в соседних парах полюсов. Магнитные измерения сверхпроводящего ондулятора были завершены с помощью серии измерений датчиками Холла при разных положениях по оси Oz .

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Кратко описаны различные системы магнитных измерений вставных устройств генерации синхротронного излучения. Подробно рассказано о системе измерений с помощью натянутой проволоки с постоянным током. Обсуждается проблема провисания проволоки. Обобщается опыт использования различных проволок в ИЯФ СО РАН при производстве сверхпроводящих виг-

глеров. Предлагается модификация системы с помощью составной проволоки и дополнительных роликов. Обновленная система опробована при измерениях сверхпроводящего ондулятора.

Работа выполнена в рамках Соглашения с Минобрнауки России № 075-15-2021-1359 и частично при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках государственного задания Института химии твердого тела и механохимии СО РАН (проект № FWUS-2021-0004).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Зорин А.В., Мезентцев Н.А., Золотарев К.В., Шкаруба В.А. // Изв. РАН. Сер. физ. 2019. Т. 83. № 2. С. 168; Zorin A.V., Mezentsev N.A., Zolotarev K.V., Shkaruba V.A. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2019. V. 83. No. 2. P. 121.
2. Gluskin E., Mezentsev N. Superconducting wigglers and undulators: Synchrotron light sources and free-electron lasers. Accelerator physics, instrumentation and science applications. Cham: Springer Nature. 2020. P. 935.
3. Bogomyagkov A.V., Karyukina K.Y., Levichev E.B. // Tech. Phys. 2016. V. 61. P. 119.
4. Khrushchev S., Mezentsev N., Lev V. et al. // Proc. IP-AC2014 (Dresden, 2014). P. 4103.
5. Mezentsev N., Tsukanov V., Zorin A. // Phys. Procedia. 2016. V. 84. P. 67.
6. Bekhtenev E., Dementiev V., Fedurin M. et al. // Nuclear Instrum. Meth. Phys. Res. A. 1998. V. 405. P. 214.
7. Mezentsev N.A., Khrushchev S.V., Shkaruba V.A. et al. // Proc. RuPAC2016 (St. Petersburg, 2016). P. 21.

Magnetic integrals minimization methods for superconducting insertion devices

**A. V. Zorin^{a, b, c, *}, N. A. Mezentsev^{a, b}, V. A. Shkaruba^{a, b}, V. M. Tsukanov^{a, b}, A. A. Volkov^{a, b},
O. A. Tarasenko^a, P. V. Kanonik^{a, c}, F. P. Kazantsev^a**

^a *Budker Institute of Nuclear Physics of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630090 Russia*

^b *Synchrotron Radiation Facility-Siberian Circular Photon Source "SKIF", Boreskov Institute of Catalysis
of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Koltsovo, 630559 Russia*

^c *Novosibirsk State University, Novosibirsk, 630090 Russia*

**e-mail: a.v.zorin@inp.nsk.su*

Stretched wire with direct current magnetic measurements method is used for producing synchrotron radiation generation insertion devices. The method allows to measure and to minimize the first and the second magnetic field integrals. The paper focuses on the wire sag problem.

УДК 537.626:538.945

КОРРЕКЦИЯ ФАЗОВЫХ ОШИБОК СВЕРХПРОВОДЯЩЕГО ОНДУЛЯТОРА

© 2023 г. П. В. Каноник^{1, *}, В. А. Шкаруба^{1, 2}, А. А. Волков^{1, 2}, А. И. Ерохин¹, А. В. Зорин¹,
Ф. П. Казанцев¹, Н. А. Мезенцев^{1, 2}, О. А. Тарасенко¹, С. В. Хрушев^{1, 2}, В. М. Цуканов^{1, 2}

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Федеральный исследовательский центр “Институт катализа имени Г.К. Борескова
Сибирского отделения Российской академии наук”, Центр коллективного пользования
“Сибирский кольцевой источник фотонов”, Кольцово, Россия

*E-mail: kanpoul@mail.ru

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

Описан метод коррекции магнитного поля для сверхпроводящего ондулятора с нейтральными полюсами, изготовленного в ИЯФ, а также математический аппарат, рассчитывающий токи дополнительного питания для коррекции магнитного поля. Для коррекции поля и орбиты внутри ондулятора используются основные обмотки ондулятора, сгруппированные в отдельные группы и запитанные дополнительными токами. Проведены испытание данной схемы коррекции, а также сравнение теоретических и экспериментальных данных измеренного магнитного поля и посчитанных фазовых ошибок. В программе SPECTRA были рассчитаны спектры синхротронного излучения до и после коррекции.

DOI: 10.31857/S0367676522701174, EDN: AABVVB

ВВЕДЕНИЕ

Синхротронное излучение (СИ) сегодня является важным инструментом для исследования свойств вещества. Оно возникает при движении пучка электронов в магнитном поле. Некоторые из источников СИ являются многополюсными вставными устройствами с использованием сверхпроводящих технологий. Достоинство этих источников заключается в том, что они существенно повышают спектральную яркость потока излучения без существенных изменений параметров кольца. Такие устройства делятся на 2 категории – вигглеры и ондуляторы. Магнитное поле в вигглерах и ондуляторах имеет знакопеременную периодическую структуру в продольном направлении и характеризуется параметром отклонения $K = 0.934B\lambda$ (K/γ – максимальный угол отклонения орбиты электронов в магнитной структуре), где: B – амплитуда магнитного поля (Тл), λ – период (см), γ – релятивистский фактор электрона). Принято периодическую структуру называть ондулятором, если значение $K < 3$, и вигглером при $K > 3$.

Качественной характеристикой магнитного поля ондулятора является фазовая ошибка. Среднеквадратичное отклонение фазовой ошибки важно уменьшать, чтобы увеличить спектральную яркость источника.

В настоящее время в Институте ядерной физики имени Г.И. Будкера разработан сверхпроводящий ондулятор для национального синхротрона в Великобритании “Diamond Light Source” (DLS). По требованию заказчика среднеквадратичное отклонение локальной фазовой ошибки не должно превышать 3 градуса. Для выполнения требований с 2017 г. велась работа по достижению требуемого значения фазовой ошибки. Во-первых, была улучшена технология намотки катушек с помощью дополнительной накладки на сердечник, повышающей порядок слоев намотки. Во-вторых, с помощью микрометра была произведена сортировка катушек. В-третьих, была разработана система коррекции магнитного поля из 24 источников тока, которая может дополнительно запитывать катушки как индивидуально, так и группами.

Таблица 1. Параметры сверхпроводящего ондулятора

Параметр	Значение	Единица измерения
Магнитная длина	2	м
Общая длина ондулятора	2486	мм
Период	15.6	мм
Поле на оси	>1.2	Тл
K (параметр ондуляторности)	>1.7367	—
Минимальная апертура (вертикальная)	6	мм
Минимальная апертура (горизонтальная)	60	мм
Первый интеграл поля	$<\pm 0.5$	Гс · м
Второй интеграл поля	$<\pm 1$	Гс · м ²

ОНДУЛЯТОР

Разработанный сверхпроводящий ондулятор имеет максимальное поле в медианной плоскости 1.2 Тл и состоит из 120 периодов. Период включает в себя железный полюс с обмоткой (активный полюс) и железный полюс без обмотки (нейтральный полюс). Длина периода ондулятора — 1.56 см. Для увеличения точности расположения катушек, используется специальное ярмо с пазами для активных и нейтральных полюсов. Далее такие два ярма устанавливаются напротив друг друга, скрепляются и помещаются в криостат

Конструкционно верхняя половина магнита сдвинута относительно нижней на половину периода, и в результате каждый активный полюс располагается напротив нейтрального полюса. Структура с нейтральным полюсом обеспечивает вдвое меньшее количество катушек и лучшую точность позиционирования.

Активный полюс имеет ширину 11 мм, длину 146 мм и высоту 13.9 мм. Обмотка активного полюса изготовлена из проволоки Nb-Ti диаметром 0.55 мм на железном сердечнике. Обмотка имеет 7 слоев в ширину и 12(11) витков в слое. Полное количество витков в основных полюсах равно 81. Нейтральный полюс имеет ширину 4.2 мм и длину ~100 мм. Данные параметры активного и нейтрального полюсов были оптимизированы для обеспечения максимально возможного магнитного поля в плоскости медианы, а также для удовлетворения требований на однородность магнитного поля.

Более подробные характеристики ондулятора представлены в табл. 1 и в статьях [5, 6].

ФАЗОВЫЕ ОШИБКИ

Когда электрон движется вдоль оси ондулятора, то из-за искривления траектории и отличия скорости электрона от скорости света возникает отставание между излучаемыми волнами, которое на каждом полупериоде должно составлять

постоянное значение. Из-за неточностей изготовления магнитов возникают фазовые ошибки, которые снижают когерентность волн.

Численно фаза отставание электрона от световой волны рассчитывается как (1)–(3), а фаза отставания за полупериод как (4). Среднеквадратичное отклонение этих разностей называется локальной фазовой ошибкой (5), а среднеквадратичное отклонение функции (6) — суммарной фазовой ошибкой (7).

$$\varphi(z) = \frac{2\pi}{\lambda_{rad}} \left(\frac{z}{2\gamma^2} - \frac{1}{2} \int_0^z x'^2 dz \right), \quad (1)$$

$$x'(z) = \frac{e}{\gamma mc} \int_0^z B(z) dz, \quad (2)$$

$$\lambda_{rad} = \frac{\lambda_0}{2\gamma^2} \left(1 + \frac{K^2}{2} \right), \quad (3)$$

где x' — зависимость угла наклона пучка относительно оси ондулятора, B — значение магнитного поля ондулятора, z — координата, m — масса электрона, c — скорость света, γ — Лоренц фактор электронного пучка, λ_{rad} — длина волны излучения, λ_0 — период ондулятора, K — коэффициент ондуляторности.

$$\psi_i = \varphi(z_{i+1}) - \varphi(z_i), \quad (4)$$

$$\sigma_\psi = \sqrt{\frac{\sum_{n=0}^N (\psi_n - \bar{\psi})^2}{N}}, \quad (5)$$

$$\phi_i = \sum_{n=0}^{n=i} (\psi_n - i\bar{\psi}), \quad (6)$$

$$\sigma_\phi = \sqrt{\frac{\sum_{n=0}^N (\phi_n)^2}{N}}, \quad (7)$$

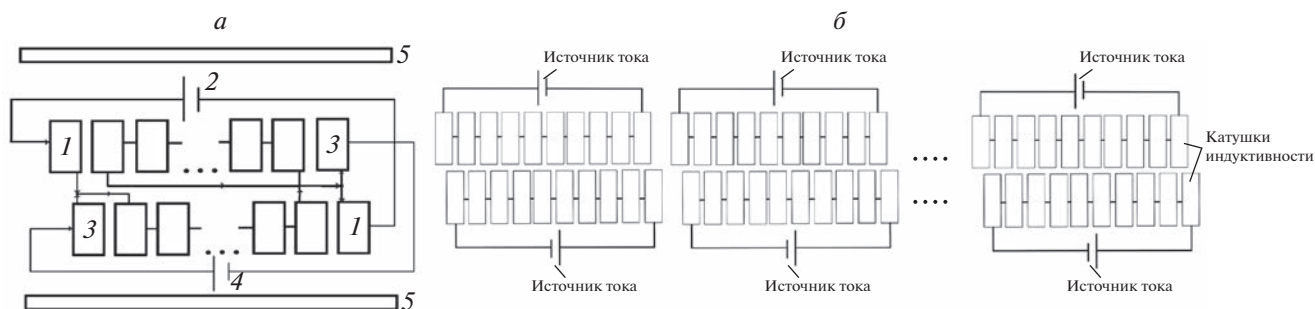


Рис. 1. Схематичное изображение ондулятора и включения токов (а). 1, 3 – Крайние корректирующие катушки, 2, 4 – источники, подающие токи, 5 – большие катушки, компенсирующие постоянную вертикальную составляющую магнитного поля. Схематичное изображение подключения дополнительных источников тока к сгруппированным полюсам (б).

где N – количество полюсов ондулятора, i – номер полюса, z_i – координата нуля магнитного поля ондулятора, $\bar{\psi}$ – среднее значение фаз отставания за все полупериоды (4).

Особенно значимое влияние фазовые ошибки оказывают на получение высокочастотных гармоник ондулятора. В статье [3] было показано, что отношение максимумов спектральной яркости СИ ондулятора с фазовой ошибкой к максимумам спектральной яркости без фазовой ошибки дается коэффициентом R .

$$R = \exp(-n^2 \sigma_\phi^2), \quad (8)$$

где n – номер гармоники, σ_ϕ – суммарная фазовая ошибка.

В работе [1] было показано, что формула (8) в некоторых случаях занижает спектральную яркость ондулятора. В статье [2] автор вывел формулу, которая описывает влияние фазовых ошибок и учитывает все возможные размеры пучка и различные значения суммарных фазовых ошибок. Также автор доказал, что его формула в предельном случае точечного пучка сходится к (8), а в пределе пучка с большими размерами к формуле (8), в которой вместо σ_ϕ используется σ_ψ .

Для оценки влияния фазовых ошибок на ондуляторный спектр хорошо ориентироваться на разные фазовые ошибки исходя из размеров самого пучка.

Согласно формуле (8) значение локальной фазовой ошибки в 3 градуса достаточно, чтобы получить 15–16 гармоник, на существующих источниках СИ 3 поколения. С учетом параметров пучка, строящегося синхротрона СКИФ, при коррекции ондулятора стоит ориентироваться на значение суммарной фазовой ошибки в размере 3 градуса.

СИСТЕМА КОРРЕКЦИИ

Коррекция магнитного поля сверхпроводящего ондулятора делится на 2 этапа. Сначала устанавливается требуемый угол влета пучка в ондулятор и удаляется паразитная вертикальная компонента поля. Делается это с помощью специальных дополнительных катушек и метода натянутой проволоки [8] или с помощью магнитных измерений датчиком Холла.

Система питания ондулятора состоит из двух источников тока по 300 А. Один из них запитывает первую катушку, второй источник – вторую. Далее токи соединяются, и суммарный ток идет через все остальные катушки. Варьируя соотношения токов источников, можно менять углы влета в ондулятор (рис. 1а).

Из-за наличия нейтральных полюсов молекулярные токи создают дополнительную паразитную, вертикальную компоненту магнитного поля, которая компенсируется большими обмотками, располагаемыми над всеми катушками (рис. 1а).

Далее, после того как был установлен требуемый угол влета и удалена паразитная компонента магнитного поля, следует второй этап коррекции. Для уменьшения разброса амплитуд магнитного поля и выравнивания орбиты пучка внутри ондулятора все катушки делятся на последовательные 24 группы по 10 штук и запитываются дополнительными источниками тока (рис. 1б).

Математический расчет корректирующих токов проводится с помощью предварительно измеренного магнитного поля в горизонтальном криостате с помощью датчика холла HGT 1050.

Основой по которой производится расчет набора дополнительных токов, является функция, описывающая добавку магнитного поля от одной катушки к полю всего ондулятора при добавлении в нее определенного тока. Она была получена из смоделированного ондулятора в программе Mathcad и аналитически аппроксимирована.

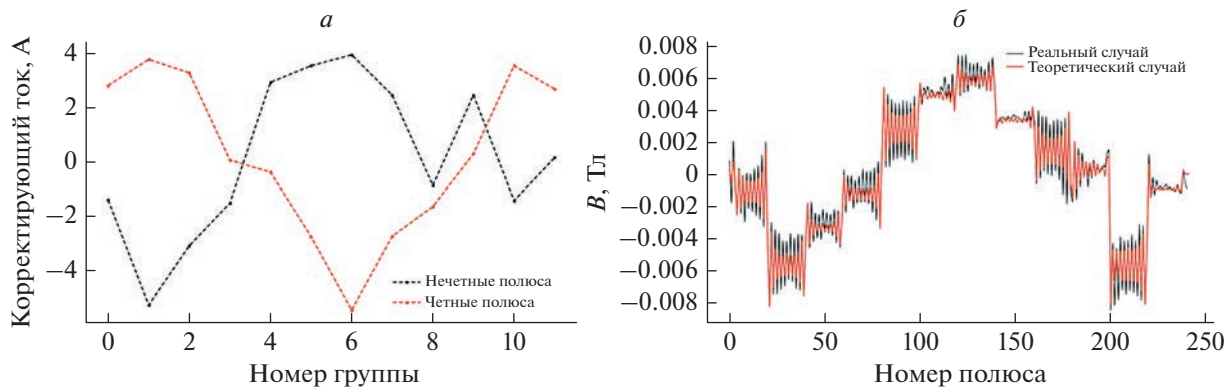


Рис. 2. Дополнительные токи для каждой группы полюсов ондулятора с магнитным полем 1.15 Тл (а). Разница амплитуд магнитного поля от номера полюса до и после корректировки, рассчитанная теоретически и полученная из эксперимента (б).

Конструктивные особенности магнита таковы, что верхние и нижние группы катушек сдвинуты относительно друг друга на полпериода (рис. 1б). Из-за этого при одинаковом токе в противоположно стоящих группах катушек траектория пучка не изменяется, и наоборот изменится при разных значениях. Из-за этой особенности добавочный ток состоит из двух частей: той, которая идет на приближение среднего поля группы к среднему полю всего ондулятора, и той, которая идет на выравнивание траектории пучка электронов внутри ондулятора.

Первая добавка вычисляется с помощью аппроксимированной функции добавки магнитного поля от одной катушки. Вторая добавка вычисляется с помощью метода наименьших квадратов (9). Ниже представлена матрица, решение которой дает вторую добавку токов (10).

$$\sum (X'_i - \alpha_1 U_{1i} - \alpha_2 U_{2i} - \dots - \alpha_{12} U_{12i})^2 \rightarrow \min, \quad (9)$$

$$\begin{pmatrix} \alpha_1 \\ \alpha_2 \\ \vdots \\ \alpha_{12} \end{pmatrix} = \left(\begin{pmatrix} \sum U_{1i} U_{1i} & \sum U_{2i} U_{1i} & \dots & \sum U_{12i} U_{1i} \\ \sum U_{1i} U_{2i} & \sum U_{2i} U_{2i} & \dots & \sum U_{12i} U_{2i} \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ \sum U_{1i} U_{12i} & \sum U_{2i} U_{12i} & \dots & \sum U_{12i} U_{12i} \end{pmatrix}^{-1} \begin{pmatrix} \sum X'_i U_{1i} \\ \sum X'_i U_{2i} \\ \vdots \\ \sum X'_i U_{12i} \end{pmatrix} \right). \quad (10)$$

где X'_i — первый интеграл ондулятора до i -й координаты без коррекции токами, U_{ji} — добавка к первому интегралу j -й группы от тока в 1 ампер

без учета поля от остальных групп. Коэффициенты α_j — значения вторых слагаемых дополнительных токов для каждой группы.

В зависимости от результатов на разные наборы катушек подаются дополнительные токи с целью максимально уменьшить разброс значений пиков магнитного поля по модулю и выровнять траекторию полета частиц.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ПРОВЕРКА СИСТЕМЫ КОРРЕКЦИИ

На данном этапе ведется отладка системы коррекции магнитного поля ондулятора. Математически рассчитываются токи, после они подаются в группы, далее экспериментально измеряется магнитное, на основании чего корректируются токи необходимое количество раз.

Ниже представлены результаты. На рис. 2а представлены графики доп. токов для поля 1.15 Тл. На рис. 2б представлены графики разницы амплитуд магнитного поля от номера полюса до и после корректировки, рассчитанные теоретически и полученные из эксперимента. Среднеквадратичное отклонение двух графиков друг от друга составляет 0.001 Тл. В результате экспериментов было обнаружено, что на данную величину варьируются измерения датчика Холла при одном и том же магнитном поле ондулятора.

Ниже на рис. 3 представлены графики суммарной фазовой ошибки: до коррекции (а), в теории (б), в результате эксперимента (в). До коррекции значение суммарной фазовой ошибки составляло 20.8 градуса, после коррекции значение стало 10.1 градуса. Хотя суммарная ошибка уменьшилась в два раза, этого оказалось недостаточно чтобы достичь 3 градуса. Значение локальной фазовой ошибки удалось уменьшить на с 2.5 до 1.9, что

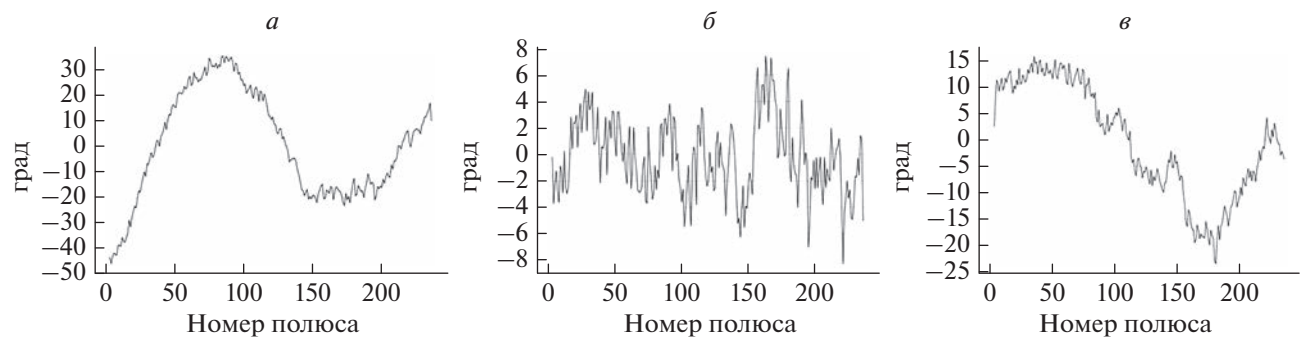


Рис. 3. Графики суммарной фазовой ошибки от номера полюса: до коррекции (а), в результате теоретической коррекции (б), в результате эксперимента (в).

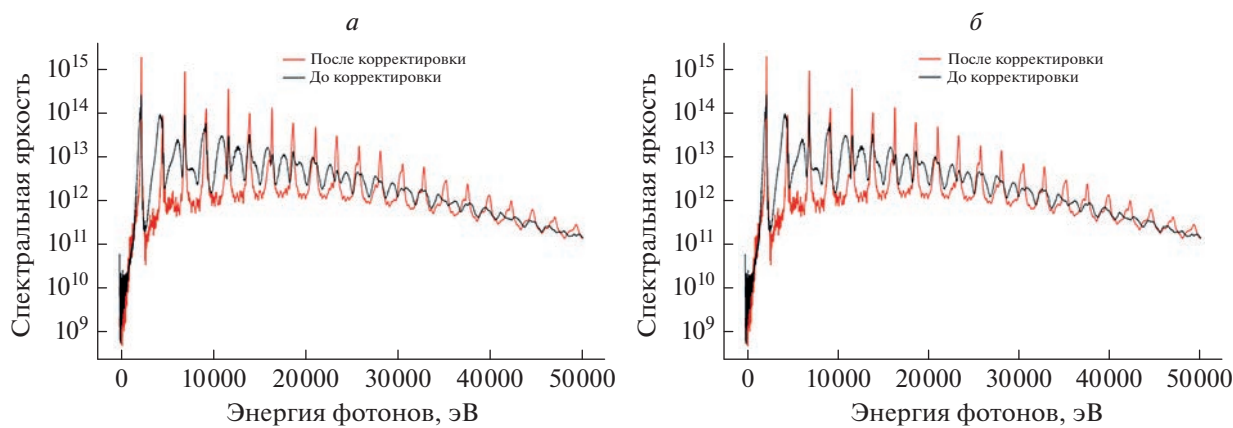


Рис. 4. Графики распределения расчетной спектральной яркости до коррекции и после в теории (а) и в результате эксперимента (б) для параметров пучка из табл. 2.

совпадает с теоретическим значением. На рис. 4 представлены графики распределения расчетной спектральной яркости до коррекции и после, в теории и в результате эксперимента. В целом значения спектральной яркости совпадают со значением теоретических расчетов для размеров пучка на DLS (табл. 2).

Таблица 2. Параметры для расчета спектров СИ в программе SPECTRA v.11

Ток в накопителе I	400 мА
Энергия электронов E	3 ГэВ
Энергетический разброс в пучке электронов $\Delta E/E$	10^{-3}
Горизонтальный эмиттанс пучка электронов σ	$5 \cdot 10^{-9}$ м · рад

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, показано, что групповая коррекция токами работает. С ее помощью существенно уменьшились локальная и суммарная фазовые ошибки. Локальная составила 1.9 градуса против 2.5, суммарная фазовая ошибка составила 10 градусов против 20.8. Также расчетная спектральная яркость ондулятора увеличилась в среднем в 4.6 раза на 10 первых пиках. В результате теоретической коррекции значение суммарной фазовой ошибки составило 3 градуса, что вынуждает продолжать работу в этом направлении. Также в будущем нужно провести работу по снижению паразитной компоненты магнитного поля и подобрать токи коррекции для всех уровней рабочих магнитных полей ондулятора.

Работа выполнена в рамках Соглашения с Минобрнауки России № 075-15-2021-1359 и частично при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках государственного задания Института химии твердого тела и механохимии СО РАН (проект № FWUS-2021-0004).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Walker R.P. // PRST-AB. 2013. V. 16. No. 1. Art. No. 010704.
2. Tanaka T. // PRST-AB. 2018. V. 21. No. 11. Art. No. 110704.
3. Walker R.P. // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 1993. V. 335. No. 1–2. P. 328.
4. Diviacco B., Walker R.P. // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 1996. V. 368. No. 2. P. 522.
5. Bragin A., Khrushev S., Lev V. et al. // IEEE Trans. Appl. Supercond. 2018. V. 28. No. 4. P. 1.
6. Mezentssev N. A., Khrushev S.V., Shkaruba V.A. et al. // Proc. RuPAC2016. (St. Petersburg, 2016). P. 21.
7. Arbelaez D., Leitner M., Marks S. et al. // Synchrotron Radiat. News. 2018. V. 31. No. 3. P. 9.
8. Mezentssev N., Tsukanov V., Zorin A. // Phys. Procedia. 2016. V. 84. P. 67.

Correction of the phase error of a superconducting undulator

**P. V. Kanonik^{a,*}, V. A. Shkaruba^{a,b}, A. A. Volkov^{a,b}, A. I. Erokhin^a, A. V. Zorin^a, F. P. Kazantsev^a,
N. A. Mezentssev^{a,b}, O. A. Tarasenko^a, S. V. Khrushchev^{a,b}, V. M. Tsukanov^{a,b}**

^a Budker Institute of Nuclear Physics of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630090 Russia

^b Synchrotron Radiation Facility – Siberian Circular Photon Source “SKIF”, Boreskov Institute of Catalysis
of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Koltsovo, 630559 Russia

*e-mail: kanpoul@mail.ru

We described a method of magnetic field correction for a superconducting undulator with neutral poles manufactured in the INP, as well as a mathematical apparatus predicting additional power currents for magnetic field correction. When correcting the field and orbit inside the undulator, the main windings of the undulator are used, grouped into separate groups and powered by additional currents. The test of this correction scheme was carried out, as well as a comparison of theoretical and experimental data of the measured magnetic field and calculated phase errors. In the SPECTRA program, the SI spectra were calculated before and after correction.

УДК 533.583.5

СОСРЕДОТОЧЕННЫЕ СВЕРХВЫСОКОВАКУУМНЫЕ НАСОСЫ НА БАЗЕ НЕРАСПЫЛЯЕМЫХ ГЕТТЕРОВ

© 2023 г. А. А. Краснов^{1, 2}, А. М. Семенов^{1, 3, *}

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

“Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

²Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования
“Новосибирский национальный исследовательский государственный университет”, Новосибирск, Россия

³Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
“Новосибирский государственный технический университет”, Новосибирск, Россия

*E-mail: A.M.Semenov@inp.nsk.su

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

В настоящее время в вакуумных системах ускорителей заряженных частиц получили широкое распространение сосредоточенные вакуумные насосы на базе нераспыляемых геттеров. Данный тип насосов будет применяться в синхротроне 4+ поколения центра коллективного пользования “Сибирский кольцевой источник фотонов”. В Институте ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук были изготовлены и протестированы прототипы геттерных насосов с быстротой откачки по водороду 300, 600, 900 и 1300 л/с. Описаны конструкции насосов, а также результаты их испытаний.

DOI: 10.31857/S0367676522701186, EDN: AACEMB

ВВЕДЕНИЕ

Центр коллективного пользования “Сибирский кольцевой источник фотонов” (ЦКП “СКИФ”) — уникальный по своим характеристикам источник синхротронного излучения “4+” поколения с энергией 3 ГэВ и с рекордным эмиттансом пучка около 75 пм · рад, который создается в рамках национального проекта “Наука и университеты” и программы “Академгородок 2.0” в наукограде Кольцово Новосибирской области. Для получения сверхвысокого вакуума необходимо применение не только магниторазрядных насосов, но и вакуумных насосов на базе нераспыляемых геттеров (NEG) [1].

Начиная с 2020 г. в Институте ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук (ИЯФ СО РАН) были возобновлены работы по созданию магниторазрядных насосов с сильным (до 0.3 Тл) магнитным полем [2]. К сожалению, пока не удалось устранить недостаток, связанный с предельным вакуумом самого насоса (минимальное давление равняется 10^{-9} Торр). Поэтому было принято решение применять триодный тип магниторазрядных насосов, т.к. у них более высокая быстрота откачки по инертным газам, чем у диодных насосов.

Разработка первых в СССР и России однопотенциальных неохлаждаемых триодных магниторазрядных насосов находится в завершающей стадии.

Но для того, чтобы иметь большую скорость откачки по водороду, который является доминирующим газом в сверхвысоком вакууме, одними магниторазрядными насосами не обойтись. И применение компактных насосов на базе нераспыляемых геттеров для этой задачи подходит как нельзя лучше.

Материалы в геттерных насосах связывают газ за счет хемосорбции. Таким образом, они должны быть химически активны по отношению к остаточным газам, обычно встречающимся в вакууме, таким как H_2 , CO, CO_2 и т.д.

Геттеры обычно подразделяются на два различных семейства: нераспыляемые геттеры и распыляемые геттеры.

NEG изготавливаются из химически активных металлов, таких как титан, цирконий, ванадий и их сплавы, и обычно формируются в виде прессованных или спеченных порошков [3]. Из-за их химической активности поверхность геттерных порошков легко пассивируется некоторыми монослоями оксидов и карбидов в процессе произ-

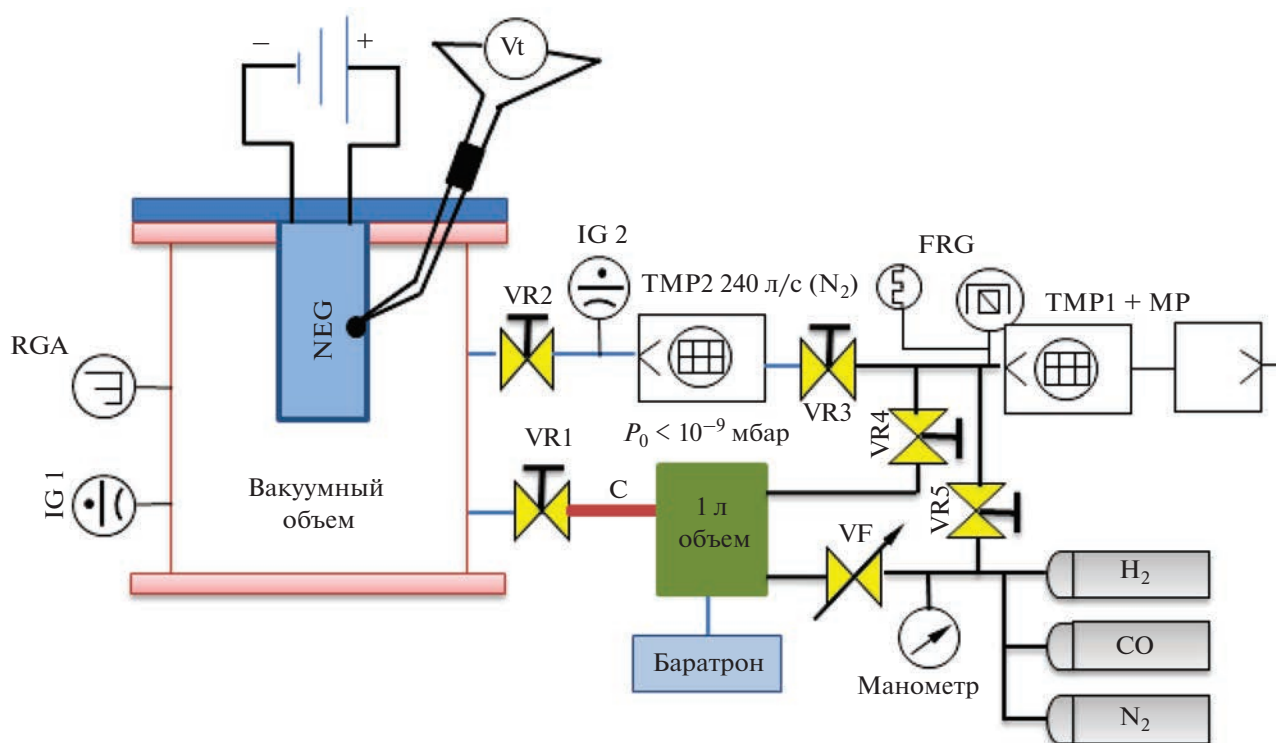


Рис. 1. Упрощенная схема вакуумного стенда. RGA — масс-спектрометр; IG 1-2 — датчик давления с горячим катодом; FRG — широкодиапазонный датчик; геттер — тестируемый насос; C — капиллярный канал с молекулярной проводимостью; TMP1 + MP — турбомолекулярная станция откачки; TMP2 — турбомолекулярный насос; Баратрон — емкостной датчик давления; Манометр — стрелочный деформационный манометр; VF — шелевой нагнетатель; VR1, VR2, VR4, VR5 — цельнометаллические угловые клапаны; VR3 — аварийный электрический клапан.

водства. Это позволяет избежать дальнейшей реакции с атмосферными газами и защитить материал при работе на воздухе. После размещения в вакууме пассивирующий слой необходимо удалить, чтобы очистить геттерную поверхность для дальнейшего процесса хемосорбции. Это достигается термической обработкой, называемой “активацией”, при которой происходит диффузия химически связанных атомов кислорода, углерода и азота с поверхности в объем газопоглотителя. Эффективность процесса диффузии сильно зависит от состава и микроструктуры геттера. В связи с этим температура и продолжительность активации могут существенно различаться от одного геттерного сплава к другому.

Нераспыляемые геттеры используются в основном в тех случаях, когда нежелательно распыление металлов в вакууме, либо отсутствует поверхность для нанесения металлической пленки.

Ключевой особенностью NEG является их большая скорость откачки на единицу объема. Как прямое следствие этой особенности, насосы на базе NEG, как правило, имеют компактный корпус и могут быть установлены в небольших или ограниченных по площади системах. Насосы NEG также особенно эффективны при откачке

водорода, основного остаточного газа в типичных системах сверхвысокого вакуума. Дополнительными особенностями являются малый вес, отсутствие вибрации (отсутствие движущихся частей), предельное энергопотребление, отсутствие технического обслуживания и незначительное влияние магнитного поля (магнитная проницаемость наиболее часто используемых геттеров < 1.001).

Основным недостатком всех геттеров является их избирательность при сорбции газов, т.е. химически пассивных газов, не вступающих в реакцию с геттерным материалом, таких как инертные газы (аргон, неон) и простые углеводороды (метан), так как химическая реакция невозможна [4].

ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ И МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЯ

Активационные и газопоглощающие характеристики геттерных насосов измерялись на специализированной экспериментальной установке (рис. 1). Предварительная откачка системы производилась турбомолекулярной станцией, включающей в себя турбомолекулярный насос (TMP1) и безмасляный мембранный насос (MP). Высоковакуумная откачка осуществлялась турбомоле-

Таблица 1. Молекулярная проводимость капиллярного канала, эффективная быстрота откачки и коэффициент чувствительности датчиков давления с горячим катодом для разных газов

	Молекул. проводимость C , л/с	Эффективная быстрота откачки, $S_{\text{эфф}}$, л/с	Коэфф. чувствительности K_{IG1}	Коэфф. чувствительности K_{IG2}
Водород	$2.8 \cdot 10^{-3}$	28	2.3	2.3
СО	$7.6 \cdot 10^{-4}$	8.4	1	1
Аргон	$6.36 \cdot 10^{-4}$	7	0.77	0.74

кулярным насосом TMP2. От прорыва атмосферы со стороны TMP1 + MP был установлен аварийный электрический клапан VR3. Измерение форвакуума и высокого вакуума осуществлялось широкодиапазонным датчиком давления марки PKR 251 фирмы Pfeiffer, состоящим из датчика Pirani и датчика давления с холодным катодом и расположенным на откачной станции.

Напуск газа в систему выполнялся через игольчатый натекаль VF и капилляр C (молекулярная проводимость по водороду равна $2.8 \cdot 10^{-3}$ л/с). Откачка системы инъекции проводилась турбомолекулярной станцией через вакуумные клапаны VR4 и VR5. Для контроля давления напускаемого газа использовались стрелочный манометр и емкостной датчик давления “Baratron”.

Измерение давления в системе выполнялось датчиком давления с горячим катодом IG1. Измерение парциальных давлений газов проводились при помощи квадрупольного масс-спектрометра RGA фирмы SRS (Стэнфорд, США). Датчик давления с горячим катодом IG2 необходим, чтобы контролировать поток газа, откачиваемого турбомолекулярным насосом TMP2.

До проведения экспериментов весь стенд прогревался при температуре 220–240°C, чтобы уменьшить десорбцию со стенок камеры. Также до проведения экспериментов были измерены эффективная быстрота откачки турбомолекулярного насоса TMP2, молекулярная проводимость капилляра и коэффициенты чувствительности датчиков давления с горячим катодом по каждому газу (H_2 , CO, Ar). В табл. 1 дается информация по этим величинам по каждому газу. После каждого вскрытия на атмосферу проводилась калибровка всех измерителей вакуума. В начале экспериментов клапан VR1 был закрыт. Затем клапан открывался, и инжестируемый газ начинал поступать в тест-камеру через капилляр. Газовый поток в тест-камеру определяется выражением:

$$Q_{\text{total}} = C(P_{\text{in}} - P_{\text{out}}), \quad (1)$$

где C — канал с калиброванной проводимостью [л/с], P_{in} , P_{out} — давление на входе и выходе капилляра C [Торр].

Быстрота откачки геттера S_{NEG} может быть определена в течение напуска газа как:

$$S_{\text{NEG}} = \frac{C(P_{\text{in}} - P_{\text{out}})}{K(P_{\text{IG1 after}} - P_{\text{IG1 before}})} - S_{\text{TMP}}, \quad (2)$$

где S_{NEG} — скорость откачки NEG насоса [л/с]; S_{TMP} — быстрота откачки турбомолекулярного насоса [л/с] и равной 32 л/с по водороду, 8.9 л/с по монооксиду углерода; C — молекулярная проводимость капиллярного канала [л/с]; $P_{\text{IG1 after}}$ — давление после напуска газа датчика давления IG1 [Торр]; $P_{\text{IG1 before}}$ — давление до напуска газа датчика давления IG1 [Торр]; K — коэффициент чувствительности.

Сорбционная емкость определялась как количество молекул, при поглощении которых быстрота откачки насоса снижается до 10% от первоначального уровня.

$$Doze = \int_0^t (Q_{\text{total}} - Q_{\text{TMP}}) dt, \quad (3)$$

где Q_{total} — полный поток газа [л · Торр/с]; Q_{TMP} — поток газа, откачиваемый турбомолекулярным насосом [л · Торр/с]; t — время измерения [с].

Поток газа, который откачивается турбомолекулярным насосом, может быть найден как:

$$Q_{\text{TMP}} = S_{\text{TMP}} K (\Delta P_{\text{IG1}} - \Delta P_{\text{IG2}}), \quad (4)$$

где

$$\begin{aligned} \Delta P_{\text{IG1}} &= P_{\text{IG1 after}} - P_{\text{IG1 before}}, \\ \Delta P_{\text{IG2}} &= P_{\text{IG2 after}} - P_{\text{IG2 before}} \end{aligned} \quad (5)$$

$P_{\text{IG1 after}}$ — давление после напуска газа датчика давления IG1 [Торр]; $P_{\text{IG1 before}}$ — давление до напуска газа датчика давления IG1 [Торр]; $P_{\text{IG2 after}}$ — давление после напуска газа датчика давления IG2 [Торр]; $P_{\text{IG2 before}}$ — давление до напуска газа датчика давления IG2 [Торр].

Таблица 2. Основные параметры геттерных насосов

Прототип	Мак температура активации, °С	Кол-во “колонн”, шт	NEG поверхность, см ²	Вес геттера, г	Пористость, %	Тип фланца
NEG300	650	1	300	60	30	Ду 40
NEG600		2	600	120		Ду 63
NEG1000		4	1200	240		Ду 100
NEG1200		6	1600	360		Ду 100

ОПИСАНИЕ ПРОТОТИПОВ ВАКУУМНЫХ НАСОСОВ

Фирма АО “Полема” давно производит нераспыляемые газопоглотители в больших количествах для атомной энергетики и нефтегазовой промышленности [5]. Первые вакуумные насосы на базе геттеров Ti–Zr–Al производства фирмы АО “Полема” были изготовлены из таблеток следующих размеров: диаметром 13 ± 0.5 мм, толщиной 3 ± 0.5 мм и пористостью 60%. Более подробно с результатами можно ознакомиться в [6, 7].

Основные параметры насосов представлены в табл. 2. Насосы изготовлены из геттерных дисков. Внешний диаметр каждого диска 25 мм, толщина 1.6 мм, пористость 30%, внутренний диаметр 8 мм для размещения нагревателя. Химический состав неиспаряемого газопоглотителя Ti–Zr–Al. Диски установлены в последовательно в ряд с зазором 1.5 мм в количестве 30 шт. в каждой “колонне”. Высота (от фланца до торца геттерного насоса) не превышает 130 мм. Температура контролируется термпарой типа “К”. Для снижения мощности нагревателя в два раза используется один защитный экран снаружи. Геттерные насосы располагаются на фланцевых соединениях типа Conflat. Изображения геттерных насосов представлены на рис. 2.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ

До начала измерений весь стенд прогревался при температуре 230°C в течение 24 ч для уменьшения фонового вакуума. После охлаждения до комнатной температуры геттер активировался при максимальной температуре (650°C) в течение 20 ч, затем пассивировался в атмосфере воздуха в течение не менее 3 ч.

Измерения скорости откачки по водороду и сорбционной емкости по угарному газу выполнялись после активации геттеров при температуре от 350 до 650°C через каждые 50°C, но после охлаждения геттерного насоса до комнатной темпера-

туры. Сорбционная емкость по водороду оценивается порядка нескольких тысяч л · Торр, поэтому данной сорбционной емкости по водороду хватит того, как геттер будет пассивирован оксидами. К тому же чрезмерное насыщение геттера водородом приводит к разрушению и растрескиванию геттера.

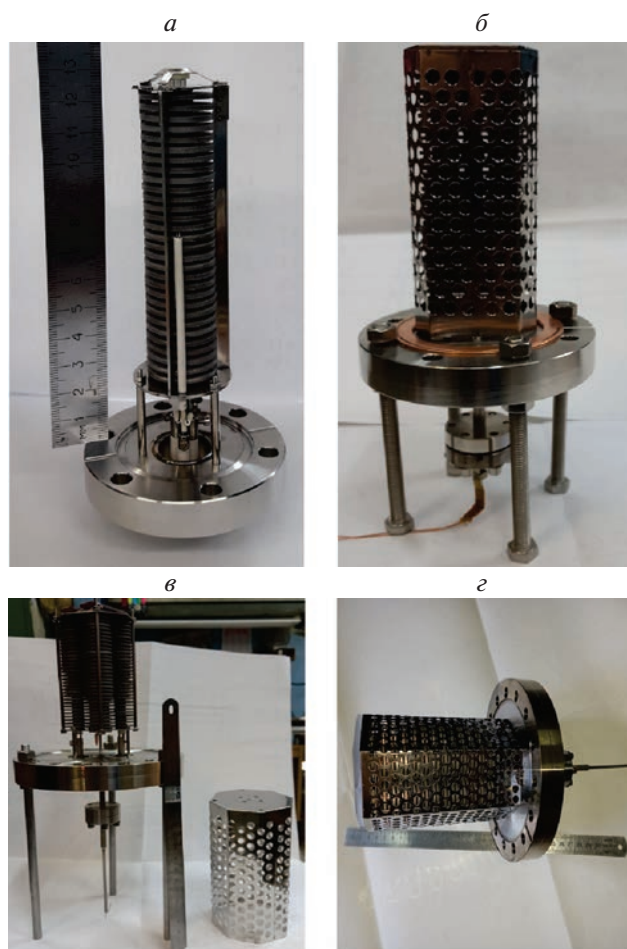


Рис. 2. Изображения геттерных насосов: NEG300 (а); NEG600 (б); NEG1000 (в); NEG1200 (г).

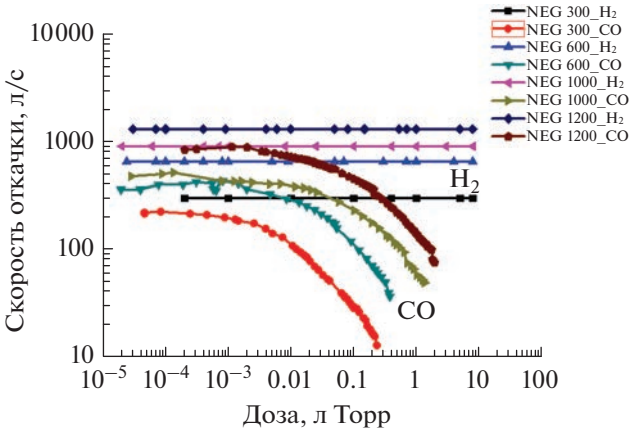


Рис. 3. Сорбционная емкость геттеров для водорода и монооксида углерода.

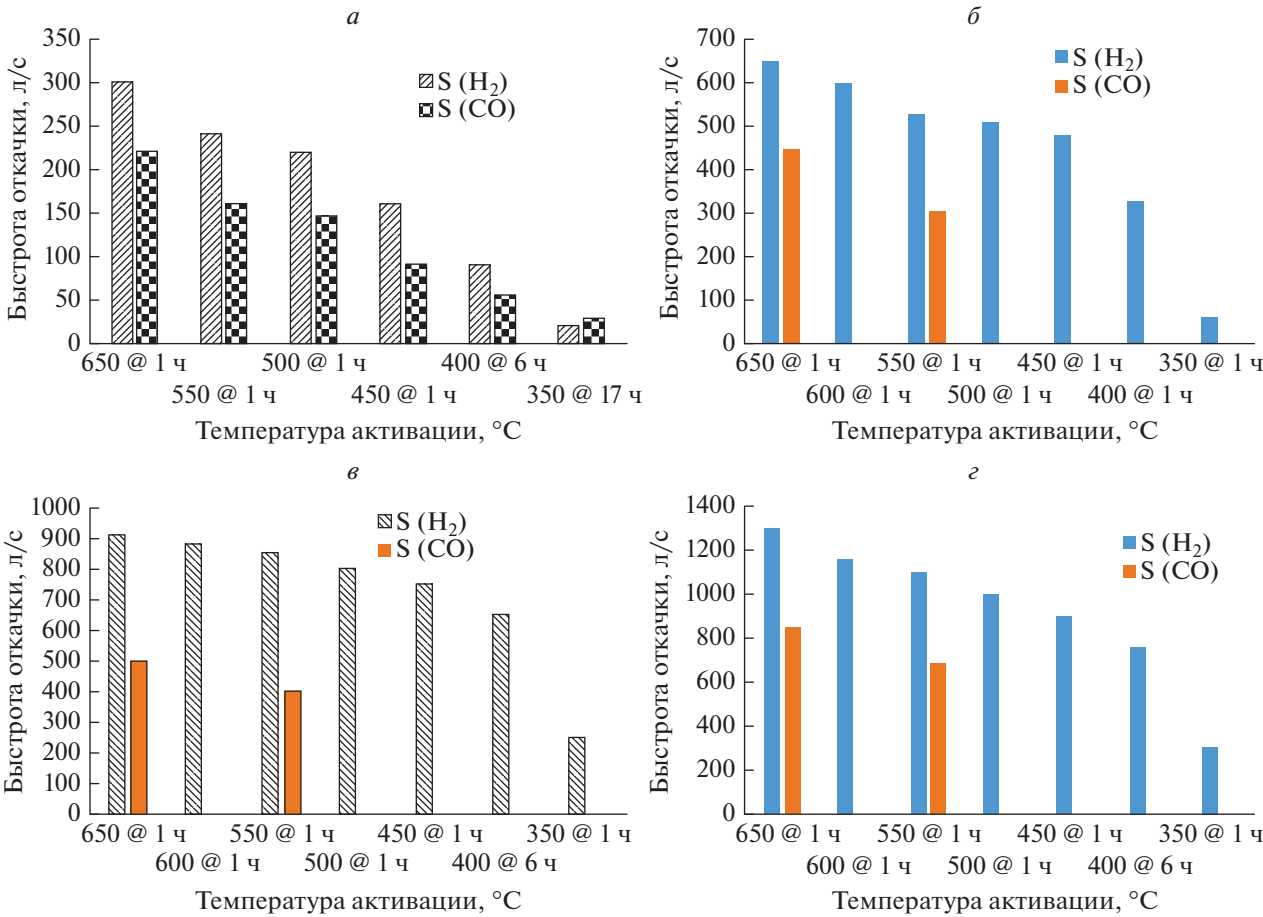


Рис. 4. Скорость откачки геттерных насосов по водороду и CO при различных температурах активации.

Сорбционная емкость по водороду и монооксиду углерода для каждого геттерного насоса от температуры активации представлены на рис. 3.

Скорости откачки по водороду и монооксиду углерода при различных температурах активации для четырех геттерных насосов показаны на рис. 4.

Таблица 3. Экспериментальные результаты для геттерных насосов производства ИЯФ СО РАН и параметры насосов фирмы SAES Getters

	NEG насос	Мах скорость откачки по H ₂ , л/с	Мах скорость откачки по CO, л/с	Сорбционная емкость по CO, л · Торр	Мощность активации при 650°C, Вт	Мощность активации при 550°C, Вт	Отношение скорости откачки по H ₂ к площади геттера
ИЯФ СО РАН	300	300	220	0.24	124	78	1.0
	600	650	450	0.38	273	160	1.08
	1000	900	500	1.4	270	180	0.83
	1300	1300	850	2.0	370	255	0.81
SAES Getters	CapaciTorr 200	200	125	0.6	—	58	0.84
	CapaciTorr 1000	1000	600	4	—	190	0.88

Также в табл. 3 представлены результаты геттерных насосов производства ИЯФ СО РАН и приведены для сравнения параметры геттерных насосов фирмы SAES Getters [8].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Были изготовлены и протестированы прототипы вакуумных насосов на базе нераспыляемых геттеров с быстрой откачкой 300, 600, 900 и 1300 л/с по водороду. Данные насосы соответствуют зарубежным аналогам по своим характеристикам, таким как температуре активации, скорости откачки и сорбционной емкости. Газопоглотители фирмы АО “Полема” могут быть применены не только в ускорительной технике, но и в плазменных установках.

В работе использовалось оборудование ЦКП “СЦСТИ” на базе УНУ “Комплекс ВЭПП-4 — ВЭПП-2000” в ИЯФ СО РАН. Работа выполнена

при поддержке гранта Минобрнауки № 075-15-2021-1359/2.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Krasnov A. // Proc. SFR'20 (Novosibirsk, 2020). Art. No. 138.
2. Semenov A., Anashin V., Krasnov A. // AIP Conf. Proc. 2020. V. 2299. Art. No. 020010.
3. Saksaganskii G.L. // In: Getter and getter-ion vacuum pumps. Chur: Harwood Academic Publishers, 1994. P. 258.
4. Manini P., Maccallini E. // Proc. CAS (Glumslöv, 2017). P. 207.
5. <http://www.polema.net/oblasti-primeneniya.html>.
6. Драничников А.Н., Краснов А.А., Семенов А.М. // Прикл. физ. 2017. № 2. С. 73.
7. Анашин В.В., Краснов А.А., Семенов А.М. // ПТЭ. 2020. № 6. С. 109; Anashin V.V., Krasnov A.A., Semenov A.M. // Instrum. Exp. Tech. 2020. V. 63. No. 6. P. 893.
8. <https://www.saesgetters.com/products-functions/products>.

The lumped ultra-high vacuum pumps based on non-evaporable getters

A. A. Krasnov^{a, b}, A. M. Semenov^{a, c, *}

^aBudker Institute of Nuclear Physics of the Siberian Branch Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630090 Russia

^bNovosibirsk State University, Novosibirsk, 630090 Russia

^cNovosibirsk State Technical University, Novosibirsk, 630073 Russia

*e-mail: A.M.Semenov@inp.nsk.su

The lumped vacuum pumps based on the non-evaporable getters (NEG) have got wide application in accelerator vacuum systems. These pumps are one of the types using for vacuum obtaining in the synchrotron source of 4th generation SFR “SKIF”. In BINP, the NEG prototypes with pumping speed of 300, 600, 900 and 1300 L/s for hydrogen were created and investigated. The pumps construction and test results are presented here.

УДК 537.862

КИЛОАМПЕРНЫЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ ПУЧОК ЛИНЕЙНОГО ИНДУКЦИОННОГО УСКОРИТЕЛЯ – КАК ДРАЙВЕР ДЛЯ СУБМИЛЛИМЕТРОВОГО ЛАЗЕРА НА СВОБОДНЫХ ЭЛЕКТРОНАХ

© 2023 г. Е. С. Сандалов¹, *, С. Л. Синицкий¹, А. В. Аржанников¹, Д. А. Никифоров¹,
Д. И. Сковородин¹, В. А. Павлюченко¹, Н. С. Гинзбург^{1,2}, Н. Ю. Песков^{1,2},
Р. В. Протас³, Д. Ю. Карасев³

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное научное учреждение
“Федеральный исследовательский центр Институт прикладной физики Российской академии наук”,
Нижний Новгород, Россия

³Федеральное государственное унитарное предприятие
“Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт
технической физики имени академика Е.И. Забабахина”, Снежинск, Россия

*E-mail: E.S.Sandalov@inp.nsk.su

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

В Институте ядерной физики Сибирского отделения Российской академии наук совместно с Институтом прикладной физики Российской академии наук был предложен проект субмиллиметрового лазера на свободных электронах (ЛСЭ) на базе релятивистского электронного пучка, генерируемого в линейном индукционном ускорителе (ЛИУ). Согласно нашему теоретическому анализу, электронный пучок, создаваемый в ЛИУ (энергия $E_e = 5$ МэВ, ток $I_b = 1\text{--}2$ кА, нормализованный эмиттанс $\epsilon_n \sim 1100 \text{ п} \cdot \text{мм} \cdot \text{мрад}$), является подходящим драйвером для генерации субгигаваттных импульсов когерентного электромагнитного излучения в субмиллиметровом диапазоне (0.3–1 ТГц). Представлены основные предложения по созданию ЛСЭ-генератора на базе электронного пучка линейного индукционного ускорителя, изложены основные задачи проекта и описаны предлагаемые методы их решения. Обсуждаются результаты электронно-оптических экспериментов по формированию пучка, предназначенного для использования в лазере на свободных электронах.

DOI: 10.31857/S0367676522701228, EDN: AAEXFF

ВВЕДЕНИЕ

Проект мощного лазера на свободных электронах, способного генерировать импульсы когерентного электромагнитного излучения в диапазоне частот 0.3–1 ТГц, развивается в настоящее время в сотрудничестве ИЯФ СО РАН (Новосибирск) и ИПФ РАН (Нижний Новгород) [1, 2]. Основой этого проекта стал новый линейный индукционный ускоритель (ЛИУ), построенный недавно ИЯФ СО РАН совместно с ВНИИТФ-РФЯЦ [3–5]. Этот ЛИУ позволяет формировать релятивистские электронные пучки (РЭП) с энергией до 10 МэВ, током до 2 кА, длительностью до 100 нс и нормализованным эмиттансом $\sim 1100 \text{ п} \cdot \text{мм} \cdot \text{мрад}$ [4, 5]. Отличительной особенностью нового ЛИУ от зарубежных аналогичных установок [6–13] является применение дискретной фокусирующей магнитной системы. Эта магнитная система упрощает настройку ЛИУ при

выведении его в оптимальный режим работы и позволяет реализовать условия прохождения пучка, препятствующие развитию его штопорного движения, известного под термином corkscrew motion [14]. Вместе с тем такая магнитная система обеспечивает достаточную устойчивость пучка по отношению к поперечной неустойчивости (BBU-instability) [15–17]. Применение электронного пучка с указанными выше параметрами в сочетании с высокоселективной электродинамической системой ЛСЭ диаметром $\sim 40\text{--}50$, где — длина волны генерируемого излучения, позволит реализовать длинноимпульсные ЛСЭ-генераторы в субтерагерцовом и терагерцовом диапазонах с субгигаваттным уровнем мощности и рекордными значениями энергосодержания в импульсе излучения $\sim 10\text{--}100$ Дж [1].

Создание такого источника ТГц-излучения представляет несомненный интерес со стороны

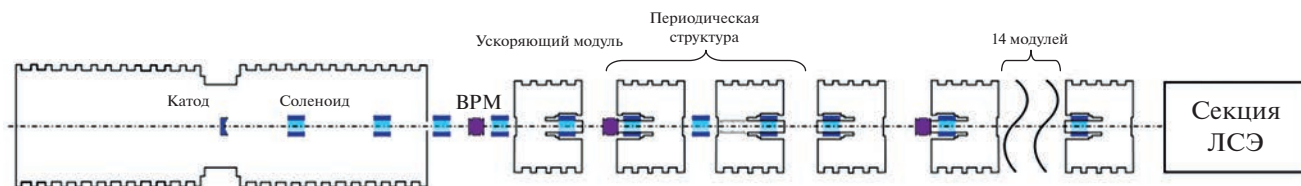


Рис. 1. Общая схема ускорительного комплекса ЛИУ для получения пучка с энергией электронов до 10 МэВ. Ускорятельные модули и инжектор показаны черным цветом, датчики положения пучка изображены фиолетовым, голубым цветом показана дискретная система импульсных магнитных линз.

исследователей в различных научных областях: физике, химии, биологии и медицине, в которых изучают воздействие потоков такого излучения на органические и неорганические вещества, а также на биологические объекты. Высокая спектральная плотность мощности излучения при возможности варьирования его частоты позволит использовать этот генератор для проведения исследований новых явлений и важных закономерностей в суб-ТГц и ТГц диапазонах [18, 19].

Следует отметить, что исследования, направленные на создание мощных ЛСЭ-генераторов ТГц-диапазона, проводятся в научных лабораториях и центрах в значительном числе стран: Германии, Великобритании, США, Кореи, Китая, Японии и России [20–26]. Несмотря на жесткую конкуренцию в области достижения рекордных значений пиковой и средней мощностей излучения в исследуемом диапазоне частот мировым лидером сегодня является Новосибирский ЛСЭ (Novo-FEL), разработанный и созданный в ИЯФ СО РАН [27, 28]. При энергии электронов пучка до 12 МэВ этот ЛСЭ генерирует излучение в частотном интервале 1.2–2.5 ТГц в форме последовательности импульсов с длительностью 30–100 пс при пиковой мощности до 1 МВт с интервалом между импульсами около 180 нс.

Принципиальным отличием предлагаемой нами схемы ЛСЭ от реализованных ранее является использование интенсивных РЭП, формируемых в ЛИУ с большей длительностью импульса тока пучка, достигающей сотен наносекунд. Сочетание такой длительности импульса с килоамперным уровнем тока пучка открывает возможность создания длинноимпульсных ЛСЭ-генераторов когерентного ТГц излучения с относительно узкой спектральной линией при субгигаваттном уровне мощности с энергозапасом в импульсе масштаба 10–100 Дж [2, 29].

Настоящая статья посвящена текущей стадии разработки и создания ЛСЭ-генератора. Представлены результаты тестовых электронно-оптических экспериментов по формированию интенсивного РЭП для применения его в ЛСЭ. Описаны основные составляющие магнитной системы ЛСЭ, которая включает магнитные линзы и соленоид ведущего магнитного поля. Эти составляю-

щие должны обеспечить магнитную компрессию сечения пучка и последующее его прохождение в сжатом состоянии через электродинамическую систему, где пучком накачивается электромагнитная волна в условиях его движения в ондуляторном магнитном поле.

СИСТЕМА ФОРМИРОВАНИЯ ИНТЕНСИВНЫХ РЕЛЯТИВИСТСКИХ ЭЛЕКТРОННЫХ ПУЧКОВ В КОМПЛЕКСЕ ЛИУ

Схема линейного индукционного ускорителя с дискретной фокусирующей системой (см. [4, 5, 30, 31]), который обеспечивает формирование килоамперного электронного пучка, подходящего для генерации терагерцового излучения в ЛСЭ, представлена на рис. 1. Система формирования пучка включает в себя три основных элемента: инжектор электронов, ускорительная структура и магнитная фокусирующая система. Эмиссия электронов с максимальным током 2 кА происходит с поверхности накаливаемого металлопористого оксидного катода диаметром 180 мм, установленного в инжекторе в условиях экранирования внешних магнитных полей. Электрическое поле, создаваемое ускоряющей системой инжектора, доводит энергию электронов на выходе из инжектора до уровня 2 МэВ. Сформированный в инжекторе электронный пучок далее попадает в ускоряющую структуру ЛИУ, состоящую из периодической последовательности 20 ускорительных модулей. Фокусировка пучка в этой структуре обеспечивается набором из 34 импульсных магнитных линз, длиной около 200 мм каждая. Максимальное магнитное поле в линзах может достигать значений 0.08 Тл. Ускоряющее напряжение в модулях может варьироваться в зависимости от потребностей эксперимента в пределах от 100 до 400 кВ. Таким образом, данный ЛИУ позволяет получать на его выходе сильнооточный РЭП с энергией до 10 МэВ, и током до 2 кА. При этом важно отметить, что в процессе транспортировки и ускорения РЭП в ускорительной структуре ЛИУ диаметр электронного пучка в соответствии с выбранными при настройке ускорителя параметрами фокусирующей системы плавно изменяется от 8 см на ее входе до 4 см на ее выходе.

В рамках этой статьи мы опишем режимы работы ЛИУ при получении пучка электронов с энергией 5 МэВ и током около 1 кА, поскольку именно эти параметры оказались наиболее подходящими для проведения первой серии экспериментов при использовании пучка из ЛИУ в качестве драйвера ЛСЭ-генератора.

ЭКСПЕРИМЕНТЫ ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ УСТОЙЧИВОСТИ ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА В ЛИУ И ЕГО КОМПРЕССИИ В СИСТЕМЕ ЛСЭ

Необходимым условием достижения максимальной эффективности генерации ТГц-излучения в ЛСЭ является обеспечение минимальной величины разброса в продольной скорости электронов пучка при его прохождении в электродинамической системе. Согласно нашим оценкам, величина допустимого разброса в продольной скорости электронов определяется выражением [31]:

$$\Delta\beta_z < \Gamma_{rad}\lambda \approx \frac{\sqrt{3}}{2} \left[4\pi \frac{I_b}{I_A} \left(\frac{\lambda}{r_t} \right)^2 \frac{1}{\gamma_0^5} \right]^{\frac{1}{3}}, \quad (1)$$

где Γ_{rad} — пространственный инкремент нарастания неустойчивости, обуславливающей генерацию излучения с длиной волны λ в ЛСЭ, I_b — ток пучка, $I_A = \frac{mc^3}{e}$ — ток Альфвена, r_t — радиус трубы

дрейфа, $\gamma_0 = \gamma_z \left(1 + \left(\frac{eA_u}{mc^2} \right)^2 \right)^{1/2}$ — гамма-фактор в секции ЛСЭ, A_u — амплитуда векторного потенциала ондуляторного магнитного поля, m — масса электрона, c — скорость света, $\gamma_z = 1/\sqrt{1-\beta_z^2}$.

При наличии энергетического и углового разбросов скоростей электронов их вклады в разброс по продольным скоростям оцениваются следующим образом:

$$\Delta\beta_z^{(1)} \approx \frac{\Delta E}{\gamma_0 (E_0 + mc^2)}, \quad (2)$$

$$\Delta\beta_z^{(2)} \approx \frac{\varepsilon_n^2}{2r_b^2 \gamma_0^2}, \quad (3)$$

где ΔE — разброс по энергиям электронов в пучке, ε_n — нормализованный эмиттанс пучка, r_b — радиус пучка в секции ЛСЭ. Оценивая значения этих вкладов для пучка с током 1 кА, энергией 5–7 МэВ,

чей энергетический разброс $\frac{\Delta\gamma}{\gamma_0}$ не превышает 1–2%, а нормализованный эмиттанс около $\sim 1000 \pi \cdot \text{мм} \cdot \text{мрад}$, при $r_t \sim 10 \text{ мм}$ и $\lambda \sim 0.5\text{--}1 \text{ мм}$ легко убедиться, что условие (1) выполняется в полной мере. Следовательно, при уже достигнутых

параметрах электронного пучка, генерируемого в ЛИУ, такой пучок может быть использован в качестве драйвера ЛСЭ с максимальной эффективностью генерации излучения на уровне 2–3% [1, 29]. Необходимо отметить, что для уменьшения энергетического и углового разбросов электронов пучка в ЛИУ была проделана большая работа [31] по настройке режимов работы ускорителя, обеспечивающих необходимое качество транспортировки пучка. Рассмотрим один из аспектов этой работы, касающийся обеспечения устойчивости пучка при его транспортировке и ускорении в ЛИУ. Известен целый ряд неустойчивостей сильноточных электронных пучков в ЛИУ, которые влияют на процесс его транспортировки и ускорения: поперечная неустойчивость электронного пучка (BBU-instability) [15–17]; штопорное движение пучка (corkscrew motion) [14], ионно-шланговая неустойчивость (ion-hose instability) [32]; неустойчивость электронного пучка, обусловленная смещением зарядов изображения (image displacement instability) [33]. Среди указанных неустойчивостей наиболее опасной для проводки пучка в нашем ЛИУ является поперечная неустойчивость. В результате развития именно этой неустойчивости не только наблюдается ухудшение микроскопических характеристик пучка, но более того, при значительной величине ее инкремента может происходить потеря пучка на стенках камеры дрейфа. Механизм возбуждения этой неустойчивости определяется взаимодействием сильноточного РЭП с полями дипольных мод, возбуждаемых им в полостях ускорительных модулей [15, 16, 30]. Вследствие этого взаимодействия электронный пучок начинает колебаться в поперечном сечении вакуумной камеры с амплитудой, экспоненциально растущей по мере его продвижения по структуре ускорителя. В случае ЛИУ с непрерывным фокусирующим магнитным полем обобщенное выражение для амплитуды колебаний центроида пучка (центроид — это центр распределения плотности заряда в поперечном сечении пучка), основанное на результатах теории Нила–Купера–Холла, описывается следующим выражением [16]:

$$\xi_N = \xi_0 \left[\frac{\gamma_0}{\gamma_N} \right]^{1/2} \exp(\Gamma N), \quad (4)$$

$$\Gamma \propto \frac{I_b Q k}{B}, \quad (5)$$

$$k = \frac{\left(\int B_{\perp} dz \right)^2}{2U}, \quad (6)$$

где ξ_0 — это начальная амплитуда колебаний центроида пучка, N — номер ускорительного модуля, γ_0 и γ_N — гамма-факторы пучка на выходе из инжектора и после N -го ускорительного модуля, Γ — инкремент поперечной неустойчивости, I_b — ток пучка, B — среднее магнитное поле фокусиру-

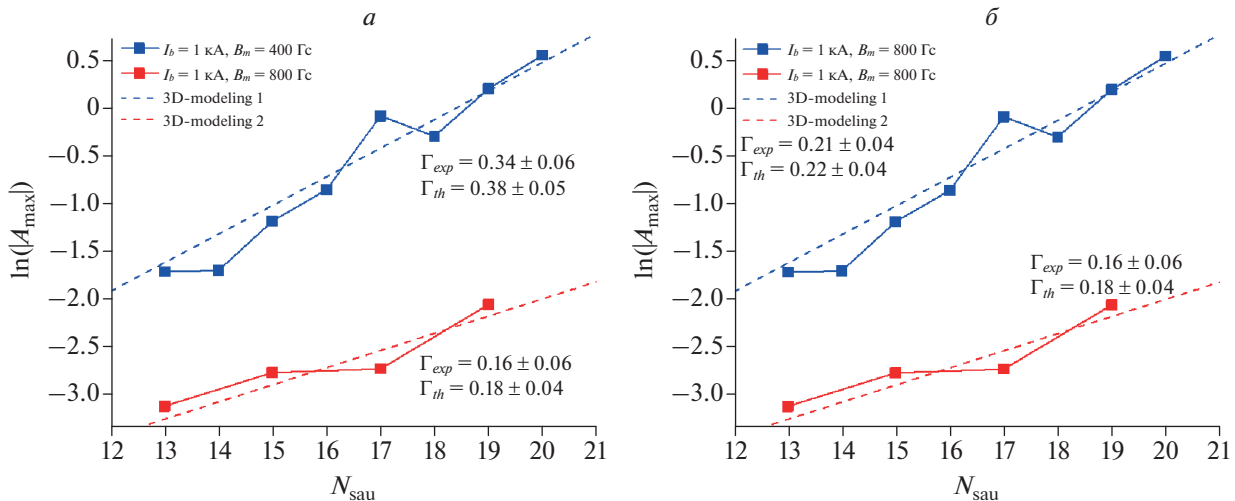


Рис. 2. Зависимости логарифма максимальной амплитуды колебаний полей моды от номера модуля ЛИУ в трех режимах его работы. Режимы с одинаковым током пучка 1 кА и разными полями в фокусирующей системе ЛИУ (а): $B_m = 0.04$ Тл и $B_m = 0.08$ Тл; режимы в одинаковом поле $B_m = 0.08$ Тл и разными величинами тока пучка: 1 и 1.4 кА (б). Пунктиром показаны линейные аппроксимации экспериментальных точек.

щей системы, k — коэффициент связи этой моды с пучком, U и Q — усредненная по времени энергия этой моды и ее добротность, $B_{\perp}$ — поперечная компонента магнитного поля дипольной моды по отношению к оси ускорителя.

Поскольку выражения (4)–(6) дают только приближенную оценку амплитуды колебаний пучка в зависимости от основных параметров ЛИУ, нами был разработан вычислительный комплекс программ IRBIS (Investigation of the relativistic beam instability) для моделирования поперечной неустойчивости в ЛИУ с дискретной фокусировкой [34], позволяющий моделировать ее развитие для каждого режима работы ускорителя. С помощью этого комплекса программ были поэтапно рассчитаны, а затем реализованы в экспериментах несколько модификаций геометрии ускорительных модулей, позволившие существенно уменьшить инкремент поперечной неустойчивости [30]. Эти меры позволили нам на первом этапе строительства ЛИУ, состоящем из 8 ускорительных модулей, уменьшить этот инкремент на порядок величины. В результате этого удалось осуществить устойчивую транспортировку электронного пучка с током 2 кА и энергией 5 МэВ при амплитуде поперечных колебаний пучка, не превышающей 0.1 мм на выходе из ускорителя [4, 34].

На следующем этапе ускорительная структура ЛИУ была увеличена с 8 до 20 модулей, а магнитная фокусирующая система — до 34 магнитных линз с максимальным полем на оси 0.08 Тл, при этом общая длина ускорителя достигла 30 м. Для дополнительного уменьшения инкремента поперечной неустойчивости, который пропорционален добротности мод (см. (5)), нами был рассчи-

тан и применен в ускорительных модулях набор поглотителей энергии мод на основе радиопоглощающего материала. При этом оказалось, что добротности всех наиболее неустойчивых дипольных мод, лежащих в частотном диапазоне 700–850 МГц и обладающих наибольшими коэффициентами связи с пучком, были понижены до уровня 15–20, кроме одной моды с частотой 450 МГц, добротность которой была около 30–35. Для сопоставления результатов моделирования и экспериментальных данных нами была проведена регистрация сигналов с быстрых трансформаторов тока каждого ускорительного модуля, которые пропорциональны полям пучка и возбуждаемых им дипольных мод [34]. Поскольку в спектрах этих сигналов превалировала гармоника с частотой 450 МГц, то для получения экспериментального значения инкремента мы проанализировали зависимость максимальной амплитуды колебаний сигнала с трансформатора тока с этой частотой в течение полочки импульса тока длительностью ~ 100 нс от номера ускорительного модуля. Сравнительный анализ полученных в расчетах и экспериментах инкрементов неустойчивости представлен на рис. 2. На этом рисунке точками показана логарифмическая зависимость максимальной амплитуды колебаний сигнала, зарегистрированная с помощью быстрых трансформаторов тока, а сам инкремент Γ_{exp} был определен по тангенсу угла наклона линейной аппроксимации зарегистрированных данных. Цифрами на данном рисунке подписаны значения расчетного Γ_{th} и экспериментального Γ_{exp} значений инкремента поперечной неустойчивости для различных режимов работы ЛИУ.

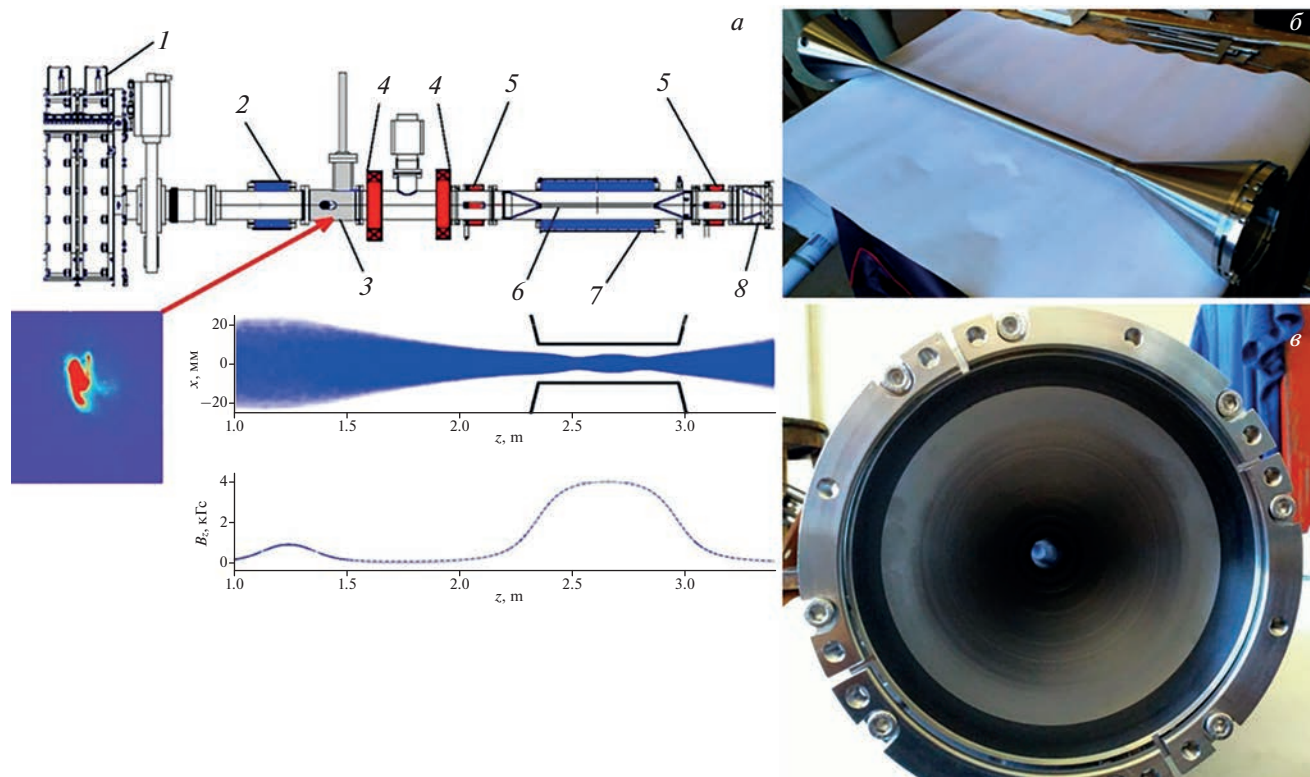


Рис. 3. Схема эксперимента по компрессии пучка (а): 1 – выходной ускоряющий модуль, 2 – согласующая магнитная линза, 3 – датчик переходного излучения, 4 – дипольные корректоры, 5 – датчики положения пучка, 6 – вакуумный канал для транспортировки сжатого пучка, 7 – импульсный соленоид, 8 – коллектор пучка. Синим цветом показана расчетная огибающая электронного пучка при его инжекции в секцию ЛСЭ; фотографии вакуумного канала (б) (б) и (в).

Как можно увидеть из рис. 2, полученные в расчетах и в экспериментальных измерениях величины инкрементов поперечной неустойчивости пучка с током 1–1.4 кА согласуются с точностью измерения этой величины, которая составляет около 20%. Таким образом мы показали, что инкремент поперечной неустойчивости пучка в ЛИУ с дискретной магнитной конфигурацией уменьшается по мере повышения магнитного поля в линзах и увеличивается с ростом тока, что аналогично результатам, зарегистрированным в случае ЛИУ с фокусировкой непрерывным магнитным полем (см. [17]). В ходе наших экспериментов по прохождению пучка в ЛИУ установлена величина параметра $\xi_0 \sim 1$ мкм. В то же время для применения пучка в качестве драйвера ЛСЭ-генератора необходимо удовлетворить требованию по ограничению амплитуды колебаний пучка на выходе из ЛИУ, которое имеет вид $\xi_N < 1$ мм. Исходя из этих значений параметров и формулы (4), можно указать границу для максимальной величины инкремента поперечной неустойчивости Γ , при которой амплитуда колебаний центроида пучка не превысит 1 мм на его выходе из ЛИУ, состоящего из 20 ускорительных модулей. Эта граница дается выражением $\Gamma \leq 0.38$.

Помимо исследования устойчивости пучка в ЛИУ, мы также провели тестовые эксперименты по компрессии и прохождению электронного пучка в сжатом состоянии через секцию ЛСЭ при ее длине 0.6 м. Эти эксперименты важны для оценки перспективы реализации предлагаемой схемы генератора терагерцового излучения. Как уже упоминалось во Введении, диаметр электродинамической системы ЛСЭ на основе модифицированных брэгговских отражателей [35], при котором она сохраняет свои высокоселективные свойства и обеспечивает устойчивую одномодовую генерацию излучения, не должен превышать $\sim 40\lambda$. При характерной длине волны излучения $\lambda = 0.5$ мм, которая лежит в рабочей области ЛСЭ, диаметр электродинамической системы должен быть не более 20 мм. Таким образом, для осуществления эффективной транспортировки пучка в трубе дрейфа с таким диаметром на расстояние 1–2 м в условиях поперечных колебаний в ондуляторном магнитном поле, пучок необходимо сжать от его исходного диаметра на выходе ЛИУ $d_1 = 4$ см до диаметра в резонаторе ЛСЭ $d_2 = 5$ –10 мм.

Для проведения тестового эксперимента по сжатию сечения пучка (см. схему на рис. 3), электро-оптическая система ЛИУ была дополне-

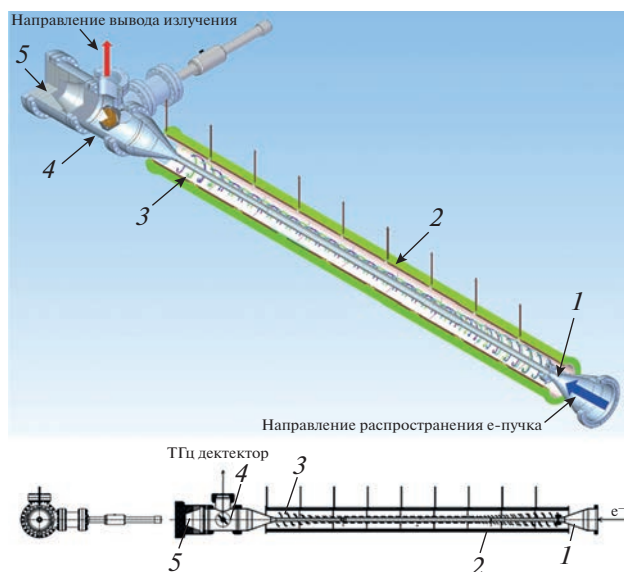


Рис. 4. Трехмерный вид секции ЛСЭ, включая систему компрессии сечения пучка, систему сброса пучка на коллектор и систему вывода излучения (а). Общий чертеж секции ЛСЭ (б). Цифрами указаны: 1 – вакуумная камера с коническими расширениями на концах, 2 – магнитные линзы, 3 – спиральная намотка ондулятора, 4 – система вывода излучения под углом 90 градусов к движению пучка, 5 – могильник для сброса пучка. Синей стрелкой показано направление распространения электронного пучка, красной – направление вывода излучения.

на импульсным соленоидом (7) длиной 0.65 м с магнитным полем на оси 0.4 Тл, осуществляющим транспортировку сжатого пучка, и магнитной линзой (2), согласующей размеры пучка на выходе из ЛИУ с требуемым размером на входе в соленоид (7) [5, 31]. Необходимо отметить, что выбранный нами профиль магнитного поля на оси системы обеспечивает минимальную амплитуду пульсаций радиуса пучка < 1 мм в вакуумном канале (б). Подробное описание результатов экспериментов приведено в [31].

В ходе проведения экспериментов установлено, что токопрохождение пучка с энергией 5 МэВ и током 900 А через вакуумный канал системы компрессии сечения пучка в течение времени удержания тока на неизменном уровне в условиях, когда энергия электронов изменяется незначительно, составило около 85–90%. Однако на переднем и заднем фронтах импульса пучка наблюдалось заметное снижение этого параметра, что связано с существенным изменением энергии электронов.

ОБЩАЯ СХЕМА ЛСЭ

После успешной демонстрационной серии экспериментов по компрессии пучка, описанной ранее, в качестве первого этапа реализации проекта ЛСЭ-генератора на основе пучка ЛИУ нами спроектирована секция ЛСЭ, общий вид и чертеж которой представлены на рис. 4. Видно, что секция ЛСЭ состоит из следующих элементов:

а) вакуумная камера (1) длиной 2 м, внутри которой смонтирована электродинамическая система с внутренним диаметром 20 мм;

б) система магнитной компрессии пучка (2), состоящая из девяти импульсных магнитных линз со встроенными дипольными корректорами. Каждая линза представляет собой импульсный аксиально-симметричный соленоид, отстоящий от соседней линзы на расстоянии 5 мм и имеющий следующие параметры: длина 0.22 м, диаметр 0.15 м, количество витков 120, максимальное магнитное поле на оси 0.6 Тл;

в) спиральная обмотка ондулятора (3), создающая винтовое поле, необходимое для накачки поперечных колебаний электронов пучка [33];

г) система вывода излучения (4), внутри которой расположено поворотное зеркало в виде тонкой фольги, наклоненной под углом 45° к направлению движения пучка;

д) система сброса пучка (5), необходимая для существенного уменьшения мощности потока рентгеновского излучения, затрудняющего регистрацию параметров пучка и потока ТГц излучения.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате проведенных исследований разработаны и реализованы меры для обеспечения устойчивой транспортировки электронного пучка в ЛИУ. Доказано, что модификация ускорительных модулей совместно с увеличением магнитного поля в фокусирующей системе ЛИУ позволяют по-

давить развитие поперечной неустойчивости электронного пучка с током до 1 кА и энергией до 10 МэВ путем снижения ее инкремента до уровня $\Gamma < 0.16$.

В ходе тестовых экспериментов продемонстрирована компрессия пучка по диаметру от 40 до 10 мм при энергии электронов 5 МэВ и токе 1 кА с последующей его транспортировкой в сжатом состоянии на расстояние 0.6 м внутри вакуумного канала ЛСЭ с диаметром 20 мм в условиях ведущего магнитного поля.

Создана конструкция секции ЛСЭ, включающая магнитную и вакуумную системы для осуществления компрессии и транспортировки пучка, а также систему для вывода излучения. Проработаны детали конструкции винтового ондулятора. В настоящее время создается техническая документация и идет изготовление основных компонентов ЛСЭ-генератора. Достигнутые результаты подтверждают возможность реализации проекта мощного ЛСЭ-генератора в диапазоне частот 0.3–1 ТГц на основе пучка, генерируемого ускорителем ЛИУ.

Основная доля исследований проведена в ИЯФ СО РАН. Результаты исследований, представленные в разделах III, IV, достигнуты благодаря частичной финансовой поддержке со стороны Российского научного фонда (проект № 19-12-00212). Эксперименты по генерации в ЛИУ пучка электронов с током 1 кА и энергией 5–8.5 МэВ проводились в коллаборации с РФЯЦ ВНИИТФ.

Авторы выражают искреннюю благодарность А.В. Бурдакову, Н.А. Винокурову и Е.К. Кенжебулатову за полезные замечания и обсуждения в ходе проведения исследований.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Arzhannikov A.V., Ginzburg N.S., Malkin A.M. et al.* // Proc. 44th Int. Conf. on Infrared, Millimeter, and Terahertz Waves (Paris, 2019). Art. No. 5864231.
2. *Peskov N.Yu., Arzhannikov A.V., Ginzburg N.S. et al.* // Proc. SPIE. 2020. V. 11582. Art. No. 1158207.
3. *Логачев П.В., Кузнецов Г.И., Корепанов А.А. и др.* // ПТЭ. 2013. № 6. С. 42.
4. *Nikiforov D.A., Blinov M.F., Fedorov V.V. et al.* // Phys. Part. Nucl. Lett. 2020. V. 17. P. 197.
5. *Sandalov E.S., Sinitsky S.L., Skovorodin D.I. et al.* // 2021 IEEE International Conf. on Plasma Science (Lake Tahoe, 2021). Art. No. 21360392.
6. *Ekdahl C.* // IEEE Trans. Plasma Sci. 2022. V. 30. No. 1. P. 254.
7. *Ekdahl C., Sinitsky S.L., Skovorodin D.I. et al.* // IEEE Trans. Plasma Sci. 2006. V. 34. P. 460.
8. *Merle E., Anthouard Ph., Bardy J. et al.* // Proc. 5th European Conference EPAC 96 (Sitges, 1996). Report EPAC-1996-THP014G.
9. *Ekdahl C.* // Beam dynamics for ARIA. Tech. Rep. LA-UR-14-274454. Los Alamos: Los Alamos Nat. Lab., 2014.
10. *Ekdahl C.* // IEEE Trans. Plasma Sci. 2015. V. 43. No. 12. P. 4123.
11. *Ekdahl C.* // IEEE Trans. Plasma Sci. 2021. V. 49. No. 10. P. 3092.
12. *Crawford M., Barraza J.* // Proc. 2017 IEEE 21st Int. Conf. Pulsed Power (Brighton, 2017). P. 1.
13. *Ekdahl C.* Beam dynamics for the Scorpius conceptual design report. Tech. Rep. LA-UR-17-29176. Santa Fe: Los Alamos Nat. Lab., 2017.
14. *Ekdahl C.* // IEEE Tran. Plasma Sci. 2021. V. 49. No. 11. P. 3548.
15. *Panofsky W.K.H., Bander M.* // Rev. Sci. Instrum. 1968. V. 39. P. 206.
16. *Neil V.K., Hall L.S., Cooper R.K.* // Particle Accel. 1979. V. 9. No. 4. P. 213.
17. *Ekdahl C., Coleman J.E., McCuistian B.T.* // IEEE Trans. Plasma Sci. 2016. V. 44. No. 7. P. 1094.
18. *Faries W., Gehring K.A., Richards P.L. et al.* // Phys. Rev. 1969. V. 180. No. 2. P. 363.
19. *Morris J.R., Shen Y.R.* // Opt. Commun. 1971. V. 3. No. 2. P. 81.
20. *Gallerano G.P., Doria A., Giovenale E.* // Terahertz Sci. Technol. 2014. V. 7. No. 4. P. 160.
21. *Jeong Y.U., Lee B.C., Kim S.K. et al.* // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2001. V. 475. P. 47.
22. *Byrd J.M., Leemans W.P., Loftsdottir A. et al.* // Phys. Rev. Lett. 2002. V. 89. Art. No. 224801.
23. *Carr G.L., Martin M.C., McKinney W.R. et al.* // Nature. 2002. V. 420. P. 153.
24. *Gover A., Faingersha A., Eliran A. et al.* // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2004. V. 528. P. 23.
25. *Van Der Meer A.F.G.* // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2004. V. 528. P. 8.
26. *Prazeres R., Glotin F., Ortega J.M. et al.* // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2004. V. 528. P. 83.
27. *Shevchenko O.A., Arbuzov V.S., Vinokurov N.A. et al.* // Phys. Procedia. 2016. V. 84. P. 13.
28. *Kulipanov G.N., Bagryanskaya E.G., Chesnokov E.N.* IEEE Trans. THz Sci. Technol. 2015. V. 5. No. 5. P. 798.
29. *Sandalov E.S., Sinitsky S.L., Nikiforov D.A. et al.* // 46th International Conference on Infrared, Millimeter and Terahertz Waves (IRMMW-THz, 2021). P. 1.
30. *Sandalov E.S., Sinitsky S.L., Skovorodin D.I. et al.* // IEEE Trans. Plasma Sci. 2021. V. 49. No. 2. P. 718.
31. *Nikiforov D.A., Petrenko A.V., Sinitsky S.L. et al.* // J. Instrum. 2021. V. 16. Art. No. 11024.
32. *Ekdahl C.* // IEEE Trans. Plasma Sci. 2019. V. 47. No. 1. P. 300.
33. *Godfrey B.B., Hughes T.P.* // 1989 IEEE Particle Accelerator Conference "Accelerator Science and Technology". V. 2. P. 1023.
34. *Сандалов Е.С., Силицкий С.Л., Сковородин Д.И. и др.* // Сибир. физ. журн. 2022. Т. 17. № 1. С. 5.
35. *Ginzburg N.S., Zaslavskii V.Y., Zotova I.V. et al.* // JETP Lett. 2010. V. 91. P. 266.

The electron beam of the linear induction accelerator with kiloampere current as a driver for the submillimeter free electron laser

E. S. Sandalov^{a, *}, S. L. Sinitsky^a, A. V. Arzhannikov^a, D. A. Nikiforov^a, D. I. Skovorodin^a, V. A. Pavlyuchenko^a, N. S. Ginzburg^{a, b}, N. Yu. Peskov^{a, b}, R. V. Protas^c, D. Yu. Karasev^c

^a*Budker Institute of Nuclear Physics of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630090 Russia*

^b*Federal Research Center Institute of Applied Physics of the Russian Academy of Sciences, Nizhny Novgorod, 603950 Russia*

^c*Russian Federal Nuclear Center – Zababakhin All-Russia Research Institute of Technical Physics, Snezhinsk, 456770 Russia*

**e-mail: E.S.Sandalov@inp.nsk.su*

The project of a submillimeter free electron laser (FEL) based on a relativistic electron beam (REB) generated in a linear induction accelerator (LIA) was proposed at the BINP SB RAS together with the IAP RAS. According to our theoretical analysis, the electron beam generated in the LIA (energy $E_e = 5\text{--}10$ MeV, current $I_b = 1\text{--}2$ kA, normalized emittance $\epsilon_n \sim 1100 \pi \cdot \text{mm} \cdot \text{mrad}$) is a suitable driver for generating sub-GW pulses of coherent EM radiation in submm range (0.3–1 THz). The main proposals for the creation of the FEL based on the electron beam generated in the LIA are presented, the main project tasks are outlined, and the proposed methods for their solution are described. The results of electron-optical experiments on the formation of an electron beam intended for FEL applications are presented.

УДК 537.626:538.945

КРИОГЕННАЯ СИСТЕМА СВЕРХПРОВОДЯЩЕГО ОНДУЛЯТОРА, ОСНОВАННАЯ НА КОСВЕННОМ ОХЛАЖДЕНИИ

© 2023 г. С. В. Хрушев^{1, 2, *}, В. М. Цуканов^{1, 2}, В. А. Шкаруба^{1, 2},
Н. А. Мезенцев^{1, 2}, А. Н. Сафронов¹

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Федеральный исследовательский центр “Институт катализа имени Г.К. Борескова
Сибирского отделения Российской академии наук”,
Центр коллективного пользования “Сибирский кольцевой источник фотонов”, Кольцово, Россия

*E-mail: Khrushev@mail.ru

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

Описана криогенная система сверхпроводящего ондулятора с периодом 15.6 мм, магнитным полем 1.2 Тл и магнитным зазором 8 мм, основанная на косвенном охлаждении. Для ускорения процесса начального охлаждения в качестве проводников тепла от магнитной системы к первой ступени криоохладителей применяются азотные тепловые трубки. Полное охлаждение магнитной системы выполняется без использования криогенных жидкостей (с использованием только газообразного гелия). Описана конструкция криогенной системы, процесс охлаждения и функционирование системы в разных режимах.

DOI: 10.31857/S0367676522701277, EDN: ABPENC

ВВЕДЕНИЕ

Для повышения эффективности использования магнитной системы сверхпроводящих вставных устройств (вигглеров и ондуляторов) необходимо минимизировать разницу между магнитным зазором в магнитной системе и вертикальной апертурой в криостате устройства. С этой целью конструкция создаваемых нами в последнее время вставных устройств основывается на косвенном охлаждении [1, 2]. При этом магнитная система находится в вакууме, а отвод тепла от нее производится с помощью трубок с циркулирующим жидким гелием.

ПРЕИМУЩЕСТВА СВЕРХПРОВОДЯЩИХ ВСТАВНЫХ УСТРОЙСТВ С КОСВЕННЫМ ОХЛАЖДЕНИЕМ

Магнитная система вставного устройства с непосредственным охлаждением находится целиком в баке, заполненном жидким гелием. Гелиевый бак имеет находящуюся внутри магнитного зазора магнитной системы холодную вакуумную камеру, имеющую температуру жидкого гелия. Холодная вакуумная камера, во избежание ее нагрева пролетающим пучком, должна иметь внут-

ри себя медный экран – лайнер, имеющий температуру ниже 20 К.

Магнитная система вставного устройства с косвенным охлаждением находится в вакууме. При этом внутри магнитного зазора достаточно иметь только вакуумную камеру с температурой ниже 20 К, отделенную зазором от магнитной системы.

Во втором случае при той же вертикальной апертуре удастся уменьшить магнитный зазор, что приводит к увеличению магнитного поля. В наших устройствах уменьшение магнитного зазора при переходе на косвенное охлаждение составило 1 мм [1, 2].

Кроме вышесказанного, переход к косвенному охлаждению позволил использовать предварительное захлаживание без использования жидкого гелия. Используется только газообразный гелий в баллонах. Подробнее об этом будет сказано ниже.

УСТРОЙСТВО КРИОГЕННОЙ СИСТЕМЫ ОНДУЛЯТОРА

Магнитная система ондулятора состоит из соединенных между собой через проставки верхней и нижней половин. Каждая половина представ-

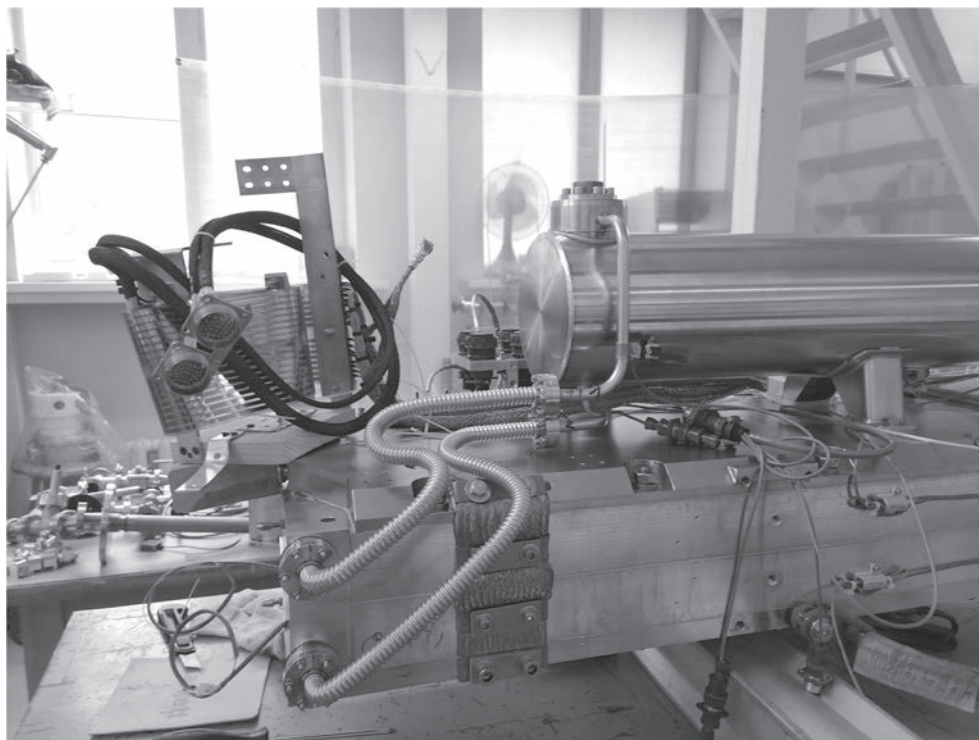


Рис. 1. Соединение гелиевого бака с продольными отверстиями в магнитной системе. На рисунке виден вход в нижнюю половину магнита и выход из верхней.

ляет собой плиту из алюминиевого сплава 6063 с закрепленными на ней катушками. Вдоль каждой из плит выполнено отверстие для прохождения жидкого гелия, охлаждающего плиты и, соответственно, катушки. Над магнитной системой закреплен гелиевый бак малого объема (около 40 л), в рабочем состоянии заполненный жидким гелием. Отверстия в плитах соединены гибкими трубками с гелиевым баком: один конец отверстия с нижней частью бака, второй — с верхней (рис. 1). Гелий с нижней части бака стекает в отверстия в плитах и, в случае, когда магнитная система имеет температуру выше температуры жидкого гелия, испаряется и в виде газа выходит в верхнюю часть бака.

Внутри гелиевого бака установлены два медных позолоченных теплообменника, соединенных со вторыми ступенями двух криокулеров SRDK-415 с номинальной температурой 4.2 К. В верхней части гелиевого бака имеется горловина, на которой находится аварийная разрывная мембрана и предохранительный клапан, для сброса газа при срывах, а также заливная горловина, которая при необходимости может быть использована для заливки жидкого гелия (в течение многомесячных активных испытаний не была использована ни разу).

АЗОТНЫЕ ТЕПЛОВЫЕ ТРУБКИ ДЛЯ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО ЗАХОЛАЖИВАНИЯ

Для предварительного захлаживания используются азотные тепловые трубки, обеспечивающие тепловую связь между первыми ступенями криокулеров SRDK-408 с номинальной температурой 60 К (температура на этих ступенях в рабочем состоянии опускается примерно до 40 К) и магнитной системой [3–5]. Тепловые трубки обеспечивают ускорение процесса предварительного захлаживания от комнатной температуры до температуры жидкого азота.

ЗАХОЛАЖИВАНИЕ ОНДУЛЯТОРА БЕЗ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ЖИДКОГО ГЕЛИЯ

Процесс предварительного захлаживания выглядит следующим образом. Производится откачка вакуумных объемов. К гелиевому бачку через редуктор, установленный на избыточное давление 0.5–0.7 бар, подсоединяется баллон с газобразным гелием. Включаются все четыре криокулера.

При охлаждении устройства параллельно работают два охлаждающих контура. На относительно высоких температурах основной съем тепла с магнитной системы осуществляют азотные

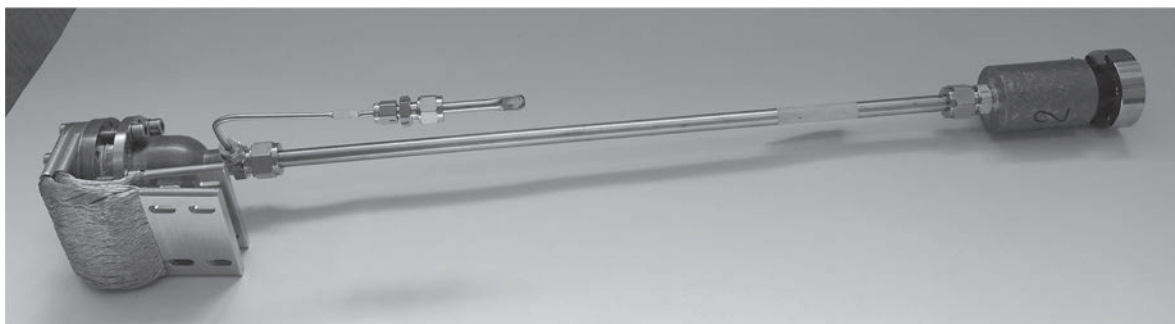


Рис. 2. Азотная тепловая трубка.

тепловые трубки (рис. 2). Эффективность их в процессе захлаживания составляет до 100 Вт.

Для эффективной работы тепловых трубок им необходимо обеспечить оптимальный тепловой режим. Первые ступени криокулеров с номинальной температурой 60 К, к которым подключены тепловые трубки, имеют избыточную эффективность, поэтому приходится не позволять температурам на них опускаться слишком низко, что может привести к преждевременному замерзанию азота в тепловых трубках и, соответственно, прекращению их работы. В процессе работы с азотными тепловыми трубками были применены два варианта стабилизации температуры на первых ступенях криокулеров. В нашем первом “сухом” вигглере на первых ступенях криокулеров были установлены компактные нагреватели и с внешнего источника питания программно поддерживался нужный тепловой режим [6]. В дальнейшем был опробован способ нагрева посредством выключения криокулеров [7]. Оба способа

работают, но от второго варианта в настоящее время мы отказались. Активные манипуляции с компрессорами криокулеров в процессе охлаждения могут негативно сказаться на их сроке службы. К тому же второй вариант практически исключает участие гелиевого контура при работе азотных тепловых трубок, так как отключение кулеров приводит к повышению температуры не только на первых ступенях, но также и на вторых, охлаждающих гелий в гелиевом баке. В используемой в настоящее время управляющей программе предусмотрена возможность использования любого варианта.

На графике (рис. 3) приведен процесс одного из захлаживаний со всеми его нюансами. В процессе охлаждения нестабильно работал один из основных термодатчиков (контакт в кабеле) — период 33–43 ч — связанное с этим замедление процесса охлаждения (произошло переохлаждение одной из тепловых трубок). Период 131–155 ч — в связи с аварийным отключением электроэнергии произошла полная остановка системы охлаждения, что привело к росту всех температур. Никаких технических проблем, кроме увеличения общего времени захлаживания, это не вызвало. Для восстановления работы потребовалось только повторное включение компрессоров. Из-за отключения электроэнергии было потеряно более 40 ч.

Азотная система охлаждения отключилась при 73 градусах (через 175 ч захлаживания).

Эффективность работы каждой тепловой трубки индивидуально можно оценить по разности температур между конкретными термодатчиками T01 и T02, расположенными на верхней поверхности магнита вблизи тепловых трубок, и термодатчиком T03, расположенным на нижней поверхности магнита практически равноудаленно от первых двух (рис. 4).

После отключения азотной системы охлаждения (замерзание азота в тепловых трубках) в работе принимает участие только гелиевый контур охлаждения (рис. 4). Гелий, циркулирующий через верхнюю и нижнюю половины магнитной системы,

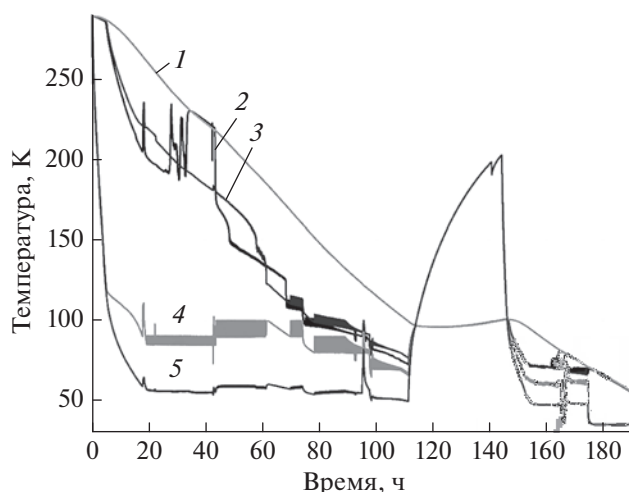


Рис. 3. Работа азотной системы охлаждения. 1 — Температура низа магнита, 2 — температура на входном конце магнита, 3 — температура на выходном конце магнита, 4 — температура на реконденсирующей головке тепловой трубки, 5 — температура на первой ступени криокулера.

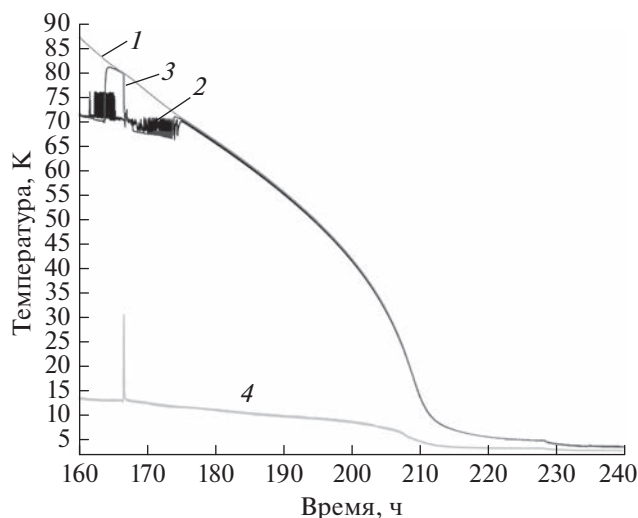


Рис. 4. Работа гелиевой системы охлаждения. 1 – Температура низа магнита, 2 – температура на входном конце магнита, 3 – температура на выходном конце магнита, 4 – температура на второй ступени криокулера.

охлаждается в гелиевом баке вторыми ступенями криокулеров с номинальной температурой 4.2 К.

Общую эффективность системы охлаждения можно оценить по изменению температуры на термодатчике Т03, расположенном на нижней поверхности магнита практически равноудаленно от тепловых трубок (рис. 5).

Можно заметить, что эффективность охлаждения в момент отключения тепловых трубок изменилась незначительно (176 ч). Это говорит о том, что вклад гелиевой системы к этому моменту уже значительно превосходил азотную. По величине изменения скорости охлаждения в момент отключения тепловых трубок (176 ч), можно сказать, что по эффективности гелиевая система десятикратно превосходила азотную.

Для полного цикла охлаждения достаточно одного стандартного сорокалитрового баллона (120–150 бар) гелия. При этом в баке накапливается 5–10% жидкости, что уже достаточно для нормальной работы устройства.

Система охлаждения устройства с косвенным охлаждением предельно проста. К гелиевому баку через газовый редуктор низкого давления, позволяющий с достаточной точностью выставлять давление в гелиевом баке криостата, подключается баллон с гелием. Установка баллона возможна на любом (разумном) удалении от криостата. Для соединения баллона и криостата использовалась пластиковая трубка диаметром 6 мм.

Эффективность гелиевого контура охлаждения зависит от давления в баке. Нами был доработан предохранительный клапан, добавлена пружина и регулировочный винт, позволяющий

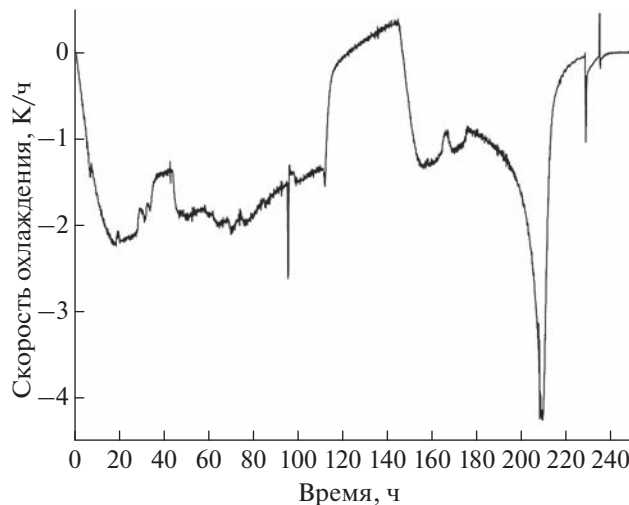


Рис. 5. График общей эффективности – производная температуры на магнитной системе по времени (датчик Т03).

регулировать избыточное давление срабатывания от 0.35 до 2 бар.

В процессе работы между баллоном и редуктором был установлен датчик давления, позволяющий измерять остаток гелия в баллоне и при необходимости прекращать подачу гелия. Измерение динамики давления в баллоне позволяет производить оценку эффективности гелиевой системы в процессе захлаживания. К сожалению, датчик давления был установлен после охлаждения магнита.

ПОВЕДЕНИЕ КРИОГЕННОЙ СИСТЕМЫ ПРИ СРЫВЕ СВЕРХПРОВОДИМОСТИ

В процессе нормальной работы эффективности криогенной системы достаточно для поддержания давления в гелиевом баке ниже атмосферного (0.7 бар). При этом температура магнитной системы опускается до 3.5 К. Минимальная температура магнитной системы определяется балансом производительности криокулеров, которая составляет 2 Вт при 4.2 К и уменьшается при снижении температуры, и паразитными теплопритоками к магниту [8]. В нашем случае большой вклад в теплоприток дает измерительная камера системы магнитных измерений.

На графике (рис. 6) приведены две кривые, показывающие абсолютное давление в криостате и уровень гелия. Пики высокого давления вызваны срывами сверхпроводимости.

В начальной части графика (250–339 ч) изображена работа непосредственно после захлаживания одним баллоном гелия. Баллона хватает для заполнения бака приблизительно на 12% объема. Видно, что при таком уровне заполнения бака срывы сверхпроводимости никак на него не влияют.

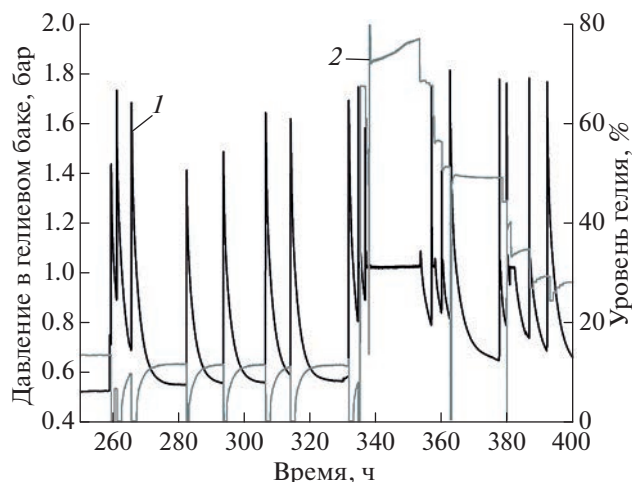


Рис. 6. Поведение давления и уровня гелия в гелиевом баке при срыве сверхпроводимости. 1 – Давление в гелиевом баке, 2 – уровень жидкого гелия в баке.

В дальнейшем была произведена дозаправка бака. Была произведена замена баллона и уровень гелия поднят до более чем 75%. В результате мы видим, что каждый срыв приводит к значительной потере гелия (изменение уровня от срыва к срыву – 75, 50, 35, 30%). Видно, что чем меньше уровень гелия перед срывом, тем меньше потери при срыве. Кроме того, потери зависят от настройки предохранительного клапана чем выше давление срабатывания, тем выше величина стабилизации уровня гелия. При настройке клапана на 1.8 бар заполнение бака стабилизировалось на уровне 20%.

Из вышесказанного следует, что нет необходимости при работе заполнять объем более чем на 10–15%. Нужно отметить, что уровень заполнения бака никак не влияет на работу магнита между срывами сверхпроводимости.

Следует отметить, что система после срыва восстанавливается без каких-либо внешних вмешательств: примерно через 3 ч после срыва давление в баке падает до атмосферного и ондулятор

снова готов к работе. Чтобы достичь пониженного давления 0.7 атм требуется около 7 ч.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Криогенная система с косвенным охлаждением позволяет значительно упростить работу с устройством. Для охлаждения магнита нет необходимости в использовании криогенных жидкостей. Начальное охлаждение магнита не требует участия технического персонала. Для приведения установленного на кольцо устройства в рабочее состояние достаточно одного баллона сжатого (120–150 бар) гелия. При срывах сверхпроводимости не требуется вмешательство технического персонала, что существенно упрощает процедуры обслуживания установленного на кольцо устройства. Все эти преимущества вполне компенсируют увеличение времени захолаживания.

Работа выполнена в рамках соглашения с Минобрнауки России № 075-15-2021-1359 и частично при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках государственного задания Института химии твердого тела и механохимии СО РАН (проект № FWUS-2021-0004).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Shkaruba V.A., Bragin A.V., Volkov A.A. et al. // Phys. Part. Nucl. Lett. 2020. V. 17. No. 4. P. 542.
2. Шкаруба В.А., Брагин А.В., Волков А.А. и др. // Письма в ЭЧАЯ. 2020. Т. 17. № 4(229). С. 567.
3. Tsukanov V.M., Khrushchev S.V., Mezentssev N.A. et al. // AIP Conf. Proc. 2020. V. 2299. Art. No. 020018.
4. Bragin A.V., Khrushchev S.V., Mezentssev N.A. et al. // Proc. CRYOGENICS 2017. (Dresden, 2017). P. 400.
5. Khrushchev S., Lev V., Mezentssev N. et al. // Phys. Procedia. 2016. V. 84. P. 90.
6. Bragin A., Gusev Ye., Khrushchev S. et al. // Phys. Procedia. 2016. V. 84. P. 54.
7. Shkaruba V., Bragin A., Erokhin A. et al. // AIP Conf. Proc. 2020. V. 2299. Art. No. 020005.
8. Khrushchev S., Mezentssev N., Shkaruba V. et al. // Proc. 15th IIR Int. Conf. CRYOGENICS 2019. (Prague, 2019). Art. No. 0043.

Superconducting undulator cryogenic system based on indirect cooling

S. V. Khrushchev^{a, b, *}, V. M. Tsukanov^{a, b}, V. A. Shkaruba^{a, b}, N. A. Mezentssev^{a, b}, A. N. Safronov^a

^a Budker Institute of Nuclear Physics of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630090 Russia

^b Synchrotron Radiation Facility – Siberian Circular Photon Source “SKIF”, Boreskov Institute of Catalysis of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Koltsovo, 630559 Russia

*e-mail: Khrushchev@mail.ru

The indirect cooling cryogenic system of the superconducting undulator with 15.6 mm period and 8 mm magnetic gap is described in this article. Nitrogen heat pipes are used in this system to accelerate cooling down process. The cooling down without liquid helium was tested (only helium gas was used). The cryogenic system design is described and process of cooling down is presented.

УДК 537.626:538.945

МАГНИТНЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ СВЕРХПРОВОДЯЩЕГО ОНДУЛЯТОРА ДАТЧИКАМИ ХОЛЛА

© 2023 г. В. М. Цуканов^{1, 2, *}, С. В. Хрущев^{1, 2}, А. А. Волков^{1, 2}, А. В. Зорин¹,
П. В. Каноник¹, Н. А. Мезенцев^{1, 2}, В. А. Шкаруба^{1, 2}

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук,
Новосибирск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Центр коллективного пользования “Сибирский кольцевой источник фотонов” —
филиал Федерального государственного бюджетного учреждения науки
Федеральный исследовательский центр Институт катализа имени Г.К. Борескова
Сибирского отделения Российской академии наук, Кольцово, Россия

*E-mail: tsukanov@inp.nsk.su

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

Описаны магнитные измерения сверхпроводящего ондулятора с периодом 15.6 мм, полем 1.2 Тл, и межполюсным зазором 8 мм. Магнитные измерения проводились каретками с различными датчиками Холла в измерительной камере прямоугольного сечения из алюминиевого сплава. Температурный диапазон в измерительной камере в процессе сканирования составляет 55–300 К. Это накладывает дополнительные требования на методики измерений и обработки результатов.

DOI: 10.31857/S0367676522701307, EDN: ACDUIA

ВВЕДЕНИЕ

Большинство изготавливаемых нами в настоящее время вставных устройств имеют криогенную систему, основанную на косвенном охлаждении. Магнитная система при этом находится не в жидком гелии, а в вакууме. Это позволяет уменьшить межполюсный зазор и, за счет этого, увеличить рабочее поле ондулятора. Апертура вакуумной камеры ондулятора составляет 6 мм. Этого недостаточно для установки измерительной камеры и проведения магнитных измерений, поэтому на время испытаний вместо вакуумной камеры устанавливается измерительная камера.

ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ КАМЕРА

Для изготовления измерительной камеры использовался стандартный профиль из сплава АД-31 (изделие Новосибирской фирмы “Сибпрофиль”, прямоугольная тонкостенная труба внутренним сечением 21 × 5 мм, изготовленная методом экструзии). Внутренняя поверхность измерительной камеры контактирует с атмосферой, а внешняя отделена вакуумным зазором от магнитной системы с температурой ниже 4 К. Для снижения теплопритока с камеры на магнит и теплоизоляция

ции измерительного объема камера была покрыта несколькими слоями специальной криогенной суперизоляции, поверх которой был установлен экран из медной фольги толщиной 0.2 мм (рис. 1). Для предотвращения прямого контакта медного экрана измерительной камеры с магнитом поверх экрана была намотана с большим шагом нейлоновая леска диаметром 0.2 мм.

Несмотря на принятые меры, обеспечить хорошую теплоизоляцию при таких зазорах невозможно. Поэтому при движении вдоль камеры температура измерительной каретки меняется в диапазоне от 300 до 55 К. В этом диапазоне находятся температуры фазовых переходов основных атмосферных газов (табл. 1). Эти газы во всех своих состояниях могут присутствовать внутри измерительной камеры. Во время испытаний наблюдались два эффекта. При возврате после окончания сканирования каретка работала как поршень, что иногда приводило к интенсивному излиянию жидкого газа из камеры. Также при продувке измерительной камеры сжатым гелием наблюдалось незначительное количество снега (скорее всего углекислого газа, не имеющего жидкой фазы).

Измерительная камера с торцов устанавливается во фланцы, с возможностью перемещения

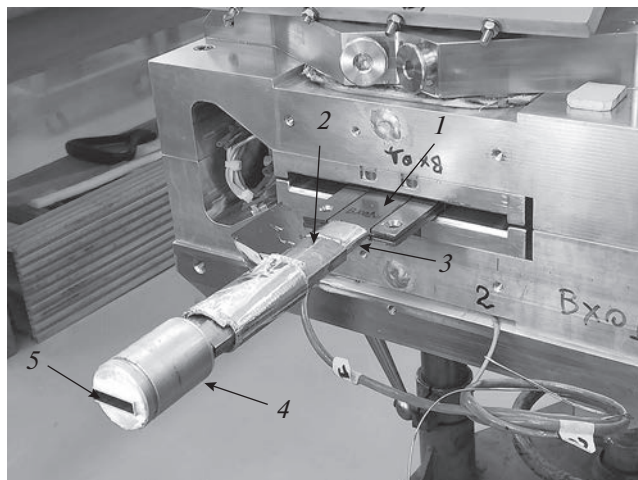


Рис. 1. Измерительная камера внутри магнитной системы ондулятора: 1 – медный экран измерительной камеры, 2 – многослойный магнитный экран, 3 – теплоизоляция измерительной камеры, 4 – цилиндрический скользящий узел, 5 – измерительная камера.

по вертикали. Это позволяет компенсировать смещение магнита при охлаждении.

В процессе работы ондулятора камера испытывает значительное изменение температуры, что приводит к изменению длины камеры. Для компенсации этого эффекта на концах камера вклеена в скользящие цилиндрические уплотнительные узлы.

Для создания участков с нулевым полем в начале и в конце камеры установлены многослойные магнитные экраны (рис. 1).

МАГНИТНАЯ СИСТЕМА ОНДУЛЯТОРА

Магнитная система ондулятора имеет конструкцию, существенно отличающуюся от обычно используемых [1–3]. На каждой половине магнита находятся полюса только одной полярности, которые чередуются с нейтральными полюсами.

При такой конфигурации торцевые участки обмоток образуют две длинные продольные катушки с направленными встречно полями. Это приводит к возникновению косых квадруполь-

ных компонент магнитного поля. Для компенсации этого эффекта соотношения длин кернов катушек и нейтральных полюсов рассчитаны таким образом, чтобы в рабочем режиме обеспечить максимальное подавление паразитных компонент на траектории пучка. Для более точной коррекции и расширения рабочего диапазона ондулятора в конструкции предусмотрены длинные сверхпроводящие корректирующие обмотки.

Также особенностью данной конструкции магнитной системы являются некомпенсированные поля первой и последней обмотки. Это приводит к возникновению большой продольной составляющей магнитного поля на краях магнитной системы. Использование продольных корректоров приводит к уменьшению этого эффекта.

На ондулятор накладываются жесткие требования к фазовой ошибке. В конструкции ондулятора предусмотрена возможность оперативной коррекции поля. Для этого магнитная система равномерно разбита на 24 группы по 12 катушек на каждой половине и наружу выведены токовводы для независимого запитывания каждой группы. При необходимости на выбранные корректируемые группы по предварительно рассчитанной таблице с дополнительных источников питания подаются дополнительные токи.

ИСПОЛЬЗУЕМОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

Особенности конструкции ондулятора предъявляют дополнительные требования к магнитным измерениям. В настоящее время мы используем несколько типов измерительных кареток. Все каретки изготовлены из поликарбоната с применением технологии 3D моделирования и печати. Использование 3D принтера позволяет нам оперативно разрабатывать и изготавливать каретки с любым вариантом установки датчиков Холла (рис. 2).

При измерениях используются сенсоры двух фирм изготовителей Hoenen Electronics (HE244 и HE444) с рабочим током 1 мА и фирмы LakeShore (HGT1050) с рабочим током 100 мА. Для измерения температуры датчиков в процессе сканирования во все каретки установлены терморезисторы. При измерении температуры удобно использовать рабочий ток датчиков Холла. При токе 1 мА оптимально использовать стандартные миниатюрные платиновые терморезисторы Pt100 (100 Ом). Для тока 100 мА требуется низкоомный терморезистор с сопротивлением не более 1 Ом. Ничего подходящего не нашлось, поэтому было решено использовать самодельный. Были изготовлены миниатюрные бескаркасные катушки, намотанные сложным вдвое медным проводом диаметром 0.07 мм, сопротивлением около 0.5 Ом. Точность измерения температуры не играет роли, так как калибровка датчиков Холла привязывается

Таблица 1. Температуры фазовых переходов основных атмосферных газов

Газ	Температура конденсации, К	Температура кристаллизации, К
Азот	77	63
Кислород	90	54
Углекислый газ	–	194.5

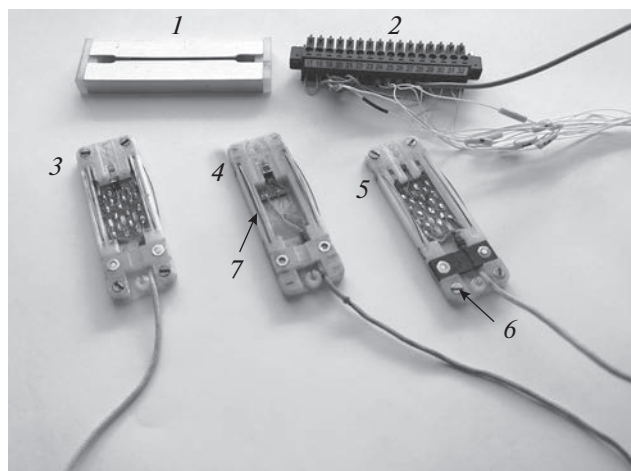


Рис. 2. Измерительные каретки разной конфигурации. 1 – Пенал для хранения и калибровки кареток, 2 – разъем подключения к АЦП NI-6218, 3 – каретка с тремя датчиками HE244 для измерения основного и горизонтального поля с возможностью смещения каретки по вертикали, 4 – каретка с 3-мерным датчиком HE444, 5 – каретка с тремя горизонтально расположенными датчиками HGT1050, 6 – установочные винты для изменения положения относительно медианы, 7 – прижимные пружины для фиксации каретки относительно измерительной камеры. Установочные винты обеспечивают смещение по вертикали от центра камеры ± 0.4 мм.

не к температуре, а к напряжению на конкретном, установленном в каретке термодатчике.

Для предварительной оценки и предварительного отбора датчиков были изготовлены компактные тестовые магниты с полями 0.9 и 0.7 Тл.

Для оценки вертикальной структуры магнитного поля были разработаны и изготовлены две каретки с возможностью смещения траектории сканирования по вертикали ± 0.4 мм. Одна из кареток состоит из трех датчиков HGT1050 расположенных горизонтально. Вторая из трех HE244, средний датчик расположен горизонтально, а два крайних вертикально на расстоянии 14 мм между ними, для измерения горизонтальной составляющей поля.

ТЕМПЕРАТУРНАЯ КОРРЕКЦИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ДАТЧИКАМИ ХОЛЛА

Параметры датчиков Холла имеют индивидуальную для каждого датчика зависимость от температуры, поэтому для получения хороших результатов желательно стабилизировать температуру датчика или обеспечить температурную коррекцию результатов измерений. Обеспечить температурную стабилизацию датчиков в таком большом диапазоне температур и в таком размере практически нереально. Поэтому было решено провести калибровку датчиков Холла в широком диапазоне температур. В каретках с датчиками

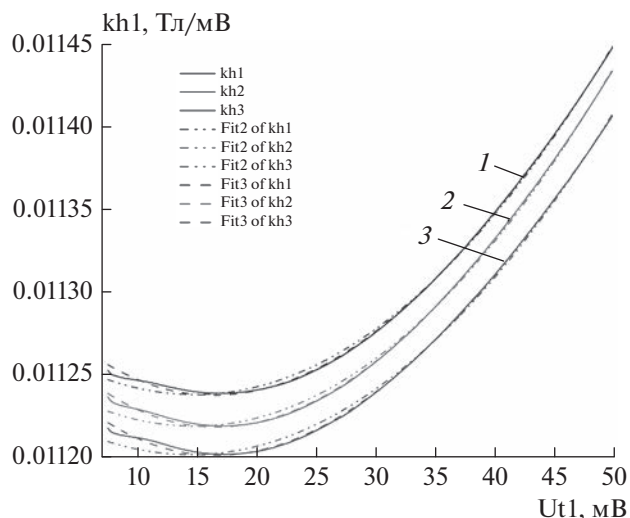


Рис. 3. Температурная зависимость коэффициентов Холла от температуры от жидкого азота до комнатной каретки HGT1050*3 и результаты фитирования полиномами второго (штрих-пунктирная линия) и третьего (штриховая линия) порядка.

Холла расположены датчики температуры, фиксирующие реальную температуру в момент измерения. Для изменения температуры в широком диапазоне был использован процесс испарения жидкого азота.

Калибровка осуществлялись в два этапа. На первом этапе сняли зависимость нулевого напряжения холловских датчиков от температуры. В работе приведены результаты калибровки каретки с тремя HGT1050.

Для калибровки нуля каретка помещалась в магнитный экран и заливалась азотом. Полученные результаты зависимости нулевого напряжения от использовались при обработке результатов измерений.

Для калибровки в магнитном поле использовался калибровочный магнит с ЯМР измерителем и максимальным полем до 2 Тл. Калибровка производилась на поле 1.4 Тл, близком к рабочему полю ондулятора.

В процессе калибровки и при измерениях использовался стандартный источник тока фирмы Lake Shore “120 Current Source” с возможностью ступенчатой установки тока в диапазоне 30 мкА–300 мА.

При калибровке было проведено два полных температурных цикла в полях разной полярности. Полученные результаты калибровки были обработаны и в дальнейшем для обработки результатов измерений использовались полиномы второго и третьего порядка. Различие между полиномами незначительно, но полином третьего порядка очевидно предпочтительнее (рис. 3).

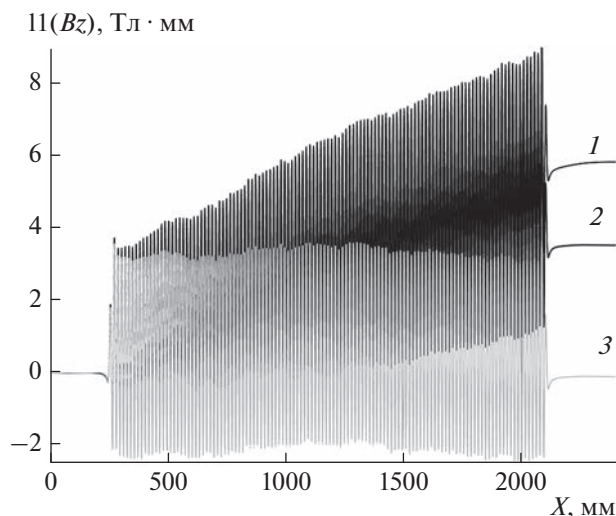


Рис. 4. Результат влияния температурной коррекций на первый интеграл поля ондулятора. 1 – Без учета температурных коррекций, 2 – три графика, температурная коррекция нуля, коррекция нуля и $kh+$, коррекция нуля и $kh-$, 3 – с учетом зависимости коэффициента холла от полярности поля. Основной вклад в результат дают температурная коррекция нуля и учет зависимости коэффициента Холла от полярности поля.

Соотношение коэффициентов Холла в полях разной полярности для разных датчиков существенно отличаются. Также было замечено, что этот параметр практически не зависит от температуры, поэтому нет необходимости делать дополнительные измерения коэффициента Холла в поле второй полярности во всем диапазоне температур (что достаточно трудоемко и не идет на пользу датчикам). В дальнейшем температурная

калибровка каретки проводилась в поле одной полярности, а определение соотношения коэффициентов производилось в тестовом магните при комнатной температуре.

На графике (рис. 4) отображено влияние температурной калибровки на результат обработки полученных данных на поле 1.15 Тл. Основной вклад в ошибку измерений вносят зависимости нулевого напряжения от температуры и коэффициента Холла от полярности поля.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ

Основная задача, которая стоит перед нами при текущем испытании ондулятора – минимизация фазовой ошибки и коррекция ошибок, вызванных вертикальной асимметрией полюсов ондулятора. Коррекция фазовой ошибки на данный момент требует несколько последовательных итераций. С помощью специально написанной программы производится анализ измеренного магнитного поля и генерируется таблица корректирующих токов. Корректирующие токи с дополнительных источников подаются на группы катушек ондулятора и производится очередное измерение поля. На графиках приведен пример корректирующего поля (рис. 5) и результат влияния коррекции на второй интеграл (рис. 6).

В процессе испытаний также проводились измерения продольного и поперечного полей. Для этого мы применяем холловские 3D датчики (HE 444), которые используются нами с 2015 г. (CLIC 2015, Delta 2018, KISI 2019) [4–8]. После сборки и захождения всегда возникает вопрос о текущем положении магнитной системы. Измерение продольного поля позволяет определить положение плоскости измерения относительно истинной

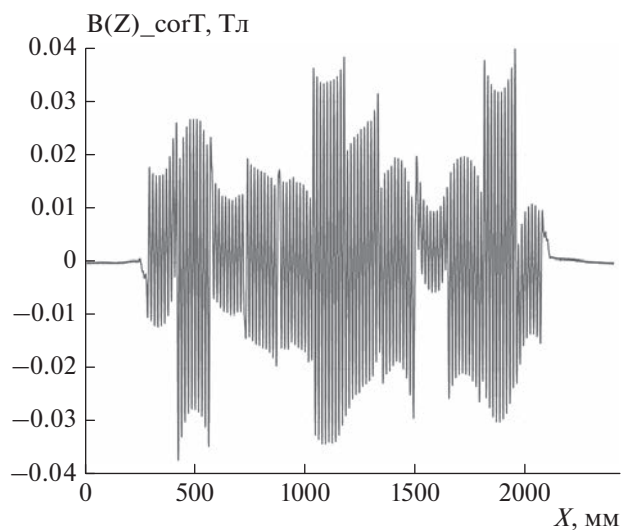


Рис. 5. Пример поля коррекции фазовой ошибки.

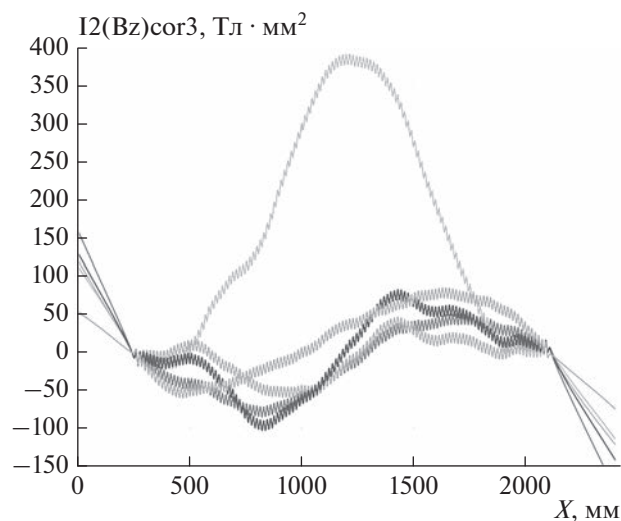


Рис. 6. Влияние корректирующего поля на траекторию пучка.

медианы магнитной системы. В вигглерах с симметричной относительно медианы конструкцией продольное поле в медианной плоскости должно быть минимальным.

Особенности конструкции магнитной системы ондулятора требуют более тщательного изучения структуры магнитного поля. Несмотря на малый размер измерительной камеры, были изготовлены измерительные каретки с возможностью вертикального смещения траектории сканирования. Для определения реального положения измерительной камеры были проведены измерения с разным смещением по вертикали. Критерием определения положения медианы магнитной системы относительно центра измерительной камеры является минимум магнитного поля (Bz2_s0_7). В результате проведенных измерений выяснилось, что измерительная камера в процессе захолаживания опустилась на 0.2 мм.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Работы с прототипом ондулятора продолжаются. Не на все вопросы получены ответы. Использование в процессе испытаний 3D печати позволило оперативно разрабатывать и изготавливать измерительные каретки любой конфигу-

рации. Разработка и изготовление из пластика (полный цикл) может занимать от 1 сут.

Работа выполнена в рамках Соглашения с Минобрнауки России № 075-15-2021-1359 и частично при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках государственного задания Института химии твердого тела и механохимии СО РАН (проект № FWUS-2021-0004).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Khrushchev S., Kanonik P., Lev V. et al.* // AIP Conf. Proc. 2020. V. 2299. Art. No. 020012.
2. *Mezentsev N.A., Khrushchev S.V., Shkaruba V.A. et al.* // Proc. 25th Russian Particle Accelerator Conf. (St. Petersburg, 2016). Art. No. TUCAMH01.
3. *Khrushchev S., Mezentsev N., Shkaruba V. et al.* // Phys. Procedia. 2016. V. 84. P. 62.
4. *Bragin A., Bernhard A., Casalbuoni S. et al.* // IEEE Trans. Appl. Superconductivity. 2016. V. 26. No. 4. Art. No. 4102504.
5. *Bragin A., Gusev Ye., Khrushchev S. et al.* // Phys. Procedia. 2016. V. 84. P. 54.
6. *Mezentsev N., Bragin A., Khrushchev S. et al.* // Proc. RuPAC-2018 (Protvino, 2018). P. 410.
7. *Valentinov A., Korchuganov V., Ushakov V. et al.* // Proc. RuPAC-2018 (Protvino, 2018). P. 407.
8. *Shkaruba V., Bragin A., Erokhin A. et al.* // AIP Conf. Proc. 2020. V. 2299. Art. No. 020005.

Hall probe magnetic measurements of the superconducting undulator

**V. M. Tsukanov^{a, b, *}, S. V. Khrushchev^{a, b}, A. A. Volkov^{a, b}, A. V. Zorin^a, P. V. Kanonik^a,
N. A. Mezentsev^{a, b}, V. A. Shkaruba^{a, b}**

^a *Budker Institute of Nuclear Physics of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences,
Novosibirsk, 630090 Russia*

^b *Synchrotron Radiation Facility-Siberian Circular Photon Source "SKIF", Boreskov Institute of Catalysis
of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Koltsovo, 630559 Russia*

*e-mail: tsukanov@inp.nsk.su

The superconducting undulator with 15.6 mm period and 1.2 T magnetic field described in this article has 8 mm magnetic gap. The magnetic measurements system in such conditions required using of special tube (ante-chamber) inside of undulator magnetic gap. The thermal insulation between cold magnet and this measurement tube does not allow to have stable temperature along this tube length. The temperature range into this tube is 70–300 K. Hall probe measurements in this case are a rather complicated problem. The features of the method of measurement and processing of results are described.

УДК 537.533.79:621.373

ФОТОИНЖЕКТОРНЫЙ КОМПЛЕКС В ИПФ РАН: РАСЧЕТНЫЕ ПАРАМЕТРЫ И ТЕКУЩАЯ СТАДИЯ РАЗРАБОТКИ

© 2023 г. Н. Ю. Песков¹*, А. В. Афанасьев¹, И. В. Бандуркин¹, А. А. Вихарев¹, А. М. Горбачев¹,
К. В. Минеев¹, Ю. С. Опарина¹, А. В. Савилов¹

¹Федеральное государственное бюджетное научное учреждение
“Федеральный исследовательский центр Институт прикладной физики Российской академии наук”,
Нижний Новгород, Россия

*E-mail: peskov@ipfran.ru

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

Приведены расчетные параметры фотоинжекторного ускорителя электронов, реализуемого в настоящее время в Институте прикладной физики, и описано текущее состояние работ. Комплекс предусматривает каскадное повышение средней энергии частиц в плотных электронных сгустках до 20 МэВ, что открывает возможности для реализации на его основе широкого класса генераторов электромагнитного излучения.

DOI: 10.31857/S0367676522701319, EDN: ACHNFY

ВВЕДЕНИЕ

Основным преимуществом фотоинжекторного ускорителя электронов [1, 2] является его способность производить плотные холодные сгустки релятивистских частиц при относительно компактных размерах всей установки. Такая способность достигается за счет инжекции электронов под воздействием мощного короткого лазерного импульса с холодного катода сразу в сильное электрическое поле резонансной ВЧ ускоряющей структуры. Типичная амплитуда ускоряющего электрического поля в подобных системах достигает $\sim 100 \text{ МВ} \cdot \text{м}^{-1}$, что обеспечивает средний по времени темп ускорения около 5 МэВ на 10 см ускоряющей секции. Такое быстрое увеличение энергии электронов до релятивистских значений предотвращает чрезмерную деградацию плотного сгустка под действием кулоновских сил, что является одним из условий формирования на выходе ускорителя электронного пучка, интересного для различных перспективных схем генераторов электромагнитного излучения, таких как источники спонтанного когерентного терагерцового излучения или рентгеновские лазеры на свободных электронах (ЛСЭ). Другим важным компонентом фотоинжекторного комплекса является магнитная фокусирующая система, правильная работа которой обеспечивает стабилизацию поперечного размера электронного сгустка и дополнительную компенсацию последствий кулоновского расталкивания частиц.

В Институте прикладной физики РАН (ИПФ РАН) разрабатывается фотоинжекторный ускоритель, рассчитанный на поэтапное увеличение средней энергии электронных сгустков с зарядом около 100 пКл и длительностью порядка 10 пс сначала до 3.5 МэВ, а затем до 20 МэВ. Предполагается, что пучок с выхода первого ускорительного каскада будет использован для реализации предложенных недавно авторами новых перспективных схем ондуляторного терагерцового излучения [3–8]. Второй ускорительный каскад позволит, согласно предварительным расчетам, эффективно инжектировать холодные плотные электронные сгустки в кильватерное поле мощного лазерного импульса в плазменном ускорителе электронов. Такие ускорители обеспечивают гигантские темпы ускорения в сотни ГэВ/см, однако пока не могут обеспечить качества ускоренных сгустков, достаточного для реализации эффективных рентгеновских ЛСЭ. Предполагается, что инжекция в плазменный ускоритель холодного фотоинжекторного сгустка позволит значительно уменьшить скоростной и энергетический разброс на выходе, что позволит надеяться на реализацию эффективного рентгеновского ЛСЭ в режиме самоусиления спонтанного излучения (SASE, self-amplified spontaneous emission).

Еще одним направлением исследований, проводимых в ИПФ РАН, является разработка новых эффективных разновидностей фотокатодов. Так, основным недостатком использования в качестве

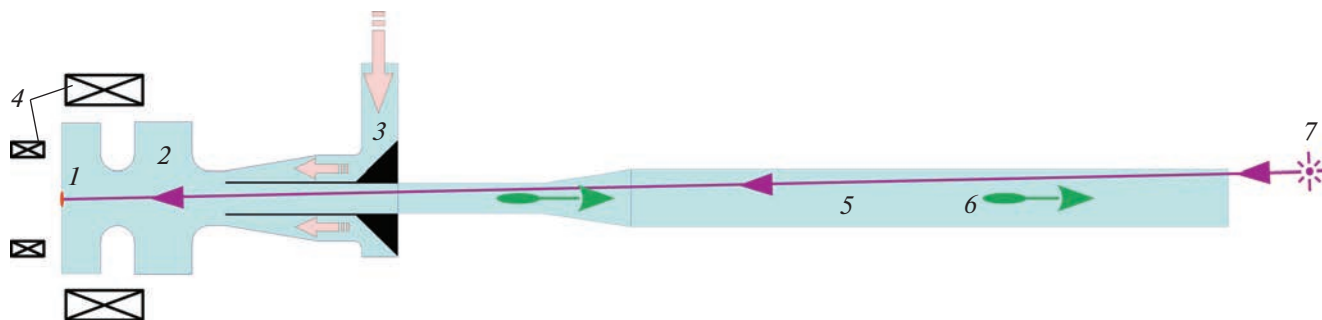


Рис. 1. Компоновка первого каскада ускорительного комплекса. 1 – Фотокатод, 2 – ускоряющая структура, 3 – ввод СВЧ мощности от клистрона, 4 – фокусирующие соленоиды, 5 – труба дрейфа, совмещенная с линией ввода лазерного излучения, 6 – ускоренный электронный сгусток, 7 – импульсный ультрафиолетовый лазер.

фотоэммитирующей поверхности медной стенки ускоряющей структуры является относительно невысокий, порядка 10^{-5} , квантовый выход даже при облучении высокоэнергичным ультрафиолетовым лазером. В то же время материалы с большей квантовой эффективностью, как правило, обладают достаточно малым временем жизни и, кроме того, могут быть крайне чувствительными к условиям окружающей среды, требуя для работы очень глубокого вакуума. В этой связи интерес представляют фотокатоды на основе тонких алмазных пленок. Такие катоды могут обеспечивать квантовый выход, заметно превышающий квантовый выход меди, демонстрируя при этом практически полное отсутствие зависимости от качества вакуума [9, 10]. В ИПФ РАН имеется развитая технология для выращивания алмазных пленок методом осаждения из газовой фазы (CVD, chemical vapor deposition), что позволяет проводить интенсивные исследования алмазных фотокатодов на специальном стенде.

ФОТОПУШКА И ПЕРВЫЙ КАСКАД УСКОРЕНИЯ

Первый каскад фотоинжектора выполнен в классической компоновке (рис. 1) и представляет собой полутораячеечную ускоряющую структуру, в которой торцевая медная стенка первой ячейки играет роль фотокатода. Рабочей модой структуры является низшая азимутально-симметричная ТМ-мода с противоположным направлением поля в ячейках (π -мода, рис. 2). Запитку резонансной структуры планируется осуществлять от импульсного многолучевого клистрона КИУ-111 производства “НПО “Торий” на частоте 2.45 ГГц. Согласно электродинамическим расчетам, выходная мощность излучения клистрона 5 МВт при длительности СВЧ импульса ~ 5 нс должна обеспечить ускоряющее электрическое поле около $70 \text{ МВ} \cdot \text{м}^{-1}$ и среднюю энергию электронов на выходе ускоряющей структуры около 3.5 МэВ. Тонкая подстройка резонатора в диапазоне

~ 5 МГц обеспечивается за счет возможности небольшого прогиба катодной стенки (рис. 2) и позволяет компенсировать, в том числе, тепловой уход резонансной частоты структуры.

Фотоэмиссия с катода обеспечивается излучением на четвертой гармонике твердотельного пикосекундного (длительность импульса 8–10 пс) инфракрасного лазера. При энергии импульса 60 мкДж на длине волны 257–266 нм медный катод должен эмитировать заряд около 100 пКл, что достаточно для большого числа перспективных приложений. Сам лазерный луч вводится в ускоряющую структуру через выходное окно под небольшим углом к оси системы (рис. 1).

Синхронизация лазера с СВЧ ускоряющим полем осуществляется за счет привязки всех процессов к одному задающему сигналу на частоте 98 МГц (рис. 3). Эта частота совпадает с частотой мастер-генератора лазера и одновременно является 25 субгармоникой частоты ускоряющего поля 2450 МГц, что позволяет облучать катод в фиксированной фазе СВЧ поля. Регулировка этой фазы производится при помощи фазовращателя в СВЧ цепи.

Магнитная система первого каскада состоит из пары соленоидов (рис. 1): основного, охватывающего ускоряющую секцию, и дополнительного, расположенного за катодом и зануляющего, за счет встречного включения, магнитное поле на его поверхности. Такая конфигурация работает в режиме электронно-оптической линзы, фокусирующей электронный сгусток в поперечном сечении и компенсирующей рост поперечного эмиттанта, связанный с действием сил пространственного заряда. При величине магнитного поля в центре основного соленоида 0.25 Тл фокусная перетяжка электронного пучка располагается на расстоянии $\sim 1 \text{ м}$ от ускоряющей структуры, при этом поперечный размер сгустка в перетяжке вдвое меньше его размера вблизи катода, а нормализованный поперечный эмиттанс не превышает $1 \text{ мм} \cdot \text{мрад}$.

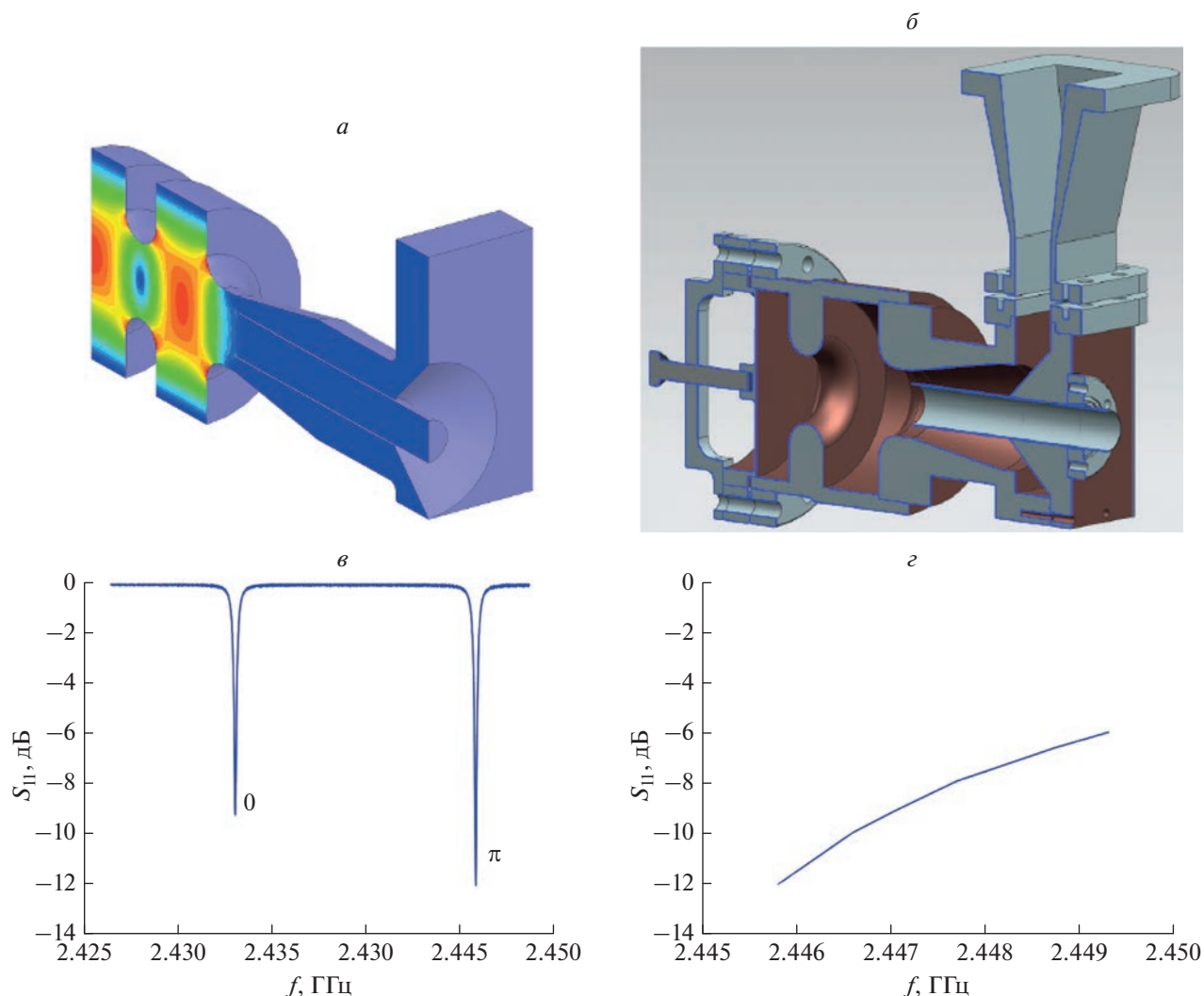


Рис. 2. Ускоряющая структура первого каскада. Расчитанное распределение поля в рабочей π -мод (а), где градация цвета определяет распределение от минимального (синий) до максимального (красный) значения; структура с подстроечным устройством в разрезе (б); измеренный с помощью векторного анализатора цепей коэффициент отражения от ввода СВЧ мощности в структуру с провалами, соответствующими синфазной 0-мод и рабочей противофазной π -мод (в); измеренная зависимость коэффициента отражения в рабочем режиме от частоты при использовании подстроечного устройства (г).

К настоящему времени изготовлены и испытаны все элементы СВЧ линии первого каскада. В ходе текущих экспериментов проводится тренировка ускоряющей структуры в режиме высокой СВЧ мощности и измерение уровня темнового тока (в отсутствие лазерной засветки фотокаатода).

ВТОРОЙ КАСКАД УСКОРЕНИЯ

На втором этапе ускорения повышение средней энергии частиц в электронных сгустках до 20 МэВ планируется осуществить с помощью дополнительных СВЧ структур. В качестве варианта таких структур рассчитаны секции, каждая из ко-

торых представляет собой последовательность из 6 связанных резонаторов, запитываемых от одного источника СВЧ сигнала на частоте 2.45 ГГц. Данная частота совпадает с рабочей частотой первого каскада фотоинжектора, что позволяет синхронизировать все оконечные усилители СВЧ в обоих каскадах, запитав их через управляемые фазовращатели от одного стабильного маломощного источника непрерывного СВЧ сигнала. Рабочей ТМ модой ускоряющей структуры является π -мода с противофазными колебаниями поля в соседних ячейках. При мощности запитывающего сигнала 5 МВт амплитуда ускоряющего поля в резонаторах составляет около $35 \text{ МВ} \cdot \text{м}^{-1}$ (средний по времени градиент ускорения около $17 \text{ МВ} \cdot \text{м}^{-1}$),

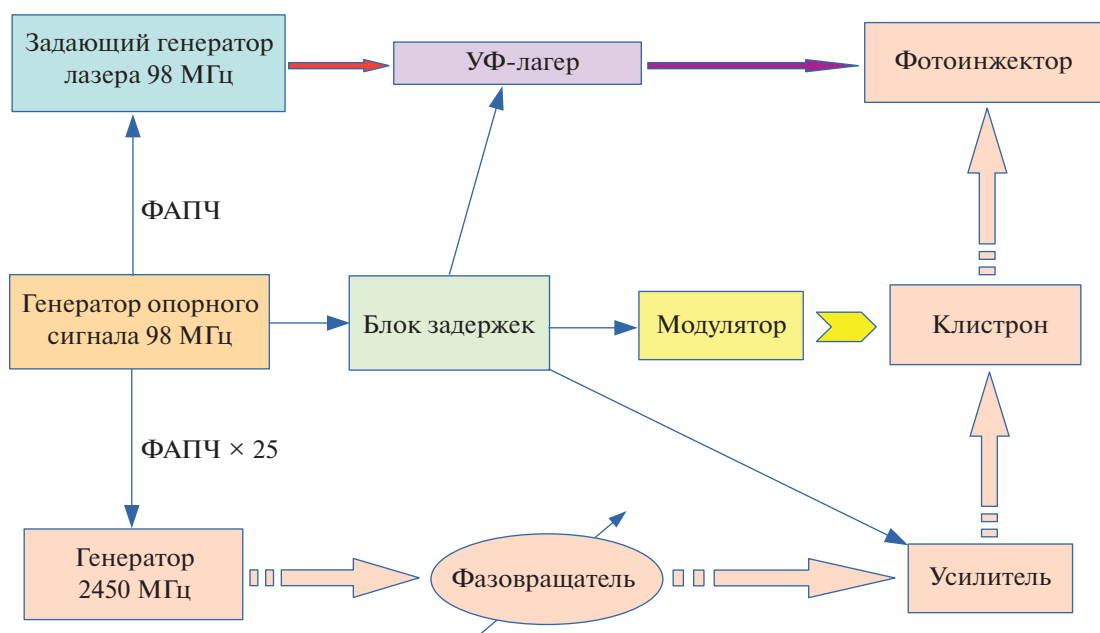


Рис. 3. Схема синхронизации фотоинжекторного комплекса.

что, согласно расчетам, обеспечивает прирост энергии релятивистских частиц около 6.5 МэВ на длине одной секции около 40 см. Последовательное расположение трех таких секций позволяет добиться ускорения фотоинжекторного электронного сгустка с энергией 3.5 МэВ до средней энергии более 20 МэВ. При этом нарушение фазового синхронизма между ускоряемыми частицами и ускоряющим полем, возникающее из-за небольшого отличия скорости сгустка от скорости света, компенсируется за счет оптимизации фазы ускоряющего поля между соседними последовательными секциями. Моделирование показывает, что прирост среднеквадратичного энергетического разброса по энергиям за время ускорения во втором каскаде для сгустка зарядом 100 пКл не превышает 0.07% от конечной энергии частиц, а суммарный разброс по энергиям с учетом приобретенного в первом каскаде составляет около 0.2%. В дальнейшем планируется исследовать возможность уменьшения этих величин за счет оптимизации параметров системы.

Начало первой ускоряющей секции второго каскада располагается вблизи фокальной перетяжки пучка после ускоряющей секции первого каскада. Для стабилизации поперечных характеристик сгустка рассчитаны магнитные фокусирующие системы в виде соленоидов, окружающих каждую ускорительную секцию. При значении магнитного поля в них около 0.1 Тл они обеспечивают удержание значения поперечного нормализованного эмиттанса пучка в пределах 0.7 мм · мрад и поперечного размера в пределах начального разме-

ра сгустка 1 мм, обусловленного диаметром лазерного пятна на катоде.

Несмотря на достижение в расчетах заявленных характеристик электронного пучка, перед началом изготовления элементов второго каскада планируется выполнить ряд дополнительных исследований по оптимизации ускорительной схемы.

ИССЛЕДОВАНИЯ АЛМАЗНЫХ ФОТОКАТОДОВ

Исследования новых разновидностей фотокатодов проводятся с помощью специально сконструированной вакуумной камеры, позволяющей регистрировать электрический заряд, испускаемый с поверхности катода под действием лазерного излучения. При этом величина тянущего электрического поля на поверхности катода составляет порядка $0.5 \text{ МВ} \cdot \text{м}^{-1}$, а длительность лазерного импульса — около 10 нс, что хотя и отличается заметно от рабочего режима фото катода в ускорителе, однако позволяет сравнивать характеристики различных материалов в одних и тех же условиях.

Исследуемые образцы в виде нанокристаллических алмазных пленок осаждались в CVD плазменном микроволновом реакторе на подложки из кремния *n*-типа размером $20 \times 20 \times 0.5 \text{ мм}^3$. Толщина осаждаемой пленки составляла около 0.5 мкм. Рост пленок осуществлялся в смеси водорода и метана, к которой в малом количестве добавлялся газ, содержащий легирующую примесь, фосфин PH_3 . Было выращено несколько

образцов фотокатодов, условия роста которых отличались содержанием метана, фосфина в газовой смеси, температурой подложки. В результате алмазные пленки имели различное соотношение алмазной и неалмазной фазы и содержание фосфора. Квантовая эффективность исследованных катодов при облучении ультрафиолетовым лазером с длиной волны 266 нм менялась в диапазоне $(4-9) \cdot 10^{-6}$, что почти на порядок превышает измеренные при тех же условиях значения квантовой эффективности медного фотокатода (следует иметь в виду, что квантовая эффективность как меди, так и алмазных материалов в ускоряющей структуре фотоинжектора в условиях сильного поля на катоде и большей интенсивности лазерного импульса может быть заметно выше [11]). При этом важно, что образцы перед помещением в вакуум не подвергались никакой специальной обработке, что свидетельствует о низкой чувствительности таких фотокатодов к условиям внешней среды. В настоящее время работы по исследованию алмазных фотокатодов продолжаются.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В ИПФ РАН реализуется проект по созданию фотоинжекторного ускорителя электронов. Планируется, что два каскада ускорения обеспечат увеличение средней энергии частиц в 100 пКл, 10 пс сгустках последовательно до 3.5 и 20 МэВ при сохранении нормализованного поперечного эмиттанса на уровне 1 мм · мрад. Одновременно ведутся

исследования перспективных разновидностей фотокатодов на основе алмазных пленок.

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда: проект № 20-12-00378 в части разработки первого каскада и исследований новых фотокатодов и проект № 21-72-30027 в части разработки второго каскада.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Palmer D.T. // AIP Conf. Proc 1997. V. 413. No. 1. P. 155.
2. Carlsten B.E. // Part. Accel. 1995. V. 49. P. 27.
3. Bandurkin I.V., Kuzikov S.V., Savilov A.V. // Appl. Phys. Lett. 2014. V. 105. No. 7. Art. No. 073503.
4. Balal N., Bandurkin I.V., Bratman V.L. et al. // Appl. Phys. Lett. 2015. V. 107. No. 16. Art. No. 163505.
5. Bandurkin I.V., Oparina Yu.S., Savilov A.V. // Appl. Phys. Lett. 2017. V. 110. No. 26. Art. No. 263508.
6. Bandurkin I.V., Kurakin I.S., Savilov A.V. // Phys. Rev. Accel. Beams. 2017. V. 20. No. 2. Art. No. 020704.
7. Oparina Yu.S., Savilov A.V., Pershin D.S., Bandurkin I.V. // J. Phys. Conf. Ser. 2018. V. 1135. No. 1. Art. No. 012018.
8. Bandurkin I.V., Oparina Yu.S., Osharin I.V., Savilov A.V. // Phys. Plasm. 2019. V. 26. No. 11. Art. No. 113105.
9. Pérez Quintero K.J., Antipov S., Sumant A.V. et al. // Appl. Phys. Lett. 2014. V. 105. No. 12. Art. No. 123103.
10. Chen G., Spentzouris L., Jing Ch. et al. // Appl. Phys. Lett. 2020. V. 117. No. 17. Art. No. 171903.
11. Davis P., Clayton C., Hairapetian G. et al. // Proc. Internat. Conf. Particle Accelerators. (Washington, 1993). P. 2976.

Photoinjector complex in IAP RAS: design parameters and current state of realization

N. Yu. Peskov^{a,*}, A. V. Afanasiev^a, I. V. Bandurkin^a, A. A. Vikharev^a, A. M. Gorbachev^a,
K. V. Mineev^a, Yu. S. Oparina^a, A. V. Savilov^a

^aFederal Research Center Institute of Applied Physics of the Russian Academy of Sciences,
Nizhny Novgorod, 603950 Russia

*e-mail: peskov@ipfran.ru

The calculated parameters of the photoinjector electron accelerator currently being implemented at the Institute of Applied Physics are presented, and the current state of work is described. The complex provides a step-by-step increase of the average energy of particles in dense electron bunches up to 20 MeV, which opens possibilities for the implementation on its basis of a wide class of electromagnetic radiation sources.

УДК 54.057:54.03:54-76:54-79

ПОЛУЧЕНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ПОДАВЛЕНИЯ ВНЕШНИХ ВИБРАЦИЙ В ОТВЕТСТВЕННЫХ УЗЛАХ УСКОРИТЕЛЕЙ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

© 2023 г. Ф. К. Горбунов¹ *, А. А. Фади́на¹, Т. В. А. Нгуен²

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт химии твердого тела и механохимии Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

²Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования
“Новосибирский национальный исследовательский государственный университет”, Новосибирск, Россия

*E-mail: f.gorbunov@solid.nsc.ru

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

Показано, что введение порошков-модификаторов в полимерную матрицу в количестве менее 1 мас. % приводит к увеличению прочностных характеристик и стойкости к циклическому нагружению с силой 50–1600 Н и частоте 2 Гц более 3 млн циклов.

DOI: 10.31857/S0367676522701137, EDN: KVPIYA

ВВЕДЕНИЕ

Синхротронное излучение (СИ) — давно признанный инструмент аналитических методик исследования состава и структуры вещества. Синхротрон является кольцевым циклическим ускорителем заряженных частиц, схема и принцип работы которого описаны в [1]. В настоящее время работы с синхротронным излучением в ИЯФ СО РАН выполняются на экспериментальных станциях накопителей ВЭПП-3 и ВЭПП-4М [2] и большинство исследований [2–6] направлено на улучшение их характеристик или разработку новых станций, но при этом отсутствуют работы по созданию полимерных материалов для подавления внешних вибраций и циклических воздействий в различных узлах ускорителей.

Ранее в работе [7] авторами уже был изучен один из способов модифицирования литьевых полиуретанов (ЛПУ): изменение физико-механических характеристик полимерных материалов было достигнуто введением малых добавок нанодисперсных керамических частиц, которые выступают в качестве зародышей кристаллизации полимерной матрицы и тем самым изменяют размер зерна полимера (ЗП). Уменьшение зерна полимера [8] приводит к увеличению прочностных свойств материалов. Более подробно механизм изменения размера ЗП от количества структурообразующих центров представлен в работе [9].

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ЛПУ относится к слаборазветвленным или частично сшитым полимерам, поэтому модифицирование его в расплаве или растворе невозможно. Вследствие этого модифицирование ЛПУ проводили “in situ” на стадии смешения исходных компонентов синтеза. Порошки-модификаторы вводили в компоненты, содержащие реакционно-способные изоцианатные (~NCO) группы, по которым идет основная реакция синтеза, что способствует равномерному распределению частиц наполнителя в полимерной матрице.

В настоящей работе получали образцы литьевого полиуретана на основе отвердителя МОСА и преполимера SKU ПФЛ-74. В качестве модифицирующей добавки был выбран нанодисперсный корунд (средний размер частиц ~60 нм) в количестве от 0.001 до 0.1 мас. %, полученный в результате механообработки на центробежно-планетарной мельнице АГО-2. Полимерные материалы испытывали по ГОСТ на стойкость к циклическим воздействиям, истираемость, твердость, прочность и относительное удлинение при растяжении. Физико-механические характеристики ЛПУ приведены в табл. 1.

Как видно из табл. 1, при введении в структуру ЛПУ порошка-модификатора в количестве 0.001 мас. % происходит: увеличение показателей предела прочности с 17.6 и 24.2 МПа (на 37.5%) и относительного удлинения при растяжении с

Таблица 1. Физико-механические характеристики модифицированного ЛПУ

Содержание модификатора, мас. %	Твердость, Шор А	Плотность, г/см ³	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %	Истираемость, мм ³ /м
0	90.3	1.07	17.6	564.0	38.6
0.001	90.1	1.10	24.2	797.7	29.8
0.01	89.8	1.08	23.2	649.8	27.5
0.1	89.9	1.10	19.8	683.4	38.1

564.0 до 797.7% (на 41%), а также снижение истираемости с 38.6 до 29.8 мм³/м. Увеличение концентрации порошка-модификатора в ЛПУ до 0.1 мас. % приводит к снижению прочностных характеристик относительно образцов, содержащих 0.001 мас. % модификатора, но выше показателей немодифицированного ЛПУ.

Наличие порошков модификаторов в полимерной матрице в процессе синтеза приводит к изменению надмолекулярной структуры, так как керамические наночастицы выступают в роли структурообразующих центров в процессе отверждения полимера. На рис. 1 представлена схема формирования зерна полимера (ЗП) различного размера от количества структурообразующих центров. Данный процесс можно описать следующим образом: в идеальных условиях, если в полимерной матрице находится один структурообразующий центр, то формирование ЗП будет происходить вокруг него до тех пор, пока не будет ограничен размерами емкости (рис. 1а). Наличие же нескольких структурообразующих центров, равномерно распределенных в объеме, приведет к одновременному началу и окончанию формирования ЗП равного размера (рис. 1б и 1в). Но введение в полимерную матрицу большого количе-

ства наночастиц, такого что они не могут равномерно распределиться в объеме полимера, приводит к их агрегации (рис. 1д). В последствии уже агрегаты выступают в качестве структурообразующих центров (рис. 1е), что приводит к увеличению размера зерна полимера.

Введение керамических порошков-модификаторов в полимерную матрицу литьевого полиуретана в количестве 0.001 мас. % приводит к изменению его надмолекулярной структуры, а именно, уменьшению размера ЗП (рис. 2) практически в 5 раз (с 15 до 3–5 мкм) и как следствие увеличению прочностных характеристик материала.

Для определения стойкости полимерных композитов к воздействию циклических нагрузок изготовлены образцы в виде амортизаторов (рис. 3) с различным содержанием керамических порошков-модификаторов (от 0.001 до 0.1 мас. %). Так как при работе ускорителей синхротронного излучения возникают различные внешние вибрации и циклические нагрузки, которые должны поглощать специальные материалы подобно амортизаторам при работе протезов, то для испытаний использован модуль МК-010. Исследования проведены в соответствии с ГОСТ Р ИСО 10328-2007 (табл. 2–4) с уровнем нагрузки Р6.

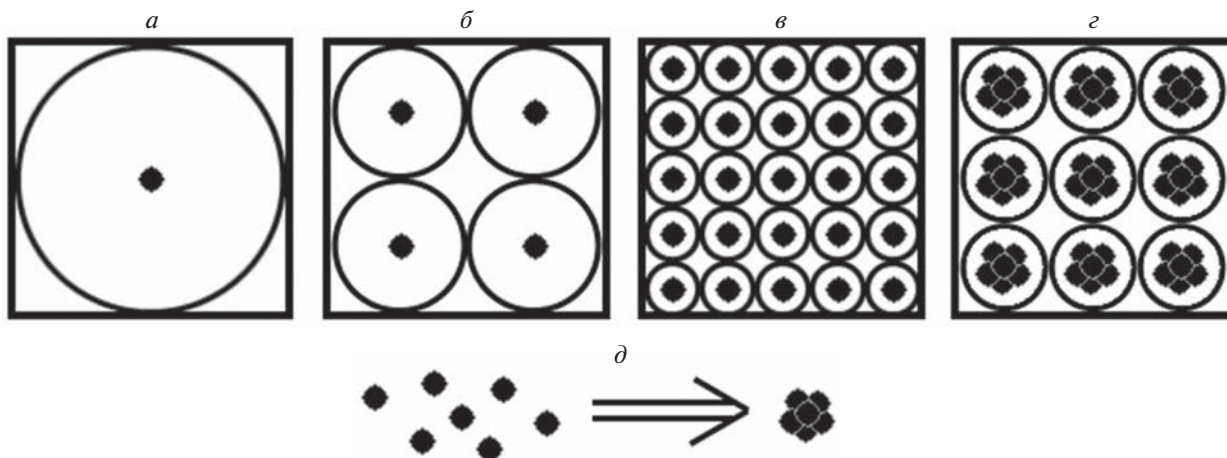


Рис. 1. Зависимость размера ЗП от количества структурообразующих центров: один (а); четыре (б); равномерно распределены (в); агрегированные частицы (г); процесс агрегации частиц (д).

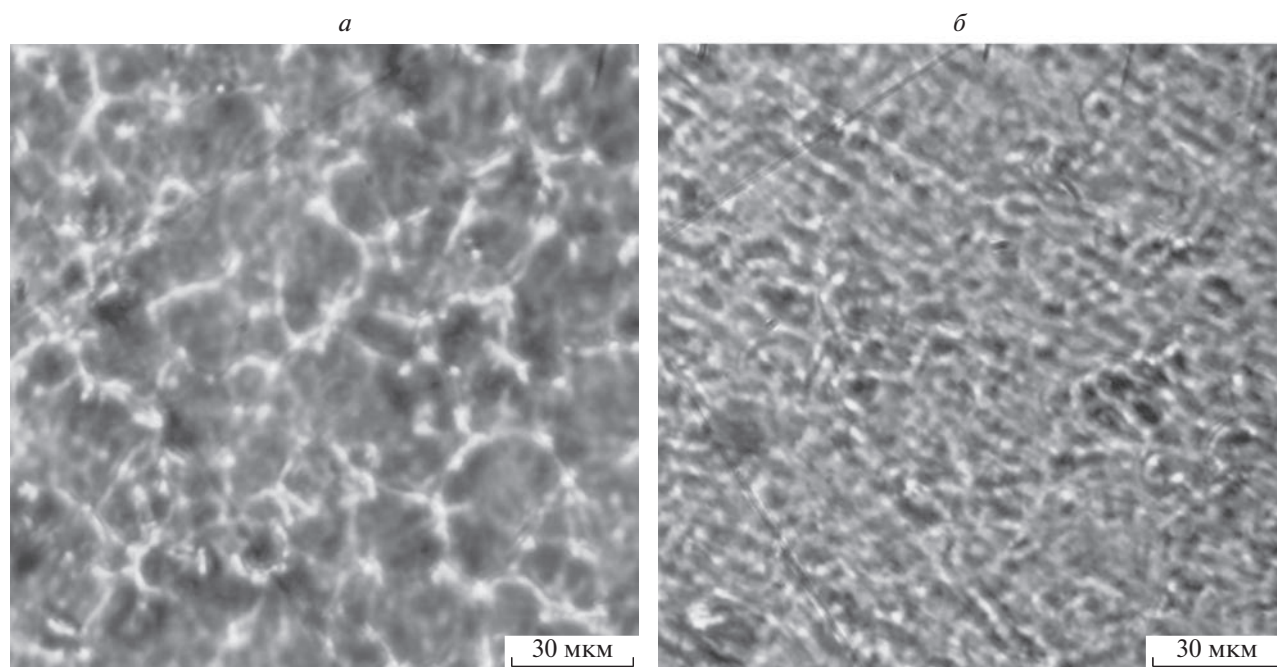


Рис. 2. Микрофотографии ЛПУ немодифицированного (а) и модифицированного (б) наночастицами корунда в количестве 0.001 мас. %.

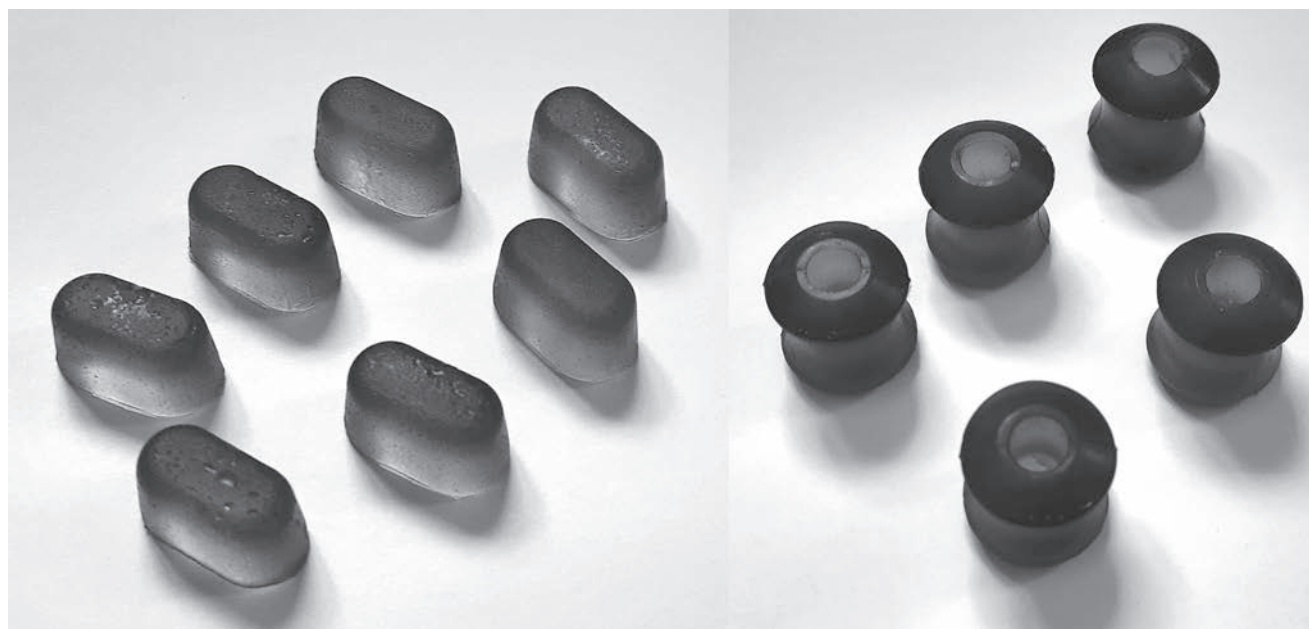


Рис. 3. Внешний вид амортизаторов из модифицированных ЛПУ, изготовленных авторами.

Статические и циклические испытания проводили при следующих условиях: I – по схеме нагружения на пятку; II – на носок.

На основании данных табл. 2 и 3 можно сделать вывод, что все образцы ЛПУ включая немодифицированный прошли испытания при стати-

ческом нагружении без разрушений и недопустимых деформаций. Но в результате циклических воздействий (табл. 4) немодифицированный ЛПУ разрушился при 2.5–2.6 млн циклов, а модифицированный выдержал 3 млн циклов без разрушений и недопустимых деформаций.

Таблица 2. Статическое проверочное испытание по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 п.п. 16.2.1

Содержание модификатора, мас. %	Условие нагружения		Усилие по ГОСТ, Н	Фактическое усилие, Н	Состояние образца (деформация)
0	I	Скорость 100 Н/с, выдержка 30 с	2490	2500	Без разрушений и недопустимых деформаций
	II		2263	2265	
0.1	I		2490	2490	
	II		2263	2270	
0.01	I		2490	2490	
	II		2263	2265	
0.001	I		2490	2495	
	II		2263	2275	

Таблица 3. Статическое испытание до разрушения по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 п.п. 16.2.2

Содержание модификатора, мас. %	Условие нагружения		Усилие по ГОСТ, Н	Фактическое усилие, Н	Состояние образца (деформация)
			пластич. : хрупкое		
0	I	Скорость 100 Н/с, выдержка 30 с	3760 : 4880	4890	Не разрушился
	II		3419 : 4425	4510	
0.1	I		3760 : 4880	4900	Не разрушился
	II		3419 : 4425	4500	
0.01	I		3760 : 4880	4890	Не разрушился
	II		3419 : 4425	4500	
0.001	I		3760 : 4880	4900	Не разрушился
	II		3419 : 4425	4490	

Таблица 4. Циклическое испытание по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 п. 16.3 при частоте 2 Гц

Содержание модификатора, мас. %	Условие нагружения	Усилие по ГОСТ, Н	Фактическое усилие, Н	Число циклов до разрушения
0	I	50–1580	40...60–1570...1580	2.5–2.6 млн
	II	50–1450	40...60–1445...1465	
0.1	I	50–1580	40...60–1580...1590	Более 3 млн
	II	50–1450	40...60–1450...1460	
0.01	I	50–1580	40...60–1580...1590	Более 3 млн
	II	50–1450	40...60–1450...1470	
0.001	I	50–1580	40...60–1580...1585	Более 3 млн
	II	50–1450	40...60–1450...1460	

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследовано влияние нанодисперсного ко-рунда (средний размер частиц ~60 нм) в количестве менее 1 мас. % на свойства литьевого полиуретана горячего отверждения введенного “*in situ*” на стадии смешения исходных компонентов синтеза.

Определено, что введение в структуру полиуретана порошка-модификатора в количестве 0.001 мас. % происходит: увеличение показателей предела прочности с 17.6 и 24.2 МПа (на 37.5%) и относительного удлинения при растяжении с 564.0 до 797.7% (на 41%), а также снижение истираемости с 38.6 до 29.8 мм³/м. Увеличение кон-

центрации порошка модификатора в ЛПУ до 0.1 мас. % приводит к снижению прочностных характеристик относительно образцов, содержащих 0.001 мас. % модификатора, но выше показателей немодифицированного ЛПУ.

Показано, что содержание нанодисперсного корунда в полимерной матрице в количестве 0.001 мас. % в процессе синтеза приводит к изменению надмолекулярной структуры полиуретана, а именно, уменьшению размера ЗП практически в 5 раз (с 15 до 3–5 мкм) и как следствие увеличению прочностных характеристик материала.

Обнаружено, что все образцы ЛПУ включая немодифицированный прошли испытания при статическом нагружении без разрушений и недопустимых деформаций. Но в результате циклических воздействий при частоте 2 Гц немодифицированный ЛПУ разрушился при 2.5–2.6 млн циклов, а модифицированный выдержал 3 млн циклов без разрушений и недопустимых деформаций.

Работа была выполнена в рамках бюджетного проекта № FWUS-2021-0004 Института твердотельной химии и механохимии СО РАН и Федеральной целевой программы в соответствии с соглашением № 075-15-2021-1359 от 13.10.2021 г. (внутренний номер 15.СИН.21.0015).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ишханов Б.С., Капитонов И.М., Кэбин Э.И. Частицы и ядра. Эксперимент. М.: Издательство МАКС Пресс, 2013.
2. Гольденберг Б.Г., Ракишун Я.В., Бугаев С.В. и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2019. Т. 83. № 2. С. 176; Goldenberg B.G., Rakshun Ya.V., Bugaev S.V. et al. // Bull. Russ. Acad. Sci. Ser. Phys. 2019. V. 83. No. 2. P. 129.
3. Легкодымов А.А., Купер К.Э., Колмогоров Ю.П., Баранов Г.Н. // Изв. РАН. Сер. физ. 2019. Т. 83. № 2. С. 158; Legkodymov A.A., Kuoer K.E., Kolmogorov Yu. P., Baranov G.N. // Bull. Russ. Acad. Sci. Ser. Phys. 2019. V. 83. No. 2. P. 112.
4. Шехтман Л.И., Аульченко В.М., Жуланов В.В., Кудашкин Д.В. // Изв. РАН. Сер. физ. 2019. Т. 83. № 2. С. 269; Shekhtman L.I., Aulchenko V.M., Zhulanov V.V., Kudashkin D.V. // Bull. Russ. Acad. Sci. Ser. Phys. 2019. V. 83. No. 2. P. 220.
5. Федотов М.Г., Мишнев С.И., Лянгасов И.Д. // Изв. РАН. Сер. физ. 2019. Т. 83. № 2. С. 163; Fedotov M.G., Mishnev S.I., Ljangasov I.D. // Bull. Russ. Acad. Sci. Ser. Phys. 2019. V. 83. No. 2. P. 116.
6. Ращенко С. В., Дарьин А.В., Ракишун Я.В. // Изв. РАН. Сер. физ. 2019. Т. 83. № 2. С. 228; Rashchenko S.V., Darin A.V., Rakshun Ya.V. // Bull. Russ. Acad. Sci. Ser. Phys. 2019. V. 83. No. 2. P. 180.
7. Горбунов Ф.К., Полубояров В.А., Байкина Л.К., Волоскова Е.В. // Персп. матер. 2013. № 3. С. 71.
8. Gorbunov F.K., Poluboyarov V.A., Saprykin A.I., Berdnikova L.K. // Mater. Today. Proc. 2019. V. 12. Part. 1. P. 66.
9. Горбунов Ф.К., Полубояров В.А., Волоскова Е.В., Кадимова А.В. // Изв. вузов. Технол. легк. пром. 2017. Т. 1. С. 109.

Obtaining and researching materials for suppressing external vibrations in the responsible nodes of synchrotron radiation accelerators

F. K. Gorbunov^{a, *}, A. A. Fadina^a, T. V. A. Nguyen^b

^a Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630128 Russia

^b Novosibirsk State University, Novosibirsk, 630090 Russia

*e-mail: f.gorbunov@solid.nsc.ru

We show that the introduction of powders-modifiers into a polymer matrix in an amount of less than 1 wt % leads to an increase in the strength characteristics and resistance to cyclical loading with a force of 50–1600 N and a frequency of 2 Hz of more than 3 million cycles.

УДК 535.34:535.4:54.08

КОНЦЕПЦИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ СТАНЦИИ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ МАЛОУГЛОВОГО РЕНТГЕНОВСКОГО РАССЕЯНИЯ С ВЫСОКИМ ВРЕМЕННЫМ РАЗРЕШЕНИЕМ

© 2023 г. И. А. Рубцов^{1, *}, Я. В. Зубавичус¹, К. А. Тен², Э. Р. Прууэл², А. О. Кашкаров²,
К. Э. Купер¹, А. А. Студенников¹, Б. П. Толочко³, Л. И. Шехтман⁴

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки “Федеральный исследовательский центр
“Институт катализа имени Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук”,
Центр коллективного пользования “Сибирский кольцевой источник фотонов”, Кольцово, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт гидродинамики имени М.А. Лаврентьева Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

³Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт химии твердого тела и механохимии Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

⁴Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

*E-mail: i.a.rubtsov@srf-skif.ru

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

В рамках разработки и создания экспериментальной Станции 1–3 “Быстропротекающие процессы” строящегося источника синхротронного излучения поколения 4+ была проработана схема для измерения малоуглового рентгеновского рассеяния с высоким временным разрешением. Такие измерения крайне актуальны на сегодняшний день для изучения эволюции частиц углерода при детонации энергетических материалов, а также для ряда других задач.

DOI: 10.31857/S0367676522701216, EDN: AAEXBR

ВВЕДЕНИЕ

На сегодняшний день методика малоуглового рентгеновского рассеяния (МУРР) активно применяется в каждом центре синхротронного излучения (СИ), для изучения внутренней структуры вещества, его неоднородностей и т.д. для задач физики, химии, биологии и материаловедения. Последние годы данную методику начали использовать для изучения динамических процессов, например таких как детонация энергетических материалов.

Экспериментальная Станция 1–3 “Быстропротекающие процессы”, строящегося источника синхротронного излучения ЦКП “СКИФ”, состоит из двух секций, работающих последовательно: “Динамические процессы” и “Плазма”. Реализация методики МУРР с высоким временным разрешением заложена в секции “Динамические процессы” [1].

Основная задача станции 1–3 — исследование быстропротекающих процессов с характерными

масштабами изменения процесса от пикосекунд до миллисекунд. Исследование таких процессов с использованием синхротронного излучения в мире начали в г. Новосибирске, объединением усилий трех институтов СО РАН: Института гидродинамики им. М.А. Лаврентьева, Института ядерной физики им. Г.И. Будкера и Института химии твердого тела и механохимии [2–6].

В последние годы в мире исследования быстропротекающих процессов с помощью синхротронного излучения начало активно развиваться: В Великобритании, Франции и Германии были проведены исследования по изучению ударных волн, генерируемых пушками (и лазерами). В эти годы очень активно начали совершенствоваться методики для таких исследований [7–12]. В США, на станции APS возможно проводить эксперименты по измерению МУРР с пространственным разрешением до 1 мкм и с наносекундными временами [13, 14].

НАУЧНЫЕ ЗАДАЧИ

Станция 1-3 “Быстропротекающие процессы” предназначена для изучения процессов, происходящих в условиях взрыва и импульсных ударных нагрузок, при этом основное направление работ — это исследование поведения вещества при интенсивных динамических воздействиях в условиях взрыва и импульсного воздействия различной природы. Скоростное рентгенографирование позволит определять скорости превращений, распределение плотностей при ударном сжатии. Внутреннее состояние сжатого вещества будет определяться дифракционными методиками (в том числе и МУРР).

Впервые методика МУРР для исследования быстропротекающих процессов была применена в Сибирском центре синхротронного и терагерцового излучения на ускорительном комплексе ВЭПП-3 для изучения процесса конденсации углерода при детонации энергетических материалов (динамическое измерение интегрального МУРР [2, 3]). Дальнейшее совершенствование измерительного оборудования и постройка новой экспериментальной станции на ускорительном комплексе ВЭПП-4 позволили регистрировать угловое распределение МУРР и перейти к анализу динамики распределений частиц углерода по размерам [15, 16].

Данная методика нашла также применение при изучении синтеза наночастиц металлов [17], горения нанотермитных систем [18], детонации наноструктурированных энергетических материалов [19] и процессов пыления [20].

Таким образом, методика малоуглового рентгеновского рассеяния с высоким временным разрешением зарекомендовала себя как надежный инструмент для исследования быстропротекающих процессов, в которых за времена в несколько микросекунд происходят изменения (флуктуации плотности) нанометровых масштабов [2–6, 14–20]. Существенными недостатками комплекса ВЭПП-4 являются большой размер пучка электронов (нельзя регистрировать неоднородности более 70 нм), недостаточная интенсивность излучения, а также большой временной интервал между банчами (более 124 нс).

Бесконкурентными преимуществами новой станции являются: а) малый поперечный размер пучка СИ, позволяющий методом малоуглового рентгеновского рассеяния регистрировать в образце неоднородности размером до 3 мкм, б) возможность проводить рентгенографию в одноканальном режиме с субмикросекундным разрешением, в) проводить динамические эксперименты в во взрывной камере с максимальным весом зарядов энергетических материалов до 2 кг в тротиловом эквиваленте, что позволит наблюдать процессы в реальных, практически используемых

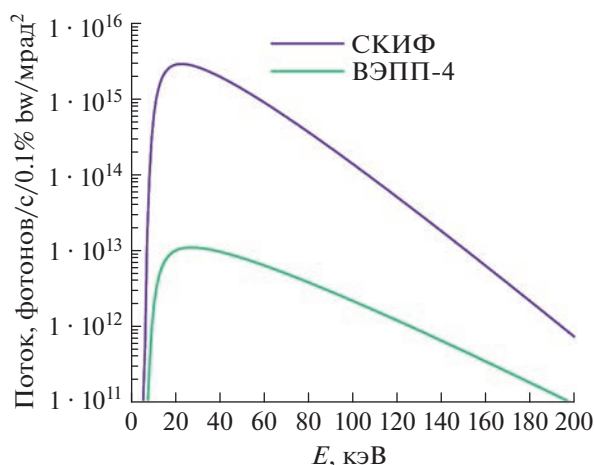


Рис. 1. Спектральная характеристика источника (с учетом поглощения в выходных окнах фронтенда).

масштабах, а также исследовать масштабный эффект в динамических процессах [1].

РЕНТГЕНО-ОПТИЧЕСКАЯ СХЕМА

Оптимальная энергия рентгеновских фотонов для измерения МУРР при детонации энергетических материалов (диаметром более 40 мм) составляет порядка 20–40 кэВ. В качестве источника для новой станции СИ будет использоваться сверхпроводящий вигглер с периодом 27 мм, магнитным полем до 2.8 Тл, количеством периодов $N = 74$ установленный в прямолинейном проемжутке ускорительного комплекса ЦКП “СКИФ” поколения 4+ с энергией электронов 3 ГэВ. Спектральная характеристика источника, а также ее сравнение с излучением на ВЭПП-4 приведены на рис. 1 [1].

Характерные скорости процессов, исследуемых на Станции, достигают десятка километров в секунду, поэтому для исследования таких процессов источник СИ является весьма удобным инструментом, поскольку время экспозиции каждого кадра определяется длительностью вспышки от одного электронного сгустка (~3 пс), а время между вспышками СИ от соседних сгустков соответствует минимальному времени между кадрами и определяет временное разрешение эксперимента. В зависимости от режима работы накопителя это время может варьироваться в пределах 3–100 нс. Для возможности проведения таких экспериментов и набора достаточной статистики важен не полный ток накопителя, а ток, обусловленный каждым отдельным электронным сгустком, что соответствует требованию максимально возможного числа электронов в одиночном сгустке [1]. В связи с этим, для наиболее ответственных экспериментов, работа на станции может потребовать

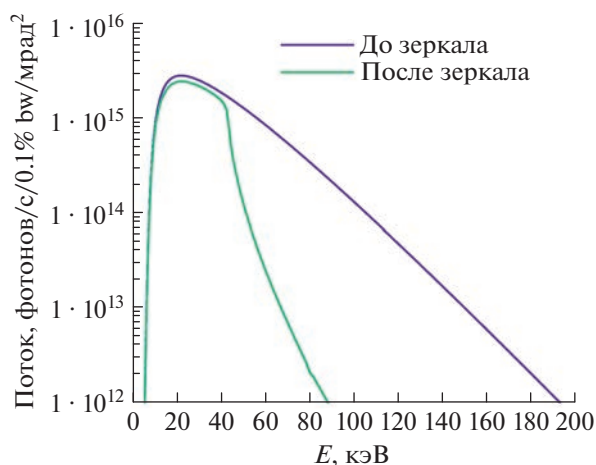


Рис. 2. Спектр излучения до и после зеркала.

специализированного режима работы накопителя: сравнительно небольшое суммарное число сгустков на орбите накопителя с максимально возможным числом электронов в каждом сгустке.

Излучение из вигглера удовлетворяет всем этим требованиям в то время, как использование ондулятора представляется нецелесообразным в связи с тем, что его высокие гармоники (соответствующие энергиям 20 и более кэВ) обладают низкой интенсивностью [1].

Для более медленных процессов, распространяемых со скоростями единицы километров в секунду, можно поднять эффективность регистрации путем интегрирования сигнала с нескольких электронных сгустков [1].

Возможность использования не монохроматического, а “розового” спектра излучения фотонов имеющегося на ВЭПП-4 (рис. 1) для измерения МУРР с высоким временным разрешением и его последующей интерпретацией была подтверждена теоретически и экспериментально в работах [16, 21]. Но, тем не менее, сужение спектрального диапазона, с сохранением (или увеличением) количества фотонов, позволит получать существенно более качественный сигнал.

Подавление мягкой компоненты излучения происходит за счет фильтров, которые используются как в составе фронтенда, так и в составе канала транспортировки пучка. Фильтры, входящие в состав фронтенда принимают на себя основную тепловую нагрузку излучения, обеспечивая более высокую надежность функционирования последующих элементов канала.

Задача следующего рентгено-оптического элемента (зеркала) — сфокусировать пучок на расстоянии 120 м и подавить жесткую компоненту излучения (рис. 2), которая вносит искажение в форму сигнала малоуглового рассеяния. В каче-

стве такого элемента может выступить только зеркало. Изначально рассматривался вариант использования тороидального зеркала, фокусирующего пучок в обеих плоскостях, однако ввиду дороговизны такой конструкции было принято решение использовать систему секционных зеркал, как экономически более доступную в плане реализации.

Ввиду большой тепловой мощности источника (~36 кВт) актуальным является вопрос охлаждения и отвода тепла от оптических элементов, в том числе от зеркала. Основным элементом, который позволит снизить тепловую и радиационную нагрузку на оборудование, является прерыватель пучка (быстрый затвор), основная задача которого заключается в открытии пучка на короткое время проведения эксперимента (~100 мкс–20 мс). Конструктивно он представляет из себя вращающиеся диски с узкими щелями — излучение проходит через прерыватель только в тот момент, когда все щели будут находиться в одной плоскости (с пучком СИ), в остальные моменты времени оно поглощается диском.

Для ударно-волнового сжатия вещества на Станции 1-3 будут использованы различные современные устройства: две газовые пушки (диаметром ствола 20 и 50 мм), две взрывные камеры (на 200 и 2000 г энергетических материалов в тротиловом эквиваленте). Регистрация угловых распределений МУРР будет проводиться кремниевым детектором DIMEX [22] и скоростными камерами Наногейт.

Общая схема экспериментальной Станции исследования быстропротекающих процессов приведена на рис. 3.

СТАНЦИИ-АНАЛОГИ

В России и мире имеются станции со схожими задачами и назначениями, причем их количество в последние годы активно растет.

Исследование быстропротекающих процессов, в первую очередь связанные с энергетическими материалами проводятся на станциях “Субмикросекундная диагностика” и “Экстремальное состояние вещества”, введенные в эксплуатацию в конце девяностых и в 2014 г. соответственно, обе эти станции располагаются в ЦКП Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения (ИЯФ СО РАН) [2–6]. Единственным аналогом за рубежом, где исследуются энергетические материалы, в т.ч. методикой МУРР с высоким временным разрешением является станция The Dynamic Compression Sector (DCS) располагаемая в США на накопителе Advanced Photon Source (APS), построенная в 2014 г. [13, 14].

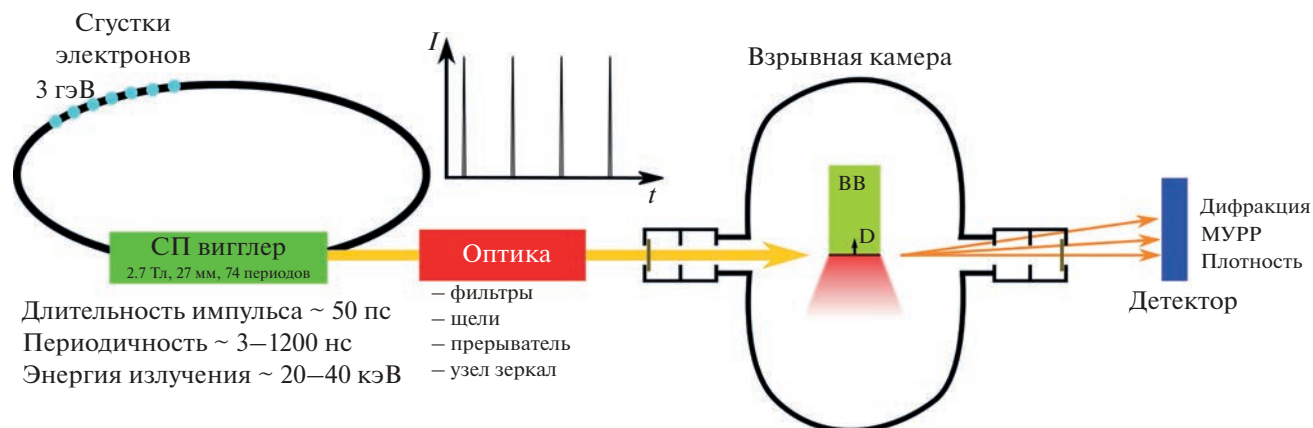


Рис. 3. Общая схема экспериментальной Станции 1-3 “Быстропротекающие процессы”.

Аналогичные станции для исследования быстропротекающих процессов появляются в Англии, Франции и Германии. Несмотря на то, что они не работают с энергетическими материалами, имеется целый спектр работ по изучению других быстропротекающих процессов [7–12].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, разработана концепция Станции 1-3 “Быстропротекающие процессы” (ЦКП “СКИФ”) для измерения малоуглового рентгеновского рассеяния с высоким временным разрешением.

Особенность предложенной схемы заключается в использовании вигглера в качестве вставного устройства, а также зеркала подавляющего жесткую часть излучения.

На основе полученных экспериментальных данных на Станции будет проводиться реконструкция микро- и макроскопических свойств энергетических материалов, которая позволит решить фундаментальную задачу разработки уравнений состояния энергетических материалов, получить практические знания о распространении детонационных волн в веществе с учетом масштабных эффектов, разобраться в фундаментальных механизмах протекания химических реакциях детонационного процесса, а также разработать и развить инновационные методы исследования сверхбыстрых процессов.

Работа была выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации для ЦКП “СКИФ” ИК СО РАН.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Шефер К.И. Технологическая инфраструктура синбирского кольцевого источника фотонов “СКИФ”

Эл. сборник статей. Т. 1. Новосибирск: ФИЦ “Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН”, 2022.

2. Алешаев А.Н., Евдокимов О.В., Зубков П.И. и др. Препринт. Применение синхротронного излучения для исследования детонационных и ударно-волновых процессов. ИЯФ 2000-92. Новосибирск. 2000. 51 с.
3. Титов В.М., Прууэл Э.Р., Тен К.А. и др. // ФГВ. 2011. Т. 47. № 6. С. 3; Titov V.M., Prueuel E.R., Ten K.A. et al. // Combust. Explos. Shock Waves. 2011. V. 47. No. 6. P. 615.
4. Прууэл Э.Р., Тен К.А., Толочко Б.П. и др. // ДАН. Техн. физ. 2013. Т. 448. № 1. С. 38; Prueuel E.R., Ten K.A., Merzhievskii L.A. et al. // Dokl. Phys. 2013. V. 58. No. 6. P. 24.
5. Тен К.А., Прууэл Э.Р., Каушаров А.О. и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2013. Т. 77. № 2. С. 254; Ten K.A., Prueuel E.R., Kashkarov A.O. et al. // Bull. Russ. Acad. Sci. Ser. Phys. 2013. V. 77. No. 2. P. 230.
6. Аульченко В.М., Жуланов В.В., Кулипанов Г.Н. и др. // УФН. 2018. Т. 188. № 6. С. 577; Aul'chenko V.M., Zhulanov V.V., Kulipanov G.N. et al. // Phys. Usp. 2018. V. 61. No. 6. P. 515.
7. Cammarata M., Eybert L., Ewald F. et al. // Rev. Sci. Instrum. 2009. V. 80. No. 1. Art. No. 015101.
8. Olbinado M.P., Cantelli V., Mathon O. et al. // J. Phys. D. 2018. V. 51. No. 5. Art. No. 055601.
9. Eakins D.E., Chapman D.J. // Rev. Sci. Instrum. 2014. V. 85. No. 12. Art. No. 123708.
10. McMahon M., Zastrau U. Conceptual design report. Dynamic laser compression experiments at the HED instrument of European XFEL. European XFEL N XFEL.EU TR-2017-001, 2017. 175 p.
11. Mason P., Banerjee S., Smith J. et al. // High Power Laser Sci. Engin. 2018. V. 6. Art. No. e65.
12. Shen Q., Lee W.-K., Fezzaa K. et al. // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2007. V. 582. No. 1. P. 77.
13. Capatina D., D'Amico K., Nudell J. et al. // AIP Conf. Proc. 2016. V. 1741. No. 1. Art. No. 030036.
14. Bagge-Hansen M., Lauderbach L., Hodgins R. et al. // J. Appl. Phys. 2015. V. 117. No. 24. Art. No. 245902.

15. Ten K.A., Titov V.M., Prueel E.R. et al. // Proc. 15th Int. Deton. Symp. (San Francisco, 2014). P. 369.
16. Rubtsov I.A., Ten K.A., Prueel E.R. et al. // Phys. Procedia. 2016. V. 84. P. 374.
17. Толочко Б.П., Титов В.М., Чернышев А.П. и др. // Химия в интересах устойчивого развития. 2007. Т. 15. С. 187.
18. Гордеев В.В., Казутин М.В., Козырев Н.В. и др. // Ползунов. вестн. 2018. № 2. С. 96.
19. Kashkarov A.O., Ershov A.P., Prueel E.R. et al. // Proc. 16th Int. Deton. Symp. (Cambridge, 2018). P. 1517.
20. Ten K.A., Prueel E.R., Kashkarov A.O. et al. // Phys. Procedia. 2016. V. 84. P. 366.
21. Rubtsov I.A., Ten K.A., Prueel E.R. et al. // J. Phys. Conf. Ser. 2021. V. 1787. Art. No. 012029.
22. Shekhtman L.I., Aulchenko V.M., Kudryavtsev V.N. et al. // Phys. Procedia. 2016. V. 84. P. 189.

Conceptual design of the experimental section for measuring time resolved small angle X-ray scattering

**I. A. Rubtsov^{a, *}, Ya. V. Zubavichus^a, K. A. Ten^b, E. R. Prueel^b, A. O. Kashkarov^b, K. E. Kuper^a,
A. A. Studennikov^a, B. P. Tolochko^c, L. I. Shekhtman^d**

^a *Synchrotron Radiation Facility-Siberian Circular Photon Source “SKIF”, Boreskov Institute of Catalysis
of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Kol'tsovo, 630559 Russia*

^b *Lavrentyev Institute of Hydrodynamics of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences,
Novosibirsk, 630090 Russia*

^c *Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry of the Siberian Branch of the Russian Academy of Science,
Novosibirsk, 630128 Russia*

^d *Budker Institute of Nuclear Physics of the Siberian Branch of the Russian Academy of Science,
Novosibirsk, 630090 Russia*

*e-mail: i.a.rubtsov@srf-skif.ru

As part of development of the experimental beamline 1-3 “Fast Processes” of the 4+ generation synchrotron radiation source, a scheme for measuring time resolved small-angle X-ray scattering was worked out. Measuring time resolved small-angle X-ray scattering is extremely relevant today for studying the evolution of carbon particles during the detonation of energy materials, as well as for a number of other tasks.

УДК 54.08

КОРРЕКТИРОВКА ИЗМЕНЕНИЙ ПРЯМОГО ПУЧКА ПРИ ПОЛУЧЕНИИ РЕНТГЕНОВСКИХ ТОМОГРАФИЧЕСКИХ ИЗОБРАЖЕНИЙ С ПОМОЩЬЮ ГЛУБОКИХ СВЕРТОЧНЫХ НЕЙРОСЕТЕЙ

© 2023 г. А. Ю. Григорьев¹, *, А. В. Бузмаков¹

¹Федеральное государственное учреждение

“Федеральный научно-исследовательский центр “Кристаллография и фотоника” Российской академии наук”,
Институт кристаллографии и фотоники имени А.В. Шубникова Российской академии наук, Москва, Россия

*E-mail: grigorev.a@crys.ras.ru

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

Проанализирована возможность использования нейронных сетей для решения задачи нормализации на пустой пучок. Описаны процесс подбора параметров глубокой сверточной нейронной сети для решения задачи нормализации при нестабильности пустого пучка, обучение этой сети и проверка ее работоспособности на сгенерированных данных. Разработанный метод протестирован на данных, полученных как на лабораторных рентгеновских источниках, так и на синхротронных источниках.

DOI: 10.31857/S0367676522701149, EDN: KVGWZD

ВВЕДЕНИЕ

Рентгеновская микротомография позволяет восстанавливать внутреннюю структуру объекта по набору его проекционных изображений. Сначала получают снимки объекта под различными углами с заранее определенным шагом, которые называются проекциями. Затем при помощи алгоритмов томографического восстановления из полученных проекций получается трехмерная структура объекта, которая впоследствии может изучаться и обрабатываться как в виде послойных срезов под различными углами, так и как единое целое [1].

Существует ряд причин, которые влияют на качество восстановленных томограмм: неправильный подбор параметров эксперимента, низкое соотношение сигнал-шум, различные артефакты, нестабильность пучка, некорректное применение алгоритмов томографического восстановления и т.д. В связи с этим в процесс восстановления добавляются еще 2 этапа (рис. 1): предобработка и постобработка данных.

Основным методом предобработки данных является нормализация на пустой пучок или flat-field correction (FFC) [2]. Этот метод позволяет уменьшить систематические искажения проекций, которые могут возникнуть из-за дефектов детектора или оптической системы. Он реализуется путем получения перед экспериментом кадров с освещением, но без объекта (пустых кад-

ров), а также кадров без объекта и без освещения (темновых кадров). В дальнейшем для более корректного описания систематических искажений начали проводить съемку нескольких последовательных кадров и проводить их усреднение. Однако это не устраняет основного недостатка FFC — данный метод не подходит для нормализации при изменяющемся освещении, например, при колебаниях интенсивности излучения или сдвиге пучка в горизонтальном и/или вертикальном направлении во время получения проекций. Простым решением такой проблемы является получение пустых кадров перед каждой проекцией или небольшой серии проекций. Однако таким образом время, необходимое на проведение одного измерения значительно увеличивается, что существенно для больших синхротронов и лазеров на свободных электронах, время на которых для исследователей ограничено. Альтернативой такому подходу выступает метод динамического FFC, который позволяет при помощи математических преобразований рассчитывать пустой пучок на проекции. Данный метод успешно применялся как на синхротронных источниках [3], так и на лазере на свободных электронах (XFEL) в Германии [4]. Однако он является крайне сложным в реализации, т. к. включает в себя шаги со сложными и объемными расчетами, которые требуют, помимо понимания самого алгоритма расчетов, колоссальных вычислительных мощно-

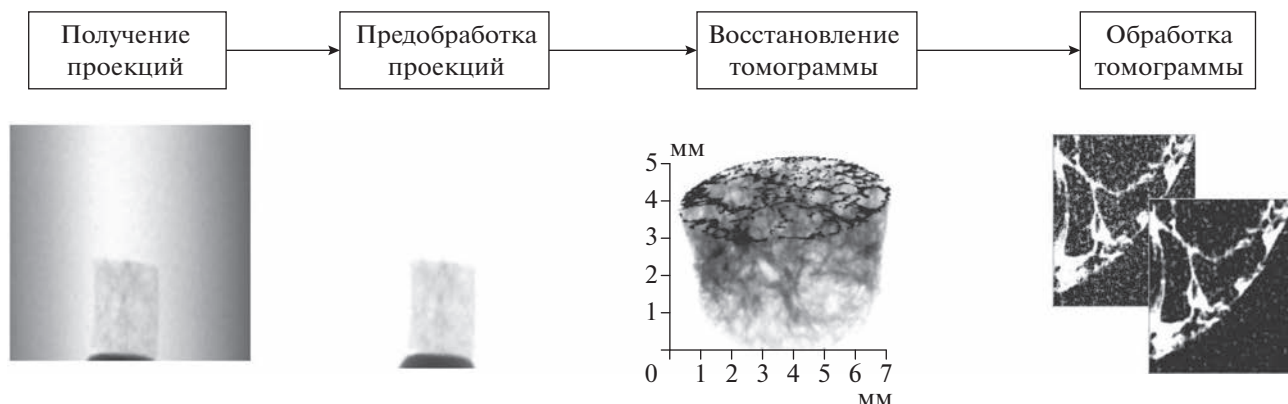


Рис. 1. Процесс получения и обработки томограмм.

стей. Также стоит отметить, что такой подход требует исчерпывающего набора пустых кадров для установки, для которой будут производиться вычисления.

В 2022 г. группой исследователей с XFEL был предложен абсолютно новый метод, DL FFC [5]. Он основывается исследованиях, которые произвели революцию в обработке изображений — глубокие сверточные нейронные сети (DL CNN) [6]. Как и динамический FFC, обработка изображений при помощи DL CNN требует большого набора пар проекция-пустой кадр и высоких вычислительных мощностей. Но наборы кадров могут быть получены в любое время до или после проведения серии экспериментов, а также такой набор может быть расширен путем преобразования уже имеющихся путем поворотов и отражений [7]. Высокие вычислительные мощности же требуются только на этапе обучения DL CNN, применять же гораздо менее требовательно к техническим характеристикам.

В рамках данной работы мы адаптируем подход, предложенный в [5], для обработки данных, полученных на рентгеновской лабораторной установке TOMAC [8]. Приводим процесс подготовки данных для обучения нейронной сети, а также процесс ее тестирования. Демонстрируем, что такой подход способен проводить FFC в условиях, при которых классические подходы бессильны.

Нормализация на пустой пучок (flat-field correction)

FFC (flat-field correction) — это метод, который был разработан для устранения систематических дефектов на изображениях. В рентгеновской томографии такие дефекты могут возникать по различным причинам: выгорание пикселей детектора, сколы или трещины сцинтиллятора, неоднородность рентгеновского пучка и т.д. [9].

Формирование изображения на проекции схематично можно представить как сумму темнового кадра и произведения пустого кадра на объект (рис. 2). Согласно такой схеме для устранения систематических дефектов помимо самих проекций (s_j) необходимо получить еще два набора изображений: пустые кадры (f) и темновые кадры (d). Тогда нормализованное изображение объекта (n_j) можно получить по формуле:

$$n_j = \frac{s_j - d}{f - d}, \quad (1)$$

где индекс j обозначает номер кадра.

Обычно, чтобы темновые и пустые кадры лучше описывали систематические артефакты, для FFC используют несколько снятых подряд кадров и впоследствии усредняют значения по каждому пикселю со всех изображений.

Динамический FFC

Как отмечалось ранее классический FFC неустойчив к изменениям, которые могут происходить с пучком во время получения проекций, что особенно актуально для синхротронных источников и лазеров на свободных электронах, где интенсивность и положение пучка в кадре может изменяться довольно существенно. Подобные эффекты можно наблюдать и на лабораторных источниках, но они зачастую вносят незначительные дефекты в проекции, за исключением редких отдельных случаев. Для устранения этого недостатка FFC была разработана его динамическая вариация (рис. 3).

Основная идея метода такова. Сначала, выполняется анализ главных компонент (PCA) плоских кадров, полученных до, во время и/или после рентгеновского томографического эксперимента. Затем для каждой проекции оцениваются веса наиболее важных компонентов PCA, что

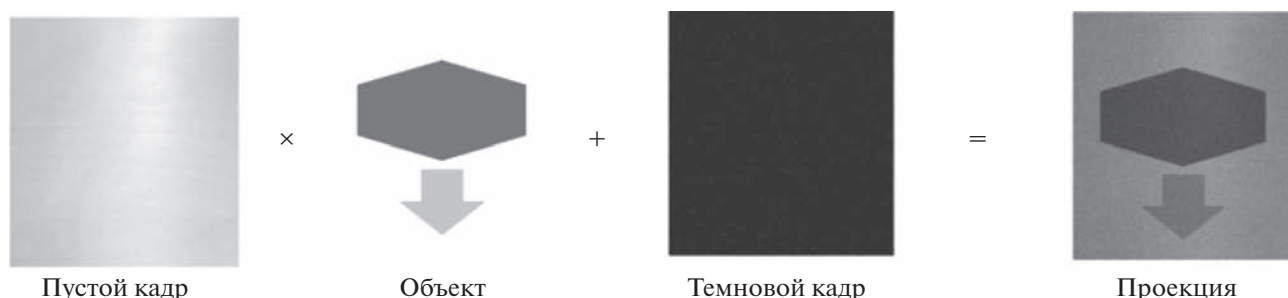


Рис. 2. Схема формирования изображения на проекции [5].

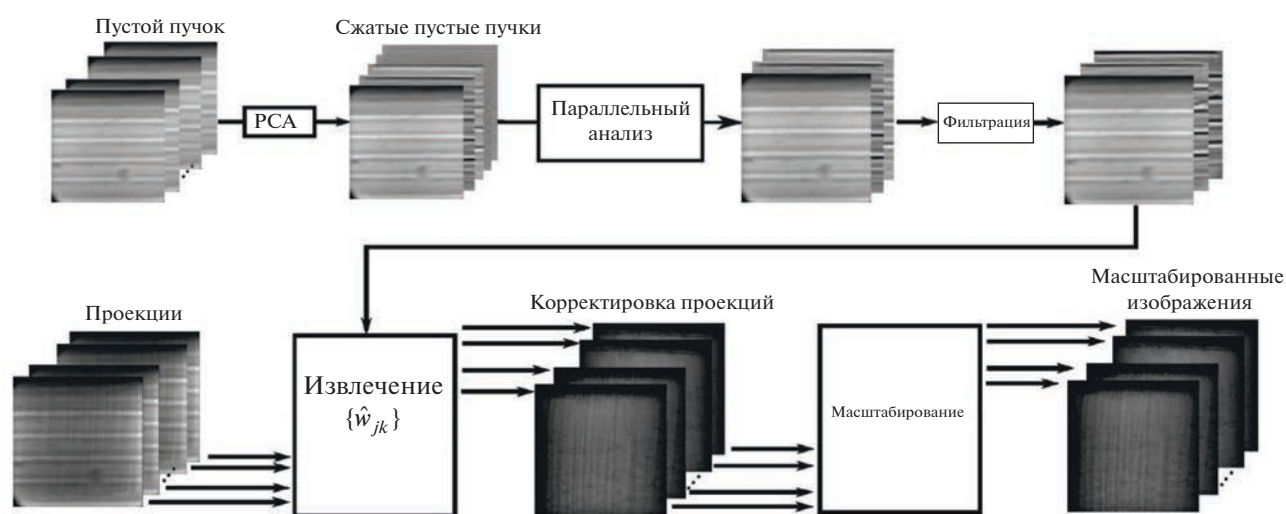


Рис. 3. Алгоритм динамического FFC [3].

сводит к минимуму критерий общей вариации. Оцененное плоское поле затем используется для нормализации соответствующей проекции по формуле:

$$n_j = \frac{s_j - d}{f_j - d},$$

где f_j для K кадров можно рассчитать следующим образом:

$$f_j \approx \bar{f} + \sum_{k=1}^K \hat{w}_{jk} u_k,$$

где u_k — элемент базиса, $\hat{w}_{jk}$ — коэффициент пропорциональности при проекции элемента базиса k на проекцию j .

FFC с использованием сверточных нейронных сетей

Сверточные нейронные сети (Convolutional neural network — CNN) уже успешно применяются для сегментации изображений, распознавания

образов, шумоподавлении и увеличении разрешения изображения. Также в последние несколько лет такие сети использовались для задач преобразований и генерация изображений (например, генерация изображений в определенном стиле, изменение освещенности и времени года, удаление фона или объекта и т.д.). Задачу нормализации кадра с использованием глубоких нейронных сетей (Deep Learning FCC — DL FFC), подклассом которых являются CNN, можно отнести к такому типу задач. По сути нейронной сети необходимо удалить объект изображения, построить модель формы пучка и “дорисовать” пучок, который объект закрывает, основываясь на открытых участках фона и не изменяя их. Далее происходит нормализация по формуле (1).

Архитектура нейронной сети

В оригинальной статье [5] для DL FFC предлагалось использовать архитектуру генеративной состязательной нейронной сети (GAN), которая была предложена Яном Гудфеллоу [10]. Условно сеть можно разделить на 2 части: генератор и дис-

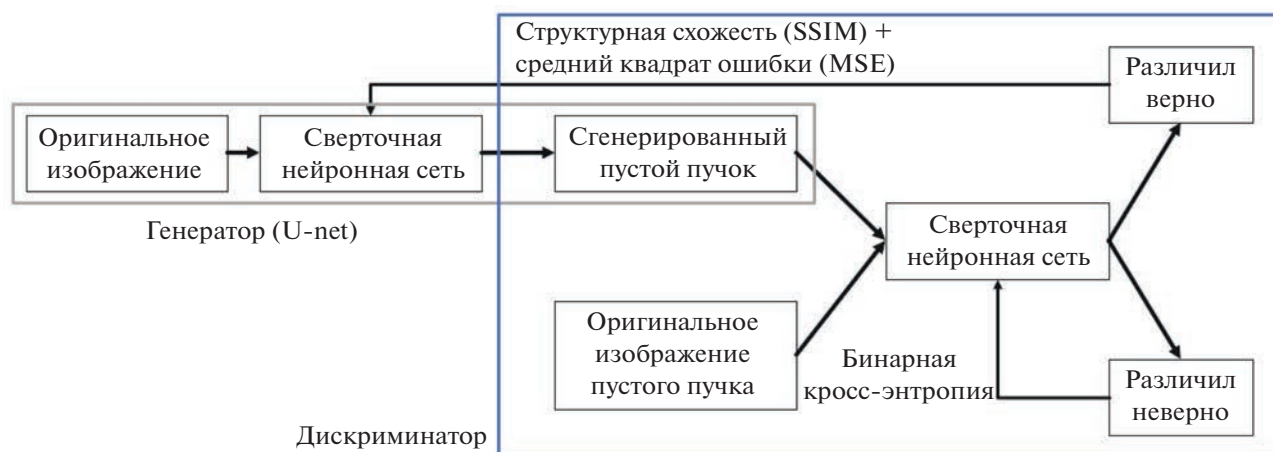


Рис. 4. Схема использованного в исследовании GAN.

криминатор (рис. 4). Генератор представляет собой улучшенную архитектуру кодер-декодер под названием U-net, которая была разработана для сегментации биомедицинских изображений [11]. Дискриминатор представляет собой сверточную нейронную сеть PatchGAN [12]. Принцип работы GAN хорошо отражен в его названии: задача генератора — по входному изображению сгенерировать изображение максимально похожее на оригинал, в свою очередь задача дискриминатора — отличить, где оригинал, а где сгенерированное изображение. Если ему это удастся, то передает функция ошибки в генератор, и он дообучается, если не удастся, то функция ошибки передается дискриминатору и уже дообучается он сам. Таким образом две части сети соревнуются между собой, что в отличие от обучения с классическими функциями ошибки, которые стремятся сходиться к среднему значению среди всех возможных значений пикселя, должно обеспечить более четкие изображения при FFC.

Классический U-net имеет существенный недостаток — малое поле зрения. Поскольку минимальный размер карты признаков (feature maps) в сети составляет 32×32 , нейронная сеть не может “увидеть” признаки характерные для всего изображения целиком, а только для его $1/32$ части. Поэтому было принято решение модифицировать сеть U-net — добавить 2 уровня глубины и уменьшить минимальный размер карты признаков до 1×1 .

ЭКСПЕРИМЕНТ И МЕТОДИКА ЕГО ПРОВЕДЕНИЯ

Подготовка набора данных для обучения модели

Обучение такой нейронной сети требует большие объемы правильно подготовленных парных

изображений. Для этого был собран набор данных (датасет) из 1000 пустых кадров с лабораторной установки ТОМАС (рис. 5а), которая находится в лаборатории рефлектометрии и малоуглового рассеяния ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН. Изображения были приведены к размеру 256×256 , которые необходимо подавать на вход, используемой архитектуре CNN. Также была проведена аугментация данных, т.е. пучки отражались по вертикали и горизонтали, что фактически создавало новые пустые кадры пригодные для обучения нейронной сети и увеличило датасет до 4000. Чем больше различных изображений подается на вход нейронной сети при обучении, тем меньше вероятность ее переобучения и тем выше вероятность ее стабильной и качественной работы. После этого был создан датасет проекций по схеме, представленной на рис. 2. В качестве образцов на пустые кадры накладывались геометрические фигуры различной формы, размера, прозрачности, а также различной степень поворота и положением на пустом кадре. Пример такой проекции можно увидеть на рис. 5б. В результате был получен датасет для обучения нейронной сети, состоящий 4000 пар проекция-пустой кадр. Дальше каждое изображение было отнормировано на максимальное значение интенсивности по всем изображениям датасета. Это было сделано для того, чтобы значения пикселей всех изображений находились в промежутке от 0 до 1, т.к. при таких значениях пикселей CNN обучаются лучше.

Обучение нейронной сети

Для обучения нейронной сети использовались сервера Google Colab, работающие на видеокарте Nvidia Tesla T4. Модель нейронной сети написана

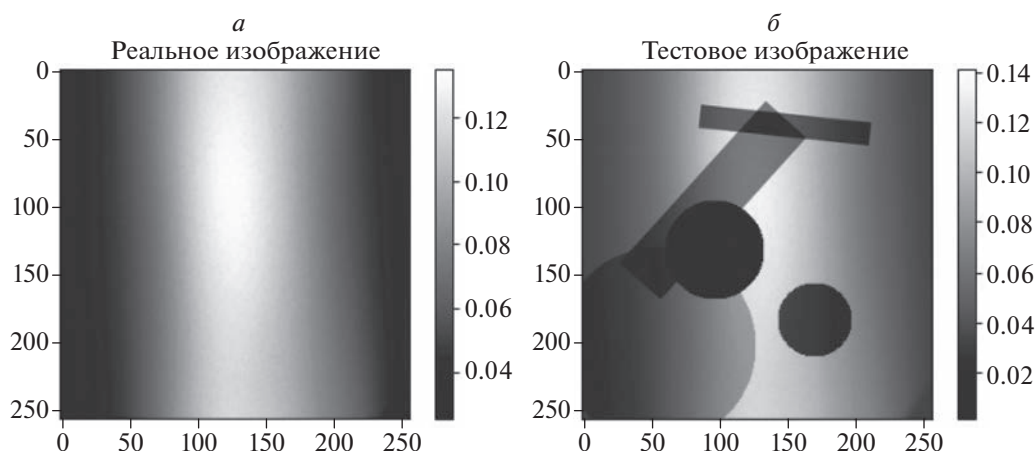


Рис. 5. Пример пустого кадра с лабораторной установки ТОМАС (а) и проекционного кадра со сгенерированными геометрическими фигурами (б).

на языке python с использованием библиотеки keras. Функция потерь (loss function), которая характеризует то, насколько сгенерированное изображение отличается от эталонного имеет следующую формулу:

$$L = SSIM + \lambda MSE$$

Mean square error (MSE) принимает большие значения при больших разностях в значениях пикселей эталонного и сгенерированного изображений, что приводит к большим значениям градиентов при оптимизации весов модели [14] и быстрому движению в направлении минимума. Помимо этого, MSE имеет простую производную. Оба этих фактора ускоряют обучение модели. Однако данная функция потерь не стремится к точным совпадениям пикселей, а лишь к уменьшению среднего отклонения всех пикселей. Нам же хотелось бы получить идеальное или хотя бы частичное совпадение значений пикселей двух картинок. Для этого к MSE был добавлен structure similarity (SSIM) [13]. При приближении значений пикселей двух изображений он начнет преобладать над MSE, что увеличит градиент продолжит обучение модели в отличие от использования только MSE. Коэффициент пропорциональности был выбран $\lambda = 5000$, что снизило влияние потерь SSIM на 3 порядка и она выполняла задачу вспомогательной функции. В качестве метрики качества обучения использовалась MSE. Количество изображений, подаваемое сети за один раз (batch size), 64. Скорость обучения была установлена $2 \cdot 10^{-4}$ и не изменялась в ходе обучения. Обучение было остановлено автоматически после 150 эпох, т. к. функция потерь на тестовой выборке не уменьшалась в течении 10 эпох, и заняло около 3 ч.

Тестирование на синтетических данных

Проверка производилась на дополнительно сгенерированных изображениях, полученных так же, как и проекции для обучения. В результате нейронная сеть выдала пустой кадр (рис. 6а) визуально близкий к оригинальному (рис. 6б). Такие же выводы можно сделать и взглянув на профили их сечения (рис. 6в). Графики практически идентичны за исключением незначительного отклонения в максимуме интенсивности, которое не превышает 7%.

С использованием этих пустых кадров было проведено FFC (рис. 7а и 7б). На них можно заметить незначительные затемнения на фоне, которые отсутствуют на эталонном кадре, что говорит о неравномерности фона в результате работы нейронной сети. Это можно увидеть в правой и левой частях сечений (рис. 7в), которые показывают значения пикселей в фоне. В эталонном изображении все пиксели имеют одинаковую интенсивность, в то время как после DL FFC интенсивность неодинакова. Однако в остальных графиках сечений очень близки и отклонение одного от другого, как и в пустых кадрах, не превышает 7%. А в области с образцом, что на наш взгляд важнее, даже меньше.

Тестирование на экспериментальных данных

В качестве экспериментальных данных были выбраны проекции реальных экспериментов, введенных на лабораторной установке ТОМАС. Пары формировались по принципу: последний пустой кадр соответствует освещенности на первой проекции серии снимков.

Здесь представлена одна из некорректно обработанных при помощи классического FFC проекций (рис. 8а). В ходе эксперимента произошло

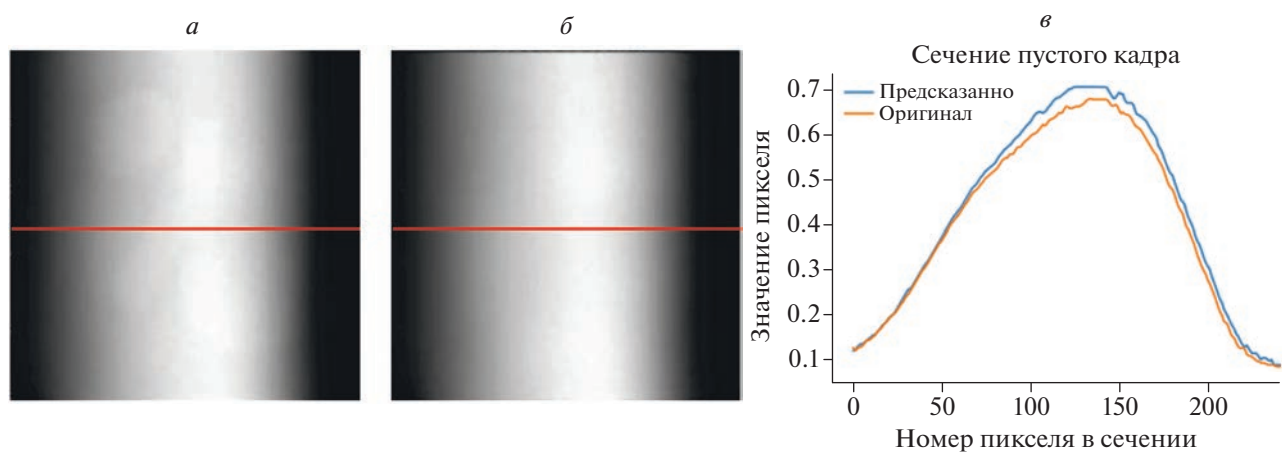


Рис. 6. Предсказанный нейросетью (*a*) и оригинальный (*б*) пустые кадры. Профиль их сечения по красной линии (*в*).

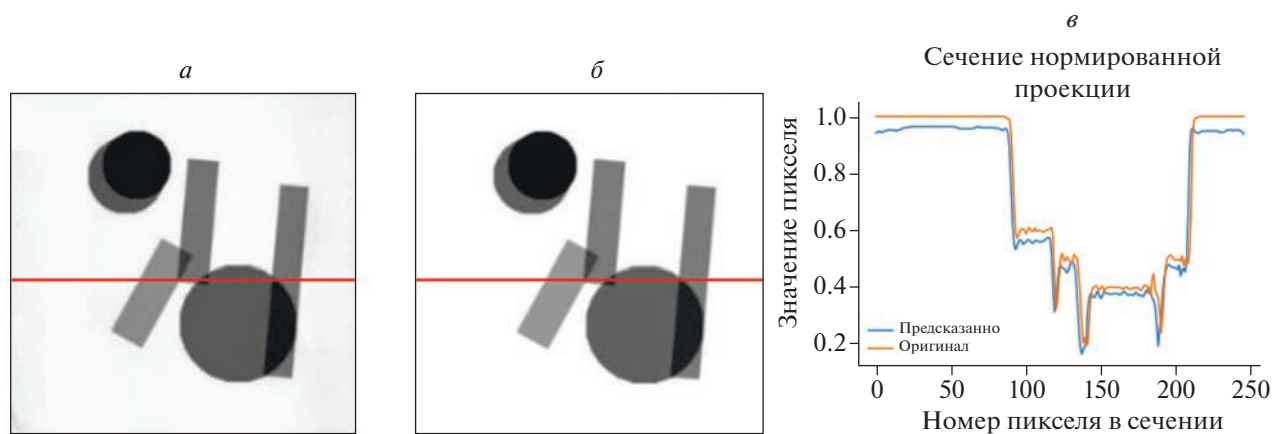


Рис. 7. Нормализация с помощью DL FFC (*a*) и эталонного пустого кадра (*б*). Профиль их сечения по красной линии (*в*).

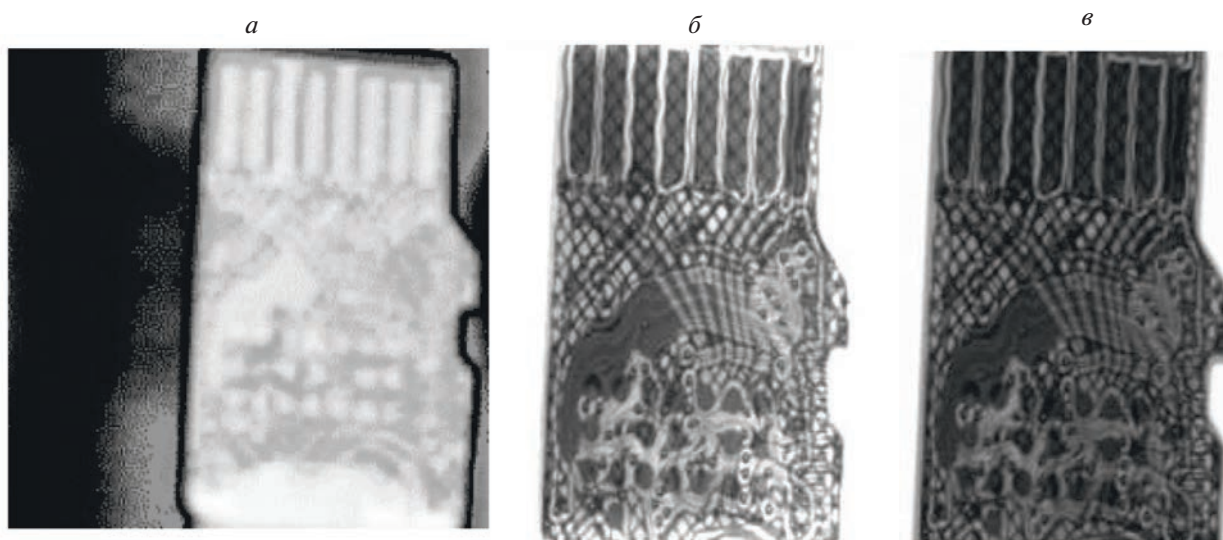


Рис. 8. Нормализация с помощью классического FFC (*a*), DL FFC (*б*) и эталонного пустого кадра (*в*).

падение напряжения на рентгеновской трубке, в результате чего на нормализованном изображении получился засвеченный образец. Эта же проекция была обработана нейронной сетью и проведена нормализация при помощи DL FFC (рис. 8б). Визуально эталонное изображение (рис. 8в) и изображение после DL FFC практически совпадают, за исключением засвеченных частей в верхней и нижней части DL FFC изображения. Однако несмотря на это, можно считать, что предложенный метод справился с нормализацией изображения в отличие от классического FFC, при использовании которого пришлось бы переделывать эксперимент.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, был реализован и адаптирован под наш лабораторный микротомограф DL FFC подход. Для обучения и проверки его работоспособности были синтезированы изображения, основанные на реальных пустых кадрах. На сечениях таких изображений DL FFC показал высокую визуальную схожесть с эталонными. Также была проведена нормализация для реальных экспериментальных данных с лабораторной установки ТОМАС. На них DL FFC показал результаты хуже, чем на синтетических. Этого стоило ожидать, т. к. именно на синтетических изображениях нейросеть обучалась, а подготовка датасета с экспериментальными в настоящее время еще ведется. Можно сделать вывод, что для использования такого подхода необходимо перед использованием предобученной нейронной сети произвести ее дообучение на изображениях с реальной установки.

DL FFC — подход, который работает так же, как классический FFC на неискаженных данных, но позволяет восстановить изображения, которые классическому не под силу из-за различных факторов при проведении реальных измерений. В дальнейшей работе планируется вносить правки в процесс обучения и, возможно, архитектуру,

чтобы повысить точность результата DL FFC для работы с реальными данными.

Исследование выполнено при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках темы государственного задания ФИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН в части интерпретации томографических данных. Работы по проведению томографических измерений выполнены при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по гранту № 075-15-2021-1362.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Landis E.N., Keane D.T. // Mater. Charact. 2010. V. 61. No. 12. P. 1305.
2. Seibert J.A., Boone J.M., Lindfors K.K. // Proc. SPIE. 1998. V. 3336. P. 348.
3. Nieuwenhove V.V., Beenhouwer J.D., Carlo F.D. et al. // Opt. Express. 2015. V. 23. No. 21. P. 27975.
4. Hagemann J., Vassholz M., Hoeppe H. et al. // J. Synchrotron Radiat. 2021. V. 28. No. 1. P. 52.
5. Buakor K., Zhang Yu., Birnšteinová Š et al. // Optics Express. 2022. V. 30. No. 7. P. 10633.
6. LeCun Y., Bengio Y., Hinton G. // Nature. 2015. V. 521. No. 7553. P. 436.
7. Van Dyk D.A., Meng X.L. // J. Comput. Graphical Stat. 2001. V. 10. No. 1. P. 1.
8. Бузмаков А.В., Асадчиков В.Е., Золотов Д.А. и др. // Кристаллография. 2018. Т. 63. № 6. С. 1007.
9. Tlustos L., Campbell M., Heijne E., Llopart X. // 2003 IEEE Nuclear Science Symposium. V. 3. (Portland, 2003) P. 1588.
10. Goodfellow I., Pouget-Abadie J., Mirza M. et al. // Advances in Neural Information Processing Systems. V. 27. (Montreal, 2014). P. 1.
11. Ronneberger O., Fischer P., Brox Th. // Internat. Conf. Medical Image Computing and Computer-assisted Intervention. (Munich, 2015). P. 1.
12. Ledig C., Theis L., Huszar F. et al. // Proc. IEEE Conf. Computer Vision and Pattern Recognition. (Honolulu, 2017). P. 4681.
13. Wang L.T., Hoover N.E., Porter E.H., Zasio J.J. // Proc. 24th ACM/IEEE Design Automation Conference. (Miami Beach, 1987). P. 2.
14. Ruder S. // arXiv: 1609.04747. 2016.

Flat-field correction on X-ray tomographic images using deep convolutional neural networks

A. Yu. Grigorev^{a,*}, A. V. Buzmakov^a

^aShubnikov Institute of Crystallography of the Federal Scientific Research Centre “Crystallography and Photonics” of the Russian Academy of Sciences, Moscow, 119333 Russia

*e-mail: grigorev.a@crys.ras.ru

We proposed to use neural networks to solve the problem of flat-field correction. We described the process of selecting parameters of a deep convolutional neural network to solve the flat-field correction problem with the instability of an empty beam, describes the training of this network, and checks its operability on the generated data. The developed method was tested on data obtained both on laboratory X-ray sources and synchrotron sources.

УДК 539.87

ВЛИЯНИЕ ПОВЕРХНОСТНЫХ ТРЕЩИН И ТЕКСТУРЫ НА ОСТАТОЧНЫЕ НАПРЯЖЕНИЯ В ВОЛЬФРАМЕ ПОСЛЕ ВОЗДЕЙСТВИЯ ПЛАЗМЫ

© 2023 г. И. И. Балаш^{1, 2, 3, *}, С. Р. Казанцев^{1, 2, 4}, А. Н. Шмаков^{1, 3, 4},
П. А. Пиминов^{1, 4}, В. М. Борин¹

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт химии твердого тела и механохимии Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

³Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук”, Томск, Россия

⁴Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Федеральный исследовательский центр “Институт катализа имени Г.К. Борескова
Сибирского отделения Российской академии наук”, Центр коллективного пользования
“Сибирский кольцевой источник фотонов”, Кольцово, Россия

*E-mail: ilyabalash@yandex.ru

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

Исследованы вольфрамовые образцы, облученные электронным пучком на установке ВЕТА с целью моделирования плазменного взаимодействия в вакуумной камере термоядерного реактора. Методы рентгеновской дифракции использовались для измерения остаточных напряжений на вольфрамовых образцах, в том числе изготовленных по спецификациям ИТЭР.

DOI: 10.31857/S0367676522701113, EDN: KVLVQE

ВВЕДЕНИЕ

В термоядерном реакторе плазма оказывает влияние на стенки дивертора в виде периодических тепловых импульсов и постоянной тепловой нагрузки [1]. Тепловые импульсы являются причиной возникновения остаточных деформаций и напряжений в материале дивертора, которые приводят к его разрушению. В то же время остаточные деформации и напряжения могут релаксировать под воздействием высокой температуры постоянного потока плазмы на дивертор [2]. Для понимания этих процессов и поиска путей минимизации деструктивных воздействий на материал дивертора необходимо изучить влияние поверхностных трещин и ярко выраженной текстуры материала на остаточные напряжения. Это позволяет сделать методика измерения остаточных напряжений по смещению дифракционных максимумов в зависимости от угла падения излучения на поверхность образца.

МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ

Метод рентгеновской дифрактометрии основан на явлении дифракции рентгеновских лучей

на кристаллической решетке. Это явление может быть описано в первом приближении как способность рентгеновского излучения отражаться от кристаллографических плоскостей, образованных атомами в кристаллической решетке материала. Дифракция отраженных рентгеновских лучей происходит с явно выраженными максимумами интенсивности — дифракционными пиками [3]. Положение каждого из дифракционных пиков связано с определенным межплоскостным расстоянием и определяется законом Брэгга–Вульфа:

$$n\lambda = 2d \sin \theta, \quad (1)$$

где n — порядок дифракции, λ — длина волны излучения, d — межплоскостное расстояние, θ — угол между падающим лучом и кристаллографической плоскостью (рис. 1). Если при упругой деформации межплоскостное расстояние изменяется с d_0 на $d_0 + \delta d$, можно выразить изменение расстояния между плоскостями с нормалью n_i после деформации в виде

$$\delta d = d_0 \varepsilon_{ij} n_i n_j, \quad (2)$$

где ε_{ij} — тензор деформаций. Подставив данное выражение в закон Брэгга–Вульфа, можно получить зависимость угла рассеяния от наклона и поворота образца [4, 5] (углы ψ и φ):

$$\begin{aligned} \frac{1}{\sin \theta} = \frac{2d_0}{n\lambda} & (1 - \varepsilon_{xx}(\sin(\psi - \theta))^2(\cos \varphi)^2 - \\ & - \varepsilon_{yy}(\sin(\psi - \theta))^2(\sin \varphi)^2 - \varepsilon_{zz}(\cos(\psi - \theta))^2 - \\ & - 2\varepsilon_{xy}(\sin(\psi - \theta))^2 \cos \varphi \sin \varphi - \\ & - 2\varepsilon_{xz} \sin(\psi - \theta) \cos(\psi - \theta) \cos \varphi - \\ & - 2\varepsilon_{yz} \sin(\psi - \theta) \cos(\psi - \theta) \sin \varphi). \end{aligned} \quad (3)$$

Имея несколько наборов значений углов θ , ψ и φ , подбором компонент тензора деформаций и коэффициента $\frac{2d_0}{n\lambda}$ можно вывести значения компонент этого тензора.

ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ

В ходе эксперимента использовались вольфрамовые образцы с габаритами $25 \times 25 \times 4$ мм. Один из образцов был изготовлен по спецификациям ИТЭР. Данный образец имеет упорядоченную структуру — зерна имеют вытянутую форму. Электронный пучок установки ВЕТА подходит для моделирования теплового воздействия плазмы [6] и поэтому был использован для создания остаточных деформаций и напряжений в вольфрамовых образцах. Пучок имеет максимальную мощность 5 МВт, максимальную длительность импульса 0.2 мс, максимальную тепловую нагрузку 3 МДж/м², величину индукции магнитного поля 0.22 Тл. В результате облучения электронным пучком на поверхностях образцов в центре облученной области образовались трещины.

ЭКСПЕРИМЕНТ НА СИНХРОТРОННОМ ИЗЛУЧЕНИИ

Станция “Аномальное рассеяние” на канале СИ № 2 накопителя электронов ВЭПП-3 использовалась для измерения остаточных напряжений на облученных образцах. Станция включает в себя блок коллимационной системы, монохроматор на основе кристалла кремния с вырезом по рабочей плоскости (111) и сканирующий дифрактометр с плоским совершенным кристаллом-анализатором Ge(111) на дифрагированном пучке [7]. Регистрация рентгенограмм осуществляется точечным сцинтилляционным детектором, управление экспериментом производится системой автоматизации. Рабочая энергия излучения (или длина волны) может быть выбрана в диапазоне от ~6 до ~20 кэВ (соответственно, от ~2 до ~0.6 Å). Угол наклона образца по отношению к падающему пучку может быть установлен с помощью гониометра,

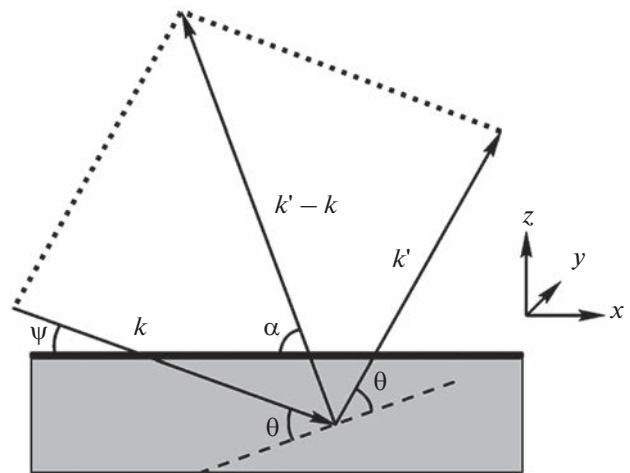


Рис. 1. Схема дифракции в плоскости рассеяния.

положение образца варьируется в двух направлениях с позиционерами с точностью ~0.1 мм.

ИЗМЕРЕНИЯ УГЛОВ РАССЕЯНИЯ

На станции “Аномальное Рассеяние” были получены дифрактограммы пиков кристаллической плоскости W(222) при различных углах наклона облученных образцов. Положения дифракционных максимумов определялось аппроксимацией профиля функцией псевдо-Войт.

ПРОСТРАНСТВЕННЫЙ ПРОФИЛЬ НАПРЯЖЕНИЙ

Экспериментально полученные данные были использованы для вычисления компонент тензора деформаций с помощью формулы зависимости угла рассеяния от угла наклона (3). Компоненты тензора напряжений были вычислены по закону Гука. Распределения напряжений по поверхности обладают аксиальной симметрией в соответствии с конфигурацией электронного пучка. Данные измерения были произведены с пространственным разрешением 2 мм с целью сравнения профилей остаточных напряжений с профилями тепловых нагрузок. Ранее аналогичные измерения были проведены на облученном вольфрамовом образце без поверхностных трещин [8]. На рис. 2 представлено сравнение результатов проведенных измерений по двум образцам. В случае образца без трещин (рис. 2а) в радиусе 7 мм от центра облученной области профиль имеет плоскую форму с остаточными напряжениями на уровне ~700 МПа. За пределами этой области остаточные напряжения резко падают. Напротив, по данным с треснутого образца (рис. 2б) видно, что в центральной области облучения имеет место проседание уровня остаточных напряжений с минимум ~200 МПа. На краях обла-

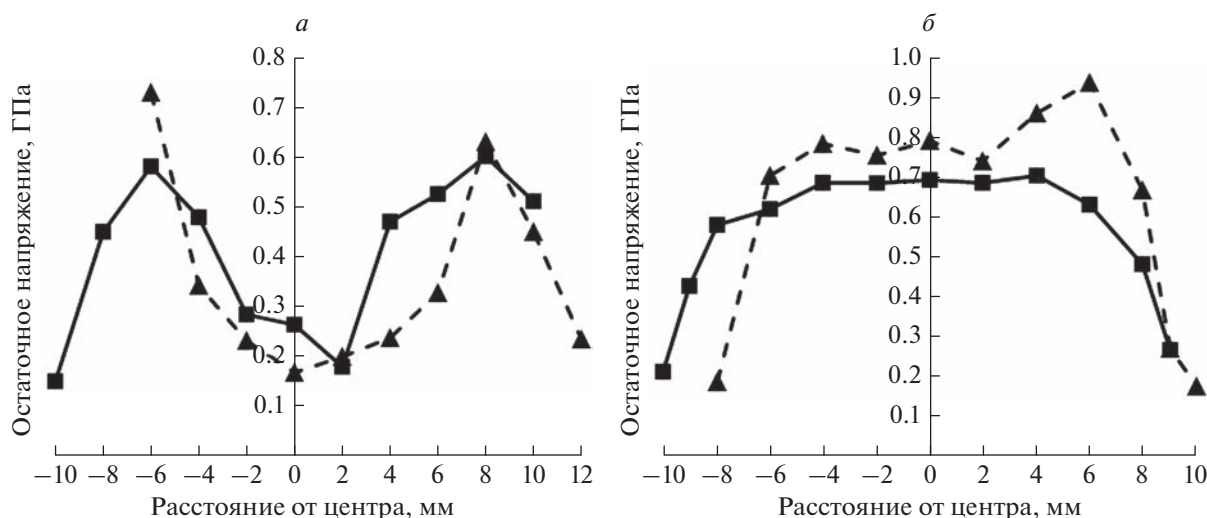


Рис. 2. Пространственные профили остаточных напряжений: в образце без трещин (а), в образце с трещинами (б). Квадраты и сплошная линия при $\varphi = 0^\circ$, треугольники и штриховая линия при $\varphi = 90^\circ$.

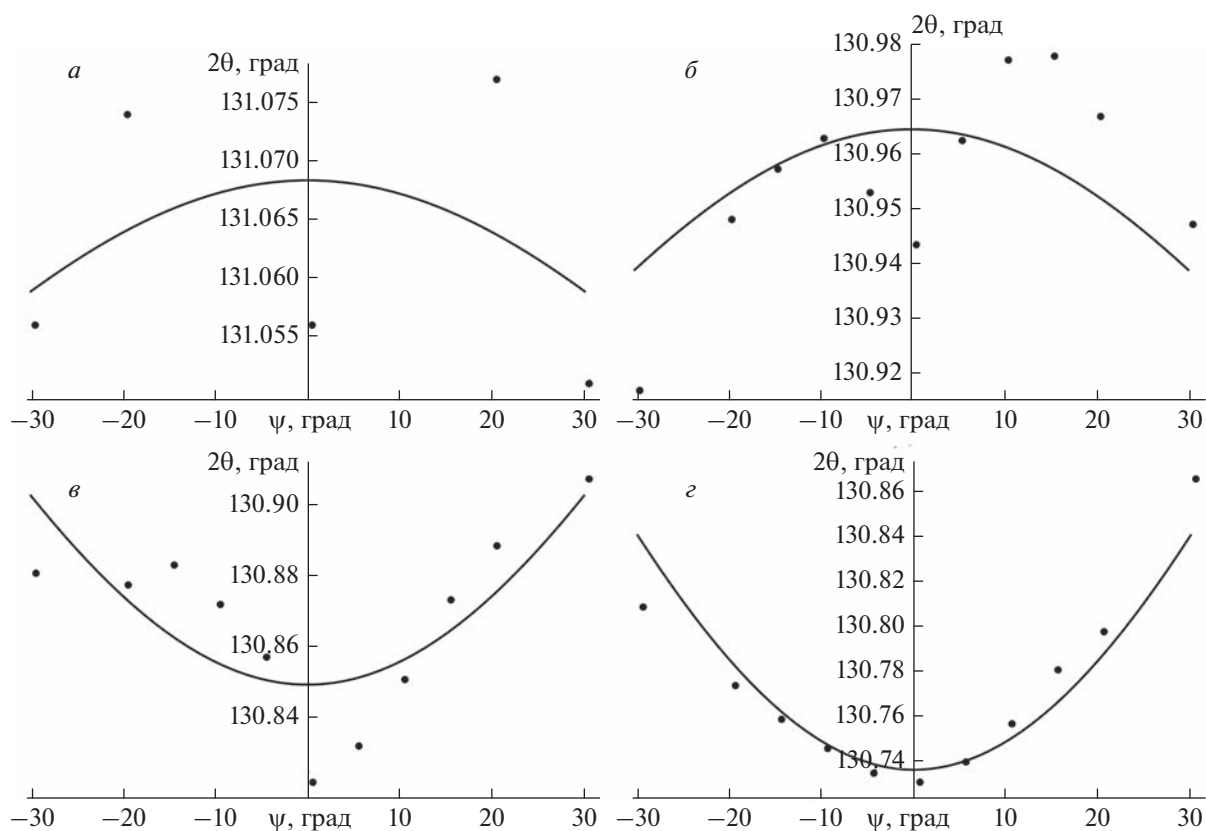


Рис. 3. Зависимости угла рассеяния СИ 2θ от угла наклона образца ψ и их аппроксимации на образцах вольфрама ИТЭР: на облученной стороне с трещинами (а), на облученной стороне с трещинами на большем количестве углов наклона (б), на необлученном образце (в), на необлученной стороне облученного образца (г).

сти напряжения форма профиля соответствует аналогичной на образце без трещин с максимальными значениями напряжений ~ 650 МПа. Падение напряжений в треснутой области поверхности говорит об имевшей место релаксации.

ИЗМЕРЕНИЕ НАПРЯЖЕНИЙ НА ВОЛЬФРАМЕ, ИЗГОТОВЛЕННОМ ПО СПЕЦИФИКАЦИЯМ ИТЭР

Вольфрамовый образец, изготовленный по спецификациям ИТЭР, был облучен электрон-

ным пучком, в результате чего на поверхности образца образовались трещины, и исследован на станции рассеяния СИ на предмет остаточных напряжений аналогично ранее описанному образцу. Планировалось изучить влияние поверхностных трещин на пространственное распределение остаточных напряжений в образце со специфической текстурой ИТЭРовского вольфрама, где зерна имеют вытянутую форму. Как видно на рис. 3а экспериментальные данные не ложились на универсальную кривую (3). Это расхождение с формулой не позволяет корректно вычислить остаточные напряжения. Был проведен повторный дифракционный эксперимент при большем количестве углов наклона образца ψ . Это было сделано для получения более детального вида экспериментальной кривой. Как видно на рис. 3б, проседание зависимости положения дифракционного пика от угла наклона образца затрагивает несколько точек и имеет плавный характер. Аналогичные измерения были проведены на необлученном образце той же марки вольфрама. Полученная зависимость (рис. 3в) также не ложится на экспериментальную кривую, однако не имеет характерной проседающей формы. Затем измерения углов рассеяния были проведены на необлученной стороне первоначального образца. Как видно на рис. 3г, при измерении углов рассеяния на облученном ИТЭРовском образце при отсутствии поверхностных трещин экспериментальные данные корректно описываются теоретической кривой, позволяя произвести дальнейшие вычисления. Остаточное напряжение в центре образца составило ~ 450 МПа.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Остаточные напряжения были измерены с пространственным разрешением на вольфрамовых образцах с поверхностными трещинами, об-

разовавшимися в ходе облучения электронным пучком. При сравнении результатов, полученных на первом образце, с аналогичными на образце без трещин очевидно различие в форме профиля остаточных напряжений. В случае образца с трещинами напряжения в центре облученной области падают до уровня ~ 200 МПа, что связано с релаксацией напряжений. Изучить влияние выраженной текстуры на напряжения в треснутом образце не удалось из-за аномальной формы зависимости углов рассеяния от углов наклона образца. Для проведения дальнейших измерений необходимо выяснить причину расхождения с теорией.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (проект № 075-15-2021-1348) в рамках мероприятия № 2.1.10.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ikeda K. // Nucl. Fusion. 2007. V. 47. No. 6. P. 2.
2. Makhraj V.A., Garkusha I.E., Malykhin S.V. et al. // Phys. Scripta. 2009. V. 2009. No. T138. Art. No. 014060.
3. Warren B.E. X-Ray diffraction. N.Y.: Dover publications, 1990. 400 p.
4. Ландау Л.Д., Лифшиц Е.М. Теория упругости. М.: Физматлит, 2003. 259 с.
5. Аракчеев А.С., Шмаков А.Н., Шарафутдинов М.Р. и др. // ЖСХ. 2016. Т. 57. № 7. С. 1389; Arakcheev A.S., Sharafutdinov M.R., Tolochko B.P. et al. // J. Struct. Chem. 2016. V. 57. No. 7. P. 1314.
6. Truneev Yu.A., Arakcheev A.S., Burdakov A.V. et al. // AIP Conf. Proc. 2016. V. 1771. Art. No. 060016.
7. Шмаков А.Н., Толочко Б.П., Дементьев Е.Н., Шеромов М.А. // ЖСХ. 2016. Т. 57. № 7. С. 1395; Shmakov A.N., Tolochko B.P., Dementiev E.N., Sheromov M.A. // J. Struct. Chem. 2016. V. 57. No. 7. P. 1321.
8. Balash I.I., Arakcheev A.S., Sharafutdinov A.N. et al. // AIP Conf. Proc. 2020. V. 2299. Art No. 040006.

Surface cracks and texture influence on residual stresses in tungsten after plasma exposure

I. I. Balash^{a, b, c, *}, S. R. Kazantsev^{a, b, d}, A. N. Shmakov^{a, c, d}, P. A. Piminov^{a, d}, V. M. Borin^a

^aBudker Institute of Nuclear Physics of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630090 Russia

^bInstitute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630128 Russia

^cInstitute of High Current Electronics of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Tomsk, 634055 Russia

^dSynchrotron Radiation Facility – Siberian Circular Photon Source “SKIF”, Boreskov Institute of Catalysis of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Koltsovo, 630559 Russia

*e-mail: ilyabalash@yandex.ru

Tungsten samples have been studied after being irradiated by the BETA facility's electron beam for the purpose of simulating plasma heat loads in a fusion reactor's vacuum chamber. X-ray diffraction methods were used for residual stress measurement in the irradiated samples, some of which were manufactured according to the ITER specifications.

УДК 661.844

ПОЛУЧЕНИЕ ВЫСОКОПРОЧНОЙ СЛАБО ПРОВОДЯЩЕЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНАТА БАРИЯ

© 2023 г. А. А. Жданок¹, *, Л. К. Бердникова¹, З. А. Коротаева¹, Б. П. Толочко¹,
В. В. Булгаков¹, М. А. Михайленко¹

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

“Институт химии твердого тела и механохимии Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

*E-mail: a-zhdanok@mail.ru

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

Синтезирована и исследована слабо проводящая керамика на основе алюмината бария. При обжиге в окислительной среде получена монофазная керамика с максимальной прочностью при сжатии — 678.5 МПа и плотностью — 3.78 г/см³. Введение в состав токопроводящих добавок позволяет увеличить удельную электрическую проводимость керамики до $1.05 \cdot 10^{-4}$ См/см (при 300°C).

DOI: 10.31857/S0367676522701150, EDN: KVWYXC

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время исследователи проявляют большой интерес к высокотемпературной керамике на основе алюмината бария, которая обладает комплексом уникальных свойств, таких как экологическая безопасность, термическая стабильность (температура плавления алюмината состава $\text{BaO} \cdot 6\text{Al}_2\text{O}_3$ около 2000°C), интенсивное излучение и длительное время послесвечения [1–4]. Кроме того, изоморфное замещение оксида алюминия на окислы железа в алюминате бария приводит к появлению ряда новых полезных для технических приложений структурных, механических и электрофизических характеристик, в частности каталитических и электропроводящих [5, 6]. Последние позволяют считать катионзамещенную керамику перспективной в качестве элемента вакуумной системы ускорителя, а именно для снятия статического заряда с внутренних поверхностей камер. Материал, из которого изготавливается камера ускорителя, должен удовлетворять ряду требований [7]: обладать достаточной механической прочностью, препятствующей разрушению камеры от атмосферного давления; обладать хорошими вакуумными свойствами; стенки камеры не должны искажать магнитное поле в межполюсном пространстве. Внутренняя поверхность вакуумной камеры должна быть достаточно проводящей, чтобы предотвратить накопление зарядов вследствие выхода частиц из ускорителя и осаждения их на стенки камеры. В противном случае возникающие электростатические поля

привели бы к отклонению и рассеянию ускоряемого пучка [8]. Электропроводность керамических материалов для таких приложений должна находиться в диапазоне 10^{-7} – 10^{-3} См/см [9].

Свойства керамики во многом определяются способом ее получения. От состава исходной смеси, концентрации компонентов, скорости нагрева, продолжительности и температуры отдельных стадий, наличия добавок и т.п. зависят структурные характеристики веществ и фазовый состав. Для получения алюминатов металлов широко используются такие методы, как золь-гель, полимерный процесс осаждения и горения в растворе, микроволновой синтез [3, 10–12]. Однако указанные методы имеют один общий недостаток — отсутствие возможности изготовления монолитных керамических изделий высокой плотности.

Перспективным методом получения катионзамещенных алюминатов бария является твердофазный синтез [13]. При твердофазном синтезе Fe-замещенного алюмината бария в качестве исходных компонентов используется карбонат либо оксид бария и оксиды алюминия и железа. Эти реагенты обычно отдельно размельчают, после чего смешивают в стехиометрических соотношениях. Из тщательно перемешанной смеси методом прессования получают заготовки изделий, которые далее подвергают высокотемпературной обработке в интервале температур 1450–1600°C. Основной проблемой при выборе данного метода синтеза композиционных материалов с улучшенными эксплуатационными свойствами по-преж-

нему остается равномерность распределения модифицирующих добавок в объеме керамической матрицы [14].

Температурная обработка заготовок с целью получения высокоплотных и прочных керамических изделий осуществляется либо без приложения давления (метод свободного спекания), либо под давлением (метод горячего (в т.ч. изостатического) прессования). Свободное спекание является наиболее простой технологией спекания, заключающейся в нагреве предварительно спрессованного брикета в муфельных печах. Отмечается [15], что недостатком данной технологии является отсутствие возможности приложения давления в процессе спекания, в результате чего спеченный материал обладает остаточной пористостью. Горячее прессование — прессование порошка или заготовки с одновременным нагревом — позволяет снизить остаточную пористость, однако использование схемы одноосного прессования приводит к неравномерному распределению плотности по объему спекаемого образца. Проблему неоднородности позволяет решить применение технологии горячего изостатического прессования, заключающейся в нагреве сосуда, содержащего газ и спрессованный брикет. В процессе нагрева сосуда газ расширяется и оказывает всестороннее давление на брикет.

Таким образом, от выбора оптимального режима высокотемпературной обработки зависит, прежде всего, плотность керамического материала. Недостаточная плотность материала с токопроводящими добавками приводит не только к отсутствию конструкционной прочности, но и из-за ограниченного числа проводящих путей не обеспечивает необходимую электропроводность.

Настоящая работа посвящена исследованию физико-механических свойств керамики на основе алюмината бария с токопроводящими добавками с целью определения оптимальных составов и выяснения возможностей получения изделий, которые могут быть перспективны в качестве, например, элементов ускорительных трубок в импульсных линейных ускорителях для предотвращения потери энергии пучка заряженных частиц, движущегося внутри вакуумной камеры.

Принципиальной особенностью метода получения керамических материалов в работе является использование прекурсоров, подготовленных методом совместной механоактивации в высокоэнергетической планетарной мельнице, для получения однородной высокоактивной к спеканию смеси порошков.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Были получены порошковые композиции на основе оксидов бария (BaO) и алюминия

(γ -Al₂O₃) с токопроводящими добавками. В качестве добавок использовали оксид железа(III) (Fe₂O₃), многостенные углеродные нанотрубки (МУНТ), гидроксид лития, дисилицид молибдена). Оксидные материалы смешивали с добавками и без в активаторе АГО-3 (ЗАО “Новиц”, Россия) при 60 г. Для этого были подобраны следующие условия: загрузка в барабан обрабатываемого материала (смесь) составила 100 г, загрузка мелющих тел (стальные шары диаметром 6 и 10 мм) — 1800 г, время механической обработки — 60 с.

Изготовление лабораторных образцов керамики осуществляли методом полусухого прессования, который включает следующие операции: подготовка формовочной массы, закладка ее в формы, уплотнение, распалубка, сушка, обжиг, охлаждение до температуры окружающей среды.

Формовочную массу готовили из порошковых композиций, составы которых представлены в табл. 1. Порошковую композицию смешивали с водой, формовочная влажность — 9%. Полученную готовую массу засыпали в цилиндрические стальные формы диаметром 10 мм, предварительно смазанные маслом, и прессовали на гидравлическом прессе ПЛГ-20 при давлении 100 МПа. Далее образцы сушили на воздухе в течение 24 ч, а затем в сушильном шкафу при температуре 200°C. После сушки образцы помещали в тигель и засыпали термостойким материалом (плавленым электрокорундом) для предупреждения контакта между образцами и деформации образцов. Затем проводили обжиг образцов при температуре 1600°C.

В работе исследовано влияние следующих технологических режимов одной из основных стадий твердофазного синтеза — стадии высокотемпературной обработки (обжиг) — на механические свойства керамических материалов:

Режим 1: нагревание со скоростью 600°C/ч, выдержка при 1600°C в течение 2 ч, последующее охлаждение со скоростью 200°C/ч (обжиг в среде инертного газа (аргон)).

Режим 2: нагревание со скоростью 200°C /ч, выдержка при 1600°C в течение 2 ч, последующее охлаждение со скоростью 100°C/ч (обжиг в воздушной среде).

Режим 3: предварительный обжиг образцов при температуре 1500°C в среде инертного газа (нагревание со скоростью 200°C/ч, выдержка при 1500°C в течение 2 ч, охлаждение со скоростью 200°C/ч) с последующим горячим изостатическим прессованием (ГИП). ГИП-обработку проводили в среде инертного газа (аргон): нагревание со скоростью 200°C/ч до 1600°C с одновременным увеличением давления в камере до 200 МПа, выдержка при заданных условиях в течение 2 ч, последующее охлаждение со скоростью 200°C/ч с одновременным понижением давления.

Таблица 1. Составы порошковых композиций

№	Состав порошковой композиции, мас. %					
	$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, (ТУ 6-68-164-99)	BaO, (ГОСТ 10203-78)	Fe_2O_3 (ТУ 6-09-5346-87)	МУНТ (ОCSiAl)	MoSi_2 (ТУ 6-09-03-425-76)	LiOH (ТУ 6-09-3767-84)
1	79.96	20.04	—	—		
2	61.95	18.64	19.41	—		
3	61.33	18.45	19.22	1.00		
4	55.76	16.77	17.47		10.00	
5	61.60	18.50	19.30	—	—	0.60

Обжиг при режиме 1 осуществляли в печи SG-QF-1700-4, при режиме 2 — в электропечи сопротивления ТК.16-1750.1Ф, предварительный обжиг при режиме 3 — в печи СНВЭ-1,7.3.1,7/20, ГИП-обработку образцов проводили в атмосфере аргона на установке АПР6-30Н.

Для полученных образцов керамики определяли следующие физико-механические характеристики: среднюю плотность, объемную усадку образцов после обжига, предел прочности при сжатии и электрическое сопротивление по ГОСТ 24409-80.

Для исследования фазового состава и микроструктуры конструкционных образцов применяли методы рентгенофазового анализа (РФА) и сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). РФА проводили на дифрактометре Bruker D8 Discover, состав кристаллографических фаз определяли по базе данных дифракционных стандартов ICDD PDF-2. Снимки микроструктуры получали с помощью микроскопов Hitachi TM1000 (Япония) и 3400S, снабженного приставкой рентгено-флуоресцентного анализа Inca (Oxford Instruments, Великобритания) с возможностью исследования пространственного распределения элементов (картированный состав в области съемки).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Исследование полученной керамики на сканирующем электронном микроскопе показало, что ее морфология заметно зависит от наличия добавки и режима высокотемпературной обработки. Структура синтезированного без токопроводящих добавок алюмината бария при разных режимах показана на рис. 1а. Видно, что структура такой керамики достаточно рыхлая, представлена в основном кристаллитами, обладающими пластинчатой морфологией. Пластины при режиме 1 обжига образуются преимущественно гексагональной формы, кроме того, они имеют более низкое соотношение длины к толщине по сравнению с теми, что образовались при режимах 2 и 3.

Исследование морфологии керамики состава 2 (рис. 1б) показало, что при обжиге в среде инерт-

ного газа (режимы 1 и 3) формируются гексагональные кристаллиты в основном призмобразной формы, ориентированные под различными углами друг к другу. Причем для образцов, спеченных при режиме 1 обжига, наблюдаются частично сплавленные бесформенные образования.

При обжиге в воздушной среде (режим 2) не удалось выделить структурных образований с четко идентифицируемой геометрической формой. Однако, здесь необходимо отметить наличие плотной упаковки, состоящей из крупных и мелких кристаллитов.

Для образцов керамики, полученных из порошковой композиции с добавлением МУНТ (состав 3) (рис. 1в), так же, как и для образцов состава 2 без МУНТ (рис. 1б), при обжиге в среде инертного газа формируются гексагональные кристаллиты призмобразной формы. Совершенно другая картина наблюдается при обжиге образцов керамики в воздушной среде: кристаллиты удлиненной формы. Более подробно структура данного образца изучена с помощью электронного микроскопа 3400S. Полученные микрофотографии приведены на рис. 2.

Из рис. 2а—2в видно, что введение МУНТ приводит к структурированию керамической матрицы. Для микроструктуры данной керамики характерны сетчато-каркасное распределение кристаллитов. Ввиду того, что обжиг данных образцов керамики проходил в воздушной среде, вероятно, формирование такой микроструктуры происходит на ранней стадии обжига, до того, как МУНТ подвергнется термическому окислению. Окисление МУНТ на воздухе происходит в температурном диапазоне 574—816°C [16, 17].

Согласно полученным данным картирования (рис. 3) для образцов керамики состава 2 и 3, обожженных в воздушной среде (режим 2), наблюдается достаточно однородное распределение элементов Ba, Fe, Al, поэтому можно сделать вывод о монофазности полученной керамики.

Исследования керамики методом РФА (табл. 2) показало формирование гексаалюмината состава $\text{BaAl}_{12}\text{O}_{19}$ при обжиге компактированных образ-

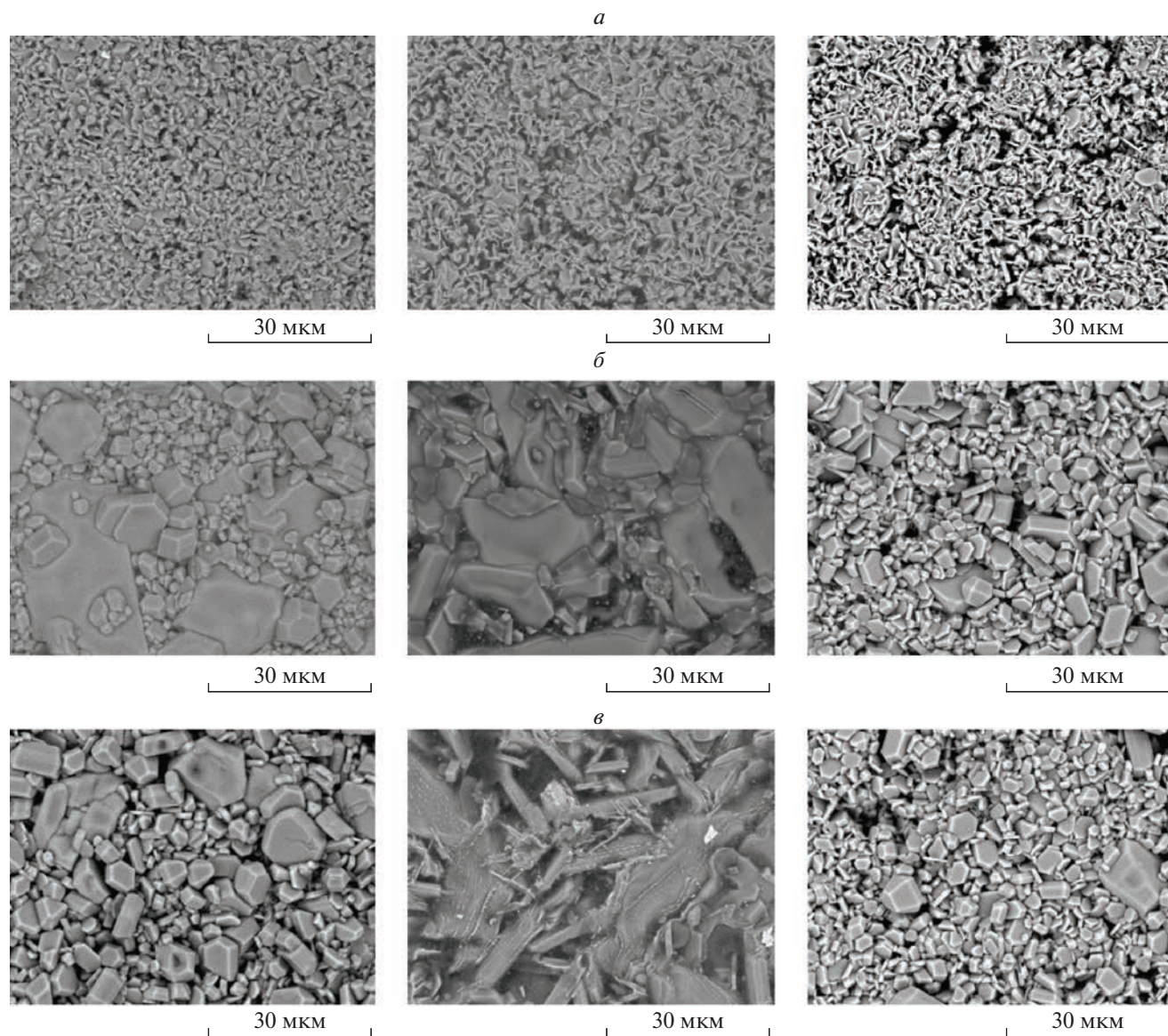


Рис. 1. Электронные микрофотографии образцов керамики составов 1 (*a*), 2 (*б*) и 3 (*в*), полученных при разных режимах обжига.

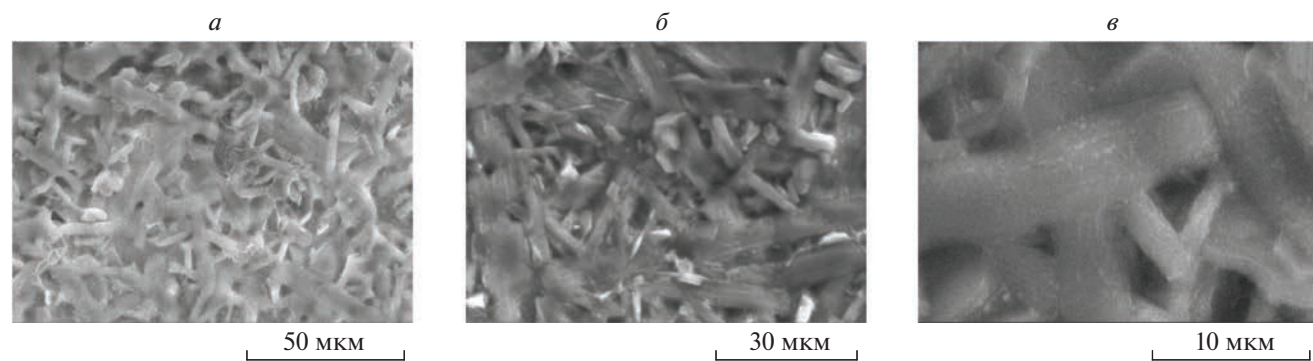


Рис. 2. Электронные микрофотографии при разной степени увеличения образцов керамики состава 3 (режим 2).

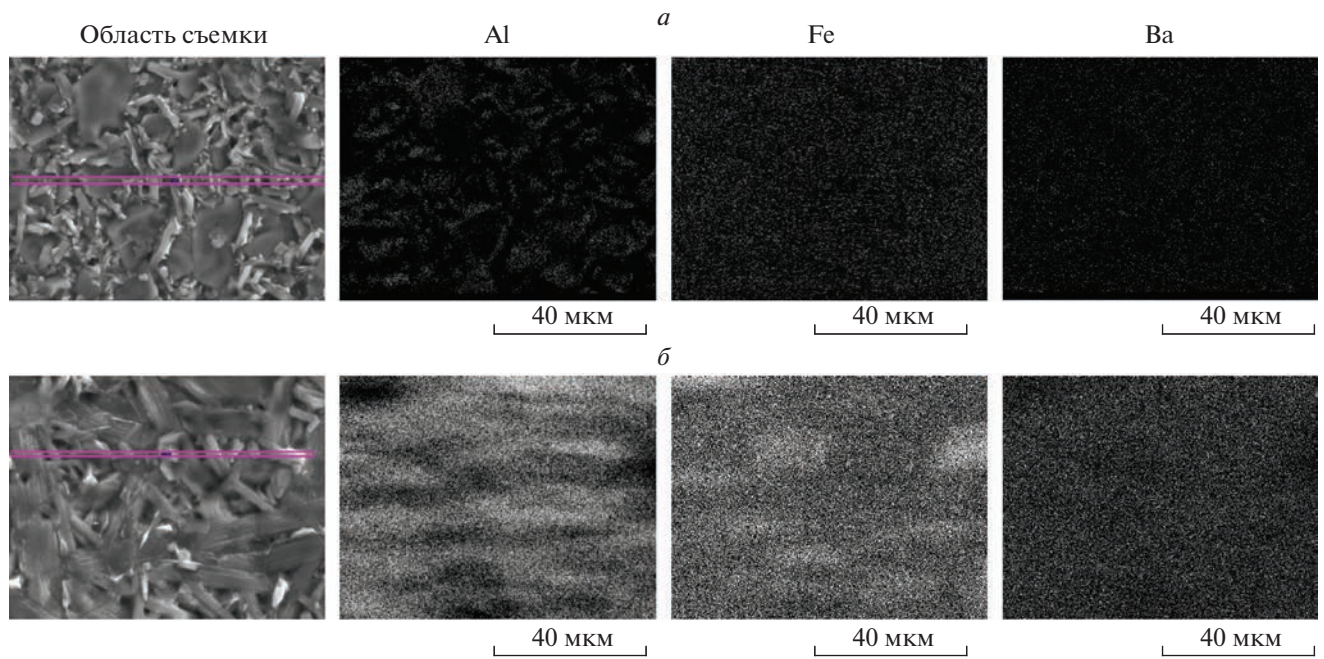


Рис. 3. Данные картирования образцов керамики составов 2 (а) и 3 (б) (режим 2).

цов состава 1 в воздушной среде. Температурная обработка в среде инертного газа приводит к образованию не только фазы $BaAl_{12}O_{19}$, но и алюмината нестехиометрического состава $Ba_{0.956}Al_{11}O_{17}$. Фактически, две структуры гексаалюмината $BaAl_{12}O_{19}$ и $Ba_{0.956}Al_{11}O_{17}$ идентичны и соответствуют небольшой разнице в концентрациях элементов. Как показано выше (рис. 1), не было обнаружено существенной разницы между микроструктурами керамики состава 1, обожженными при разных режимах. При обработке в режиме 1 также дополнительно наблюдается небольшое количество $\alpha-Al_2O_3$.

Введение добавки оксида железа(III) с последующим обжигом при режиме 1 не приводит, как ожидалось, к формированию железо-замещенного алюмината бария. Вместо этого формируются фазы алюмината бария $Ba_{0.956}Al_{11}O_{17}$ и герцинита ($FeAl_2O_4$).

Железо-замещенный алюминат бария (согласно базе данных дифракционных стандартов

ICDD PDF-2 наиболее соответствующий состав $Ba_2Fe_{11}Al_{11}O_{34}$) без примеси посторонних фаз удалось получить при режиме 2 обжига, что согласуется с выводом о монофазности по данным картирования, представленным выше; с примесью фазы $Ba_{0.956}Al_{11}O_{17}$ — при режиме 3.

Добавление МУНТ не изменяет дифракционную картину: для керамики составов 2 и 3 при одном и том же режиме обжига определено наличие одинаковых фаз.

На основе анализа физико-механических характеристик (табл. 3) установлено, что введение добавки оксида железа(III) приводит к увеличению плотности и прочности образцов керамики при режиме 1 обжига на 35.2 и 28.9%, введение смешанной добавки на основе оксида железа и МУНТ (состав 3) — на 40.2 и 80.6%, соответственно. Таким образом, была получена керамика состава 3 при режиме 1 плотностью 3.70 г/см³ и прочностью при сжатии 635.1 МПа. Наибольшую плотность (3.78 г/см³) и прочность (678.5 МПа)

Таблица 2. Кристаллографические фазы керамики, определенные методом РФА

Состав порошковой композиции	Кристаллографические фазы		
	режим 1	режим 2	режим 3
1	$Ba_{0.956}Al_{11}O_{17}$; $BaAl_{12}O_{19}$; Al_2O_3	$BaAl_{12}O_{19}$	$Ba_{0.956}Al_{11}O_{17}$; $BaAl_{12}O_{19}$
2	$Ba_{0.956}Al_{11}O_{17}$; $FeAl_2O_4$	$Ba_2Fe_{11}Al_{11}O_{34}$	$Ba_2Fe_{11}Al_{11}O_{34}$; $Ba_{0.956}Al_{11}O_{17}$
3	$Ba_{0.956}Al_{11}O_{17}$; $FeAl_2O_4$	$Ba_2Fe_{11}Al_{11}O_{34}$	$Ba_2Fe_{11}Al_{11}O_{34}$; $Ba_{0.956}Al_{11}O_{17}$

Таблица 3. Свойства конструкционных образцов керамики

Состав порошковой композиции	Плотность после обжига, г/см ³			Объемная усадка после обжига, %			Предел прочности при сжатии, МПа	
	1*	2	3	1	2	3	1	2
1	2.64	—	—	24.3	—	—	351.6	—
2	3.57	3.67	3.39	37.2	39.4	37.9	453.2	542.7
3	3.70	3.78	3.39	39.4	42.2	37.0	635.1	678.5
4	—	3.42	3.36	—	42.4	31.1	—	—
5	—	3.75	3.31	—	39.1	36.1	—	597.1

1*, 2, 3 — номер режима.

для керамики данного состава удалось получить при режиме 2. Ранее проведенный анализ микроструктуры (рис. 2) согласуется с полученными данными об увеличении плотности. Образцы керамики, полученные с применением ГИП-обработки, обладают меньшей плотностью.

Проведенные исследования показывают, что на свойства керамики оказывает существенное влияние не только введенная добавка, но и режим обжига. Сравнение результатов спекания, проводимого в различных средах, свидетельствует о том, что обжиг в окислительной среде позволяет достичь большей плотности, чем в нейтральной. Только в окислительной среде образуется монофазная керамика, обладающая максимальной плотностью.

Керамика на основе алюмината бария представляет собой диэлектрик [18]. Введение добавки оксида железа(III) позволяет получить керамику, обладающую электрической проводимостью. Анализ полученных данных (рис. 4) показал, что проводимость синтезированных образцов состава 2 облада-

ет сильной температурной зависимостью и варьируется в диапазоне $3.09 \cdot 10^{-8}$ – $2.14 \cdot 10^{-5}$ См/см. Сравнение данных по измерению электропроводности керамики составов 2 и 3 (режим 1) показало, что изменение проводимости не наблюдается. Данный факт указывает на то, что введение добавки МУНТ и последующий обжиг в инертной среде не приводит к образованию новых проводящих контактов.

Для увеличения электропроводности керамических материалов в работе было предложено вместо МУНТ добавить такие токопроводящие соединения, как MoSi_2 (состав 4) и LiOH (в качестве источника ионов лития) (состав 5). В известной литературе отсутствуют данные о применении указанных добавок для керамики на основе алюминатов бария. Обжиг полученных образцов проводили в окислительной среде (режим 2). В первом случае электропроводность варьируется в зависимости от температуры в диапазоне $3.16 \cdot 10^{-6}$ – $4.68 \cdot 10^{-5}$ См/см, во втором — $1.50 \cdot 10^{-7}$ – $1.05 \cdot 10^{-4}$ См/см. Следует отметить, что температурная зависимость электропроводности керамики состава 4 менее выраженная.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработана методика получения керамики на основе алюмината бария с токопроводящими добавками и показана возможность варьирования ее электропроводящих и механических свойств. В зависимости от режима высокотемпературной обработки возможно получение как монофазного гексаалюмината BaAl_2O_9 и железо-замещенного алюмината бария $\text{Ba}_2\text{Fe}_{11}\text{Al}_{11}\text{O}_{34}$ (обжиг в окислительной среде), так и многофазного продукта (обжиг в инертной среде). Железо-замещенный алюминат бария при высокой скорости нагревания не образуется, в данном случае методом РФА идентифицируемы фазы $\text{Ba}_{0.956}\text{Al}_{11}\text{O}_{17}$ и FeAl_2O_4 .

Введение в состав порошковой композиции смешанной добавки — оксида железа и МУНТ — с последующим обжигом компактированного об-

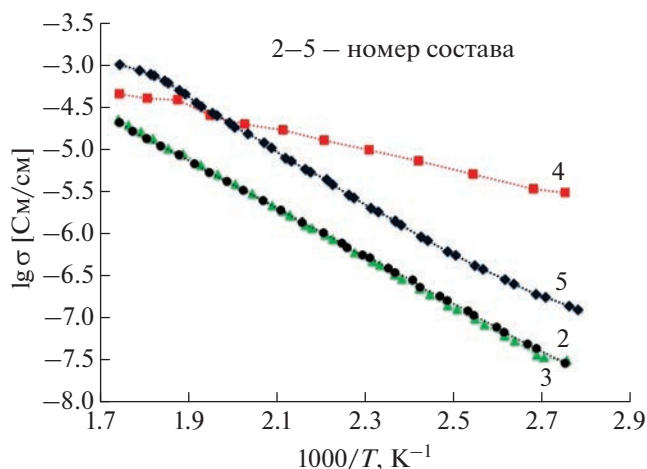


Рис. 4. Температурная зависимость удельной электрической проводимости образцов керамики составов 2–5.

разца в инертной среде (режим 1) способствует получению образцов керамического материала плотностью и прочностью при сжатии на 40.2 и 80.6% превышающих соответствующие показатели образцов без добавки. Термообработка в окислительной среде образцов данного состава способствует получению сетчато-каркасной структуры керамического материала и получению максимальной плотности (3.78 г/см^3) и прочности при сжатии (678.5 МПа)

Максимальной прочности керамического материала соответствует монофазный состав $\text{Ba}_2\text{Fe}_{11}\text{Al}_{11}\text{O}_{34}$, полученный при обжиге в окислительной среде.

Показана возможность получения слабо проводящего керамического материала на основе алюмината бария, используя токопроводящие добавки. Максимальная удельная электрическая проводимость (при 300°C) составляет $1.05 \cdot 10^{-4} \text{ См/см}$.

Работа выполнена при финансовой поддержке ФЦП по соглашению 075-15-2021-1359 от 13.10.2021 г. (внутренний номер 15.СИН.21.0015).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Mari B., Singh K.C., Verma N. et al.* // Trans. Ind. Ceram. Soc. 2015. V. 74. No. 3. P. 157.
2. *Kaur J., Jaykumar B., Dubey V. et al.* // Res. Chem. Intermed. 2015. V. 41. P. 2317.
3. *Кузнецова Е.Е., Селюнина Л.А., Мишенина Л.Н.* // Вестн. Томск. гос. ун-та. Химия. 2016. № 1(3). С. 19.
4. *Торопов Н.А.* Диаграммы состояния систем тугоплавких оксидов. Справочник. Вып. 5. Двойные системы. Ч. 1. Л.: Наука, 1985. 284 с.
5. *Naoufal D., Millet J., Garbowski E. et al.* // Catalysis Lett. 1998. V. 54. No. 3. P. 141.
6. *Machida M., Equichi K., Arai H.* // Chem. Lett. (Japan). 1987. P. 767.
7. *Власов А.Г.* // Изв. Томск. политех. инст. 1957. Т. 87. С. 301.
8. *Goward F.K., Lawson J., Wilkin J., Carrathers R.* // J. Inst. Electr. Engin. 1950. V. 97. P. 320.
9. *Shutilov R.A., Kuznetsov V.L., Moseenkov S.I. et al.* // Mater. Sci. Engin. B. 2020. V. 254. Art. No. 114508.
10. *Селюнина Л.А., Мишенина Л.Н., Кузнецова Е.Е., Козик В.В.* // Изв. Томск. политех. ун-та. 2014. Т. 324. № 3. С. 67.
11. *Mohapatra A., Anand S., Das R.P.* // Ceram. Int. 2007. V. 33. No. 4. P. 531.
12. *Qiu Z., Zhou Y., Lu M. et al.* // Acta Mater. 2007. V. 8. No. 55. P. 2615.
13. *Полубояров В.А., Коротаева З.А., Жданок А.А. и др.* // Вестн. СГУПС. 2014. № 10. С. 92.
14. *Гаврилова Л.Я.* Методы синтеза и исследование перспективных материалов. Учебное пособие. Екатеринбург: УРГУ, 2008. 74 с.
15. *Болдин М.С.* Физические основы технологии электроимпульсного плазменного спекания. Электронное учебно-методическое пособие. Нижний Новгород: Нижегородский гос. ун-т, 2012. 59 с.
16. *Хабидуллина И.А., Ситников Н.Н., Казаков В.А., Сигалаев С.К.* // Изв. вузов. Химия и хим. технол. 2016. Т. 59. № 8. С. 34.
17. *Marosfoi B.B., Szabo A., Marosi G. et al.* // J. Therm. Anal. Calorim. 2006. V. 86. P. 669.
18. *Дриц М.Е., Будберг П.Б., Бурханов Г.С. и др.* Свойства элементов. Справочное изд. М.: Металлургия, 1985. С. 119.

Production of high-strength weakly conductive ceramics based on barium aluminate

**A. A. Zhdanok^{a,*}, L. K. Berdnikova^a, Z. A. Korotaeva^a, B. P. Tolochko^a,
V. V. Bulgakov^a, M. A. Mikhaylenko^a**

^a *Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry of the Siberian Branch of the Russian Academy of Science, Novosibirsk, 630090 Russia*

**e-mail: a-zhdanok@mail.ru*

Weakly conductive ceramics based on barium aluminate have been synthesized and investigated. When fired in an oxidizing medium monophase ceramics with a maximum compressive strength of 678.5 MPa and a density of 3.78 g/cm^3 were obtained. The introduction of conductive additives into the composition makes it possible to increase the specific electrical conductivity of ceramics to $1.05 \cdot 10^{-4} \text{ S/cm}$ (at 300°C).

УДК 538.97+539.1.07

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ОБЛУЧЕНИЯ НА ПРОЦЕСС ТЕРМИЧЕСКОЙ ТРАНСФОРМАЦИИ КРИСТАЛЛОВ ГЕКСАНИТРОГЕКСААЗАИЗОВЮРЦИТАНА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

© 2023 г. М. А. Михайленко^{1, *}, М. Р. Шарафутдинов^{1, 2}, К. Б. Герасимов¹, Е. В. Артемова^{1, 3},
П. И. Калмыков³, М. В. Коробейников⁴, Б. П. Толочко^{1, 4}, П. А. Пименов^{2, 4}

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

“Институт химии твердого тела и механохимии Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

“Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук”,
Центр коллективного пользования “Сибирский кольцевой источник фотонов”, Кольцово, Россия

³Акционерное общество “Федеральный научно-производственный центр “Алтай”, Бийск, Россия

⁴Федеральное государственное бюджетное учреждение науки “Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера
Сибирского отделения Российской академии наук”, Новосибирск, Россия

*E-mail: mikhailenko@solid.nsc.ru

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

С использованием метода малоуглового рассеяния синхротронного излучения проведено исследование термических превращений кристаллов ϵ -формы гексанитрогексаазазовюрцитана подвергнутого электронно-лучевой обработке. Показано, что разрушение обработанных электронным пучком кристаллов начинается значительно ниже точки полиморфного перехода. Выдвинуто предположение о влиянии продуктов радиолиза на процесс разрушения кристаллов. Предложен механизм разрушения кристаллов.

DOI: 10.31857/S0367676522701204, EDN: AAEOOS

ВВЕДЕНИЕ

Гексанитрогексаазазовюрцитан (ГНИВ) был впервые получен в 1987 г. Он является энергонасыщенным соединением по свойствам, превосходящим известные аналоги из класса полициклических нитраминов. В последние годы производились многочисленные исследования по оптимизации способов получения, воспроизводимой кристаллизации, устойчивости к действиям различных факторов окружающей среды, повышению устойчивости к детонации путем синтеза смешанных кристаллов и получению композиций с полимерами [1, 2].

ГНИВ имеет несколько кристаллических форм и псевдо-полиморфных модификаций (наиболее известные α -, β -, γ - и ϵ -формы, т. н. α -форма является сольватом с водой). Наиболее стабильной при комнатной температуре является ϵ -форма. Она при нагревании в стандартных условиях претерпевает переход в γ -форму при

температурах 160–190°C [3]. Изменение протекает с незначительными увеличением объема и перестройкой межмолекулярных связей. Если в ϵ -форме водородные связи присутствуют во всех направлениях, то в структуре γ -формы водородные связи образуют слои из молекул ГНИВ.

Метод малоуглового рассеяния рентгеновского излучения (МУРР) на синхротронном излучении активно используются для исследования быстротекущих процессов с участием высокоэнергетических соединений — для исследования детонационных процессов [4, 5]. Исследование микроструктурного состояния в том числе после температурных воздействий на высокоэнергетические соединения показало эффективность, например воздействия температуры на образование пустот в таблетках октогена [6], для структурных исследований распределения пор по размерам в ТАТБ [7], эволюцию размеров пор при нагревании необработанного ГНИВ [8, 9] и др.

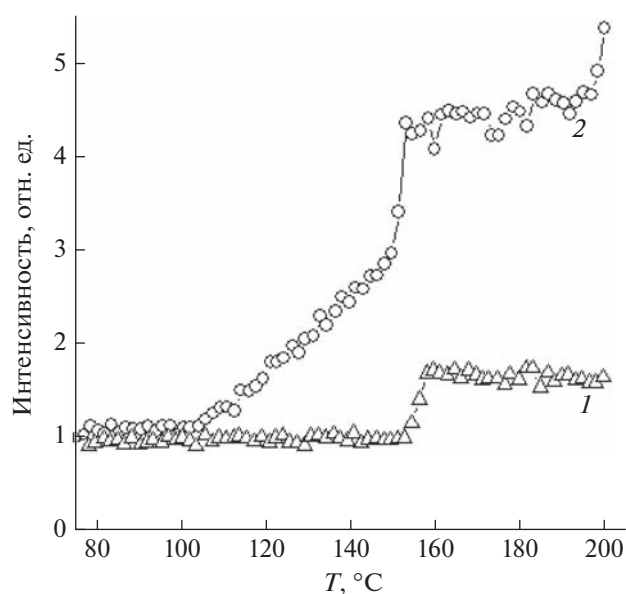


Рис. 1. Изменение интенсивности МУРР при нагревании ГНИВ: 1 — исходный образец, 2 — обработанный дозой 40 кГр.

Исследование влияния обработки ионизирующим излучением на свойства энергонасыщенных соединений описано во множестве работ, но для ГНИВ работ по микроструктурным превращениям после действия ионизирующего излучения не найдено.

Целью данной работы являлось выявление особенностей термического поведения кристаллов ϵ -формы ГНИВ после электронно-лучевой обработки с использованием малоуглового рассеяния синхротронного излучения.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ГНИВ был синтезирован и перекристаллизован в ФНПЦ «Алтай». Чистота по данным высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) ~99.5%. Кристаллы являлись ϵ -формой. Для исследования была использована фракция 50–140 мкм.

Обработка ускоренными электронами производилась с использованием импульсного линейного ускорителя ИЛУ-6 (ИЯФ СО РАН). Энергия электронов 2.4 МэВ, ток пучка 328 мА, частота следования импульсов 2–2.5 Гц. Набор дозы осуществлялся путем перемещения образцов под выпускным окном ускорителя порциями по 4–5 Дж/г(кГр) с перерывами для предотвращения нагрева. Дозы составляли 20, 40 и 80 кГр.

Изменение окраски после электронно-лучевой обработки оценивали методом диффузного

отражения с использованием УФ-спектрофотометра СФ-2000 с приставкой зеркального и диффузного отражения (ЛОМО, Россия).

Запись спектров электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) производилась с использованием спектрометра Spinscan X (Adani, Беларусь). Рабочая частота 9.45–9.50 ГГц.

Исследование термических превращений исходного и обработанных образцов проводилось на станции синхротронного излучения ВЭПП-3 Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения (СЦСТИ, ИЯФ СО РАН). Для регистрации МУРР использовали однокоординатный детектор ОД-3М (ИЯФ СО РАН), $\lambda = 1.504 \text{ \AA}$. Скорость нагрева составляла $10^\circ/\text{мин}$.

Исследование морфологии проводили с использованием сканирующего электронного микроскопа SN3400 (Hitachi, Япония). Перед исследованием образцы покрывались слоем золота с использованием магнетронного напыления.

Термоаналитические исследования производились с использованием синхронного термического анализатора STA 449 F/1/1 JUPITER (Netzsch, Германия). Атмосфера Ar. Скорость нагрева составляла $10^\circ/\text{мин}$.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Электронно-лучевая обработка кристаллов ϵ -формы ГНИВ приводит к появлению у образцов желтой окраски, пропорциональной дозе ионизирующего излучения. Исследование образцов методом ЭСДО показало батохромный сдвиг края полосы поглощения у обработанных образцов. У необработанного — $\sim 25300 \text{ см}^{-1}$, после обработки происходит смещение до ~ 25100 , 2450 и 24300 см^{-1} для доз обработки 20, 40 и 80 кГр, соответственно. Также происходит рост интенсивности поглощения в области 19000 см^{-1} — полосы, присутствовавшей у исходного образца и, вероятно, обусловленной наличием примесей в кристаллах.

Для измерений изменения интенсивности МУРР при нагревании были использованы образцы исходных кристаллов ГНИВ, обработанных дозами 20 и 80 кГр через 1–2 дня после обработки, кристаллов обработанных дозой 40 кГр после хранения в течение года. На рис. 1 приведены кривые изменения интенсивности МУРР исходного и обработанного образца при нагревании.

В случае исходных кристаллов ГНИВ при нагревании не происходило каких-либо заметных изменений в картине рассеяния вплоть до начала фазового перехода $\epsilon \rightarrow \gamma$. В случае обработанных кристаллов на кривых интенсивности МУРР можно выделить 3–4 участка:

– от до $T \sim 90\text{--}110^\circ\text{C}$ (зависит от дозы электронно-лучевой обработки $90, 100$ и 110°C для $20, 40$ и 80 кГр, соответственно);

– линейный рост интенсивности МУРР до точки фазового перехода, в которой наблюдается скачкообразный рост интенсивности для образцов подвергавшихся длительному хранению, и слабовыраженный для образцов исследовавшихся вскоре после обработки;

– далее у обработанных образцов рост линейный интенсивности МУРР до температуры $190\text{--}200^\circ\text{C}$. Выраженный для образцов 20 и 80 кГр, и незначительный для образцов подвергнутых хранению;

– выше температур $190\text{--}200^\circ\text{C}$ у обработанных образцов начинаются активные превращения с интенсивным газовыделением.

Основными продуктами превращений энергонасыщенных соединений при обработке ионизирующим излучением являются газообразные продукты, в т.ч. окислы азота [10]. В кристаллической фазе они могут стабилизироваться на пустотах в кристаллической структуре. Исследование кристаллов после электронно-лучевой обработки методом ЭПР показало резкий спад интенсивности сигнала в течение нескольких часов и появление достаточно стабильного сигнала типичного для нитроксильных радикалов. На начальном этапе хранения образцов существовал набор сигналов радикала(ов) с большой подвижностью (узкие линии сигналов), который в дальнейшем претерпевал изменение в один сигнал с большей шириной линии (низкая подвижность). Наблюдаемый эффект может быть связан с возможностью миграции радикалов в структуре, следствием чего может быть различие в характере превращения кристаллов после длительного хранения.

Анализ структуры различных кристаллических модификаций ГНИВ показал, что в случае исходной ϵ -формы растворение газов в ней является энергетически невыгодным процессом в т.ч. и для NO_2 [11, 12]. Таким образом наличие даже незначительных количеств окислов азота должно приводить к росту напряжений. Это объясняет начало разрушения обработанных кристаллов при более низких температурах и наличие дозовой зависимости температуры начала процесса.

Обработка полученных данных проводилась согласно нескольким моделям [13]. Критериями применимости моделей служило соответствие предполагаемых кривых рассеяния при выборе различных моделей экспериментальным данным в выбранном диапазоне радиусов r_{max} и положительный характер функции рассеяния $P(r)$. Для обработанных электронным пучком кристаллов

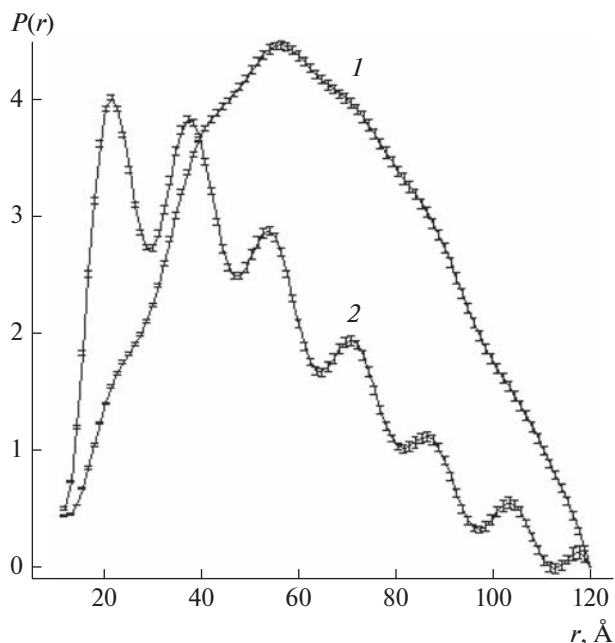


Рис. 2. Распределение пор по размерам для образца ГНИВ обработанного дозой 80 кГр при разных температурах: 1 — 100 , 2 — 180°C .

кривые рассеяния, полученные при различных температурах, описываются с использованием различных моделей. Так до температуры перехода $\epsilon\text{--}\gamma$ наиболее подходящей является “сферическая” модель, которую ранее использовали авторы [9]), после протекания полиморфного превращения модель “стержней”.

На рис. 2 приведены графики функции рассеяния $P(r)\text{--}r$ для образца, подвергнутого обработке дозой 80 кГр при различных температурах.

Кривая $P(r)\text{--}r$ полученная при 100°C , согласно “сферической” модели явно является сочетанием нескольких гауссовых распределений. Выбор модели “стержней” при обработке данных полученных при температуре 180°C дает похожие результаты. Подобная модель может соответствовать наличию преимущественного развития микро(нано)трещин.

Исследование морфологии образцов после температурного воздействия подтверждает это предположение. На рис. 3 приведены электронно-микроскопические изображения кристаллов ГНИВ после выдержки в течение 30 мин при 170°C .

В случае необработанных кристаллов ГНИВ наблюдается сохранение формы исходных кристаллов ϵ -фазы (размеры частиц $50\text{--}140$ мкм с малым количеством меньших частиц неправильной формы) с выраженным преимущественным ско-

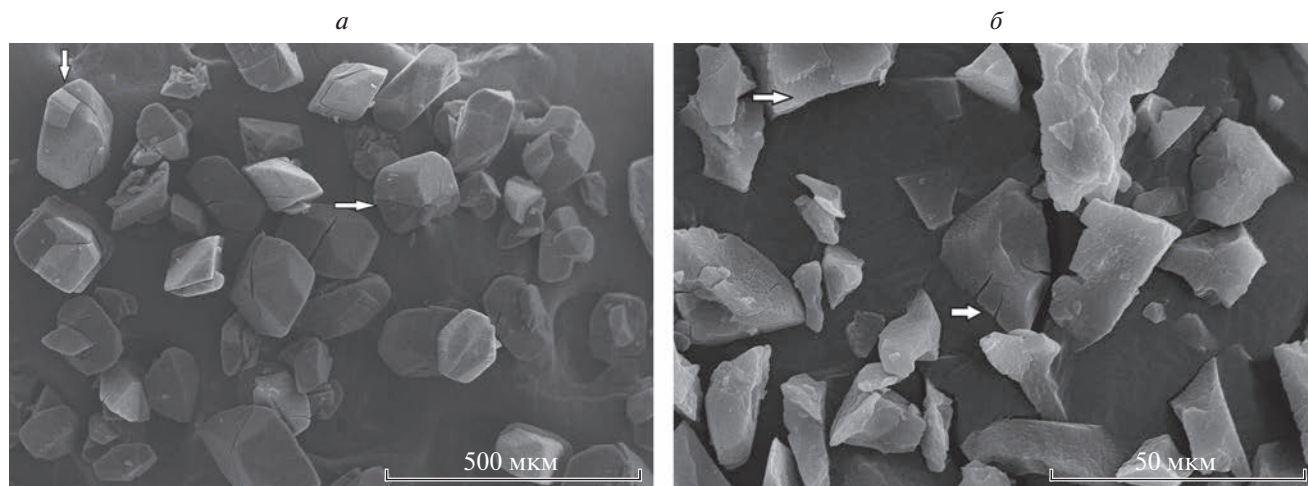


Рис. 3. Электронные микрофотографии образцов ГНИВ после термообработки: исходный (а), обработанный дозой 80 кГр (б).

лом по плоскости ху (индицирование по исходным кристаллам) и в значительно меньшей степени в перпендикулярной ему плоскости. Электронно-лучевое воздействие приводит более значительному разрушению кристаллов при нагревании (образование частиц неправильной формы размерами не более 40–50 мкм), тем не менее мотив растрескивания в виде параллельных трещин сохраняется.

Увеличение соответствия модели “стержней” после температуры фазового перехода можно также объяснить наличием в структуре γ -фазы анизотропии, связанной наличием слоев связанными ван-дер-ваальсовыми взаимодействиями, что обуславливает наличие плоскостей спайности, по которым происходит релаксация механических напряжений.

В работе использовалось оборудование ЦКП “СЦСТИ” на базе УНУ “Комплекс ВЭПП-4 – ВЭПП-2000” в ИЯФ СО РАН. Работа выполнена при поддержке Минобрнауки РФ (проект FWUS-2022-0001).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Nielsen A.T., Chaén A.P., Christian S.L. et al.* // Tetrahedron. 1998. V. 54. No. 39. P. 11793.
2. *Сысолятин С.В., Лобанова А.А., Черникова Ю.Т. и др.* // Усп. химии. 2005. Т. 74. № 8. С. 830; *Syso-lyatin S.V., Lobanova A.A., Chernikova Yu.T. et al.* // Russ. Chem. Rev. 2005. V. 74. No. 8. P. 757.
3. *Russell T.P., Miller P.J., Piermarini G.J. et al.* // J. Phys. Chem. 1993. V. 97. No. 9. P. 1993.
4. *Титов В.М., Прууэл Э.Р., Тен К.А. и др.* // Физ. горения и взрыва. 2011. Т. 47. № 6. С. 3; *Titov V.M., Pruuel E.R., Ten K.A. et al.* // Combust. Explosion. Shock Waves. 2011. V. 47. P. 615.
5. *Алешаев А.Н., Зубков П.И., Кулипанов Г.Н. и др.* // Физ. горения и взрыва. 2001. Т. 37. № 5. С. 104; *Ale-shaev A.N., Zubkov P.I., Kulipanov G.N. et al.* // Combust. Explosion. Shock Waves. 2001. V. 37. No. 5. P. 585.
6. *Guanyun Y., Qiang T., Jiahui L. et al.* // Cent. Eur. J. Energ. Mater. 2016. V. 13. No. 4. P. 916.
7. *Смирнов Е.Б., Музыря А.К., Костицын О.В. и др.* // Изв. РАН. Сер. физ. 2015. Т. 79. № 1. С. 27; *Smirnov E.B., Muzyrya A.K., Kostitsyn O.V. et al.* // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2015. V. 79. No. 1. P. 20.
8. *Wang Hongfan, Xu Jinjiang, Sun Shanhu et al.* // Molecules. 2020. V. 25. No. 3. Art. No. 443.
9. *Zhang Haobin, Wang Hongfan, Xu Jinjiang et al.* // Materials. 2022. V. 15. No. 12. Art. No. 4258.
10. *Kim Yu., Ponomarev A.V.* // Mendeleev Commun. 2020. V. 30. No. 4. P. 531.
11. *Beste A., Kathleen M.* // Propellants Explos. Pyrotech. 2022. V. 47. No. 5. Art. No. e202100359.
12. *Beste A.* // Propellants Explos. Pyrotech. 2022. V. 47. No. 5. Art. No. e202100360.
13. *Semenyuk A.V., Svergun D.I.* // J. Appl. Cryst. 1991. V. 24. No. 5. P. 537.
14. *Shim Hong-Min, Koo Kee-Kahb* // Cryst. Growth Des. 2016. V. 16. No. 11. P. 6506.

Investigation of irradiation effect on the thermal transformation process of hexaaminonitrowurtzitane crystals using synchrotron radiation

M. A. Mikhailenko^{a, *}, M. R. Sharafutdinov^{a, b}, K. B. Gerasimov^a, E. V. Artemova^{a, c}, P. I. Kalmykov^c,
M. V. Korobeinikov^d, B. P. Tolochko^{a, d}, P. A. Pimenov^{b, d}

^a*Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630128 Russia*

^b*Center for Collective Use "Siberian Ring Photon Source", Federal Research Center "Boreskov Institute of Catalysis of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences", Novosibirsk, 630559 Russia*

^c*Joint-Stock Company "Federal Research and Production Center "Altai", Biysk, 659322 Russia*

^d*Budker Institute of Nuclear Physics of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630090 Russia*

*e-mail: mikhailenko@solid.nsc.ru

Using the method of small-angle scattering of synchrotron radiation the thermal transformations of ε -form a hexaaminonitrowurtzitane crystals subjected to electron beam processing are studied. It is shown that the destruction of crystals treated with an electron beam begins significantly below the polymorphic transition point. An assumption was made about the effect of radiolysis products on the process of crystal destruction. A mechanism for the destruction of crystals is proposed.

УДК 621.762

ИССЛЕДОВАНИЕ УСЛОВИЙ ФОРМИРОВАНИЯ α_2 -ФАЗЫ В МЕХАНОКОМПОЗИТАХ СИСТЕМЫ Ti–Al МЕТОДАМИ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

© 2023 г. А. В. Собачкин¹*, М. В. Логинова¹, А. А. Ситников¹, В. И. Яковлев¹,
В. Ю. Филимонов¹, А. З. Негодяев¹, А. Ю. Мясников^{1,2}, М. Р. Шарафутдинов^{2,3}, А. А. Попова¹

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение высшего образования
“Алтайский государственный технический университет имени И.И. Ползунова”, Барнаул, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт химии твердого тела и механохимии Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

³Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Федеральный исследовательский центр Институт катализа имени Г.К. Борескова
Сибирского отделения Российской академии наук”,
Центр коллективного пользования “Сибирский кольцевой источник фотонов”, Новосибирск, Россия

*E-mail: anicpt@rambler.ru

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

Выполнено синхротронные исследования особенностей динамики фазообразования в механически активированной порошковой смеси 3Ti + Al при реализации высокотемпературного синтеза в условиях объемного воспламенения методом индукционного нагрева. Экспериментально исследовано влияние времени предварительной механоактивационной обработки исходной смеси (1, 3, 7 мин) на макрокинетические параметры синтеза.

DOI: 10.31857/S036767652270123X, EDN: AASIKW

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время большое внимание уделяется методам получения наноструктурированных композиционных материалов с заданными свойствами. Одним из эффективных способов получения подобных материалов является самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС) [1, 2]. Эффективным способом, позволяющим влиять на структурное состояние исходной реакционной смеси и макрокинетические параметры СВС, регулируя тем самым кинетику структурных фазовых переходов при реализации синтеза, является метод предварительной механической активации (МА) [3]. Применение предварительной МА позволяет изменять структуру и фазовый состав получаемых продуктов, увеличивая возможности протекания химических реакций, а именно, расширяя концентрационные пределы горения, меняя температуру и скорость горения, температуру воспламенения и др. [4, 5].

Для инициирования процесса синтеза в предварительно механоактивированной системе необходим определенный тепловой импульс. В различных порошковых смесях его значение будет

существенно колебаться. Также существенное значение для получения однородной структуры и фазового состава конечного материала имеет скорость нагрева порошковых реагентов. Одним из способов создания инициирующей температуры с высокой скоростью нагрева является применение экстремального вида воздействия на порошковую систему (ударная волна, электрический импульс), это может повлиять как на макрокинетические параметры СВС-реакции, так и на структурно-фазовые преобразования [6]. Однако наиболее универсальным из экстремальных воздействий является индукционный нагрев со скоростью тепловложения до $100 \text{ K} \cdot \text{с}^{-1}$. Метод индукционного нагрева отличается низкими энергозатратами, быстротой протекания реакции нагрева, простотой и надежностью оборудования, чистотой получения конечного продукта [7]. Однако применение индукционного нагрева в целях управляемого синтеза новых материалов с заданными свойствами недостаточно изучено и требует проведения дополнительных исследований.

Для более полного представления о развитии процессов фазовых превращений при синтезе ме-

ханоактивированных систем методом индукционного нагрева, необходимо знать закономерности протекания синтеза в динамических условиях [1]. Скоротечность СВС-процесса подразумевает применение соответствующих экспериментальных методов исследования динамики трансформации исходных компонентов. В последнее время *in situ* исследования структурных изменений и химической динамики в зоне горения в режиме реального времени стали возможными благодаря использованию синхротронного излучения (СИ). На сегодняшний день метод СИ является, пожалуй, безальтернативным в области исследования быстропротекающих процессов за счет большой скорости регистрации дифракционных картин; большой интенсивности, позволяющей работать с отраженным пучком; высокого пространственного и временного разрешения детектора, обеспечивающего в совокупности высокую точность измерений [1, 8]. Многие экспериментаторы используют метод СИ “дифракционного кино” — последовательную съемку серии дифрактограмм, которая позволяет наблюдать структурные превращения в веществе в процессах деформации, плавления, кристаллизации, синтеза и т.д. [9]. Высокая интенсивность монохроматических пучков СИ и прогресс в увеличении быстродействия детекторов привели к возможности получения рентгенограмм за время порядка микросекунды. В классической схеме регистрации это близко к пределу, который определяется временем сбора заряда и релаксации в детекторе. Свойства СИ позволяют использовать это излучение для фазового и структурного анализа материалов. Важным является малая длина волны излучения СИ. Ее значение соизмеримо с расстоянием между атомами, находящимся в узлах кристаллической решетки [1]. В проводимом эксперименте длина волны составляла 0.1505 нм.

Для исследования было выбрано соединение Ti_3Al , поскольку сплавы на основе α_2 -фазы широко применяются для конструкций и деталей в авиакосмической, автомобильной промышленности, судостроении, энергостроении, благодаря высокой жаростойкости, прочности, стойкости к воздействию агрессивных сред, коррозионной стойкости, низкой плотности, хорошему сопротивлению усталостному разрушению и ползучести [10]. Исходя из этого возникает потребность расширять область исследования процессов структуро- и фазообразования в системе $Ti-Al$, а также управления синтезом с целью получения интерметаллидных соединений с заданными свойствами. В данной работе проведено экспериментальное исследование динамики фазовых превращений в режиме *in situ*, в механоактивированной на разных временах порошковой смеси состава $3Ti + Al$, при высокотемпературном синтезе в режиме динамического

теплового взрыва путем нагрева смеси в быстропеременных электромагнитных полях.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ МЕТОДИКА

В экспериментальных исследованиях в качестве объектов использовались порошки титана ПТМ и порошки алюминия ПА. Приготавливалась механическая смесь из порошков в соотношении $Al\ 16\ мас.\ \% + Ti$. Далее проводилась механоактивационная обработка исходной порошковой смеси с использованием планетарной шаровой мельницы Активатор 2SL, центростремительное ускорение цилиндров 50 g. Варьировалось время механической активации: 1, 3 и 7 мин.

На следующем этапе проводились *in situ* исследования динамики фазообразования в механоактивированной смеси в процессе высокотемпературного синтеза с использованием метода динамической дифрактометрии в пучках СИ [1]. Использовалось излучение от накопителя электронов ВЭПП-3 станции 5b “Дифракционное кино” Института ядерной физики СО РАН им. Будкера (Россия, г. Новосибирск).

Для регистрации динамики фазообразования в процессе СВС был разработан и создан экспериментальный комплекс на базе высокочастотного электромагнитного нагревателя 6AB, позволяющего генерировать электромагнитную энергию в широком диапазоне мощности.

Данный нагреватель был адаптирован к условиям проведения эксперимента. Для этого установка была дооснащена мобильной и производительной системой водоохлаждения индуктора, а также специализированной камерой, позволяющей осуществлять индукционный нагрев как в вакууме, так и в инертной среде. Специализированная камера также была оборудована системой охлаждения. Схема адаптированного комплекса приведена на рис. 1.

Одной из важных составляющих комплекса является специализированная вакуумная камера. Внутрь этой камеры помещается металлический тигель с механоактивированной смесью состава $3Ti + Al$ и термопарой, необходимой для контроля процесса синтеза вещества. Данные измерения температуры обрабатывались многоканальной платой LA-2USB, подключаемой к персональному компьютеру. Под воздействием магнитного поля порошковая смесь разогревается до определенной температуры, в результате чего инициируется реакция синтеза соединения Ti_3Al . Процесс высокотемпературного синтеза инициировался увеличением мощности индуктора путем нагрева смеси в быстропеременных электромагнитных полях с одновременной регистрацией температуры, которая в режиме реального времени отображалась на экране монитора компьютера.

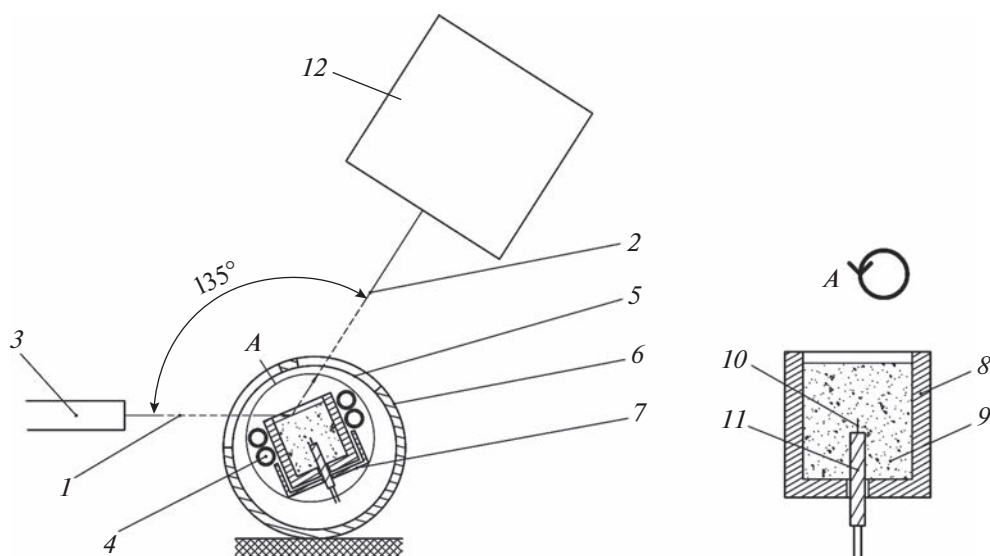


Рис. 1. Схема функционирования установки для изучения динамики фазовых превращений при синтезе индукционным нагревом: 1 – падающий пучок СИ; 2 – отраженный пучок СИ; 3 – излучатель; 4 – спираль индуктора; 5 – бериллиевое окно; 6 – вакуумная камера; 7 – держатель тигля; 8 – тигель; 9 – порошковые реагенты; 10 – термопара; 11 – изолятор; 12 – детектор.

Одновременно с началом инициирования синтеза запускался процесс съемки, и включалась автоматическая регистрация дифрактограмм.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 2 приведены дифрактограммы исходной порошковой смеси состава $\text{Al } 16 \text{ мас. \%} + \text{Ti}$ и смесей идентичного состава, механоактивированных в течение 1, 3 и 7 мин.

Из сравнительного анализа дифрактограмм следует, что с увеличением времени механоактивационной обработки происходит уменьшение интенсивностей дифракционных отражений компонентов смеси, пики уширяются, что свидетельствует о наличии неравновесных дефектов в продукте размола и уменьшении размеров кристаллитов. Дополнительные соединения после механоактивации не образуются.

Для более полного представления о микроструктуре механокомпозитов анализировалось строение сечений образцов. Основой композита является алюминиевая матрица, в объеме которой распределены фрагменты частиц титана. Разброс размеров титановых включений значителен, от долей микрон до десятков микрон. Крупные включения титановых частиц являются единичными и большая часть компонентов перемешана на субмикронном уровне. На макроуровне после 7 мин механической активации пластичная алюминиевая матрица создает условия для идеального контакта реагентов, и сформировав-

шийся механокомпозит можно рассматривать как элементарный реактор, в объеме которого созданы максимально благоприятные условия для твердофазной диффузии.

На следующем этапе проводились *in situ* синхротронные исследования по высокотемпературному синтезу активированных смесей в режиме теплового взрыва с использованием адаптированного к методу СИ разработанного экспериментального комплекса. На рис. 3 приведены термограммы синтеза в процессе индукционного нагрева смеси состава $3\text{Ti} + \text{Al}$ с разными временами механоактивации.

Съемка *in situ* динамики фазообразования (“дифракционное кино”) производилась с начала нагрева системы. Отключение разогрева осуществлялось при достижении реагирующей шихтой максимальной температуры с последующим охлаждением шихты до комнатной температуры. Для 1 мин МА температуры инициации синтеза в смеси составляет $T = 603^\circ\text{C}$, для 3 мин. МА – $T = 442^\circ\text{C}$, для 7 мин МА – $T = 359^\circ\text{C}$. Максимальная температура горения: для 1 мин. МА – $T_{\text{max}} = 1080^\circ\text{C}$, для 3 мин. МА – $T_{\text{max}} = 1003^\circ\text{C}$, для 7 мин. МА – $T_{\text{max}} = 820^\circ\text{C}$. Таким образом, наблюдается устойчивая закономерность снижения температур начала нагрева смеси с увеличением времени МА.

Из анализа динамики фазообразования в процессе высокотемпературного синтеза для активированной в течение 1 мин порошковой смеси $3\text{Ti} + \text{Al}$ следует, что отражения на первой дифрактограмме (первый кадр “дифракционного

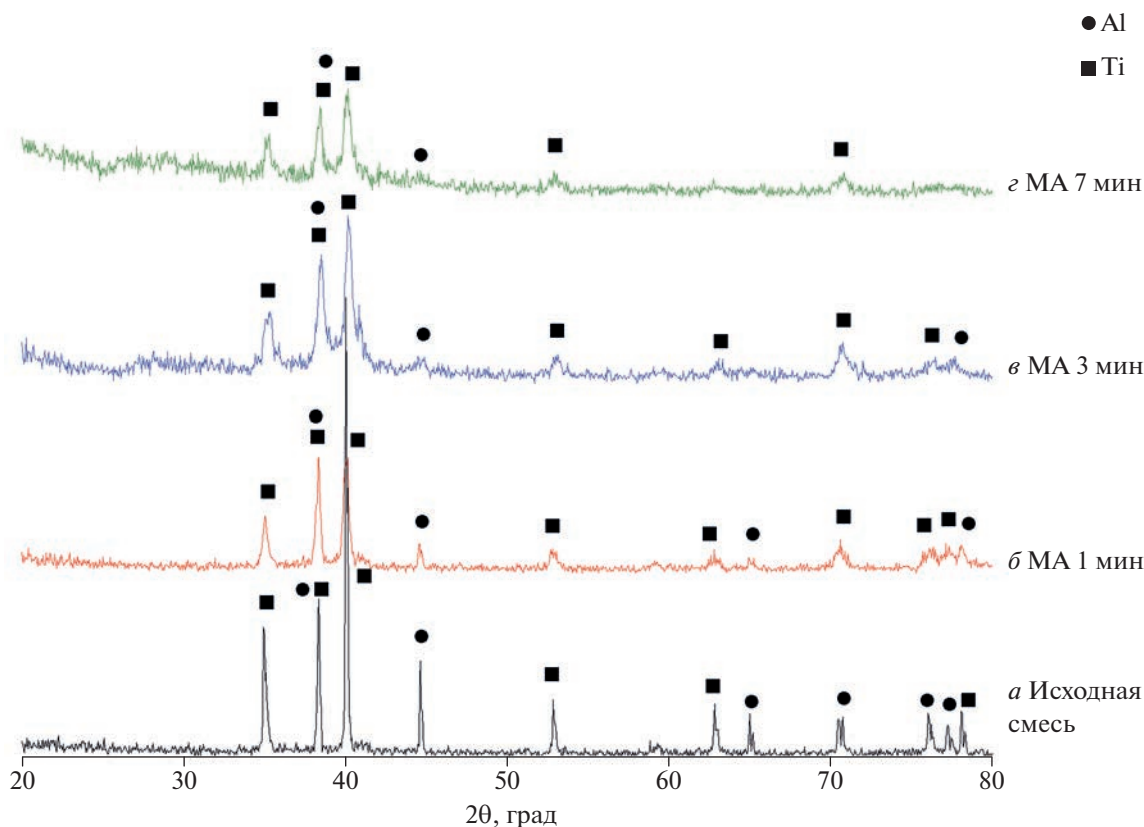


Рис. 2. Дифрактограммы исходной и МА смеси состава 3Ti + Al: исходная смесь (а), МА 1 (б), 3 (в) и 7 мин (г).

кино”) соответствуют исходным компонентам титану и алюминию (рис. 4а).

Затем на этапе первичного структурообразования происходят изменения расположения рефлексов исходных компонентов и их постепенное уширение со сдвигом в сторону меньших углов, свидетельствующее об увеличении среднего значения параметров кристаллических решеток исходных компонентов. Затем, начиная с температуры 564°C, начинаются процессы образования фаз с их последующими трансформациями [1]. Таким образом, на этапе первичного структурообразования идентифицируются наряду с устойчивыми соединениями Ti_3Al , $TiAl_3$, $TiAl_2$, $TiAl$, метастабильные виртуальные фазы Ti_9Al_{23} , Ti_5Al_{11} , Ti_2Al_5 , которые образуются до выхода системы на тепловой взрыв. Доминирующим, на этом участке, является соединение $TiAl_3$. При 603°C система выходит на тепловой взрыв. Фазовые преобразования продолжают. В момент достижения шихтой максимальной температуры в синтезированном продукте фиксируется $TiAl_3$, Ti_3Al , $TiAl_2$, а также небольшое содержание метастабильных фаз Ti_5Al_{11} , Ti_9Al_{23} . После отключения источника разогрева, за счет быстрого снижения

температуры шихты, продуктом реакции являются соединения Ti_3Al , $TiAl_3$, Ti_5Al_{11} , Ti_9Al_{23} .

Для активированной в течение 3 мин смеси (в отличие от одноминутной) уменьшение интенсивности и уширение дифракционных максимумов

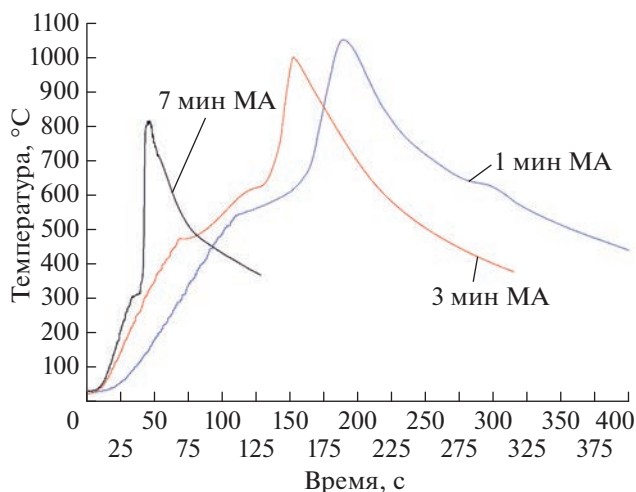


Рис. 3. Термограммы синтеза механоактивированной смеси состава 3Ti + Al.

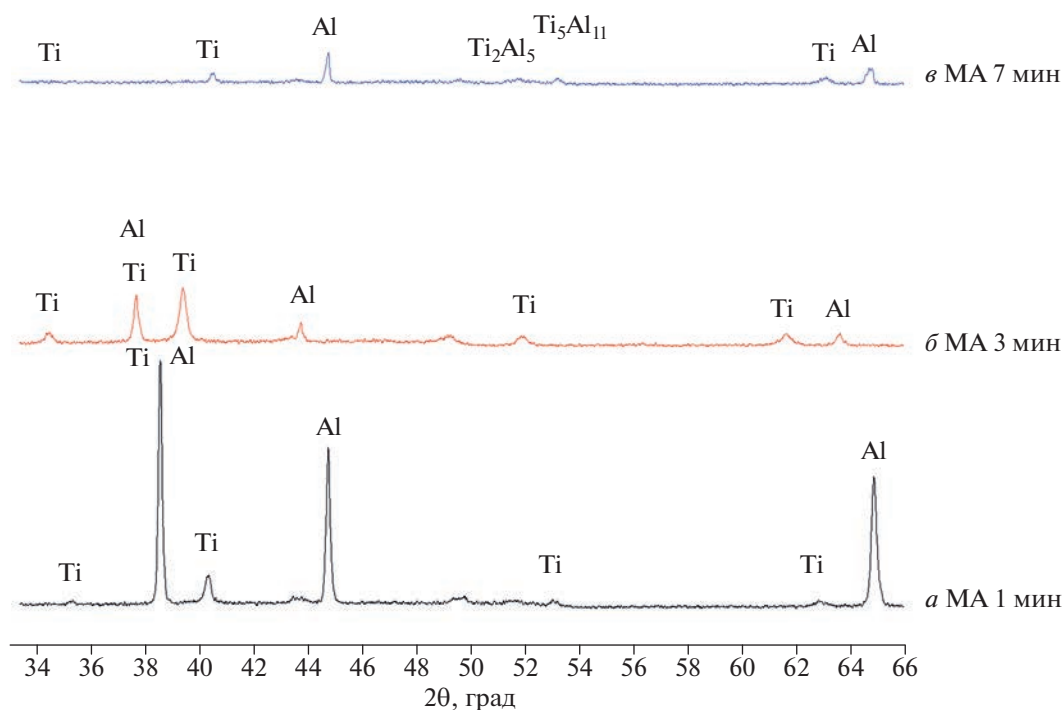


Рис. 4. Дифрактограмма, снятая *in situ* в процессе синтеза смеси состава $3\text{Ti} + \text{Al}$, активированной: в течение 1 (а), 3 (б) и 7 мин (в).

мов титана и алюминия и их сдвиг в сторону меньших углов наблюдаются с начала момента съемки, что подтверждает первая дифрактограмма “дифракционного кино” (рис. 4б).

Через 10 с съемки при температуре, наряду со смещенными пиками Al и Ti, идентифицируются рефлексы, соответствующие соединениям TiAl_3 и Ti_2Al_5 . Увеличение ширины пиков свидетельствует об уменьшении областей когерентного рассеяния (размеров кристаллитов) и увеличении микронапряжений кристаллических решеток. Начиная с 200°C на дифрактограммах регистрируются дополнительные отражения, соответствующие Ti_3Al , TiAl_2 , TiAl и метастабильным фазам $\text{Ti}_9\text{Al}_{23}$, $\text{Ti}_5\text{Al}_{11}$. Далее механизм фазообразования существенно не отличается от фазообразования механоактивированной 1 минутной смеси. В процессе синтеза на этапе первичного структурообразования основной фазой является TiAl_3 , а также соединения Ti_3Al , TiAl_2 , TiAl и метастабильные фазы $\text{Ti}_9\text{Al}_{23}$, $\text{Ti}_5\text{Al}_{11}$, Ti_2Al_5 , Ti_3Al_5 [1]. К моменту окончания реакции синтезируется многофазный продукт, состоящий из TiAl_3 , Ti_3Al и TiAl_2 . Основное соединение TiAl_3 . По данным количественного расчета ее содержание составляет 60%. По сравнению с 1 мин МА, содержание Ti_3Al увеличивается на 10%.

Для активированной в течение 7 мин смеси уже на первой дифрактограмме (рис. 4в) наряду с максимумами, соответствующими исходным компонентам Ti и Al, идентифицируются уширенные пики, соответствующие метастабильным фазам Ti_2Al_5 и $\text{Ti}_5\text{Al}_{11}$. То есть, как и при 3 мин механоактивации, переход от исходных реагентов к продуктам происходит так быстро, что на “дифракционном кино” с временем одного кадра в 10 с не улавливается. Далее процесс фазообразования существенно не отличается от предыдущих случаев, однако, увеличение времени механоактивации ускоряет процессы фазовых превращений. До момента выхода системы на тепловой взрыв (359°C) происходит формирование и исчезновение метастабильных фаз $\text{Ti}_9\text{Al}_{23}$, $\text{Ti}_5\text{Al}_{11}$, Ti_2Al_5 , Ti_3Al_5 , не оказывающих влияния на синтез основных соединений Ti_3Al , TiAl_3 , TiAl_2 , TiAl [1]. В момент достижения шихтой максимальной температуры 820°C , синтезируется продукт, с доминирующим содержанием Ti_3Al , в отличие от двух предыдущих случаев. Содержание Ti_3Al в синтезируемом продукте около 68%. Также зафиксировано присутствие TiAl_2 – 26% и TiAl_3 – 6%. В процессе охлаждения шихты до комнатной температуры происходит исчезновение метастабильных фаз $\text{Ti}_9\text{Al}_{23}$, $\text{Ti}_5\text{Al}_{11}$. В конечном продукте наблюдаются

три фазы Ti_3Al , TiAl_3 , TiAl_2 , преимущественно – фаза TiAl_3 .

ние ЦКП “СЦСТИ” на базе УНУ “Комплекс ВЭПП-4 – ВЭПП-2000” в ИЯФ СО РАН.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Созданный экспериментальный комплекс на базе индукционного нагревателя, адаптированный для проведения СВС с использованием синхротронного излучения, позволил провести *in situ* синхротронные исследования динамики фазообразования при синтезе механоактивированной смеси состава $3\text{Ti} + \text{Al}$. Проведенные *in situ* исследования позволяют сделать следующие выводы. Увеличение времени предварительной МА смеси состава Al_{16} мас. % + Ti приводит к изменению термических параметров горения: снижаются время и температура начала реагирования компонентов, повышается скорость горения и уменьшаются температуры инициирования синтеза. Увеличение времени предварительной МА позволяет ускорить время протекания химических реакций. Так при синтезе смеси МА 3 мин устойчивые соединения Ti_3Al , TiAl_3 , TiAl_2 и метастабильные фазы $\text{Ti}_9\text{Al}_{23}$, $\text{Ti}_5\text{Al}_{11}$, Ti_2Al_5 , Ti_3Al_5 образуются с первой секунды начала реагирования компонентов. Предварительная МА приводит к тому, что реакция высокотемпературного синтеза смеси исследуемого состава проходит без образования жидкой фазы, в режиме истинного твердофазного горения, что свидетельствует о новых механизмах диффузии и массопереноса в твердофазном горении механоактивированных структур.

Исследование выполнено в рамках государственного задания № FZMM-2020-0002, FZMM-2023-0003. В работе использовалось оборудова-

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Попова А.А., Собачкин А.В., Назаров И.В. и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2013. Т. 77. № 2. С. 140; Popova A.A., Sobachkin A.V., Nazarov I.V. et al. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2013. V. 77. No. 2. P. 120.
2. Левашов А.Е., Рогачев А.С., Юхвид В.И. и др. Физико-химические и технологические основы самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. М.: БИНОМ, 1999. 176 с.
3. Григорьева Т.Ф., Корчагин М.А., Баринова А.П. др. // ДАН. 1999. Т. 369. № 3. С. 345.
4. Логинова М.В., Яковлев В.И., Ситников А.А. и др. // Физ. мет. и металловед. 2017. Т. 118. № 2. С. 180; Loginova M.V., Yakovlev V.I., Sitnikov A.A. et al. // Phys. Metals. Metallography. 2017. V. 118. No. 2. P. 170.
5. Логинова М.В., Яковлев В.И., Филимонов В.Ю. и др. // Письма о материалах. 2018. Т. 8. № 2. С. 129; Loginova M.V., Yakovlev V.I., Filimonov V.Y. et al. // Lett. Mater. 2018. V. 8. No. 2. P. 129.
6. Филимонов В.Ю., Ситников А.А., Логинова М.В. и др. // Фунд. пробл. совр. материаловед. 2015. Т. 12. № 1. С. 16.
7. Gauthier V., Bernard F., Gaffet E. et al. // Mater. Sci. Engin. 1999. V. 272. No. 2. P. 334.
8. Болдырев В.В., Ляхов Н.З., Толочко Б.П. и др. Дифрактометрия с использованием СИ. Новосибирск: Изд. Наука, 1989. 283 с.
9. Liss K.-D., Whitfield R.E., Xu W. et al. // J. Synchrotron Radiat. 2009. V. 16. P. 825.
10. Солонина О.П., Глазунов С.Г. Титановые сплавы: Жаропрочные титановые сплавы. М.: Металлургия, 1976. 448 с.

Investigation of the conditions for the formation of the α_2 -phase in mechanocomposites of the Ti–Al system by synchrotron radiation methods

A. V. Sobachkin^{a,*}, M. V. Loginova^a, A. A. Sitnikov^a, V. I. Yakovlev^a, V. Y. Filimonov^a, A. Z. Negodyaev^a, A. Y. Myasnikov^{a,b}, M. R. Sharafutdinov^{b,c}, A. A. Popova^a

^a Altai State Technical University, Barnaul, 656038 Russia

^b Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630128 Russia

^c Synchrotron Radiation Facility – Siberian Circular Photon Source “SKIF”, Boreskov Institute of Catalysis of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Koltsovo, 630559 Russia

*e-mail: anicpt@rambler.ru

Synchrotron studies of the features of the dynamics of phase formation in a mechanically activated $3\text{Ti} + \text{Al}$ powder mixture during the implementation of high-temperature synthesis under conditions of volumetric ignition by induction heating are carried out. The effect of the time of preliminary mechanical activation treatment of the initial mixture (1, 3, 7 minutes) on the macrokinetic parameters of synthesis was experimentally investigated.

УДК 673.11+546.56-121

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ МОДИФИЦИРУЮЩИХ ДОБАВОК НА СВОЙСТВА МЕДИ, ПОЛУЧЕННОЙ МЕТОДОМ ЛИТЬЯ

© 2023 г. Б. П. Толочко¹, А. А. Жданок^{1, *}, В. А. Кузнецов¹, З. А. Коротаева¹, Л. К. Бердникова¹,
Н. В. Степанова², М. А. Михайленко¹

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт химии твердого тела и механохимии Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение высшего образования
“Новосибирский государственный технический университет”, Новосибирск, Россия

*E-mail: a-zhdanok@mail.ru

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

Исследовано влияние добавок, содержащих хром, цирконий, силикокальций и углеродные нанотрубки, на физико-механические свойства меди, полученной методом литья. Предел прочности при растяжении увеличился до 10.5%, а модуль Юнга увеличился на 11.6–106.2%. Термостойкость образцов при использовании силикокальция увеличилась в 1.9 раза, циркония — в 1.5 раза, при использовании нанотрубок уменьшилась в 1.2–1.8 раза.

DOI: 10.31857/S0367676522701241, EDN: AAZOON

ВВЕДЕНИЕ

Медь широко используется во многих отраслях современной промышленности. Вследствие высокой электропроводности медь применяется прежде всего в электротехнике [1]. По показателю электропроводности она превосходит все известные на сегодня благородные металлы. Лучше нее ток проводит только серебро. Из меди получают проводники с отличными эксплуатационными характеристиками. Востребованность в других отраслях промышленности объясняется такими качествами, как стойкость к коррозии в ряде агрессивных сред, тугоплавкость, пластичность и т.д.

Улучшения механических свойств медных сплавов достигают измельчением первичного зерна отливки и изменением размеров кристаллизующихся фаз. Для этого в расплав вводят добавки (0.02–0.1%) тугоплавких металлов, которые образуют интерметаллиды — дополнительные центры кристаллизации [2].

Исследование измельчения зерна меди высокой чистоты с помощью добавок легирующих элементов и оценка механизма рассмотрены в работе [3]. В качестве модификаторов могут служить редкоземельные металлы (РЗМ). Огромное количество теоретических и практических исследований в России и за рубежом посвящено модифицированию меди и различных медных сплавов

редкоземельными металлами, в результате чего образуется более равноосная и более мелкая структура зерна. В работах [4–7] представлены результаты экспериментов по влиянию misch-металла на формирование кристаллической структуры литой меди с различным содержанием примесей, а также — легирующих элементов на ограничение роста зерна. Показано, что добавление misch-металла в медь приводит к повышению прочностных и пластических свойств меди. На основании результатов экспериментов предложены механизмы модифицирования меди и медных сплавов.

Медный сплав М1 имеет высокую электропроводность и низкое удельное электрическое сопротивление, которое после термообработки отжигом снижается еще на 2.8%. Пластические свойства сплава позволяют применять его для изготовления деталей, использующихся в неподвижных соединениях с эксплуатационной температурой до 250°C. Из-за очень низкого содержания примесей стоимость меди М1 на 20% выше, чем другой популярной марки М2. Благодаря термоустойчивости, свойства меди М1 в условиях экстремальных температур (вязкость, прочность и пластичность) не изменяются.

Чем больше примесей в меди, тем меньше показатель ее электропроводности. Согласно нормативам для изготовления проводов, можно использовать медь с количеством примесей, не пре-

вышающем 0.1% (ГОСТ 859-2001), поэтому в качестве электротехнической меди применяют лишь две ее марки М0 и М1. При температурах термообработки выше 900°C вследствие интенсивного роста зерна механические свойства меди резко ухудшаются.

Различные добавки могут использоваться для повышения прочности меди и увеличения срока эксплуатации, но они также снижают электропроводность. Чаще всего в качестве добавки, повышающей прочность меди используется Cd (0.9%). В результате получается кадмиевая бронза, ее проводимость составляет 90% от проводимости меди. Хорошими проводниками электрического тока среди металлов являются драгоценные металлы, а именно золото и серебро, а также медь, хром и алюминий. В целях повышения предела ползучести и термической устойчивости медь легируют серебром в пределах 0.07–0.15%, а также магнием, кадмием, цирконием и другими элементами. Введение циркония практически не влияет на высокую электропроводимость меди, но значительно повышает прочность и термостойкость сплава. Сплавы магния с цирконием обладают хорошими механическими и физическими свойствами и считаются наиболее пригодными для конструктивных целей. Сплавы меди с содержанием хрома 0.6–1.2% обладают высокой прочностью, твердостью, коррозионной стойкостью (выше, чем у чистой меди) и электропроводностью, причем сохраняют свою прочность при повышенных температурах.

Кроме этого, в последнее время появилось довольно большое количество работ (в России и за рубежом) по упрочнению меди различными углеродными волокнами (нанотрубками, фуллеренами в количестве 0.0001–0.5 мас. %), получению композитов меди с нанотрубками [8, 9], в том числе, по технологии порошковой металлургии. Менее известны способы получения композиционных материалов системы медь–УНТ (углеродные нанотрубки) при использовании литейных технологий [10]. В работе [11] был исследован новый процесс электролитической модификации медного сплава углеродными нанотрубками (УНТ). Модификация проводилась в традиционном процессе литья, когда в расплавленный металл перед заливкой вводился специально изготовленный модификатор. Испытания показали, что введение 0.01 мас. % УНТ улучшило предел прочности при растяжении и предел текучести сплава на 20 и 10%, соответственно, твердость – на 28%.

Работа посвящена исследованию влияния добавок, содержащих хром, цирконий, силикокальций и углеродные нанотрубки, на физико-механические свойства меди, полученной методом литья при модифицировании в ковше.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Методика экспериментов и применяемые материалы

Объекты для исследования: литые образцы меди марки М1 и образцы, модифицированные добавками. В качестве модификаторов применяли лигатуры – сплавы меди с цирконием (образец 2); меди с цирконием и хромом (образец 3); силикокальций (сплав железа, кремния и кальция, который традиционно используют в литевых процессах) (образец 4); сплав меди с многостенными углеродными нанотрубками (МУНТ) (образец 5); компактированный порошок меди с МУНТ (предварительно смесь меди и МУНТ обрабатывали в планетарно-центрибежном активаторе АГО-2 при 60 g в течение 1.5 мин, затем спрессовывали в таблетки диаметром 20 мм) (образец 6); без модификатора (контрольный) – образец 1.

Модифицирование меди проводили в ковше. Металл заливали в песчаную форму, которая представляет систему из стояка посередине и нескольких цилиндров (для получения достоверных данных – не менее трех) длиной 150 мм и диаметром 30 мм. Заливка металла (1200°C) производится в центральную часть (стояк), откуда металл сифонной заливкой (снизу–вверх) поступает в другие цилиндрические отделы; масса металла в форме 1500 г. Для сравнения отливали контрольный образец без модификатора. Далее полученные заготовки использовали для проведения различных испытаний.

Для исследования химической и термической коррозии из каждого цилиндра были отрезаны по две шайбы толщиной 10 мм (то есть, по 6 шайб из каждого образца). Образцы шлифовали с последовательным использованием кругов КЕМЕТ (крупность зерна 251, 76, 15 мкм), полировального сукна NLH-M (6 мкм, и соответствующей алмазной суспензии aquarol-P). Для микроструктурных исследований один образец (три шайбы) подвергали химической коррозии – помещали в раствор 11% азотной кислоты на 3 ч. Изменение массы образцов за это время незначительно (менее 0.01%), и им можно пренебречь. Другой образец (тоже три шайбы) подвергали термической коррозии (ТО) – нагревали при 500°C в течение 8 ч в воздушной атмосфере, измеряли увеличение веса (брали среднее значение из 3 измерений, %) вследствие образования оксида меди, затем поверхность подвергали кратковременному травлению 11%-ной азотной кислотой. Микроструктурные исследования проводили с использованием сканирующей электронной микроскопии (SEM) и микроскопов Hitachi (Япония) TM1000 и 3400S, снабженного приставкой рентгено-флуоресцентного анализа (РФА) Inca (Oxford Instruments, Великобритания) с возможностью исследования пространственного распределения элементов. Механические свойства (среднее значение из

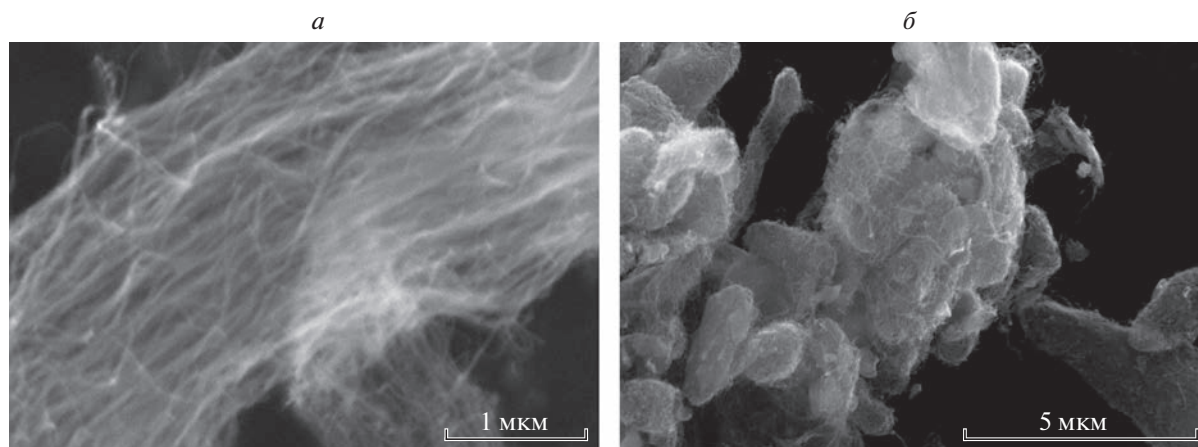


Рис. 1. Электронные микрофотографии: МУНТ (а); порошковая смесь (МУНТ + Cu) после обработки в АГО-2 (б).

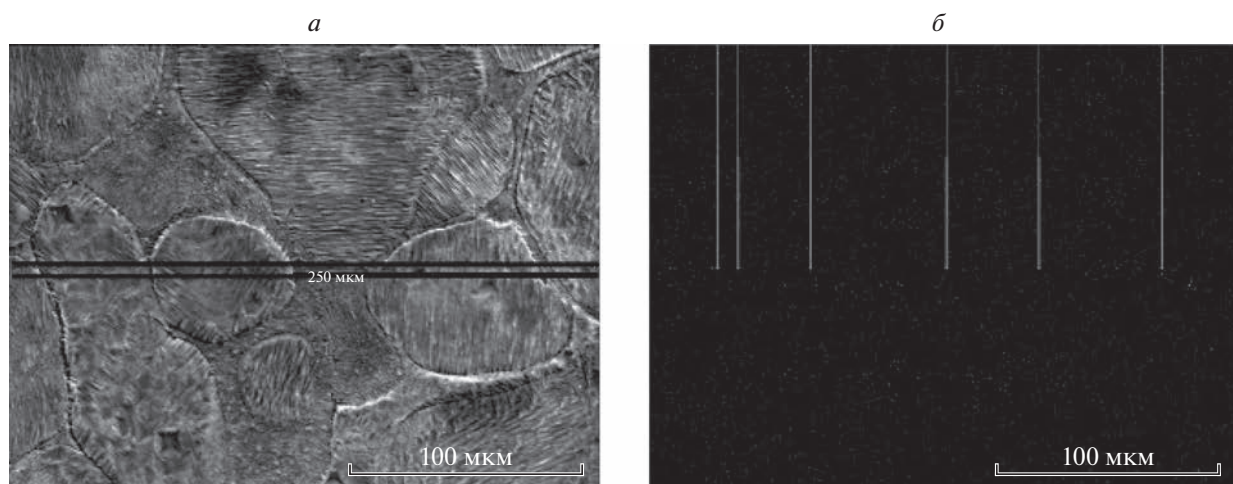


Рис. 2. Медная лигатура: электронная микрофотография (а); распределение сигнала углерода по выделенной линии (б).

3 измерений) исследовали с использованием универсальной сервогидравлической разрывной машины Instron 300DX (Instron, Великобритания).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Исследование лигатуры состава Cu–МУНТ

Для получения лигатуры с нанотрубками МУНТ (рис. 1а) предварительно обрабатывали с порошком меди (ПМС-1 (ГОСТ 4960)) в соотношении 5 : 95 в центробежной планетарной мельнице АГО-3. Затем получали лигатуру: порошковую смесь разбавляли в 5 раз медью и сплавляли до однородного состояния. Концентрация МУНТ в лигатуре (медной матрице) составила 1 мас. %.

В результате обработки смеси МУНТ и порошка меди в активаторе нанотрубки равномерно покрывают поверхность металлических частиц (рис. 1б).

Результаты исследования медной лигатуры после химического травления представлены на рис. 2: электронная микрофотография (рис. 2а) и РФА распределения сигнала углерода в лигатуре по выделенной линии (рис. 2б).

Согласно этим данным нанотрубки распределяются довольно равномерно в лигатуре и расположены по границам зерен. Данный состав использовали далее для получения образца 5 (табл. 1).

Исследование литых образцов

Номера литых образцов меди, состав, концентрация и вид модификаторов представлены в табл. 1.

Результаты исследования физико-механических свойств литых образцов меди даны в табл. 2.

Прочность модифицированных образцов 2, 4, 6 увеличивается по сравнению с контрольным образцом 1. Более всего (на 10.5%) увеличивается

Таблица 1. Состав и вид модификатора

Образец	Модификатор			
	состав	активная фаза	концентрация активной фазы, мас. %	вид модификатора
1	Контрольный	—	—	Без модификатора
2	Cu—Zr	Zr	0.05	Лигатура
3	Cu—Cr—Zr	Zr	0.06	Лигатура
		Cr	0.09	
4	SiCa	SiCa	0.075	Силикокальций (ГОСТ 4762-71)
		Fe	0.037	
5	Cu-МУНТ	МУНТ	0.033	Лигатура
6	Cu-МУНТ	МУНТ	0.002	Компактированный порошок (таблетки)

Таблица 2. Свойства литых образцов меди

№	Модуль Юнга, ГПа/увеличение, %	Предел текучести, МПа	Предел прочности при растяжении, МПа/изменение, %	Полная деформация при максимальном напряжении	Полная деформация в момент разрушения/изменение, %	Термостойкость (увеличение) массы, %
1 (К)	111.2	46.0	160.0	35.6	46.0	6.13
2	229.3/106.2	39.1	176.8/10.5	26.9	29.4/—36.1	4.01
3	116.7/4.9	52.4	140.4/—12.2	7.1	7.3/—84.1	6.52
4	125.8/3.1	43.6	165.0/3.4	33.0	49.7/8.0	3.22
5	н/о*	н/о	н/о	н/о	н/о	7.20
6	124.1/11.6	39.3	162.4/1.5	31.2	31.8/—30.8	11.16

н/о* — не определяли.

прочность образца 2 при использовании модификатора Cu—Zr. Прочность образцов 3 и 6 в пределах контрольного.

Модуль Юнга значительно увеличился при использовании модификаторов: Cu—Zr — на 106.2, SiCa — на 13.1 и Cu-МУНТ — на 11.6% (при концентрации нанотрубок 0.002 мас. %). Полная деформация при максимальном напряжении и полная деформация в момент разрушения у модифицированных образцов значительно уменьшилась кроме образца 4, модифицированного SiCa — полная деформация в момент разрушения увеличилась на 8%. С учетом увеличения термостойкости (в 1.9 раза) наиболее эффективным модификатором при данных условиях можно считать состав на основе ферросплава (силикокальция). Термостойкость образца 2 (Cu—Zr) увеличилась в 1.5 раза. Термостойкость остальных образцов уменьшилась, особенно это касается образцов 5 и 6, модифицированных нанотрубками.

Исследование микроструктуры показало, что химическая коррозия немодифицированного образца 1 имеет неравномерный характер (рис. 3а). Некоторые зерна вытравливаются с большей скоростью, чем окружающее их пространство. Сте-

пень неравномерности заметно снижается после проведения ТО (рис. 3б), уменьшается глубина отдельных более протравленных участков структуры.

Модифицирование цирконием приводит к увеличению коррозионной стойкости меди при химическом травлении (рис. 3в), а также к улучшению термостойкости и увеличению прочностных характеристик литой меди (табл. 2, образец 2). Химическая коррозия при модифицировании цирконием имеет равномерный характер, в чем можно убедиться при сравнении рис. 3а и 3в. После термической обработки равномерный характер коррозии сохраняется, на рис. 3г видно, что коррозия проходит внутри зерен, образуя ступенчатую структуру поверхности. Заметно, что после ТО поверхность имеет выраженный профиль ступенек.

Можно предположить, что увеличение коррозионной стойкости связано с упрочнением меди атомами циркония, поскольку размер атома циркония сопоставим с размером ГЦК решетки меди. Атом циркония, расположенный в решетке меди, является эффективным барьером на пути движущейся дислокации, за счет чего и возникает

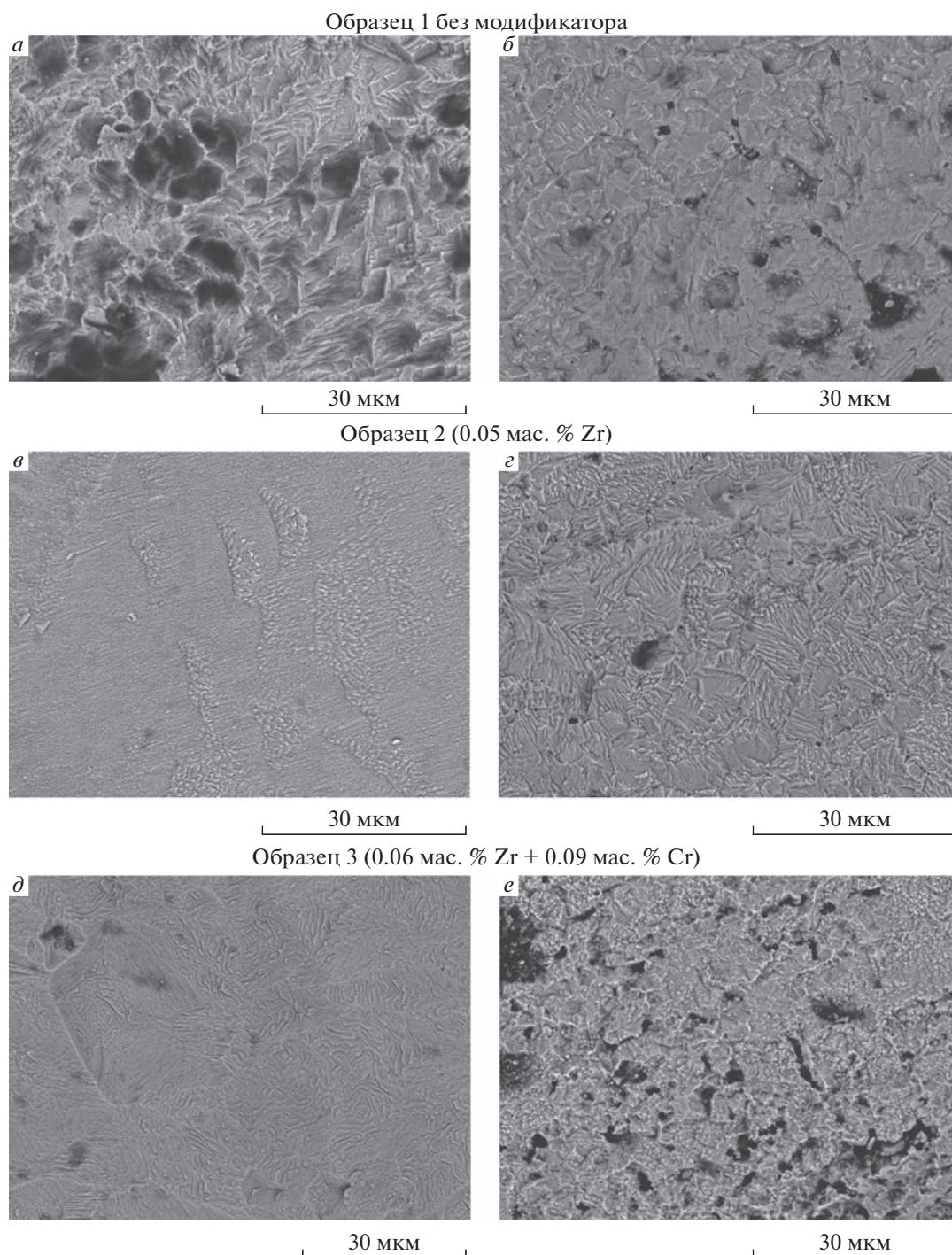


Рис. 3. Электронные микрофотографии литых образцов меди: слева — без ТО; справа — после ТО.

увеличение прочностных характеристик материала. Возможно, с высокой концентрацией дислокаций, возникающей в ГЦК решетке меди в присутствии атомов циркония, связано увеличением коррозионной стойкости материала. Во время нагрева подвижность дислокаций увеличивается, и, как следствие, плотность дислокаций уменьшается, что в свою очередь, приводит к уменьшению

коррозионной стойкости материала, тем не менее термостойкость в 1.5 раза выше, чем немодифицированного образца.

При модифицировании цирконием и хромом (образец 3) в процессе литья также заметно увеличение коррозионной стойкости. Химическая коррозия имеет равномерный характер (рис. 3д).

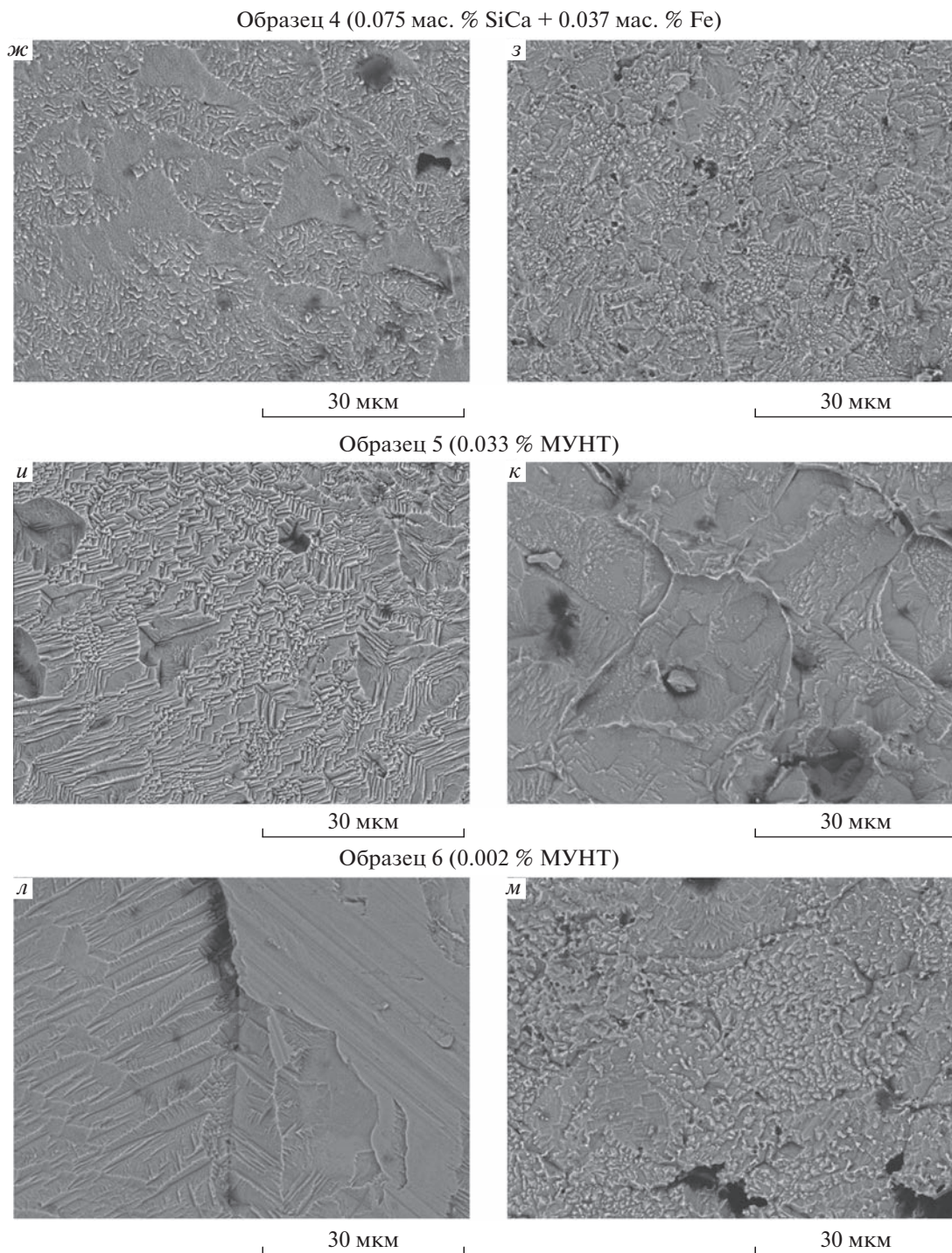


Рис. 3. Окончание.

После ТО заметно значительное термическое разрушение (рис. 3е), более выраженное, чем у немодифицированного материала (рис. 3б). Вероятно, это связано с наличием в составе меди хрома. Возможно, в процессе ТО происходит перераспределение хрома, и участки с более высокой его концентрацией травятся сильнее. Либо за

счет хрома происходит образование оксидов непосредственно в процессе ТО (увеличение массы образца 3 сравнимо с контрольным образцом).

Небольшое значение предела прочности при растяжении ниже контрольного образца (140.4 МПа) возможно объясняется наличием дефектов литья в образце.

При модифицировании силикокальцием, как до, так и после ТО коррозионная стойкость меди увеличивается относительно немодифицированного образца, характер коррозии меняется на равномерный, коррозия протекает внутри зерна, о чем свидетельствует ступенчатая структура поверхности (рис. 3ж, 3з).

Данные SEM подтверждают, что образцы, модифицированные 0.033 мас. % МУНТ (рис. 3и) после ТО сохранили структуру (рис. 3к), подобную структуре лигатуры (рис. 2а). Термическая коррозия в немодифицированном материале протекает преимущественно по границам зерен, тогда как для модифицированных характерна равномерная коррозия, о чем свидетельствуют ступеньки на границах зерна. Вероятно, это связано с тем, что модифицирование привело к образованию структуры с равномерно распределенными равноосными зернами.

После литья медь с МУНТ (образец 5л) имеет крупнокристаллическую структуру. Добавление МУНТ приводит к увеличению коррозионной стойкости, коррозия распространяется вдоль границ кристаллов. Вероятно, это связано с тем, что нанотрубки концентрируются на границах зерен. После ТО коррозия приобретает равномерный характер, относительно немодифицированного материала, коррозия распространяется равномерно, о чем свидетельствует наличие внутри зерен ступенек (рис. 3м).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследовано влияние добавок, содержащих цирконий, хром, силикокальций и углеродные нанотрубки, на физико-механические свойства меди, полученной методом литья. Модифицирование проводили в ковше. В качестве модификаторов применяли лигатуры (сплавы меди с цирконием, меди с цирконием и хромом, силикокальций, сплав меди с многостенными углеродными нанотрубками (МУНТ), компактированный порошок меди с МУНТ. Предел прочности при растяжении образца 2, модифицированного Cu–Zr увеличилась на 10.5%. Прочность образцов модифицированных

МУНТ и SiCa сравнима с контрольным образцом. Модуль Юнга значительно увеличился при использовании модификаторов: Cu–Zr — на 106.2, SiCa — на 13.1, Cu–МУНТ — на 11.6% (при концентрации нанотрубок 0.002 мас. %). Наибольшая стойкость к химической коррозии наблюдается у образца, обработанного Cu–Zr. Термостойкость образцов, модифицированных силикокальцием увеличилась в 1.9 раза, при использовании состава Cu–Zr — в 1.5 раза. Термостойкость остальных образцов уменьшилась, особенно это касается образцов, модифицированных нанотрубками (в 1.2–1.8 раза).

Работа выполнена при финансовой поддержке ФЦП по Соглашению 75-15-2021-1359 от 13.10.2021г. (внутренний номер 15.СИН.21.0015). Исследования выполнены на оборудовании ЦКП “Структура, механические и физические свойства материалов” (Новосибирск).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Логинов Ю.Н.* Медь и деформируемые медные сплавы. Учебное пособие. Екатеринбург: Урал. гос. техн. ун-т — УПИ, 2004. 136 с.
2. *Задруцкий П., Немененок Б.М.* Производство отливок из сплавов цветных металлов. Лабораторный практикум. Минск: БНТУ, 2018. 54 с.
3. *Bustos O.C.* Untersuchung zur Kornfeinung von Reinstkupfer durch chemische Zusätze und Deutung der Vorgänge. PhD Thesis. Berlin, 1990.
4. *Czigler A., Gerasova O., Schumacher P.* // Metals. 2017. V. 7. No. 9. Art. No. 383.
5. *Czigler A.K., Schumacher P.* // Int. J. Cast Met. Res. 2017. V. 30. No. 4. P. 251.
6. *Sulitsin A.V., Mysik R.K., Brusnitsyn S.V.* // Solid State Phenom. 2018. V. 284. P. 357.
7. *Balart M.J., Patel J.B., Fan Z.* // Int. J. Cast Met. Res. 2015. V. 28. No. 4. P. 242.
8. *Li K., McGuire M., Lupini A. et al.* // ACS Appl. Nano Mater. 2020. V. 3. No. 7. P. 6863.
9. *Sundaram R.M., Sekiguchi A., Sekiya M. et al.* // Royal Soc. Open Sci. 2018. No. 5. Art. No. 180814.
10. *Hannula P.M., Masquelier N., Lassila S. et al.* // J. Alloys Compounds. 2018. V. 746. No. 5. P. 218.
11. *Borodianskiy K.* // J. Mater. Sci. 2019. V. 54. Art. No. 13767.

Investigation of the effect of modifying additives on the properties of copper obtained by casting

B. P. Tolochko^a, A. A. Zhdanok^{a,*}, V. A. Kuznetsov^a, Z. A. Korotaeva^a, L. K. Berdnikova^a, N. V. Stepanova^b, M. A. Mikhaylenko^a

^a *Institute of Solid-State Chemistry and Mechanochemistry of the Siberian Branch of the Russian Academy of Science, Novosibirsk, 630128 Russia*

^b *Novosibirsk State Technical University, Novosibirsk, 630073 Russia*

*e-mail: a-zhdanok@mail.ru

The effect of additives containing chromium, zirconium, silicocalcium and carbon nanotubes on the physico-mechanical properties of copper obtained by casting is investigated. The tensile strength increased to 10.5%, Young's modulus increased by 11.6–106.2%. The heat resistance of samples using SiCa increased by 1.9 times, Cu–Zr — by 1.5 times, with the use of nanotubes decreased by 1.2–1.8 times.

УДК 543.51:546.791

КОМПЛЕКСНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ РЫХЛЫХ ПЕЩЕРНЫХ ОТЛОЖЕНИЙ СРЕДНЕАЗИАТСКОГО РЕГИОНА С ПРИМЕНЕНИЕМ РЕНТГЕНОВСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА

© 2023 г. Е. П. Базарова^{1, *}, Ю. Н. Шолохова²

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт земной коры Сибирского отделения Российской академии наук”, Иркутск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт геохимии имени А.П. Виноградова Сибирского отделения Российской академии наук”, Иркутск, Россия

*E-mail: bazarova@crust.irk.ru

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

Проведено сопоставление элементного и минерального состава рыхлых отложений пещеры-рудника Кан-и-Гут (Средняя Азия). Полученные концентрации Mn, Fe и Zn согласовываются с минералами, определенными в составе образцов со среднего и нижнего горизонтов. Выявлены повышенные концентрации Y, а также корреляция этого элемента с As в исследованных образцах, что дает основания предполагать присутствие арсенатов иттрия в рыхлых образованиях. Минеральные ассоциации, обнаруженные в пещере-руднике, указывают на образование исходной карстовой полости в ходе сернокислого спелеогенеза. Впервые выявлен минерал гергейит для данного объекта.

DOI: 10.31857/S0367676522701101, EDN: KNLIRB

ВВЕДЕНИЕ

Отложение рыхлых осадков в подземных полостях контролируется локальными природными процессами, тесно связанными с палеоклиматической обстановкой в регионе. Рыхлые отложения пещер, вследствие постоянства температуры, давления, а также отсутствия освещения и угнетения биологических процессов в подземных условиях, способны долгое время оставаться неизменными и являются привлекательным объектом для различного рода геолого-геохимических исследований. Несмотря на это, пещеры вследствие своей труднодоступности и тяжелых условий для работы редко привлекают внимание профессиональных исследователей. Представленный нами материал является продолжением работы по изучению пещеры-рудника Кан-и-Гут [1, 2] в Средней Азии. Кан-и-Гуту посвящено большое число публикаций, наиболее полный обзор которых приводится в работе [3], при этом вторичные, в частности, рыхлые отложения данного объекта до сих пор малоизучены.

МЕТОДЫ И ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Кан-и-Гут (другие названия: Кон-и-Гут, Рудник Погибели) представляет собой природно-техногенный объект, расположенный в Баткен-

ском районе на юго-западе Кыргызстана, на массиве Сары-Тоо, в предгорьях Туркестанского хребта. Подземная полость образована в массивных известняках среднего девона — нижнего карбона, также в районе пещеры закартированы песчаники, глинистые и кремнистые сланцы, спилиты и порфириновые диабазы [4]. Вмещающие породы включают в себя восемь рудных тел, сложенных первичными сульфидными рудами, которые включают такие минералы, как марказит FeS_2 , галенит PbS_2 , сфалерит ZnS_2 , тетраэдрит $(\text{Cu, Fe})_{12}\text{Sb}_4\text{S}_{13}$, джемсонит $\text{Pb}_4\text{FeSb}_6\text{S}_{16}$, пирит FeS_2 и халькопирит CuFeS_2 , и вторичными окисленными рудами. Состав рудных тел подробно описан в работах [5–7].

Кан-и-Гут является Pb-Zn-Ag месторождением, которое разрабатывалось с XI века. На сегодняшний момент исходная карстовая полость совмещена с искусственными горными выработками. По данным маркшейдерских материалов, дополненных спелеологическими съемками [8] суммарная длина ходов пещеры-рудника по состоянию на 2013 г. составляла 4710 м при амплитуде 201 м. В последующие годы протяженность и амплитуда подземной системы могли уменьшиться, так как пещера-рудник находится в сейсмически активном районе и в полости часты обвалы. При этом большая часть ходов относится

именно к рудничным выработкам 20 века, а протяженность естественной части пещеры (во многих местах весьма трудно отличимой от древних выработок) составляет около 735 м [8]. Естественная часть Кан-и-Гута представляет собой пещеру комбинированного типа, сочетая вертикальные и горизонтальные участки, ходы и гроты, наиболее обширными из которых являются Первая и Вторая Пропасти. В 2014 г. пещера имела четыре естественных входа (наиболее крупным является аркообразный Главный вход), расположенных на склоне выше русла ручья Занкур-сай, но, по вышеуказанным причинам, за прошедшие годы число входов могло измениться. Также существует два искусственных входа (штольни).

Пещера-рудник теплая (температура в апреле 2014 г. составляла от +9 до +16.5°C [9]) и практически безводная, наблюдаются небольшие лужи и капез в отдельных местах, по-видимому, конденсационного и, возможно, в дождливые периоды инфильтрационного происхождения.

Отбор образцов проводился в ходе научно-исследовательской экспедиции в 2014 г. (руководитель А.Г. Филиппов). В различных точках пещеры-рудника были взяты 11 образцов рыхлых отложений. Элементный состав образцов был получен методом рентгенофлуоресцентного анализа с применением синхротронного излучения (РФА СИ) на экспериментальной станции “РФА-СИ” ЦКП “Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения” (Институт ядерной физики СО РАН). Монохроматизация энергии излучения, падающего на образец, осуществлялась при помощи кремниевого кристалла-монохроматора типа “бабочка” с рабочими плоскостями. Регистрация флуоресцентного излучения выполнялась при помощи полупроводникового детектора Oxford PentaFET с площадью кристалла 10 мм² и энергетическим разрешением порядка 135 эВ на линии К-альфа линии железа (5.9 кэВ). Измерения образцов рыхлых отложений из п. Кан-и-Гут выполнялись в соответствии с методикой выполнения измерений, описанной в работе [10] при энергии падающего излучения 26 кэВ и времени регистрации спектра 300 секунд. Для исследования было приготовлено 11 навесок массой 30 мг каждая. Пробоподготовка заключалась в прессовании 30 мг образца в таблетку диаметром 5 мм на ручном прессе с использованием пресс-формы. Перед измерением таблетку упаковывали в полиэтиленовое кольцо между двумя слоями полиэтиленовой пленки толщиной 5 мкм и помещали в камеру для образцов. Для расчета содержаний химических элементов в образцах были использованы стандартные образцы сравнений БИЛ-1 и СГХ-3 [1, 2].

Определение минерального состава всех образцов производилось в Иркутске в аналитиче-

ском центре Института земной коры СО РАН методом рентгенофазового анализа на дифрактометре ДРОН-3 на CuK_α -излучении. Кроме того, минеральный состав образцов (за исключением образца поверхностной почвы) определялся на сканирующем электронном микроскопе VEGA 3 LMN с системой рентгеновского энергодисперсионного микроанализа INCA Energy 350/X-max 20 в Горном институте УрО РАН в г. Пермь аналитиком Коротченковой О.В.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

При помощи проведенного РФА СИ исследования отложений получены содержания К, Са, Ti, V, Mn, Fe, Cu, Zn, Ga, As, Br, Rb, Sr, Y, Zr, Mo и Ag. По сравнению с кларковыми значениями химических элементов в земной коре [11] для образцов из пещеры-рудника Кан-и-Гут повышены содержания Mn, Zn, As и Ag, в меньшей степени повышены содержания Са, Fe, V, Ga, Y, Mo, понижены содержания К и Sr (рис. 1).

Элементный состав рыхлых отложений тесно связан с минеральным составом пробы, указывая на присутствие тех или иных минералов. Для проб из нижней и средней частей подземной системы отмечаются повышенные относительно проб из верхней части системы концентрации Mn, Fe и Zn. Рентгенофазовым анализом и методом электронной микроскопии в данных пробах были выделены такие минералы, как гетит $\text{FeO}(\text{OH})$, гематит Fe_2O_3 , окислы Mn, гипс $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, смитсонит ZnCO_3 , что согласуется с элементным составом. Также в данных пробах отмечались повышенные, относительно проб с верхнего горизонта, содержания Ag, As, Ga, Mo и Y. Нами не были обнаружены минералы, присутствие которых могло вызвать увеличение концентраций перечисленных элементов, но ранее исследователями отмечалось присутствие самородного серебра в марганцевых окислах [5], а также Ag- и As-содержащие минералы пираргирит Ag_3SbS_3 и полибазит $[(\text{Ag}, \text{Cu})_6(\text{Sb}, \text{As})_2\text{S}_7][\text{Ag}_9\text{CuS}_4]$ среди первичных сульфидных руд [7]. Что касается Ga и Mo, то, вероятно, они являются примесями в сульфидах. Повышенные концентрации Y могут говорить о не обнаруженных пока Y-содержащих минералах.

Для уточнения генетической природы элементов был проведен кластер-анализ R-типа, который выявляет корреляцию между изучаемыми элементами. На дендрограмме (рис. 2) можно видеть две обособившиеся группы, которые имеют отрицательную корреляцию.

В первую группу входят К, Sr и Br, в обширную вторую группу – Ti, V, Fe, Rb, Mn, Cu, Ga, As, Y, Zr, Mo, Ag, Zn и Са. Во второй группе наблюдается положительная корреляция между Ga, As и Y, что может указывать на присутствие Y и Ga в арсенатах. Корреляция Ti, V, Fe и Rb, вероятно,

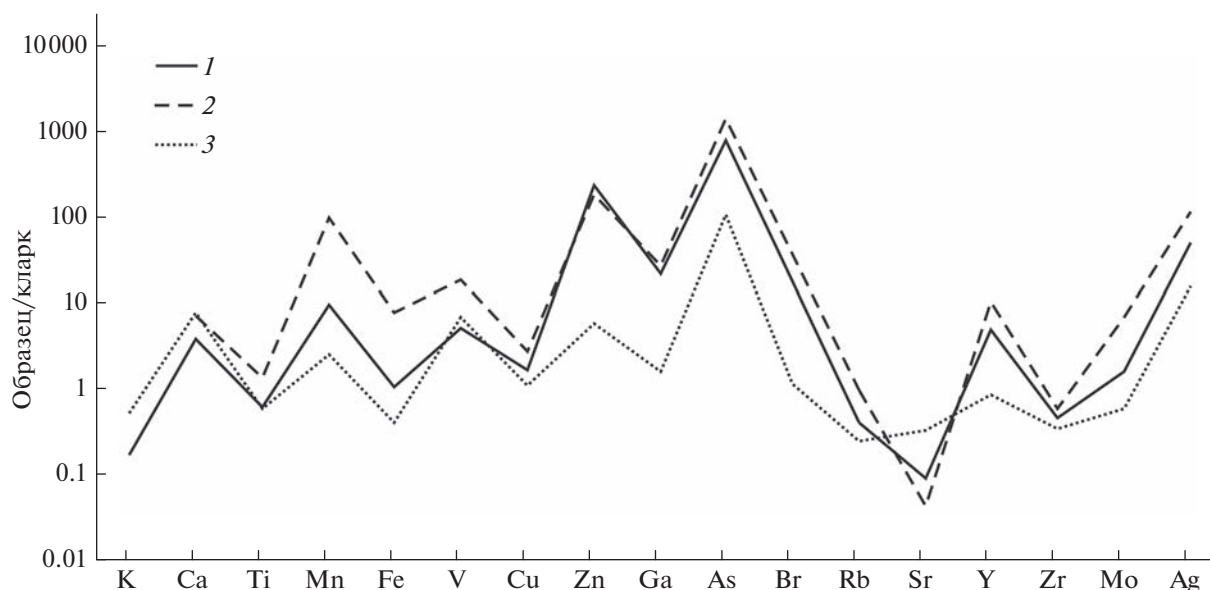


Рис. 1. График содержания химических элементов в рыхлых отложениях п. Кан-и-Гут, нормированных на средние содержания элементов в земной коре по [11]. Приводятся средние значения для образцов с нижнего горизонта (1), средней (2) и верхней (3) частей пещеры-рудника.

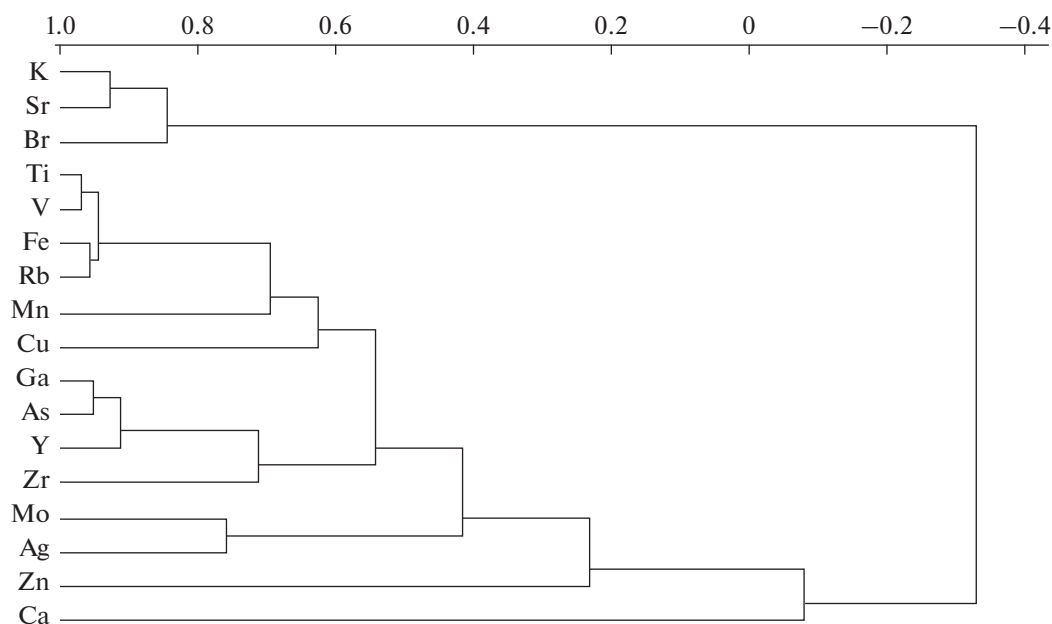


Рис. 2. Дендрограмма кластер-анализа R-типа для рыхлых отложений п. Кан-и-Гут по данным РФА СИ.

объясняется примесями в гематите и гетите. С этой группой слабо коррелируют Mn и Cu, которые образуют собственные минералы (пирролюзит, псиломелан, малахит) [7]. Корреляция Mo и Ag может быть вызвана их совместным присутствием в первичных сульфидных рудах, откуда они переходят в рыхлые вторичные отложения. Слабая корреляция Zn с прочими элементами второй группы, возможно, объясняется различными стадиями формирования оруденения. Месторождение Кан-и-Гут относят к месторожде-

ниям гидротермального генезиса [7, 12], и можно предположить последовательное отложение из рудных растворов сульфидов Zn, Pb и Fe в восстановительных условиях, а затем, при смене условий на окислительные, окислов Fe и Mn. Для проверки этой гипотезы необходимы дальнейшие исследования.

Отрицательная корреляция между двумя основными группами элементов указывает, вероятно, на их разную генетическую природу. Источником элементов обширной второй группы явля-

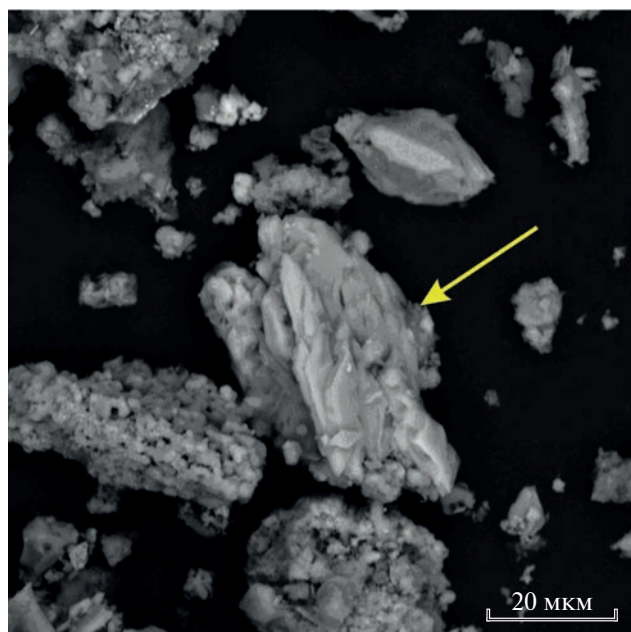


Рис. 3. Сросток кристаллов гергейита (указан желтой стрелкой).

ются первичные и окисленные руды; источником Sr и Br из первой группы, по-видимому, следует считать вмещающие карбонатные и терригенные породы. Что касается K, повышенное содержание которого было отмечено для пробы из привходового грота (рис. 1), то при исследовании образца на электронном микроскопе, помимо кальцита, гипса и глинистых частиц, был обнаружен K-содержащий минерал гергейит $K_2Ca_5(SO_4)_6 \cdot H_2O$ (рис. 3). Ранее данный минерал был описан только для соляных месторождений [13], в пещере-руднике Кан-и-Гут он обнаружен впервые. Источник калия для образования гергейита на данный момент не вполне понятен. Возможно, таким источником являются мелкие пропластки глинистых сланцев среди известняков, которые размываются конденсационными водами, либо поверхностная почва, сносимая в привходовой грот осадками и ветром. Также калий может содержаться в гуано летучих мышей и птиц, залетающих в привходовой грот.

Вторичные отложения пещеры, в том числе рыхлые, являются индикторами генезиса и этапов развития подземной полости, которые, в свою очередь, зависят от климатических условий на поверхности. Сульфатные минералы, отмеченные в этой работе и ранее [1, 2, 7], указывают на процессы с участием серной кислоты, возникающей при окислении сульфидов. Учитывая широкое распространение сульфатных минералов, п. Кан-и-Гут является частным случаем сернокислого спелеогенеза (SAS) [14]. Ранее отмечалось [15], что интенсивное растворение вмещающих карбонатных пород для этой подземной

полости происходило во время влажных эпох, в сухие периоды сменяясь накоплением связанной серной кислоты в формах ярозита и гидратированных сульфатов, а во время нового периода более влажного климата связанная серная кислота извлекалась, что приводило к усилению сернокислого карстообразования. Судя по тому, что добыча полезных ископаемых в п. Кан-и-Гут велась уже в 11 веке, осушение подземной полости произошло более тысячи лет назад, по-видимому, вследствие смены климата на более сухой и теплый. Отсутствие сортированности и слоистости в скоплениях рыхлых осадков в пещере-руднике, как и сохранность в них химических элементов, указывает на формирование отложений в безводной обстановке, что является малораспространенным случаем для подземных пустот. Как показали данные электронной микроскопии, в отложениях совместно с вторичными минералами присутствуют также и частицы первичных сульфидных руд, что указывает на осыпание рыхлого материала со стен, в том числе в местах выхода первичных руд. Такое активное разрушение стен и потолка пещеры мы связываем с ростом сульфатов в трещинах коренной породы, что вызывает отслаивание ее частиц. Так как водотоки в пещере отсутствуют, сульфатные минералы могут формироваться только под влиянием конденсационной влаги, образование которой в карстовых полостях обычно происходит в теплый период [16]. Таким образом, несмотря на в целом стабильные условия в пещерах, скопления рыхлых осадков в них и их минеральный и химический состав указывают не только на сухой и теплый климат в данном регионе в течение последнего тысячелетия, но также являются индикаторами циклов увлажнения и осушения внутри подземной полости.

В целом по данным исследования отложений Кан-и-Гут можно выделить следующие этапы формирования пещеры-рудника: 1) образование первичных рудных тел в толще осадочных пород; 2) формирование первичных подземных пустот вследствие просачивания по трещинам метеорных вод, окисления сульфидов с выделением серной кислоты и растворения вмещающих карбонатов; 3) осушение подземной полости вследствие смены климатических условий; 4) первый и второй антропогенные этапы (разработка месторождения ручными методами в 11 веке и механическими методами в 20 веке); 5) разрушение пещеры-рудника и образование большого объема рыхлых отложений при сезонных сменах влажности-осушения, а также в результате обвалов при землетрясениях. Судя по динамике обвалов за последние годы, со временем естественные ходы пещеры и рукотворные ходы в мягких окисленных рудах, вероятнее всего, окажутся захоронены рыхлыми отложениями, но сохранятся выработки 20 века в тех местах пещеры-рудника, где от-

сутствуют окисление сульфидных тел и разрушение вмещающих пород.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

При помощи трех аналитических методов, в том числе и рентгенофлуоресцентного анализа с применением синхротронного излучения, было проведено сопоставление элементного и минерального состава рыхлых отложений необычного природно-техногенного объекта пещеры-рудника Кан-и-Гут. Полученные концентрации Mn, Fe и Zn согласовываются с выявленными в образцах со среднего и нижнего горизонтов минералами. Учитывая повышенные концентрации Y, а также корреляцию этого элемента с As в рыхлых образованиях исследованных образцов, можно предполагать присутствие арсенатов иттрия, и, возможно, Y- и РЗЭ-содержащих минералов, которые могут быть источником отмечавшейся ранее [4] повышенной радиоактивности пород и руд в пещере. Минеральные ассоциации, обнаруженные в пещере-руднике, указывают на образование исходной карстовой полости в ходе сернокислого спелеогенеза и на продолжение данного процесса в меньших объемах на отдельных участках пещеры-рудника (окисление сульфидов с образованием сульфатных минералов, разрушение вмещающих пород). Кратко охарактеризованы этапы формирования пещеры-рудника. Впервые был выявлен минерал гергейит для данного объекта.

Работа выполнена при использовании оборудования ЦКП СЦСТИ и финансовой поддержке Минобрнауки России. В исследовании было задействовано оборудование ЦКП “Геодинамика и геохронология” Института земной коры СО РАН в рамках гранта № 075-15-2021-682.

Авторы благодарны А.Г. Филиппову, В.В. Цибанову и С.Д. Дудашивили за организацию и проведение экспедиции и О.И. Кадебской и О.В. Коротченковой за проведенные анализы.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Bazarova E.P., Markova Yu.N., Zolotarev K.V. et al. // J. Surf. Invest. X-Ray. Synchrotron. Neutron. Tech. 2016. V. 10. No. 2. P. 361.
2. Bazarova E.P., Markova Yu.N. // Proc. 8th Int. Siberian Early Career GeoSci. Conf. (Novosibirsk, 2016). P. 137.
3. Филиппов А.Г., Цибанов В.В. // Спелеология и спелеология. 2021. № 1. С. 87.
4. Филиппов А.Г., Мавлянов Г.Н. // Мужвузов. сборн. научн. трудов Пещеры. № 36. (Пермь, 2013). С. 123.
5. Соседко А.Ф. // Социалист. наука и техн. 1935. № 12. С. 17.
6. Крейтер В.М., Смирнов В.И. // Труды Таджикско-Памирской экспедиции. № 97. Энергетика и полезные ископаемые. М.–Л.: Изд-во АН СССР, 1937. С. 337.
7. Петров В.Н., Халматов А.Х., Пуркина З.А. // Спелеология и карстология. 2014. № 13. С. 54.
8. Цибанов В.В., Филиппов А.Г., Дудашивили А.С. // Спелеология и карстология. 2013. № 10. С. 5.
9. Филиппов А.Г., Базарова Е.П., Белоусов В.И. и др. // Мужвузов. сборн. научн. трудов Пещеры. № 37. (Пермь, 2014). С. 95.
10. Маркова Ю.Н., Кербер Е.В., Анчутина Е.А. и др. // Стандартные образцы. 2012. № 2. С. 52.
11. Складов Е.В., Гладкоб Д.П., Донская Т.В. и др. Интерпретация геохимических данных: М.: Интернет Инжиниринг, 2001. 288 с.
12. Крейтер В.М. // В кн.: Научные итоги работ Таджикско-Памирской экспедиции. М.–Л.: ГОНТИ, 1936. С. 508.
13. Чайковский И.И. // Записки РМО. 2011. № 3. С. 83.
14. Audra P., Gazquez F., Rull F. et al. // Geomorphology. 2015. V. 247. P. 25.
15. Filippov A., Bazarova E. // Proc. Int. Sci. Meet. “Man and Karst 2017” (Zadar, 2017). P. 20.
16. Дублянский В.Н., Дублянский Ю.В. // Мужвузов. сборн. научн. трудов Пещеры. № 27–28. (Пермь, 2001). С. 51.

Complex study of loose cave deposits of the central Asian region using X-ray analysis methods

E. P. Bazarova^{a,*}, Yu. N. Sholokhova^b

^aInstitute of the Earth Crust of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Irkutsk, 664033 Russia

^bVinogradov Institute of Geochemistry of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Irkutsk, 664033 Russia

*e-mail: bazarova@crust.irk.ru

The elemental and mineral composition of loose sediments from the Kan-i-Gut mine-cave (Central Asia) was compared. The obtained concentrations of Mn, Fe, and Zn agree with the minerals determined in the composition of samples from the middle and lower horizons. Increased concentrations of Y, as well as the correlation of this element with As in the researched samples were revealed, which gives grounds to assume the presence of yttrium arsenates in the loose formations. The mineral associations found in the mine-cave indicate the formation of the original karst cavity during sulfuric acid speleogenesis. The mineral gergeite was identified in this site for the first time.

УДК 543.427.4:581.192:58.02

РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ АНАЛИЗ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СИБИРСКИХ КУСТАРНИКОВ УРБОЭКОСИСТЕМЫ

© 2023 г. Е. М. Лях^{1, *}, Е. П. Храмова¹, А. Ю. Луговская^{1, 2}, Я. В. Ракшун³, Д. С. Сороколетов³

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

“Центральный сибирский ботанический сад Сибирского отделения Российской академии наук”, Новосибирск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования

“Сибирский государственный университет геосистем и технологий”, Новосибирск, Россия

³Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

“Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

*E-mail: llyakh@rambler.ru

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

Исследован элементный состав трех кустарников двух родов *Spiraea* и *Myricaria*, растущих в урбоэко-системе г. Новосибирска и фоновых условиях методом рентгенофлуоресцентного анализа с ис-пользованием синхротронного излучения. Установлено не менее 20 элементов. Наиболее сильное загрязнение тяжелыми металлами в городских условиях отмечено у растений *Myricaria bracteata*. Бо-лее толерантная к загрязнению в городских условиях *Spiraea chamaedryfolia* может быть рекомендо-вана для использования в качестве стандарта, а *M. bracteata* рекомендуется в качестве растения био-индикатора загрязнения окружающей среды. Данные, полученные по элементному составу образ-цов растений и почв, могут быть включены в базы данных.

DOI: 10.31857/S0367676522701198, EDN: AADOAY

ВВЕДЕНИЕ

Рентгенофлуоресцентная (РФА) спектроско-пия является хорошо зарекомендовавшим себя аналитическим методом для качественной и ко-личественной оценки химических элементов. Это многоэлементный, одновременный, неде-структивный метод, который в полной мере под-ходит для анализа объектов окружающей среды и растений в том числе [1]. Кроме того, использо-вание синхротронного излучения (СИ) существенно улучшает возможности метода: высокая яркость источников СИ позволяет значительно сокра-тить время набора экспериментального спектра, повышая экспрессность метода и чувстви-тельность. Возможность перестройки энергии воз-буждения в диапазоне рабочих энергий станции [2] открывает дополнительные перспективы при анализе концентраций тех химических элементов, которые могут служить маркерами различных ви-дов растений и загрязнений. Возможность одно-временного определения многих элементов с до-статочно высокой чувствительностью, хорошей точностью [3, 4] в соединении с относительной простотой обработки экспериментальных спек-

тров позволяют достаточно оперативно получать данные о составе образцов. Однако сравнительно редкое использование метода РФА для анализа растительного материала связано, главным обра-зом, с недостаточным количеством паспортизи-рованных образцов, которые могут служить об-разцами сравнения при анализе методом “внеш-него стандарта” [5]. В связи с чем, расширение базы данных по химическому составу растений и поиск оптимальных образцов сравнения (стан-дартов) может послужить решению проблемы применения метода РФА СИ в ботанических и экологических исследованиях. Кроме того, метод РФА СИ требует небольшой навески материала для анализа, что особенно актуально при изуче-нии химического элементного состава раститель-ных и почвенных образцов, а также позволяет определить весь комплекс химических элементов в одной пробе материала, давая этим возмож-ность провести адекватный сравнительный ана-лиз. Кроме того, данный метод дает возможность определять содержание элементов в широком диа-пазоне и не требует химической подготовки проб,

что исключает погрешности за счет привноса или удаления элементов вместе с реактивами.

Анализ микроэлементов является фундаментальной задачей в экологических науках. Оценка качества и безопасности экосистем и уровня антропогенного загрязнения проводится по содержанию микроэлементов, превышающих ПДК в окружающей среде [6]. Многими авторами для исследования урбанизированной среды в качестве биоиндикаторов используются древесные растения или их части [7]. В зависимости от вида растения проявляют разную устойчивость к загрязнению тяжелыми металлами, в связи с чем важной задачей является поиск видов различных растений как толерантных к избытку загрязнителей, так и чувствительных к техногенному стрессу для выявления влияния антропогенного фактора на растительные объекты.

Виды рода *Spiraea* L. и *Myricaria* Desv. экологически пластичны, газоустойчивы, декоративны, хорошо растут и цветут в условиях городской среды, широко используются в зеленом строительстве [8]. Отмечены их биоиндикаторные свойства загрязнения окружающей среды [9]. При этом сведения по содержанию химических элементов растений родов *Spiraea* и *Myricaria*, в литературных источниках, на наш взгляд, носят разрозненный характер и не дают объективного представления о разных таксонах.

Цель работы — определение состава и содержания элементов кустарников родов *Spiraea* и *Myricaria* в урбоэкосистеме г. Новосибирска и фоновых условиях методом РФА СИ, выявление наиболее устойчивых видов к антропогенному загрязнению и определение возможности использования растительных образцов в качестве стандартов.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Материалом исследования служили образцы двух видов спиреи — *Spiraea chamaedryfolia* L. (спирея дубравколистная) и *S. media* Schmidt (спирея средняя) из сем. Rosaceae и *Myricaria bracteata* Royle (мирикария прицветниковая) из семейства Tamaricaceae. Для исследования выбраны растения, высаженные в сквере “Мемориал Славы” в Ленинском районе г. Новосибирска, одном из наиболее неблагоприятных районов с экологической точки зрения (городские условия). Ленинский район является одним из лидирующих по выбросам оксида углерода, диоксида серы, оксидов азота, твердых загрязняющих веществ в атмосферу воздуха. В целом, уровень загрязнения атмосферы города Новосибирска оценивается как “повышенный” [10]. В качестве контрольных растений были взяты особи того же возраста, произрастающие среди лесного массива

на территории ЦСБС СО РАН, расположенного в относительно благоприятном по экологической обстановке Советском районе (Академгородок).

Отбор растительных образцов проводился 27.06.2019 г. в генеративную фазу равномерно по периметру кроны и одновременно на обоих участках. С каждого растения отбирали по 10 годичных побегов и формировали среднюю пробу. Анализировали листья и стебли растений, а также образцы почв из их местобитаний. Средний образец составляли из 5–10 особей [11]. Образцы почвы были взяты из корнеобитаемого слоя (10–15 см) общеизвестным методом “конверта”.

Навеску воздушно-сухого растительного сырья и почв (1 г) измельчали в агатовой ступке. Затем образцы прессовали в форме таблетки диаметром ~1 см, весом — 30 мг (с поверхностной плотностью 0.04 г/см²). Определение элементов проводили методом РФА СИ на станции элементного анализа (накопитель ВЭПП-3) Сибирского Центра Синхротронного и Терагерцового Излучения ИЯФ СО РАН. Измерения образцов проводились при энергии возбуждающего излучения 23 кэВ, время каждого измерения составляло от 300 до 500 с для растительных и почвенных навесок. Монохроматизация синхротронного излучения осуществлялась при помощи монохроматора на основе кремниевого кристалла типа “бабочка” с рабочими плоскостями (111). Регистрация флуоресцентного излучения проводилась при помощи детектора PentaFET (Oxford Instruments) с энергетическим разрешением ~135 эВ (на K α линии Fe — 5.9 кэВ). Основные характеристики экспериментальной станции и методические аспекты работы описаны в [3, 4].

Обработка полученных спектров проводилась в программе AXIL. Концентрацию элементов определяли с использованием метода “внешнего стандарта”. В качестве образцов сравнения использовали российские стандарты травяно-злаковой смеси ГСО СОРМ1 и байкальского ила БИЛ-1 [12]. Величина ошибки — воспроизводимость результатов анализа получена путем измерения 10 параллельных измерений стандартного образца СОРМ1 и 5 — образца БИЛ-1 в 3 повторностях одинаковых образцов. Пределы обнаружения и относительное стандартное отклонение (Sr) рассчитывалось путем измерения 10 параллельных измерений стандартного образца СОРМ1 и 5 — образца БИЛ-1 в 3 повторностях одинаковых образцов (табл. 1). Как видно из табл. 1, значения C_{min} варьируются в зависимости от элемента и используемого стандартного образца. В целом, заметно снижение пределов обнаружения при переходе от легких элементов (К) к более тяжелым (Рb).

Накопление и рассеяние элементов для растений, произрастающих в городских условиях, по сравнению с фоновыми оценивалось путем рас-

Таблица 1. Пределы обнаружения (C_{min}) при энергии возбуждения 23 кэВ для российских стандартов ГСО СОМ 1 и БИЛ-1, ppm

Элементы	СОМ 1		БИЛ-1	
	C_{min}	$S_r, \%^1$	C_{min}	$S_r, \%$
K	27	10	206	6
Ca	13	11	106	8
Ti	3	26	31	5
V	0.1	19	8	8
Cr	1.9	64	6	6
Mn	0.9	9	8	4
Fe	0.6	8	5	4
Co	0.03	36	0.3	9
Ni	0.3	39	3	4
Cu	0.15	14	2	5
Zn	0.2	12	1	5
As	н.а. ²	—	1	3
Br	0.05	11	0.4	8
Rb	0.07	11	0.3	9
Sr	0.1	12	0.3	7
Y	0.6	29	0.4	12
Zr	0.5	58	0.3	16
Nb	1.4	40	0.3	9
Mo	0.07	10	0.1	14
Pb	0.05	35	0.5	14

¹ — S_r — относительное стандартное отклонение;² — н.а. — концентрация химического элемента не аттестована.

чета коэффициентов концентрации (K_c) и рассеяния (K_p): $K_c = C_a/C_f$ и $K_p = C_f/C_a$, где C_f , C_a — концентрации элемента в фоновых и городских образцах соответственно. Для выявления изменений в химическом составе растений под воздействием пылегазовых эмиссий в городских условиях использовался комплексный показатель — коэффициент биогеохимической трансформации Z_v [13], который рассчитывался по формуле:

$$Z_v = \sum_1^{n_1} K_c + \sum_1^{n_2} K_p - (n_1 + n_2 - 1), \quad (1)$$

где n_1 , n_2 — количество элементов с $K_c > 1.5$ и с $K_p > 1.5$ соответственно.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Сравнительный анализ почвы из точек отбора растительных образцов показал, что различия в концентрациях элементов незначительны (табл. 2). Отмечено незначительное превышение по содержанию Ca, As, Br, Sr, Mo и снижение Mn

в городских почвах по сравнению с контролем. В целом, можно отметить, что содержание химических элементов в исследуемых почвенных образцах практически не превышает “фоновый” уровень в почвах Новосибирска и Новосибирской области, представленный в работах [14–17]. Исключение составляет Br, концентрация которого в точке отбора в городе выше в 6 раз по сравнению с “фоновыми” показателями, а также на 30% возрастает концентрация Sr, что, скорее всего, связано с расположением точки отбора образцов вблизи от предприятий теплоэнергетики и автомагистралей. В целом, следует отметить, что загрязнение тяжелыми металлами в точке отбора в городских условиях оценивается как незначительное, что, скорее всего, связано с расположением участка в сквере, удаленном от автомагистралей.

Исследование содержания макро- и микроэлементов в надземных органах растений показало, что концентрация макроэлементов K и Ca выше в листьях, чем в стеблях вне зависимости от

Таблица 2. Содержание элементов в почвах из точек отбора растений в городских и фоновых условиях (ppm на воздушно-сухую массу)

Элемент	Город	Контроль	Фоновое содержание элементов в почвах по лит. источникам [13–16]
K	12685 ± 767 ¹	14769 ± 893	— ²
Ca	44343 ± 3400	15565 ± 1193	—
Ti	2691 ± 133	3482 ± 172	4100 ⁴
V	55 ± 5	69 ± 6	60 ³
Cr	36 ± 2	41 ± 2	80 ³
Mn	659 ± 26	795 ± 31	750 ³
Fe	22123 ± 988	22836 ± 1020	38000 ⁶
Co	11 ± 1	9 ± 1	12 ³
Ni	32 ± 1	34 ± 2	35 ³
Cu	27 ± 1	18 ± 1	30 ³
Zn	59 ± 3	46 ± 2	70 ³
As	15 ± 1	4 ± 0	15 ³
Br	22 ± 2	3 ± 0.2	1.2–3.6 ⁵
Rb	46 ± 4	47 ± 4	—
Sr	223 ± 16	142 ± 10	170 ³
Y	17 ± 2	17 ± 2	—
Zr	177 ± 29	128 ± 21	250 ³
Nb	7 ± 1	7 ± 1	15 ³
Mo	0.7 ± 0.1	0.3 ± 0.4	3 ³
Pb	15 ± 2	16 ± 2	15 ³

¹ – Среднее значение ± стандартное отклонение.² – Прочерк означает, что нет данных.³ – Фоновое содержание тяжелых металлов в почвах юга Западной Сибири [14].⁴ – Фоновое содержание тяжелых металлов в почвах юга Западной Сибири [15].⁵ – Фоновое содержание галогенов в почвах Западной Сибири [13].⁶ – Фоновое содержание элементов в почвах Новосибирской области [16].

таксона и места произрастания (табл. 3). В городских условиях среднее содержание К в растениях ниже в 1.5 раза, чем в фоновых условиях, а содержание Са в листьях городских растений, напротив, возрастает в 1.7 раз. Суммарное содержание микроэлементов растений на загрязненном участке выше, чем на фоновом участке. Наиболее существенные различия установлены в образцах листьев *M. bracteata* (1258 ppm). Так, суммарное содержание микроэлементов в листьях *M. bracteata* из городского участка увеличилось в 2.1 раза по сравнению с фоновым. По уровню накопле-

ния элементов виды располагаются в убывающий ряд: *M. bracteata* > *S. media* > *S. chamaedryfolia*. В стеблях растений изменения в суммарном содержании элементов при росте антропогенной нагрузки менее значительны.

Обнаружено, что в растениях под антропогенным воздействием повышалось содержание Са, Ti, V, Fe, Co, Br, Sr, Y, Zr, Nb, Pb и снижалось К, Zn и Mo по сравнению с фоном. Наиболее сильное загрязнение тяжелыми металлами в городских условиях отмечено у растений *M. bracteata*.

Таблица 3. Содержание элементов в надземных органах растений родов *Spiraea* и *Myricaria*, произрастающих в городских и фоновых условиях в г. Новосибирске (ppm на воздушно-сухую массу)

Элемент	Орган растения	Город			Контроль (ЦСБС СО РАН)		
		1	2	3	1	2	3
K	л	19296 ± 1167 ⁴	15289 ± 925	13094 ± 792	27678 ± 1674	17576 ± 1063	28509 ± 1724
	ст	7960 ± 481	7089 ± 429	7455 ± 451	13941 ± 843	7107 ± 430	11456 ± 693
Ca	л	17517 ± 1343	15195 ± 1165	32896 ± 2522	17142 ± 1314	8726 ± 669	16828 ± 1290
	ст	7849 ± 602	15004 ± 1150	4111 ± 315	13351 ± 1024	25509 ± 1956	3929 ± 301
Ti	л	14 ± 1	11 ± 1	32 ± 2	13 ± 1	8 ± 0	5 ± 0
	ст	14 ± 1	8 ± 0	4 ± 0	27 ± 1	14 ± 1	8 ± 0
V	л	0.5 ± 0.0	0.4 ± 0.0	0.4 ± 0.0	0.8 ± 0.1	0.5 ± 0.0	0.2 ± 0.0
	ст	0.4 ± 0.0	0.3 ± 0.0	0.2 ± 0.0	1.2 ± 0.1	0.8 ± 0.1	0.3 ± 0.0
Cr	л	н.д. ⁵	1.7 ± 0.1	3.1 ± 0.2	н.д.	0.1 ± 0.0	4.0 ± 0.2
	ст	н.д.	0.8 ± 0.05	1.8 ± 0.1	н.д.	н.д.	1.7 ± 0.1
Mn	л	63 ± 2	92 ± 4	94 ± 4	103 ± 4.0	65 ± 3	158 ± 6
	ст	38 ± 2	104 ± 4	18 ± 1	72 ± 2.8	108 ± 4.3	34 ± 1.3
Fe	л	268 ± 12	222 ± 10	739 ± 33	129 ± 5.7	87 ± 4	192 ± 9
	ст	200 ± 9	112 ± 5	83 ± 4	125 ± 5.6	68 ± 3.0	52 ± 2.3
Co	л	0.1 ± 0.0	0.1 ± 0.0	0.3 ± 0.0	н.о. ⁶	н.о.	0.1 ± 0
	ст	0.1 ± 0.0	н.о.	0.1 ± 0.0	н.о.	н.о.	н.о.
Ni	л	1.3 ± 0.1	1.3 ± 0.1	1.2 ± 0.1	1.9 ± 0.1	1.2 ± 0.1	1.1 ± 0.1
	ст	0.9 ± 0.0	1.1 ± 0.1	2.5 ± 0.1	1.5 ± 0.1	0.9 ± 0.0	2.2 ± 0.1
Cu	л	4.8 ± 0.3	5.5 ± 0.3	5.2 ± 0.3	6.0 ± 0.3	4.5 ± 0.2	4.8 ± 0
	ст	4.1 ± 0.2	4.6 ± 0.2	6.2 ± 0.3	10.5 ± 0.5	6.3 ± 0.3	5.2 ± 0.3
Zn	л	13 ± 1	24 ± 1	36 ± 2	16 ± 1	39 ± 2	63 ± 3
	ст	67 ± 3	45 ± 2	23 ± 1	73 ± 4	121 ± 6	34 ± 2
As	л	0.1 ± 0.0	1.0 ± 0.0	н.д.	0.5 ± 0.0	0.4 ± 0	н.д.
	ст	0.7 ± 0.0	0.4 ± 0.0	1.4 ± 0.04	0.9 ± 0.0	1.0 ± 0.0	0.2 ± 0.0
Br	л	2.1 ± 0.2	0.9 ± 0.1	37.8 ± 2.9	6.0 ± 0.5	1.5 ± 0.1	20.8 ± 1.6
	ст	0.4 ± 0.0	0.5 ± 0.0	35.1 ± 2.7	2.0 ± 0.2	0.4 ± 0.0	12.3 ± 0.9
Rb	л	5 ± 0	3 ± 0	9 ± 1	5 ± 0	2 ± 0	8 ± 1
	ст	3 ± 0	2 ± 0	3 ± 0	3 ± 0	1 ± 0	2 ± 0
Sr	л	141 ± 10	93 ± 7	274 ± 20	104 ± 7.5	43 ± 3	121 ± 9
	ст	100 ± 7	149 ± 11	64 ± 5	116 ± 8	144 ± 10	46 ± 3
Y	л	0.1 ± 0.0	0.6 ± 0.1	10.1 ± 1.2	0.1 ± 0.0	н.д.	2.2 ± 0.3
	ст	0.9 ± 0.1	0.9 ± 0.1	0.2 ± 0.0	н.д.	0.3 ± 0.0	0.3 ± 0.0
Zr	л	0.8 ± 0.1	0.6 ± 0.1	9.1 ± 1.5	0.5 ± 0.1	0.3 ± 0.0	0.9 ± 0.2
	ст	0.9 ± 0.1	0.6 ± 0.1	0.4 ± 0.1	0.6 ± 0.1	0.5 ± 0.1	0.4 ± 0.1
Nb	л	0.6 ± 0.1	0.3 ± 0.0	2.3 ± 0.2	0.3 ± 0.0	0.9 ± 0	0.1 ± 0.0
	ст	1.9 ± 0.2	0.1 ± 0.0	1.9 ± 0.2	1.0 ± 0.1	н.д.	1.2 ± 0.1
Mo	л	0.7 ± 0.1	0.3 ± 0.0	1.9 ± 0.3	2.0 ± 0.3	4.3 ± 0.6	3.6 ± 0.5
	ст	0.3 ± 0.0	0.2 ± 0.0	0.3 ± 0.0	0.8 ± 0.1	1.6 ± 0.2	0.4 ± 0.1
Pb	л	1.0 ± 0.1	1.7 ± 0.2	2.9 ± 0.4	1.1 ± 0.2	0.9 ± 0.1	1.5 ± 0.2
		1.8 ± 0.2	1.0 ± 0.0	2.0 ± 0.3	1.4 ± 0.2	1.3 ± 0.2	0.8 ± 0.1

Примечание: ¹ – *Spiraea chamaedryfolia*;² – *Spiraea media*;³ – *Myricaria bracteata*;⁴ – среднее значение ± стандартное отклонение;⁵ – н.д. означает, что нет данных;⁶ – н.о. означает – ниже предела обнаружения (0.01 ppm).

Таблица 4. Оценка экологического состояния растений родов *Spiraea* и *Myricaria*, произрастающих в г. Новосибирске

Виды	Zv
<i>Spiraea chamaedryfolia</i>	15.3
<i>Spiraea media</i>	38.4
<i>Myricaria bracteata</i>	65.7

Рассчитан коэффициент биогеохимической трансформации (Zv), отражающий нарушение нормальных соотношений элементов в органах растений в результате усиления антропогенной нагрузки. Наиболее существенные изменения элементного состава растений под антропогенным воздействием отмечены у растений вида *M. bracteata*, Zv листьев которого равно 65.7, что в 1.7–4.3 раза выше, чем у растений рода *Spiraea*. Наиболее устойчивы к антропогенному загрязнению растения *S. chamaedryfolia* (Zv = 15.3) (табл. 4). Поскольку более толерантной к загрязнению в городских условиях выделена *S. chamaedryfolia*, то может быть рекомендована для использования в качестве стандарта.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате проведенного исследования представлены данные по содержанию 20 элементов в урбанизированных и фоновых почвах г. Новосибирска. Отмечено превышение по содержанию Ca, Br, Sr, Cu, Zn, Zr и Mo в урбанизированных почвах по сравнению с фоном.

Установлено не менее 20 элементов в листьях и стеблях двух видов растений рода *Spiraea* — *S. chamaedryfolia* и *S. media* и *Myricaria bracteata*, произрастающих в условиях урбоэкосистемы и фоновых. В растениях под техногенной нагрузкой повышалась концентрация Ca, Ti, V, Fe, Co, Br, Sr, Y, Zr, Nb, Pb и снижалось содержание K, Zn и Mo по сравнению с фоном. Наиболее сильное загрязнение тяжелыми металлами в городских условиях отмечено у растений *M. bracteata*. Более высокие величины коэффициента биогеохимической трансформации (Zv) зафиксированы для листьев *M. bracteata*, что свидетельствует о более существенных изменениях в микроэлементном составе, чем для *Spiraea*. Наиболее толерантной к загрязнению в городских условиях выделена *S. chamaedryfolia*, которая может быть рекомендована для использования в качестве стандарта, а также использования в зеленом строительстве. Вид *M. bracteata* рекомендуется в качестве растения биоиндикатора загрязнения окружающей среды.

Авторы выражают благодарность Ольге Васильевне Чанкиной за выполнение анализов. Работа выполнена в рамках государственного задания ЦСБС СО РАН по проектам АААА-А21-121011290027-6 и АААА-А21-121011290025-2 с использованием УНУ коллекции живых растений ЦСБС СО РАН (CSBG SB RAS USU 440534) в ЦКП СЦСТИ на базе УНУ “Новосибирский ЛСЭ”, “Комплекс VERP-4 -VERP-2000” Института ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, поддержанное проектом RFMEFI62119X0022.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Rodrigues E.S., Gomes M.H.F., Duran N.M. et al. // Front. Plant Sci. 2018. V. 9. Art. No. 1588.
2. Trunova V.A., Sidorina A.V., Zolotarev K.V. // X-ray Spectrum. 2015. V. 44. No. 4. P. 226.
3. Piminov P.A., Baranov G.N., Bogomyagkov A.V. et al. // Phys. Procedia. 2016. V. 84. P. 19.
4. Дарьин А.В., Ракиун Я.В. // Науч. вестн. Новосиб. гос. техн. ун-та. 2013. № 2(51). С. 112.
5. Васильева И.Е., Шабанова Е.В. // ЖАХ. 2021. Т. 76. № 2. С. 99; Vasil'eva I.E., Shabanova E.V. // J. Analyt. Chem. 2021. V. 76. No. 2. P. 137.
6. Terzano R., Denecke M.A., Falkenberg G. et al. // Pure Appl. Chem. 2019. V. 91. No. 6. P. 1029.
7. Terekhina N.V., Ufimtseva M.D. // Geogr. Environ. Sustain. 2020. V. 13. No. 1. P. 224.
8. Чиндяева Л.Н., Томошевич М.А., Беланова А.П., Банаев Е.В. Древесные растения в озеленении сибирских городов. Новосибирск: Изд-во “Гео”, 2018. 457 с.
9. Луговская А.Ю., Храмова Е.П., Лях Е.М., Карпова Е.А. // Вест. СГУГиТ. 2020. Т. 25. № 1. С. 173.
10. Обзор состояния окружающей среды в городе Новосибирске за 2019 год. Новосибирск, 2020. 100 с.
11. Khramova E., Lyakh E., Chankina O. et al. // AIP Conf. Proc. 2020. V. 2299. Art. No. 070005.
12. Арнаутков Н.А. Стандартные образцы химического состава природных минеральных веществ. Методические рекомендации. Новосибирск, 1990. 220 с.
13. Касимов Н.С., Власов Д.В., Кошелева Н.Е., Никифорова Е.М. Геохимия ландшафтов Восточной Москвы. М.: АПР, 2016. 276 с.
14. Конарбаева Г.А. // Мат. всерос. научн. конф. с международ. участием “Почвы в биосфере” (Томск, 2018). С. 269.
15. Ильин В.Б., Сысо А.И. Микроэлементы и тяжелые металлы в почвах и растениях Новосибирской области. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2001. 231 с.
16. Ильин В.Б., Сысо А.И., Байдина Н.Л. и др. // Почвоведение. 2003. № 5. С. 550.
17. Семендяева Н.В., Галеева Л.П., Мармулев А.Н. Почвы Новосибирской области и их сельскохозяйственное использование: учеб. пособие. Новосибирск: НГАУ, 2010. 187 с.

SR-XRFA in research of Siberian shrubs of the urban ecosystem

E. M. Lyakh^{a, *}, E. P. Khramova^a, A. Yu. Lugovskaya^{a, b}, Ia. V. Rakshun^c, D. S. Sorokoletov^c

^a *Central Siberian Botanical Garden of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630090 Russia*

^b *Siberian State University of Geosystems and Technologies, Novosibirsk, 630090 Russia*

^c *Budker Institute of Nuclear Physics of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630090 Russia*

**e-mail: llyakh@rambler.ru*

A study has been first made of the element composition of the plants of three species of two genus *Spiraea* and *Myricaria*, growing in the Novosibirsk Urban Ecosystem and the soil samples from their habitat by method of Xray fluorescence analysis using synchrotron radiation (SR-XRFA). The most severe heavy metal pollution in urban conditions was noted in *Myricaria bracteata* plants. The species *Spiraea chamaedryfolia*, the most tolerant to pollution in urban conditions may be recommended as a standard and *M. bracteata* is recommended as a bioindicator plant for environmental pollution. The data obtained on the elemental composition of plant samples and soils may be included in the databases.

УДК 543.427.4:581.192

РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ АНАЛИЗ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ В БОТАНИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ: ЭЛЕМЕНТНЫЙ СОСТАВ РАСТЕНИЙ ИЗ ГОРНОГО АЛТАЯ (СЕМ. FABACEAE)

© 2023 г. Е. П. Храмова¹, *, С. Я. Сыева², Я. В. Ракшун³, Д. С. Сороколетов³

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

“Центральный сибирский ботанический сад Сибирского отделения Российской академии наук”, Новосибирск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное научное учреждение

“Федеральный Алтайский научный центр агробиотехнологий”, Барнаул, Россия

³Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

“Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

*E-mail: khramova@ngs.ru

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

Впервые проведены исследования элементного состава надземных органов растений — *Oxytropis argentata*, *Astragalus tibetanus* и *Caragana Bungei* (сем. Fabaceae), произрастающих в Чуйской котловине Горного Алтая, и почв из их местообитаний методом рентгенофлуоресцентного анализа с использованием синхротронного излучения. Отмечена связь накопления элементов с видовой принадлежностью растений, жизненной формой, условиями произрастания. Полученные данные по элементному составу растительных образцов и почв могут быть включены в базы данных.

DOI: 10.31857/S0367676522701265, EDN: ABLTMT

ВВЕДЕНИЕ

Бобовые (Fabaceae) представляют лекарственную, пищевую, кормовую, декоративную ценность. Кроме того, их представители в любом растительном сообществе способны активно обогащать почву доступным для растений азотом. Поэтому даже редкие в растительном сообществе виды бобовых могут быть важным элементом устойчивости и поддержания биоразнообразия в биоценозах и служить высокопитательным кормом для животных.

Высокогорная зона в Республике Алтай занимает значительную часть, которая представлена в основном сухостепными, пустынными и полупустынными экосистемами. Растительность этих экосистем традиционно использует коренное население в качестве пастбищ, которые являются основой кормовой базы для скотоводства [1]. Для сохранения и устойчивого использования растительных ресурсов горной экосистемы исследование хозяйственно-ценных растений, в том числе их элементного состава, становится актуальной задачей. Растения способны контролировать

свой химический состав, благодаря биологической избирательности в отношении химических элементов. Для оценки роли каждого химического элемента в жизни растений необходимо определять его валовое содержание и локальные формы присутствия, участвующие в процессах переноса, метаболизма и накопления [2].

Сведения о составе и содержании макро- и микроэлементов у представителей Бобовых, обитающих в межгорной Чуйской котловине, расположенной в Юго-Восточном Алтае на высоте 1700–1900 м над уровнем моря, практически отсутствуют. Растения семейства в Чуйской котловине представлены в разных жизненных формах — кустарниковой и травянистой. *Oxytropis argentata* (Pallas) Pers (остролодочник серебристый) и *Astragalus tibetanus* Benth. Ex Bunge (астрагал тибетский) — многолетние травянистые растения, *Caragana Bungei* Ledeb. (карагана Бунге) — кустарник [3].

Для исследования химического состава растений и почв используются различные спектроскопические методы, при этом многим из них присущ ряд ограничений и недостатков, особенно в

части требований к пробоподготовке и пространственному разрешению. Применение специализированных синхротронных установок позволяет использовать особые свойства синхротронного излучения в качестве исследовательского инструмента в определении минеральных и загрязняющих веществ в образцах окружающей среды [4–6]. Аналитические возможности многоэлементного рентгенофлуоресцентного анализа с синхротронным излучением (РФА СИ) успешно используются в анализе растительных материалов, о чем свидетельствуют многочисленные исследования в фундаментальных и прикладных науках [7–10]. Основная проблема применения метода РФА заключается в необходимости при градуировании использовать достаточно большое число разнообразных стандартных образцов (СО), адекватных по составу анализируемым объектам [11]. Как отмечают И.Е. Васильева и Е.В. Шабанова (2021), что, несмотря на огромное разнообразие видов растений, общее число стандартных образцов растений чрезвычайно мало по сравнению, например, с числом СО сырья и продуктов в металлургической промышленности [11]. Поэтому поиск оптимальных растительных образцов сравнения (стандартов) может послужить решению проблемы применения метода РФА СИ в ботанических исследованиях.

Цель работы заключалась в выявлении особенностей состава и содержания элементов в надземных органах растений сем. Fabaceae разных видов и жизненных форм, установлении видов с высоким содержанием макро- и микроэлементов и оценке возможности использования растительных образцов в качестве стандартов.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Материалом исследования служили образцы многолетних травянистых растений — *Oxytropis argentata* (остролодочник серебристый) и *Astragalus tibetanus* (астрагал тибетский) и кустарника — *Caragana Bungei* (карагана Бунге). Образцы растений собраны в Чуйской степи в Кош-Агачском районе Республики Алтай в июле 2020 г. *O. argentata* и *A. tibetanus* произрастали в злаково-остролодочниковой ассоциации в комплексной степи с засолением на высоте 1804 м над уровнем моря (N 49.92669 E 88.84287), *C. Bungei* — в окрестности с. Кош-Агач на высоте 1760 м над уровнем моря (N 50.01888 E 88.64833). Анализировались листья, стебли, репродуктивные органы растений и почвы из точек отбора образцов. Средний образец составляли из 5–10 особей. Образцы почвы взяты из корнеобитаемого слоя (10–25 см) методом “конверта”.

Навеску воздушно-сухого растительного сырья и почв (1 г) измельчали в агатовой ступке. Затем образцы прессовались в форме таблетки диа-

метром ~1 см, массой 30 мг. Определение элементов проводилось методом РФА СИ на станции элементного анализа (накопитель ВЭПП-3) Сибирского Центра Синхротронного и Терагерцового Излучения ИЯФ СО РАН. Измерения образцов проводились при энергии возбуждающего излучения 23 кэВ, время каждого измерения составляло от 300 до 500 с для растительных и почвенных навесок. Основные характеристики экспериментальной станции и методические аспекты работы представлены в публикациях [12–14].

Обработка полученных спектров проводилась в программе AXIL для флуоресцентных спектров. Форма линии в ней описывается при помощи кривой Гаусса. Расчет спектров осуществляется при помощи нелинейного метода наименьших квадратов. Концентрация элементов была определена с использованием метода “внешнего стандарта”. В качестве образцов сравнения использовали российские стандарты траво-злаковой смеси ГСО СОРМ1 и байкальского ила ГСО БИЛ-1 [15]. Пределы обнаружения (C_{min}) и относительное стандартное отклонение (S_r) рассчитывалось путем измерения 10 параллельных измерений стандартного образца СОРМ1 и 5 — образца БИЛ-1 в 3-х повторностях (табл. 1). Как видно из табл. 1, значения C_{min} варьируются в зависимости от элемента и используемого стандартного образца. В целом, заметно снижение пределов обнаружения при переходе от легких элементов (К) к более тяжелым (Рb).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В результате исследования надземных органов растений трех видов и почв из точек их отбора установлено содержание не менее 20 элементов (табл. 2 и 3).

Сравнительный анализ почв выявил превышение по содержанию Са (62284 ppm) и Вг (18 ppm) в точке отбора травянистых растений и As (50 ppm) — в точке отбора *C. Bungei*, содержание остальных элементов варьировало не значительно (табл. 2).

Исследование содержания макро- и микроэлементов в надземных органах изучаемых растений показало, что для большинства элементов максимально обнаруженные концентрации не превышают верхние границы диапазонов содержания этих элементов, приведенных в литературе [16, 17]. Концентрация К у травянистых возрас- тала в ряду листья > стебли > бобы, а Са, напротив, снижалась (табл. 3). У кустарников наблюдалась обратная тенденция: содержание Са выше в стеблях, чем в листьях, содержание К при этом оставалось без изменений. В целом, более высокое содержание макроэлементов (К + Са) установлено

Таблица 1. Пределы обнаружения (C_{min}) при энергии возбуждения 23 кэВ для российских стандартов ГСО СОМ 1 и БИЛ-1, ppm

Элементы	СОМ 1		БИЛ-1	
	C_{min}	$S_r, \%^1$	C_{min}	$S_r, \%$
K	27	10	206	6
Ca	13	11	106	8
Ti	3	26	31	5
V	0.1	19	8	8
Cr	1.9	64	6	6
Mn	0.9	9	8	4
Fe	0.6	8	5	4
Co	0.03	36	0.3	9
Ni	0.3	39	3	4
Cu	0.15	14	2	5
Zn	0.2	12	1	5
As	н.а. ²	—	1	3
Br	0.05	11	0.4	8
Rb	0.07	11	0.3	9
Sr	0.1	12	0.3	7
Y	0.6	29	0.4	12
Zr	0.5	58	0.3	16
Nb	1.4	40	0.3	9
Mo	0.07	10	0.1	14
Pb	0.05	35	0.5	14

¹ — S_r — относительное стандартное отклонение;² — н.а. — концентрация химического элемента не аттестована.

в листьях *O. argentata* (38769 ppm), низкое — в стеблях *A. tibetanus* (16478 ppm).

Суммарное содержание микроэлементов максимально в стеблях *C. Bungei* и бобах *A. tibetanus* (590 — 588 ppm), минимально — в листьях *C. Bungei* (376 ppm). По повышенному содержанию Mn (77 ppm) выделяются листья, а Fe (371 ppm), Br и Cr (6.2 ppm) — стебли *C. Bungei*. В листьях *O. argentata* преимущественно накапливается Sr (205 ppm), в стеблях *A. tibetanus* — Zn (46 ppm), Ni (11 ppm) и Cu (8 ppm). В листьях и стеблях травянистых содержание Rb в 2–3 раза выше, чем у кустарника. Отмечено повышенное содержание Mo в надземных органах травянистых до 2.4 ppm в листьях и стеблях *O. argentata* и 2.6 ppm в бобах *A. tibetanus*, что, вероятно, связано с доступностью Mo растениям на карбонатных почвах и находит подтверждение в литературных источниках [16]. В листьях и стеблях *C. Bungei* содержание Mo на 2 математических порядка ниже, чем у *O. argentata*.

Отмечен сдвиг в соотношении содержания некоторых элементов. Значение Fe/Mn изменяется от 2.3 в листьях кустарников до 6–7 — в травах. Значение Ca/Sr во всех образцах выше 100, что считается нормой, но у кустарника *C. Bungei* оно максимально и достигает 255. Величина K/Rb варьирует от 340–660 в надземных органах трав и до 3344 у кустарников, что, возможно, связано с ви-

Таблица 2. Содержание элементов в почве из точек отбора растений в Горном Алтае (K, Ca, Fe даны в мг/г от сухой массы, остальные элементы — мг/кг)

Элементы	Точки отбора образцов		ПДК* [16], кларк** [17]
	1 ¹	2	
K	14 ± 1 ²	17 ± 1	25**
Ca	38 ± 3	62 ± 5	30**
Ti	3253 ± 163	2514 ± 126	5000*
V	94 ± 5	59 ± 3	100**
Cr	49 ± 2	30 ± 2	200**
Mn	675 ± 34	639 ± 32	1500*
Fe	29 ± 1	24 ± 1	38**
Co	12 ± 1	11 ± 1	5*
Ni	25 ± 3	29 ± 3	85*
Cu	26 ± 2	19 ± 1	55*
Zn	52 ± 4	70 ± 5	100*
As	50 ± 4	4.7 ± 0.4	2*
Br	1.0 ± 0.1	18.2 ± 1.8	5**
Rb	59 ± 7	77 ± 9	60**
Sr	160 ± 21	236 ± 31	300**
Y	18 ± 3	21 ± 3	50**
Zr	80 ± 16	120 ± 24	300**
Nb	5 ± 2	11 ± 3	10**
Mo	0.3 ± 0.1	0.3 ± 0.1	2**
Pb	13 ± 1	18 ± 2	32*

¹Местообитание растений: 1 — *Caragana Bungei*; 2 — *Oxytropis argentata* и *Astragalus tibetanus*.²Среднее значение ± стандартное отклонение.

Таблица 3. Содержание элементов в надземных органах растений сем. Fabaceae из Горного Алтая (ppm на воздушно-сухую массу)

Элемент	<i>Oxytropis argentata</i>			<i>Astragalus tibetanus</i>			<i>Caragana Bungei</i>	
	листья	бобы	стебли	листья	бобы	стебли	листья	стебли
K	7729 ± 386 ¹	13870 ± 693	8020 ± 401	5982 ± 299	14810 ± 740	5387 ± 269	16003 ± 800	15944 ± 797
Ca	31041 ± 2483	4800 ± 384	11057 ± 885	24080 ± 1926	9849 ± 788	11091 ± 887	17837 ± 1427	21347 ± 1708
Ti	4 ± 0	9 ± 1	24 ± 1	4 ± 0	22 ± 1	10 ± 1	5 ± 0	24 ± 1
V	0.4 ± 0.0	0.1 ± 0.0	0.4 ± 0.0	0.2 ± 0.0	0.1 ± 0.0	0.1 ± 0.0	0.4 ± 0.0	0.3 ± 0.0
Cr	3.4 ± 0.2	1.6 ± 0.1	3.9 ± 0.2	1.5 ± 0.1	1.0 ± 0.1	3.2 ± 0.2	1.5 ± 0.1	6.3 ± 0.3
Mn	43 ± 2	18 ± 1	26 ± 1.3	36 ± 2	27 ± 1	21 ± 1	77 ± 3.9	36 ± 2
Fe	260 ± 13	177 ± 9	300 ± 15.0	258 ± 13	381 ± 19	218 ± 11	178 ± 8.9	371 ± 19
Co	0.1 ± 0.0	н.о. ²	0.1 ± 0.0	0.1 ± 0.0	0.1 ± 0.0	0.1 ± 0.0	0.1 ± 0.0	0.1 ± 0.0
Ni	4.4 ± 0.4	14.6 ± 1.5	5.8 ± 0.6	5.0 ± 0.5	12.1 ± 1.2	11.4 ± 1.1	2.1 ± 0.2	6.6 ± 0.7
Cu	4.2 ± 0.3	4.7 ± 0.3	3.6 ± 0.2	5.8 ± 0.3	5.7 ± 0.3	8.1 ± 0.5	5.3 ± 0.3	5.3 ± 0.3
Zn	16 ± 1	31 ± 2	17 ± 1	38 ± 3	44 ± 3	46 ± 3	23 ± 2	28 ± 2
As	0.2 ± 0.0	0.2 ± 0.0	0.3 ± 0.0	0.3 ± 0.0	0.2 ± 0.0	0.4 ± 0.0	0.2 ± 0.0	0.4 ± 0.0
Br	2.5 ± 0.2	1.0 ± 0.1	1.6 ± 0.2	1.2 ± 0.1	1.3 ± 0.1	2.0 ± 0.2	2.2 ± 0.2	6.2 ± 0.6
Rb	19 ± 2	31 ± 4	18 ± 2	11 ± 1	22 ± 3	16 ± 2	6 ± 1	5 ± 1
Sr	205 ± 27	34 ± 4	113 ± 14.7	130 ± 17	56 ± 7.3	95 ± 12	70 ± 9.1	91 ± 12
Y	2.1 ± 0.3	0.3 ± 0.0	2.0 ± 0.3	0.6 ± 0.1	2.0 ± 0.3	н.д. ³	0.2 ± 0.0	0.7 ± 0.1
Zr	10.4 ± 2.1	3.3 ± 0.7	9.0 ± 1.8	5.0 ± 1.0	7.1 ± 1.4	3.3 ± 0.7	3.7 ± 0.7	7.0 ± 1.4
Nb	1.6 ± 0.5	0.3 ± 0.1	1.6 ± 0.5	0.7 ± 0.2	2.7 ± 0.8	0.5 ± 0.1	0.2 ± 0.1	1.5 ± 0.4
Mo	2.3 ± 0.7	2.1 ± 1	2.4 ± 0.7	0.9 ± 0.3	2.6 ± 0.8	1.2 ± 0.4	н.о.	0.1 ± 0.0
Pb	1.0 ± 0.1	0.8 ± 0.1	1.4 ± 0.1	1.2 ± 0.1	1.0 ± 0.1	1.6 ± 0.2	0.9 ± 0.1	1.7 ± 0.2

¹Среднее значение ± стандартное отклонение;²н.о. — концентрация элемента ниже предела обнаружения (0.01 ppm);³н.д. — нет данных.

довой принадлежностью и условиями произрастания.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Впервые получены достоверные данные по содержанию 20 элементов в надземных органах *O. argentata*, *A. tibetanus* и *C. Bungei* и почвах из их местообитаний в Чуйской котловине. Метод РФА СИ применим для определения элементов в растениях и почвах, обеспечивает получение новых аналитических данных, которые подтверждены российскими стандартными образцами травозлаковой смеси и байкальского ила. Отмечена связь накопления элементов с видовой принадлежностью растений, жизненной формой, органа, условиями произрастания. Полученные данные по элементному составу растительных образцов и почв могут быть включены в базы данных.

Авторы выражают благодарность Ольге Васильевне Чанкиной за выполнение анализов. Работа выполнена в рамках государственного задания ЦСБС СО РАН по проекту AAAA-A21-

121011290025-2 при частичной поддержке Российского фонда фундаментальных исследований и Республики Алтай (проект № 20-44-040002-р а). В работе использовалось оборудование ЦКП “СЦСТИ” на базе УНУ “Новосибирский ЛСЭ”, “Комплекс ВЭПП-4 – ВЭПП-2000” в ИЯФ им. Г.И. Будкера СО РАН, поддержанное проектом RFME-FI62119X0022.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Суртаева Л.И., Федоров Ю.Н., Шевченко С.А. и др. // Мат. VIII Междунар. научно-практ. конф. “Актуальные проблемы сельского хозяйства горных территорий” (Горно-Алтайск, 2021). С. 34.
2. Васильева И.Е., Шабанова Е.В. // Эталоны. Стандарт. образцы. 2021. Т. 17. № 2. С. 33.
3. Красноторов И.М., Артемов И.А. Определитель растений Республики Алтай. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2012. 701 с.
4. Lombi E., Susini J. // Plant Soil. 2009. V. 320. P. 1.
5. Vanhoof C., Bacon J.R., Ellis A.T. et al. // J. Analyt. Atom. Spectrom. 2019. V. 34. P. 1750.

6. Singh V.K., Kawai J., Tripathi D.K. X-ray fluorescence in biological sciences: Principles, instrumentation, and applications. Wiley, 2022. 688 p.
7. Ендонова Г.Б., Анцупова Т.П., Чупарина Е.В., Айсуева Т.С. // Изв. Иркутск. гос. ун-та. Сер. Биология. Экология. 2016. Т. 16. С. 37.
8. Ревенко А.Г., Шарыкина Д.С. // Аналитика и контроль. 2019. Т. 23. № 1. С. 6.
9. Rodrigues E.S., Gomes M.H.F., Duran N.M. et al. // Front. Plant Sci. 2018. V. 9. Art. No. 1588.
10. Montanha G.S., Rodrigues E.S., Marques J.P.R. et al. // Metallomics. 2020. V. 12. P. 183.
11. Васильева И.Е., Шабанова Е.В. // ЖАХ. 2021. Т. 76. № 2. С. 99; Vasil'eva I.E., Shabanova E.V. // J. Analyt. Chem. 2021. V. 76. No. 2. P. 137.
12. Trunova V.A., Sidorina A.V., Zolotarev K.V. // X-ray Spectrometry. 2015. V. 44. No. 4. P. 226.
13. Piminov P.A., Baranov G.N., Bogomyagkov A.V. et al. // Phys. Procedia. 2016. V. 84. P. 19.
14. Дарьин А.В., Ракиун Я.В. // Науч. вестн. Новосиб. гос. техн. ун-та. 2013. № 2(51). С. 112.
15. Арнаутков Н.А. Стандартные образцы химического состава природных минеральных веществ. Методические рекомендации. Новосибирск, 1990. 220 с.
16. Kabata-Pendias A. Trace elements in soils and plants. Boca Raton: CRC Press/Taylor & Francis Group, 2010. 548 p.
17. Васильева И.Е., Шабанова Е.В. // Аналитика и контроль. 2019. Т. 23. № 3. С. 298.
18. Битюцкий Н.П. Микроэлементы высших растений. СПб: СПбГУ, 2020. 368 с.

SR-XRFA in botanical research: the element composition of the Altai Mountain plants (family Fabaceae)

E. P. Khramova^{a, *}, S. Ya. Syeva^b, Ya. V. Rakshun^c, D. S. Sorokoletov^c

^a Central Siberian Botanical Garden of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630090 Russia

^b Federal Altai Scientific Center of Agrobiotechnologies, Barnaul, 656910 Russia

^c Budker Institute of Nuclear Physics of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630090 Russia

*e-mail: khramova@ngs.ru

A study has been made for the first time on the element composition of both the plants of three species, growing in the Chuyskaya Basin of Altai Mountain, and the samples of soil from their habitat using the method of X-ray fluorescence analysis, involving synchrotron radiation (SR-XRFA). The accumulation of elements depends on plant species, life form and growing conditions. The data obtained on the elemental composition of plant samples and soils can be included in databases.

УДК 541.6:541.49

ОСОБЕННОСТИ XANES СПЕКТРОВ ВБЛИЗИ Cl К-КРАЯ В КОМПЛЕКСАХ ПЕРЕХОДНЫХ МЕТАЛЛОВ $\{MCl_6\}^{n-}$ (M = Rh, Pd, Re, Os, Ir, Pt)

© 2023 г. А. Д. Федоренко^{1, *}, И. П. Асанов¹, Т. И. Асанова¹, Д. Б. Васильченко¹,
А. Д. Николенко^{2, 3, 4}, П. А. Пиминов^{3, 4}, К. Ю. Карюкина^{3, 4}

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт неорганической химии имени А.В. Николаева Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Федеральный исследовательский центр “Институт катализа имени Г.К. Борескова
Сибирского отделения Российской академии наук”, Новосибирск, Россия

³Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

⁴Центр коллективного пользования “Сибирский кольцевой источник фотонов”
филиал Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федеральный исследовательский центр
Институт катализа имени Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук, Кольцово, Россия

*E-mail: fedorenko@niic.nsc.ru

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

Получены Cl К-края широкого ряда хлоридов 4d- и 5d-переходных металлов $\{MCl_6\}^{n-}$ (M = Rh, Pd, Re, Os, Ir, Pt) с использованием станции “Космос” ускорительного комплекса ВЭПП-4. Совместное применение экспериментальных рентгеновских и теоретических методов позволило определить величину спин-орбитального взаимодействия (СОВ) в зависимости от переходного металла. Проведен анализ особенностей Cl К-края с учетом и без СОВ, а также при растяжении и сжатии комплексов.

DOI: 10.31857/S0367676522701253, EDN: ABHSZL

ВВЕДЕНИЕ

В последнее время внимание исследователей все больше привлекают соединения 5d-переходных металлов, демонстрирующие экзотические магнитные свойства из-за наличия сильного спин-орбитального взаимодействия (СОВ), энергия которого сравнима с кулоновской энергией и энергией стабилизации кристаллическим полем [1–3]. Баланс этих взаимодействий приводит к разнообразию физических свойств, таких как наличие перехода металл–диэлектрик типа Мотта–Хаббарда [4, 5], аномальный и спиновый эффекты Холла [6, 7], эффект Рашбы [8], образование скирмионов [9] и другие эффекты, связанные со взаимодействием Китаева [10].

Наиболее изученные соединения являются оксиды переходных металлов [4, 11, 12], но в последнее время активно ведутся работы и по исследованию хлоридов и хлорсодержащих соединений переходных металлов, таких как K_2IrCl_6 [13],

$OsCl_3$ [14], $ZrCl_3$ [15], $RuCl_3$ [16], Cs_2TaCl_6 и Rb_2TaCl_6 [17] и др. В данных работах показано, что одним из важных аспектов, влияющих на магнитные свойства, является взаимодействия лигандов с атомами переходных металлов. Метод тонкой ближней структуры рентгеновской спектроскопии поглощения (БС РСП или XANES) позволяет изучить изменение электронной структуры и активно используется для исследования 4d- и 5d-переходных металлов [16, 18–20]. Для XANES спектров на краях атомов лиганда показано, что интенсивность предкраевых особенностей сильно зависит от степени гибридизации орбиталей лиганда и центрального металла [21, 22]. Стоит отметить, что L_3 -края металлов не имеют такую разрешенную предкраевую структуру.

Таким образом, спектры XANES Cl К-края хлоридов переходных металлов могут быть эффективным инструментом для исследования взаимодействий хлора с центральным атомом метал-

ла. Для исследования химической связи лиганд-металл и влияния спин-орбитального взаимодействия на структуру спектров XANES Cl К-края выбран ряд изолированных октаэдрических хлоридов переходных металлов $\{MCl_6\}^{n-}$ ($M = Rh, Pd, Re, Os, Ir, Pt$), так как в данных соединениях не наблюдаются обменные взаимодействия между металлоцентрами. Для изучения влияния эффекта Яна–Теллера и спин-орбитального взаимодействия на пространственную, электронную структуру и форму предкраевой особенности спектров XANES Cl К-края проведены квантово-химические расчеты многоконфигурационными методами.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Образцы синтезированы по стандартной методике, описанной в литературе [23–26]. Образцы представляют собой порошки, которые перед XANES исследованиями были охарактеризованы методами РФА и РФЭС.

Измерения рентгеновских Cl К-краев поглощения соединений $(NH_4)[OsCl_6]_{0.5}[PtCl_6]_{0.5}$, $(NH_4)_2[OsCl_6]$, $K_2[IrCl_6]$, $(NH_4)_3[IrCl_6]$, $(NH_4)_3[RhCl_6]$, $[Pd(NH_3)_4][OsCl_6]$ и $[Pt(NH_3)_4][OsCl_6]$ проведены в флуоресцентном режиме с помощью прецизионного кремниевоего фотодиода SPD [27] на канале “Космос” на накопителе ВЭПП-4М ИЯФ СО РАН [28, 29]. Ток пучка в кольце накопителя составлял около 5–10 мА при энергии 3.0 ГэВ. Использовался двухкристальный монохроматор Si(111) с энергетическим разрешением $(\Delta E/E) = 1 \cdot 10^{-4}$. Измерения проводились в высоком вакууме $\sim 10^{-5}$ мбар. Спектры были отнормированы на ток пучка синхротрона, чтобы скорректировать потерю интенсивности во время измерений, а также на опорный спектр, который учитывает изменение интенсивности падающего излучения разной энергии. Спектры обрабатывались с использованием программного пакета Athena. Калибровка энергий первоначально осуществлялась по глитчу монохроматора в области 54°, более точная калибровка проводилась по краю хлора для NaCl с энергией 2824.92 эВ. Следует отметить, что XANES спектры вблизи Cl К-края были впервые получены на станции “Космос” синхротрона ВЭПП-4М ИЯФ СО РАН, что является нетривиальной задачей из-за сильного поглощения воздухом рентгеновского излучения в области 2.1–4.0 кэВ.

XANES спектры Cl К-краев ряда соединений $[Pd(NH_3)_4][ReCl_6]$, $[Pt(NH_3)_4][ReCl_6]$, $K_2[PdCl_6]$, $K_2[PtCl_6]$ были получены ранее [30] на станции HIKE (канал КМС-1, синхротрон BESSY II, Германия), используя R-4000 Gammadata Scienta AB анализатор электронов [31]. Все спектры измерялись по полному выходу фотоэлектронов.

Оптимизация геометрии изолированных хлоридов $\{MCl_6\}^{n-}$ проводилась в ADF2021 [32] методом B3LYP/ZORA-TZP [33–36] с учетом и без COB [37, 38]. Для характеристики химической связи использовался анализ плотности заселенности перекрывания (ПЗП) орбиталей лиганда и металла [39], реализованный в ADF2021 (B3LYP/TZ2P). Положительное значение ПЗП соответствует связывающим орбиталам, а отрицательное — разрыхляющим. Для расчета молекулярных диаграмм использовался программный пакет Orca 5.0.3 [40], метод SA-CASSCF с активным пространством CAS($n,5$) (n — число электронов на d -орбиталях), базис DKH-def2-TZVPP [41, 42] для хлора и Sapporo-DKH3-TZP для осмия [43]. Скалярные релятивистские эффекты учитывались в приближении DKH [44], спин-орбитальные взаимодействия учитываются с помощью QDPT [45]. Учет динамических корреляций проводилось с помощью метода NEVPT2 [46]. Для расчета энергий расщепления d -орбиталей в поле лигандов использовали метод AILFT [47]. Для ускорения вычислений использовалось приближение RI [48]. Рентгеновские переходы $1s \rightarrow p$ рассчитывались с использованием метода DFT/ROCIS с учетом и без COB [48, 49], реализованного в программном пакете Orca 5.0.3.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Одним из важнейших факторов, определяющих уникальные физические свойства, в частности магнитных взаимодействий, соединений $5d$ -переходных металлов, особенно для систем с частично заполненными d -орбиталями, является спин-орбитальное взаимодействие [51]. В настоящей работе мы уделили внимание $5d$ -переходным металлам с различным числом электронов на d -оболочке, от 3 до 6. Для изучения влияния COB на геометрические параметры, такие как длины связи, была проведена оптимизация геометрии в программном пакете ADF с учетом и без COB изолированных хлоридов $\{MCl_6\}^{n-}$ (где $M = Rh, Pd, Re, Os, Ir, Pt$, n — число электронов на d -орбиталях). В ADF реализована возможность оптимизации геометрии с использованием двухкомпонентного релятивистского метода регулярного приближения нулевого порядка (Zero Order Regular Approximation, ZORA) с учетом скалярных релятивистских эффектов (SR ZORA) и спин-орбитальных взаимодействий (full ZORA) [38]. Сравнение с четырехкомпонентными релятивистскими методами, такими как (4c-DFT), показали, что метод ZORA дает надежные параметры для геометрической и электронной структуры тяжелых элементов [52].

Различия между оптимизированными структурами изолированных хлоридов $5d$ -переходных

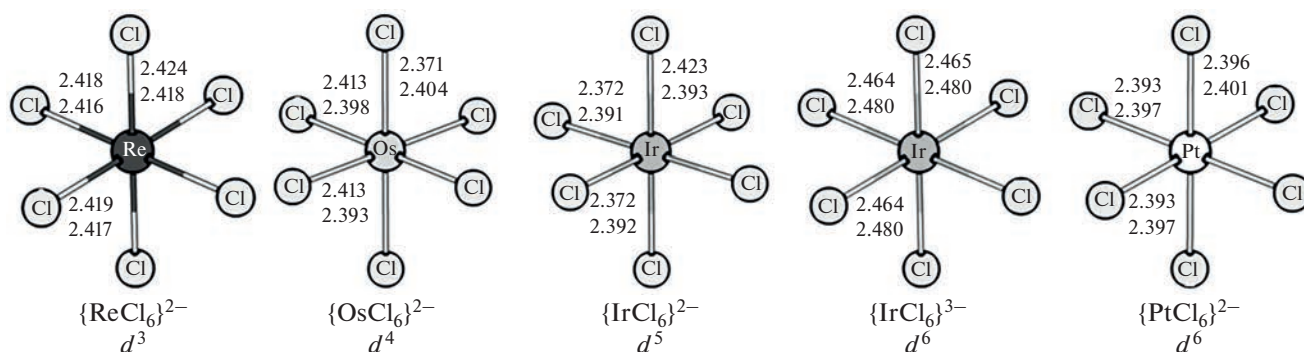


Рис. 1. Геометрические параметры изолированных хлоридов $5d$ -переходных металлов без учета СОВ (цифры сверху) и с учетом СОВ (цифры внизу).

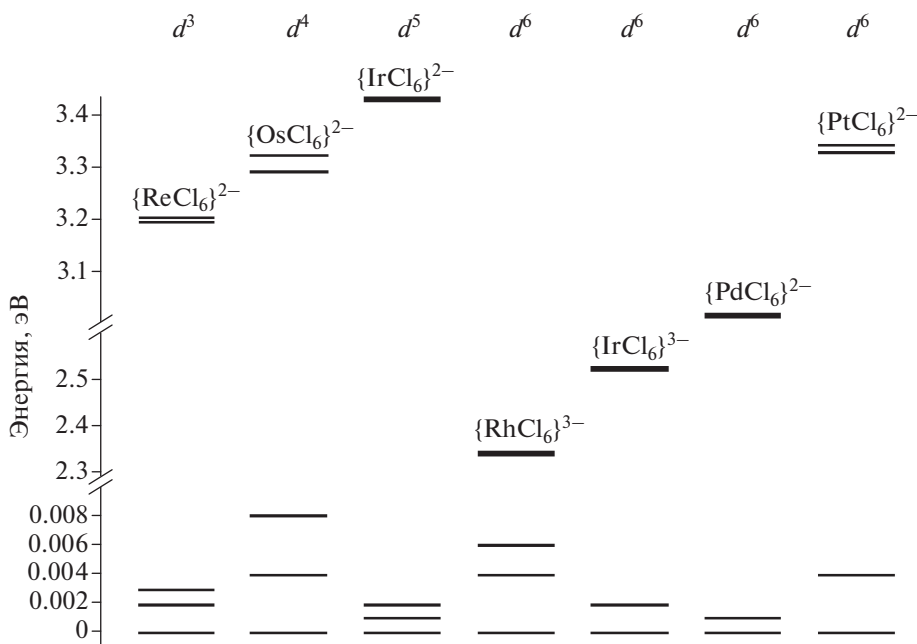
металлов с учетом и без учета СОВ зависят от числа электронов на d -орбиталях (рис. 1, табл. 1). Так для конфигурации d^3 , реализованной в $\{\text{ReCl}_6\}^{2-}$, происходит укорочение связи Cl–Re вдоль оси z при этом остальные связи практически не изменяются, таким образом длина всех связей Cl–Re становится очень близкой и лежит в пределах 2.416–2.418 Å. Для $\{\text{OsCl}_6\}^{2-}$ (конфигурации d^4) наоборот наблюдается удлинение связей Cl–Os вдоль оси z и уменьшение в других осях, при этом связи вдоль оси z становятся длиннее на 0.03 Å, что приводит к структуре искаженного октаэдра, вытянутого вдоль оси z . В случае $\{\text{IrCl}_6\}^{2-}$ (конфигурации d^5) происходит укорочение связи Cl–Ir вдоль оси z и удлинение в других направлениях, таким образом все связи Cl–Ir лежат в пределах 2.391–2.393 Å. В случае систем с полностью заполненными t_{2g} -орбиталями с конфигурацией d^6 , таких как хлориды $\{\text{IrCl}_6\}^{3-}$ и $\{\text{PtCl}_6\}^{2-}$ расстояния Cl–металл немного возрастают на 0.004–0.006 Å при учете СОВ. В случае $4d$ -переходных металлов с конфигурацией d^6 происходят аналогичные изменения, как и в хлоридах $5d$ -металлов, однако

изменения длин связи не превышают 0.002 Å для $\{\text{RhCl}_6\}^{3-}$.

Еще одним мощным инструментом изучения характера электронной структуры данных комплексов является теория кристаллического поля (рис. 2). Для идеальной октаэдрической симметрии, пятикратно вырожденная d -орбиталь переходных металлов под действием кристаллического поля лигандов расщепляется на три более низко энергетические орбитали t_{2g} и две более высоко энергетические орбитали e_g . В случае $4d$ - и $5d$ -переходных металлов, d -орбитали становятся более протяженными, при этом энергия спаривания электронов становится меньше энергии расщепления кристаллическим полем. Таким образом для $4d$ - и $5d$ -металлов стабилизируется низкоспиновое состояние. В низкоспиновом состоянии электроны сначала занимают три t_{2g} -орбитали, для которых матричный элемент спин-орбитального взаимодействия совпадает с таковым для p -электронов, что позволяет описывать t_{2g} -состояния эффективным орбитальным моментом равным 1. В изучаемом ряду комплексов наибольшее расщепление кристаллическим полем наблюда-

Таблица 1. Оптимизированные средние расстояния с учетом (R_{COV}) и без учета СОВ (R), константы СОВ (ξ), параметр расщепления кристаллическим полем (Δ) и энергия взаимодействия между электронами (J_{H}) для изолированных хлоридов

Соединение	Конфигурация	R , Å	R_{COV} , Å	ξ , эВ	Δ , эВ	J_{H} , эВ
$\{\text{ReCl}_6\}^{2-}$	d^3	2.420	2.417	0.33	3.20	0.41
$\{\text{OsCl}_6\}^{2-}$	d^4	2.399	2.398	0.37	3.32	0.40
$\{\text{IrCl}_6\}^{2-}$	d^5	2.389	2.392	0.41	3.44	0.38
$\{\text{RhCl}_6\}^{3-}$	d^6	2.466	2.468	0.14	2.35	0.52
$\{\text{IrCl}_6\}^{3-}$	d^6	2.465	2.480	0.44	2.52	0.48
$\{\text{PdCl}_6\}^{2-}$	d^6	2.391	2.391	0.12	3.02	0.24
$\{\text{PtCl}_6\}^{2-}$	d^6	2.394	2.398	0.41	3.34	0.31

Рис. 2. Диаграмма d -орбиталей в рамках теории кристаллического поля.

ется для $\{\text{IrCl}_6\}^{2-}$, имеющим наименьшие длины связи Cl—Ir (табл. 1). Затем параметр расщепления кристаллическим полем уменьшается с увеличением длины связи хлор-металл и для хлорида $\{\text{IrCl}_6\}^{3-}$ с конфигурацией d^6 расщепление практически на 1 эВ меньше, чем для $\{\text{IrCl}_6\}^{2-}$. В случае хлоридов $4d$ -металлов расщепление меньше на 0.2–0.3 эВ по сравнению с соответствующим им хлоридам $5d$ -металлов. Искажения октаэдрического окружения атома металла приводит к дополнительному расщеплению t_{2g} и e_g уровней [51]. Для хлоридов $\{\text{OsCl}_6\}^{2-}$ и $\{\text{PtCl}_6\}^{2-}$ наблюдается тетрагональное удлинение (увеличение длин связи вдоль оси z), что приводит к заметному расщеплению t_{2g} - и e_g -уровней.

Хотя в изученных изолированных хлоридах константа COB значительно меньше параметра расщепления кристаллического поля (табл. 1), для них наблюдаются низкоспиновое состояние и частичное заполнение t_{2g} -уровней, которые описываются орбитальным моментом равным 1, что приводит к значительному влиянию COB на свойства изучаемых систем. Для описания спин-орбитального взаимодействия можно использовать два предельных случая: LS -связь, когда константа COB значительно меньше взаимодействия электронов между собой, и jj -связь, когда COB значительно больше взаимодействия электронов. В реальных системах реализуется промежуточный вариант, так для хлоридов $5d$ -металлов энергия взаимодействия электронов составляет 0.38–0.48 эВ (табл. 1), оцененная из параметров Рака (B

и C) по формуле $J_H = 3B + C$ [53], и сравнимы по величине со значениями константы COB. Данные значения близки к таковым для оксидов $5d$ -металлов (0.2–0.6 эВ) [51, 54]. Если $\{\text{ReCl}_6\}^{2-}$ с конфигурацией t_{2g}^3 рассматривать в приближении LS -связи (без учета COB) полный спин $S = 3/2$ и полный орбитальный момент $L = 0$. В случае jj -связи наблюдаются 4 вырожденные состояния (крамерсовский квартет, расстояния между состояниями не превышают 0.0008 эВ) с эффективным моментом $J_{\text{ef}} = 3/2$, первые 4 возбужденных состояния находятся на расстоянии 1.24 эВ и также имеют $J_{\text{ef}} = 3/2$. В случае $\{\text{OsCl}_6\}^{2-}$ с конфигурацией t_{2g}^4 в приближении LS -связи $S = 1$ и $L = 1$ с нулевым полным моментом в основном состоянии. В приближении jj -связи также полный момент равен 0. Однако 3 нижних возбужденных состояния с полным моментом равным $J_{\text{ef}} = 1$ лежат в пределах 0.41 эВ и могут примешиваться к основному состоянию. Для $\{\text{IrCl}_6\}^{2-}$ (конфигурация t_{2g}^5) в LS -приближении трижды вырожденное основное состояние имеет $S = 1/2$ и $L = 1$. При учете COB основное состояние представляет собой крамерсовский дублет с полным моментом $J_{\text{ef}} = 1/2$. В случае комплексов $\{\text{IrCl}_6\}^{3-}$ и $\{\text{PtCl}_6\}^{2-}$ с полностью заполненными t_{2g}^6 -уровнями спин и орбитальный момент равны 0, при этом первое возбужденное состояние находится на расстоянии 1.75 и 3.01 эВ, соответственно, что исключает его влияния на свойства системы.

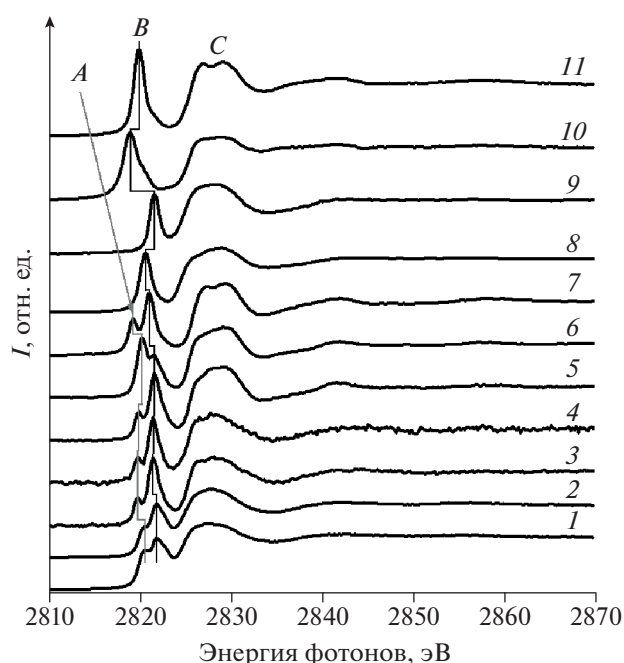


Рис. 3. XANES спектры Cl K -края хлоридов: 1 – $[\text{Pd}(\text{NH}_3)_4][\text{ReCl}_6]$, 2 – $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4][\text{ReCl}_6]$, 3 – $[\text{Pd}(\text{NH}_3)_4][\text{OsCl}_6]$, 4 – $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4][\text{OsCl}_6]$, 5 – $(\text{NH}_4)_2[\text{OsCl}_6]$, 6 – $(\text{NH}_4)[\text{OsCl}_6]_{0.5}[\text{PtCl}_6]_{0.5}$, 7 – $\text{K}_2[\text{IrCl}_6]$, 8 – $(\text{NH}_4)_3[\text{RhCl}_6]$, 9 – $(\text{NH}_4)_3[\text{IrCl}_6]$, 10 – $\text{K}_2[\text{PdCl}_6]$, 11 – $\text{K}_2[\text{PtCl}_6]$.

Для изучения электронной структуры хлоридов был использован метод рентгеновской спектроскопии поглощения XANES Cl K -края, который позволяет получить информацию об особенностях свободных состояний хлора. XANES Cl K -края представляют собой переходы электронов с $1s$ -уровней на свободные p -уровни. Общей чертой всех спектров XANES Cl K -края хлоридов $\{\text{MCl}_6\}^{n-}$ ($\text{M} = \text{Rh}, \text{Pd}, \text{Re}, \text{Os}, \text{Ir}, \text{Pt}$), в которых переходный металл находится в октаэдрическом окружении хлора, является интенсивная предкраевая особенность в области энергий 2820–2825 эВ (рис. 3, максимумы A и B). Дипольными правилами отбора для спектров XANES Cl K -края разрешены только переходы $1s \rightarrow p$, однако из-за взаимодействия $3p$ -состояний хлора и d -состояний переходного металла, структура последних проявляется в предкраевой особенности спектра [55, 56]. Таким образом, спектры XANES Cl K -края можно разделить на две области: предкраевая область относится к вкладам $3p$ -орбиталей хлора, взаимодействующих с t_{2g} - и e_g -орбиталями переходных металлов; вторая область C спектра в диапазоне 2825–2835 эВ, характеризуется в основном вкладами p -состояний хлора, слабо взаимодействующих с s - и p -состояниями металла. Как можно видеть из рис. 3 общая структура обла-

сти C для большинства соединений представляет собой широкий ассиметричный пик, расстояние края области C до максимума B увеличивается от ~4 эВ для хлоридов рения до ~8 эВ для хлорида платины. Изменение интенсивности предкраевой особенности спектров XANES Cl K -края в первую очередь определяется количеством незанятых d -состояний, доступных для взаимодействия с $3p$ -состояниями хлора. Однако изменение интенсивности также может быть связано с изменением характера взаимодействия металл-лиганд в изучаемом ряду соединений и, следовательно, изменение взаимодействия d -орбиталей металла с $3p$ -орбиталями хлора. Также заметно меняются расстояния между максимумами A и B от 1.2 эВ для соединений рения до 1.8 эВ для $\text{K}_2[\text{IrCl}_6]$.

Для детальной интерпретации XANES спектры Cl K -края были проведены расчеты методом DFT/ROCIS с учетом и без COB изолированных хлоридов $5d$ -металлов. Теоретические спектры моделировались как для оптимизированных геометрий изолированных хлоридов, так для систем с укороченными и удлиненными длинами связи хлор-металл на 0.2 Å, для оценки влияния изменения геометрии хлорида на структуру спектра. Теоретические спектры для комплексов $\{\text{ReCl}_6\}^{2-}$ (d^3 конфигурация), $\{\text{OsCl}_6\}^{2-}$ (d^4) и $\{\text{IrCl}_6\}^{2-}$ (d^5) в предкраевой области A соответствуют переходам с $1s$ -уровня хлора на молекулярные орбитали, имеющие преимущественно t_{2g} -характер с небольшими вкладами $3p$ -орбиталей хлора, в области B относятся к переходам на свободные e_g -уровни (рис. 4). Изменение относительной интенсивности максимумов A и B по сравнению с экспериментальными спектрами по данным анализа плотностей заселенности перекрытия, которые близки для всех хлоридов и характеризуют степень перекрытия орбиталей, не связан с изменением характера взаимодействия $3p$ -орбиталей хлора и $5d$ -орбиталей металла, и может быть объяснен изменением заселенности уровней, так как расчеты проводятся для систем при 0 К, а эксперимент проводился при комнатной температуре. При переходе к комплексам с конфигурацией d^6 происходит полное заполнение t_{2g} -уровней и переходы возможны только на e_g -уровни, что наблюдается для остальных комплексов.

При рассмотрении теоретических спектров для изолированных хлоридов $\{\text{ReCl}_6\}^{2-}$ и $\{\text{OsCl}_6\}^{2-}$ без учета COB и спектрам с учетом COB можно видеть, что происходит небольшое уменьшение интенсивности максимума A и его смещение относительно максимума B на 0.1 эВ в сторону меньших энергий (рис. 4а и 4б). Для хлорида $\{\text{IrCl}_6\}^{2-}$ не происходит изменений интенсивностей в предкраевой области, однако также наблюдается смещение максимума A на 0.1 эВ относительно B . В случае хлоридов с пол-

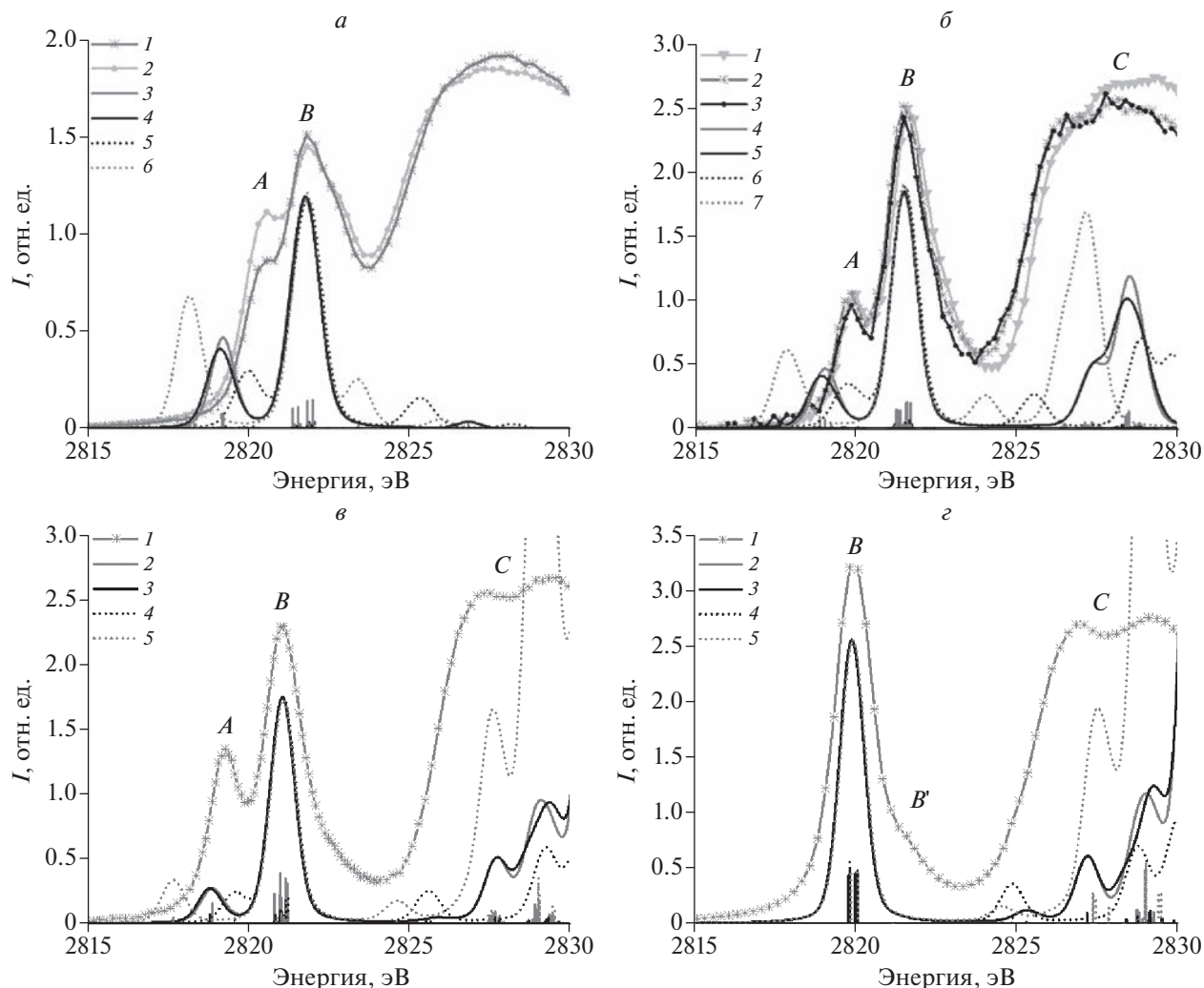


Рис. 4. Экспериментальные и теоретические спектры XANES Cl *K*-края следующих соединений: (а) содержащих кластер $\{\text{ReCl}_6\}^{2-}$: 1 – $[\text{Pd}(\text{NH}_3)_4][\text{ReCl}_6]$, 2 – $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4][\text{ReCl}_6]$, 3 – без учета COB, 4 – с учетом COB, 5 – увеличенные длины связей Cl–Re, 6 – укороченные длины связей Cl–Re; (б) $\{\text{OsCl}_6\}^{2-}$: 1 – $(\text{NH}_4)_2[\text{OsCl}_6]$, 2 – $[\text{Pd}(\text{NH}_3)_4][\text{OsCl}_6]$, 3 – $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4][\text{OsCl}_6]$, 4 – без учета COB, 5 – с учетом COB, 6 – увеличенные длины связей Cl–Os, 7 – укороченные длины связей Cl–Os; (в) $\{\text{IrCl}_6\}^{2-}$: 1 – $\text{K}_2[\text{IrCl}_6]$, 2 – без учета COB, 3 – с учетом COB, 4 – увеличенные длины связей Cl–Ir, 5 – укороченные длины связей Cl–Ir; (г) $\{\text{PtCl}_6\}^{2-}$: 1 – $\text{K}_2[\text{PtCl}_6]$, 2 – без учета COB, 3 – с учетом COB, 4 – увеличенные длины связей Cl–Pt, 5 – укороченные длины связей Cl–Pt.

ностью заполненными t_{2g} -уровнями изменений в предкраевой области не наблюдаются. В случае соединения $\text{K}_2[\text{PtCl}_6]$ в экспериментальном спектре наблюдается асимметричное плечо B' (рис. 4г). В теоретическом спектре изолированного хлорида $\{\text{PtCl}_6\}^{2-}$ этой области соответствуют малоинтенсивные переходы электронов с $1s$ -уровней хлора на молекулярные орбитали с большими вкладами s -орбиталей платины (~71%) с незначительными вкладами $4p$ -орбиталей хлора (12%).

Более существенные изменения происходят при увеличении или уменьшении длин связи хлор-металл на 0.2 Å (8%). Так, уменьшение дли-

ны связи приводит к увеличению расстоянию между максимумами A и B на 0.8–0.9 эВ относительно оптимизированной геометрии для всех хлоридов, а увеличение – к уменьшению этого расстояния на 0.9–1.1 эВ. Такие изменения в первую очередь связаны с существенным изменением силы кристаллического поля, его усилении при сжатии комплекса и уменьшении при растягивании. Помимо изменения геометрии на величину кристаллического поля могут влиять и другие факторы, приводящие к перераспределению электронной плотности в хлориде. Одним из таких факторов является замена катиона и свя-

Таблица 2. Положение максимумов A , B и их разность (Δ_{XANES}) в XANES спектры Cl K -края и теоретическое значение $\Delta_{\text{теор}}$ для оптимизированных геометрий изученных хлоридов

Хлорид	Соединение	A , эВ	B , эВ	Δ_{XANES} , эВ	$\Delta_{\text{теор}}$, эВ
{ReCl ₆ } ²⁻	[Pd(NH ₃) ₄][ReCl ₆]	2820.6	2821.8	1.2	2.7
	[Pt(NH ₃) ₄][ReCl ₆]	2820.6	2821.8	1.2	
{OsCl ₆ } ²⁻	[Pd(NH ₃) ₄][OsCl ₆]	2819.9	2821.5	1.6	2.6
	[Pt(NH ₃) ₄][OsCl ₆]	2819.9	2821.5	1.6	
	(NH ₄) ₂ [OsCl ₆]	2820	2821.6	1.6	
	(NH ₄)[OsCl ₆] _{0.5} [PtCl ₆] _{0.5}	2820.3	2821.6	1.3	
	K ₂ [IrCl ₆]	2819.3	2821.1	1.8	2.3
{RhCl ₆ } ³⁻	(NH ₄) ₃ [RhCl ₆]	—	2820.6	—	—
{IrCl ₆ } ³⁻	(NH ₄) ₃ [IrCl ₆]	—	2821.6	—	—
{PdCl ₆ } ²⁻	K ₂ [PdCl ₆]	—	2818.9	—	—
{PtCl ₆ } ²⁻	K ₂ [PtCl ₆]	—	2819.9	—	—

занного с этим изменение как геометрических параметров, так и характера взаимодействия катиона с атомами хлора. В случае хлоридов {ReCl₆}²⁻ и {OsCl₆}²⁻ при замене катиона [Pd(NH₃)₄] на [Pt(NH₃)₄], имеющих одинаковую плоскую структуру, не происходит изменения расстояния между максимумами A и B (табл. 2), что свидетельствует о схожих геометрических параметрах и характере взаимодействия катиона с исследуемым хлоридом. Существенное изменение расстояния между максимумами A и B наблюдается только для соединения (NH₄)₂[OsCl₆]_{0.5}[PtCl₆]_{0.5}, в котором половина {OsCl₆}²⁻ заменена на {PtCl₆}²⁻. XANES спектр Cl K -края для (NH₄)₂[OsCl₆]_{0.5}[PtCl₆]_{0.5} представляет собой суперпозицию спектров хлорида осмия и платины, что приводит к существенному возрастанию интенсивности максимума A (рис. 3). Однако положение A смещается на 0.3 эВ в сторону больших энергий по сравнению с отдельными соединениями (NH₄)₂[OsCl₆] и K₂[PtCl₆], что может быть связано с изменением характера взаимодействия хлоридов с внешнесферным окружением, перераспределением электронной плотности на атомах соединения и, следовательно, приводит к уменьшению кристаллического поля.

В области 2825–2835 эВ максимума C находятся переходы на молекулярные орбитали, имеющие большие вклады p -орбиталей хлора и небольшие вклады sp -состояний металла (1–10%). Заселенности перекрывания имеют отрицательное значение для этих орбиталей, что указывает на их разрыхляющий характер. Учет СОВ приводит к изменению относительных интенсивностей рентгеновских переходов и смещению их на величину, не превышающую 0.3 эВ относительно переходов без учета СОВ (рис. 4). В случае измене-

ния длин связи металл-хлор в теоретических спектрах XANES Cl K -края происходит существенное изменение как положения, так и интенсивности области C . При уменьшении длин связи хлор-металл происходит смещение в низкоэнергетическую область и увеличение интенсивности максимума C что в первую очередь связано с усилением перекрывания орбиталей атомов хлора и металла. Укорочение длин связи приводит к обратному эффекту.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Характер изменения геометрических параметров хлоридов под действием СОВ зависит от числа электронов на d -орбиталях. Так, для конфигурации d^3 происходит укорочение связи хлор–металл вдоль оси z при этом остальные связи практически не изменяются. Для конфигурации d^4 , наоборот, наблюдается удлинение связей хлор–металл вдоль оси z и уменьшение в других осях, что приводит к структуре искаженного октаэдра, вытянутого вдоль оси z . В случае конфигурации d^5 происходит укорочение длин связи вдоль оси z и удлинение в других направлениях. В случае систем с полностью заполненными t_{2g} -орбиталями с конфигурацией d^6 все длины связи хлор–металл слабо возрастают.

Предкраевая структура Cl K -edge XANES спектров соединений $4d$ - и $5d$ -переходных металлов связана с взаимодействием $3p$ -состояний хлора и d -состояний переходного металла. Изменение интенсивности предкраевой особенности в XANES Cl K -края связан с изменением взаимодействия $3p$ -состояний хлора и sp -состояний металла в изучаемом ряду комплексов, при этом характер взаимодействия с d -состояниями остается

схожим во всех хлоридах $5d$ -переходных металлов. Учет СОВ приводит к небольшим изменениям относительных интенсивностей теоретических рентгеновских спектров поглощения и смещению их не более чем на 0.1 эВ относительно переходов без учета СОВ. В случае изменения длин связи металл–хлор происходит существенное изменение расщепления предкраевой особенности для хлоридов $\{\text{ReCl}_6\}^{2-}$, $\{\text{OsCl}_6\}^{2-}$ и $\{\text{OsCl}_6\}^{2-}$, что связано с изменением величины кристаллического поля.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 22-22-00683). В работе использовалось оборудование ЦКП “СЦСТИ” на базе УНУ “Комплекс ВЭПП-4 – ВЭПП-2000” в ИЯФ СО РАН. Квантовохимические расчеты были выполнены с использованием ресурсов ЦКП “Сибирский Суперкомпьютерный Центр ИВМиМГ СО РАН”. Авторы благодарят Министерство науки и высшего образования Российской Федерации.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Стрельцов С.В., Хомский Д.И.* // УФН. 2017. Т. 187. № 11. С. 1205; *Streltsov S.V., Khomskii D.I.* // Phys. Usp. 2017. V. 60. No. 11. P. 1121.
2. *Streltsov S.V., Khomskii D.I.* // Phys. Rev. X. 2020. V. 10. No. 3. Art. No. 031043.
3. *Takayama T., Chaloupka J., Smerald A. et al.* // J. Phys. Soc. Japan. 2021. V. 90. No. 6. Art. No. 062001.
4. *Kim B.J., Ohsumi H., Komesu T. et al.* // Science. 2009. V. 323. No. 5919. P. 1329.
5. *Chen G., Pereira R., Balents L.* // Phys. Rev. B. 2010. V. 82. No. 17. Art. No. 174440.
6. *Sinova J., Valenzuela S.O., Wunderlich J. et al.* // Rev. Mod. Phys. 2015. V. 87. No. 4. P. 1213.
7. *Hirsch J.E.* // Phys. Rev. Lett. 1999. V. 83. No. 9. P. 1834.
8. *Manchon A., Koo H.C., Nitta J. et al.* // Nature Mater. 2015. V. 14. No. 9. P. 871.
9. *Fert A., Reyren N., Cros V.* // Nature. Rev. Mater. 2017. V. 2. No. 7. Art. No. 17031.
10. *Chaloupka J., Jackeli G., Khaliullin G.* // Phys. Rev. Lett. 2010. V. 105. No. 2. Art. No. 027204.
11. *Kim Y.K., Krupin O., Denlinger J.D. et al.* // Science. 2014. V. 345. No. 6193. P. 187.
12. *Hao L., Meyers D., Dean M.P.M. et al.* // J. Phys. Chem. Solids. 2019. V. 128. P. 39.
13. *Khan N., Prishchenko D., Skourski Y. et al.* // Phys. Rev. B. 2019. V. 99. No. 14. Art. No. 144425.
14. *Sheng X.-L., Nikolić B.K.* // Phys. Rev. B. 2017. V. 95. No. 20. Art. No. 201402.
15. *Yamada M.G., Oshikawa M., Jackeli G.* // Phys. Rev. Lett. 2018. V. 121. No. 9. Art. No. 097201.
16. *Plumb K.W., Clancy J.P., Sandilands L.J. et al.* // Phys. Rev. B. 2014. V. 90. No. 4. Art. No. 041112.
17. *Ishikawa H., Takayama T., Kremer R.K. et al.* // Phys. Rev. B. 2019. V. 100. No. 4. Art. No. 045142.
18. *Pedersen K.S., Woodruff D.N., Singh S.K. et al.* // Chem. A. Eur. J. 2017. V. 23. No. 47. Art. No. 11244.
19. *Stamokostas G.L., Fiete G.A.* // Phys. Rev. B. 2018. V. 97. No. 8. Art. No. 085150.
20. *Liu X., Katukuri V.M., Hozoi L. et al.* // Phys. Rev. Lett. 2012. V. 109. No. 15. Art. No. 157401.
21. *de Groot F.M.F., Grioni M., Fuggle J.C. et al.* // Phys. Rev. B. 1989. V. 40. No. 8. P. 5715.
22. *Lafuerza S., Subias G., Garcia J. et al.* // J. Phys. Cond. Matter. 2011. V. 23. No. 32. Art. No. 325601.
23. *Черняев И.И.* Синтез комплексных соединений металлов платиновой группы. Справочник. М.: Наука. 1964. 340 с.
24. *Губанов А.И., Коренев С.В., Громилов С.А. и др.* // ЖСХ. 2000. Т. 41. № 2. С. 417; *Gubanov A.I., Korenev S.V., Gromilov S.A. et al.* // J. Struct. Chem. 2000. V. 41. No. 2. P. 340.
25. *Корольков И.В., Губанов А.И., Юсенко К.В. и др.* // ЖСХ. 2007. Т. 48. № 3. С. 530; *Korol'kov I.V., Gubanov A.I., Yusenkov K.V. et al.* // J. Struct. Chem. 2007. V. 48. No. 3. P. 486.
26. *Громилов С.А., Коренев С.В., Храненко С.П. и др.* // ЖСХ. 1997. Т. 38. № 1. С. 120; *Gromilov S.A., Korenev S.V., Khranenko S.P. et al.* // J. Struct. Chem. 1997. V. 38. No. 1. P. 96.
27. *Zabrodsky V.V., Aruev P.N., Sukhanov V.L. et al.* // Proc. ISMTII-2009. V. 3. (Saint-Petersburg, 2009). P. 243.
28. *Piminov P.A., Baranov G.N., Bogomyagkov A.V. et al.* // Phys. Procedia. 2016. V. 84. P. 19.
29. *Николенко А.Д., Авакян С.В., Афанасьев И.М. и др.* // Поверхность. Рентген. синхротр. нейтрон. иссл. 2012. № 5. С. 13.
30. *Asanova T.I., Asanov I.P., Kim M.-G. et al.* // New J. Chem. 2018. V. 42. No. 7. P. 5071.
31. *Schaefer F., Mertin M., Gorgoi M.* // Rev. Sci. Instrum. 2007. V. 78. No. 12. Art. No. 123102.
32. *te Velde G., Bickelhaupt F.M., Baerends E.J. et al.* // J. Comput. Chem. 2001. V. 22. No. 9. P. 931.
33. *Becke A.D.* // J. Chem. Phys. 1993 V. 98. No. 7. P. 5648.
34. *Becke A.D.* // Phys. Rev. A. 1988. V. 38. No. 6. P. 3098.
35. *Lee C., Yang W., Parr R.G.* // Phys. Rev. B. 1988. V. 37. No. 2. P. 785.
36. *Van Lenthe E., Baerends E.J.* // J. Comput. Chem. 2003. V. 24. No. 9. P. 1142.
37. *Visscher L., van Lenthe E.* // Chem. Phys. Lett. 1999. V. 306. No. 5–6. P. 357.
38. *van Lenthe E., Ehlers A., Baerends E.-J.* // J. Chem. Phys. 1999. V. 110. No. 18. P. 8943.
39. *Van den Hoek P.J., Baerends E.J., Van Santen R.A.* // J. Phys. Chem. 1989. V. 93. No. 17. P. 6469.
40. *Neese F.* // WIREs Comput. Mol. Sci. 2022. Art. No. e1606.
41. *Weigend F., Ahlrichs R.* // Phys. Chem. Chem. Phys. 2005. V. 7. No. 18. P. 3297.
42. *Stoychev G.L., Auer A.A., Neese F.* // J. Chem. Theory Comput. 2017. V. 13. No. 2. P. 554.
43. *Noro T., Sekiya M., Koga T.* // Theor. Chem. Acc. 2013. V. 132. No. 5. P. 1363.
44. *Hess B.A.* // Phys. Rev. A. 1986. V. 33. No. 6. P. 3742.

45. Ganyushin D., Neese F. // J. Chem. Phys. 2013. V. 138. No. 10. Art. No. 104113.
46. Angeli C., Cimiraglia R., Malrieu J.-P. // J. Chem. Phys. 2002. V. 117. No. 20. P. 9138.
47. Lang L., Atanasov M., Neese F. // J. Phys. Chem. A. 2020. V. 124. No. 5. P. 1025.
48. Neese F. // J. Comput. Chem. 2003. V. 24. No. 14. P. 1740.
49. Neese F., Solomon E.I. // Inorg. Chem. 1998. V. 37. No. 26. P. 6568.
50. Roemelt M., Neese F. // J. Phys. Chem. A. 2013. V. 117. No. 14. P. 3069.
51. Khomskii D.I., Streltsov S.V. // Chem. Rev. 2021. V. 121. No. 5. P. 2992.
52. Перишина В. // Усп. химии. 2009. Т. 78. № 12. С. 1243; Pershina V. // Russ. Chem. Rev. 2009. V. 78. No. 12. P. 1153.
53. Georges A., de' Medici L., Mravlje J. // Annu. Rev. Cond. Matter Phys. 2013. V. 4. No. 1. P. 137.
54. Yuan B., Clancy J.P., Cook A.M. et al. // Phys. Rev. B. 2017. V. 95. No. 23. Art. No. 235114.
55. Shadle S.E., Hedman B., Hodgson K.O. et al. // J. Amer. Chem. Soc. 1995. V. 117. No. 8. P. 2259.
56. Sergentu D.-C., Autschbach J. // Chem. Sci. 2022. V. 13. No. 11. P. 3194.

Features of Cl *K*-edge XANES spectra of metal transition complexes $\{MCl_6\}^{n-}$ (M = Rh, Pd, Re, Os, Ir, Pt)

A. D. Fedorenko^{a, *}, I. P. Asanov^a, T. I. Asanova^a, D. B. Vasilchenko^a, A. D. Nikolenko^{b, c, d},
P. A. Piminov^{c, d}, K. Yu. Karyukina^{c, d}

^a Nikolaev Institute of Inorganic Chemistry of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences,
Novosibirsk, 630090 Russia

^b Federal Research Center Boreskov Institute of Catalysis of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences",
Novosibirsk, 630090 Russia

^c Budker Institute of Nuclear Physics of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630090 Russia

^d Synchrotron Radiation Facility – Siberian Circular Photon Source "SKIF", Boreskov Institute of Catalysis
of Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Koltsovo, 630559 Russian

*e-mail: fedorenko@niic.nsc.ru

Cl *K*-edges of a set of chlorides of 4*d*- and 5*d*-transition metals $\{MCl_6\}^{n-}$ (M = Rh, Pd, Re, Os, Ir, Pt) were obtained using the "Cosmos" station of the VEPP-4 synchrotron. The combined use of experimental X-ray and theoretical methods made it possible to determine the magnitude of the spin-orbit interaction (SOC) depending on the transition metal. The features of the Cl *K*-edge are analyzed with and without SOC, as well as stretched and compressed complexes.

УДК 621.385.69

ТЕРАГЕРЦОВЫЕ ГИРОТРОНЫ С ПРИОСЕВЫМИ ЭЛЕКТРОННЫМИ ПУЧКАМИ НА ВЫСОКИХ ЦИКЛОТРОННЫХ ГАРМОНИКАХ ДЛЯ ФИЗИЧЕСКИХ ПРИЛОЖЕНИЙ

© 2023 г. И. В. Бандуркин¹, Ю. К. Калынов¹, И. В. Ошарин¹, А. В. Савилов¹, *,
Е. С. Семенов¹, Д. Ю. Щегольков¹

¹Федеральное государственное бюджетное научное учреждение
“Федеральный исследовательский центр Институт прикладной физики Российской академии наук”,
Нижний Новгород, России

*E-mail: savilov@ipfran.ru

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

Выполнен обзор работ на двух экспериментальных установках, на которых реализуются гиротроны с большой орбитой (ГБО), работающие в суб-терагерцовом частотном диапазоне на высоких гармониках электронной циклотронной частоты. На установке импульсного ГБО (80–100 кВ/0.7–1.0 А) разрабатывается источник излучения с частотой 1 ТГц с киловаттным уровнем выходной мощности, который планируется использовать в плазменных приложениях. Непрерывный суб-терагерцовый ГБО (30 кВ/0.7 А) создается как прототип универсального многочастотного источника для спектроскопических приложений. Описаны также сложные электродинамические системы, призванные повысить селективность и эффективность возбуждения высоких циклотронных гармоник в этих приборах, а также обеспечить перестройку частоты генерации.

DOI: 10.31857/S0367676522701125, EDN: KVNAFM

ВВЕДЕНИЕ

Гиротроны являются наиболее мощными длинноимпульсными источниками излучения суб-терагерцового частотного диапазона. Поскольку рабочая частота гиротронов совпадает с электронной циклотронной частотой (или с гармоникой этой частоты), продвижение гиротронов в суб-терагерцовый и терагерцовый частотные диапазоны во многом связан с переходом к работе на гармониках циклотронной частоты. Естественно, с увеличением номера гармоники происходит резкое ослабление интенсивности электронно-волнового взаимодействия, что приводит к проблеме конкуренции рабочего колебания на высокой циклотронной гармонике с паразитными колебаниями, возбуждаемыми на основном циклотронном резонансе. Эта проблема особенно актуальна в субтерагерцовом диапазоне частот, когда спектр мод плотный из-за неизбежного использования сверхразмерных резонаторов, поэтому для реализации гиротронов на высоких гармониках требуются специальные методы повышения селективности.

Мощным электронным методом повышения селективности гиротрона является использование конфигурации гиротрона с большой орбитой

(ГБО) [1–7], основанного на использовании тонкого приосевого электронного пучка. В ГБО электроны взаимодействуют только с той поперечной модой резонатора, азимутальный индекс которой совпадает с номером циклотронной гармоники.

Такой подход позволил реализовать ГБО мощностью в сотни ватт, работающий на третьей циклотронной гармонике на частотах 1 ТГц (импульсный режим) и около 0.4 ТГц (непрерывный режим генерации) [5–7]. Эти работы были выполнены в ИПФ РАН на базе двух экспериментальных установок терагерцовых ГБО, а именно – установка “импульсный ГБО”, направленная на создание мощных (сотни ватт–киловатты) источников излучения с частотами до 1 ТГц для различных приложений (в частности, создание плазменного разряда ТГц диапазона как точечного источника мощного УФ-излучения), а также установка “универсальный непрерывный ГБО”, который разрабатывается как прототип многочастотного источника субтерагерцового излучения для спектроскопических приложений. В данной статье мы даем обзор современного состояния работ на этих двух установках.

ИМПУЛЬСНЫЙ ТЕРАГЕРЦОВЫЙ ГБО

Эта система работает в импульсном (~ 10 мкс) режиме при магнитных полях 10–14 Тл. В первых экспериментах [5] на основе приосевого электронного пучка с током до 0.7 А при напряжениях 50–80 кВ было достигнуто селективное возбуждение моды $TE_{3,7}$ на третьей циклотронной гармонике на частоте 1 ТГц при выходной мощности ~ 400 Вт и волновом КПД $\sim 1\%$. Относительно низкий КПД был вызван слабостью электронно-волнового взаимодействия на высокой циклотронной гармонике, что привело к необходимости использовать весьма протяженный (свыше 25 длин волн) рабочий резонатор с очень высокой дифракционной добротностью. В результате большая часть ($\sim 85\%$) мощности, отдаваемой пучком мощности рабочей волне, рассеивалась из-за омических потерь в стенках резонатора.

В настоящее время поставлена цель увеличения мощности этого ГБО до уровня в несколько кВт с целью его использования в качестве источника мощных импульсов, обеспечивающих разряд в газовой среде, что может быть способом реализации точечного источника мощного УФ-излучения [8, 9]. В качестве основного пути повышения мощности этого ГБО решено повысить мощность рабочего электронного пучка с (80 кэВ $\cdot$ 0.7 А) до (100 кэВ $\cdot$ 1.2 А). Проведены соответствующие расчеты формирующей такой пучок электронно-оптической системы. В такой конфигурации рабочего пучка, помимо двукратного увеличения его мощности, за счет роста осцилляторной скорости частиц происходит также и повышение интенсивности электронно-волнового взаимодействия. Последнее обеспечивает не только рост эффективности отбора энергии электронов рабочей волной, но также приводит и к сокращению длины рабочего резонатора до 16–18 длин волн. Соответствующее уменьшение дифракционной добротности рабочей волны снижает омические потери до 50%. В результате совокупный эффект этих трех факторов приводит к увеличению мощности такого ГБО на порядок.

Последнее утверждение, однако, верно лишь в том случае, когда обеспечена одномодовая генерация рабочей волны на третьей циклотронной гармонике. В то же время повышение мощности рабочего электронного пучка приводит к проблеме обеспечения одночастотной генерации рабочей моды $TE_{3,7}$ на третьей гармонике. Моделирование (проведенное на основе формализма, подробно описанного в [10]) показало, что в случае использования традиционного регулярного гиротронного резонатора (рис. 1а) имеет место конкуренция между рабочей модой $TE_{3,7}$ на третьей гармонике и паразитной модой $TE_{2,5}$, возбуждаемой на второй циклотронной гармонике. В результате хотя в рабочей точке (выбранной на плоскости

“магнитное поле—ток пучка”) стартовый ток для паразитной моды не превышен, в установившемся режиме данного ГБО мы видим совместную генерацию двух мод на второй и третьей циклотронных гармониках (рис. 1а). При этом мощность генерации рабочей волны на третьей циклотронной гармонике оказывается примерно вдвое меньше уровня 4 кВт, который предсказывали расчеты для случая одномодовой генерации этой волны.

В качестве одного из возможных путей обеспечения селективности генерации на третьей циклотронной гармонике мы воспользовались подходом, основанном на использовании квазирегулярных резонаторов с продольными селективирующими неоднородностями [10–12]. В этом подходе используется резонатор со специальной резонансной неоднородностью (фазовым корректором), которая не возмущает рабочую волну, но обеспечивает значительные потери для квазикритических паразитных волн за счет их перераспределения в низкодобротные далекие от отсечки волны. Расчеты (рис. 1б) демонстрируют в таком резонаторе в одном фазовом корректоре достижение селективной одномодовой генерации волны на третьей циклотронной гармонике с уровнем выходной мощности, превышающим 4 кВт.

В работе [13] был предложен другой (хотя и в какой-то мере — аналогичный упомянутому выше) метод повышения селективности гиротронов на высоких циклотронных гармониках, основанный на использовании резонаторов с азимутальными селективирующими элементами (рис. 2). Принцип работы таких азимутальных неоднородностей — тот же, а именно — они являются резонансными для рабочей моды (и, соответственно, не искажают ее поперечную структуру и не останавливают ее вращение вокруг оси резонатора), но при этом существенным образом возмущают все паразитные моды. В работе [13] было показано, что использование резонатора с двумя азимутальными селективными элементами в описываемом здесь ГБО способно в несколько раз повысить стартовый ток паразитной моды $TE_{2,5}$, возбуждаемой на второй циклотронной гармонике, без какого-либо заметного влияния на возбуждение рабочей волны $TE_{3,7}$ на третьей гармонике.

Проведенное в дальнейшем моделирование данной сложной несимметричной системой на основе кода CST в рамках как “холодного” (чисто электродинамического), так и “горячего” (т.е. моделирование возбуждения системы реальным электронным пучком гиротрона) подходов, подтвердило селективные свойства этой системы. В частности, “горячее” моделирование (рис. 2) продемонстрировало селективное возбуждение приосевым электронным пучком рабочей волны $TE_{3,7}$. При этом азимутально несимметричное сечение ра-

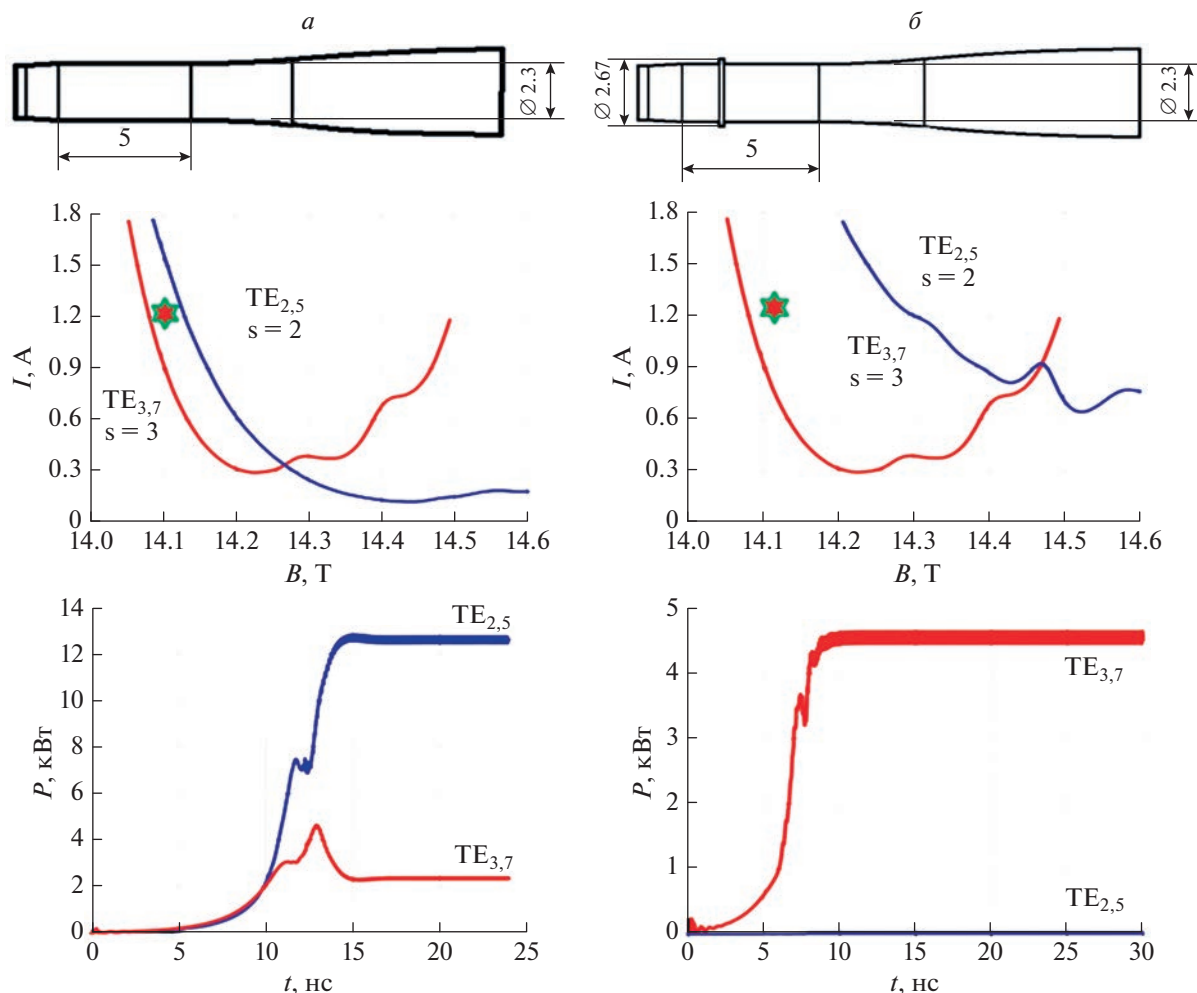


Рис. 1. Импульсный терагерцовый гиротрон киловаттного уровня мощности. Профиль резонатора, зависимости стартового тока рабочей моды $TE_{3,7}$ на третьей гармонике и паразитной модой $TE_{2,5}$, на второй циклотронной гармонике от магнитного поля, расчетные зависимости выходной мощности излучения каждой из мод от времени в процессе возбуждения гиротрона. Случай традиционного гиротронного квазирегулярного резонатора (а) и резонатора с селективной неоднородностью (б).

бочего резонатора не приводило к остановке вращения этой волны (рис. 2б). Структура группировки электронного пучка в поле возбуждаемой им волны соответствовала взаимодействию на третьей циклотронной гармонике (рис. 2в). Полученный в моделировании выходной волновой сигнал (рис. 2г) соответствовал стационарной генерации на частоте около 1 ТГц (рис. 2д) с мощностью около 3.6 кВт, что примерно совпадало мощности рабочей волны, предсказываемой моделированием в рамках более простой квазианалитической модели (см. рис. 1б).

УНИВЕРСАЛЬНЫЙ НЕПРЕРЫВНЫЙ ГБО

Установка “непрерывный универсальный гиротрон” основана на использовании криомагнита 5 Тл и электронной пушки, формирующей

приосевой электронный пучок с ускоряющим напряжением 30 кэВ, током до 0.7 А и с пич-фактором 1.3–1.5 [6, 7]. Под универсальностью установки подразумевается то, что при использовании одной и той же электронно-оптической системы простой сменой рабочих резонаторов в этой установке должна быть обеспечена работа гиротрона на второй, третьей и четвертой циклотронных гармониках на привлекательных для спектроскопических приложений частотах 0.26, 0.39 и 0.52 ТГц соответственно с уровнем выходной мощности в сотни Вт.

В настоящее время селективная работа этого ГБО в непрерывном режиме на частотах 0.26 и 0.39 ТГц достигнута на основе использования простейшего, традиционного для гиротронов квазирегулярного резонатора [7]. Один и тот же резонатор использовался для селективного воз-

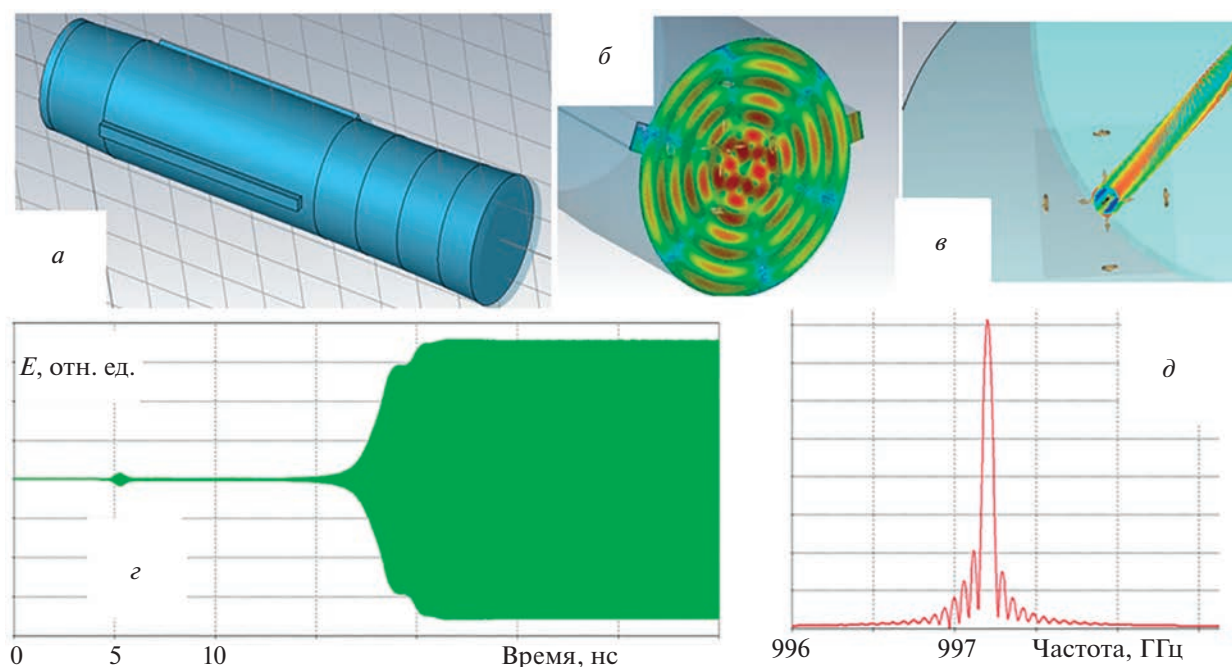


Рис. 2. Импульсный терагерцовый гиротрон киловаттного уровня мощности с азимутально-несимметричным поперечным сечением резонатора – “горячее” CST моделирование. Профиль резонатора (а), рассчитанная поперечная структура поля внутри рабочего резонатора (б), пространственная структура группировки в электронном пучке (в), зависимость электрического поля выходной волны от времени в процессе возбуждения гиротрона (г), а также частотный спектр выходного излучения в установившемся режиме (д).

буждения моды $TE_{2,5}$ на второй циклотронной гармонике (0.267 ТГц) и моды $TE_{3,7}$ на третьей гармонике (0.394 ТГц). При этом переключение номера рабочей гармоники достигалось небольшим изменением рабочего магнитного поля, так что волна на третьей гармонике возбуждалась при магнитных полях ниже 4.97 Тл, тогда как оптимальный режим генерации второй гармоники наблюдался при полях свыше 5.00 Тл. В обоих режимах был зарегистрирован уровень выходной мощности в сотни ватт в режиме стабильной непрерывной генерации.

Интересно, что в промежуточной области магнитных полей, соответствующей переходу от генерации на третьей гармонике к одномодовой генерации на второй гармонике, в эксперименте наблюдались сложные режимы конкуренции и совместной генерации двух волн на второй и третьей гармонике, в том числе и автомодуляционные режимы [14].

Ближайшая цель работ на этой экспериментальной установке – обеспечить работу ГБО на четвертой циклотронной гармонике на частоте 0.52 ТГц с мощностью на уровне 100 Вт. Использование в этом случае традиционного для гиротронов квазирегулярного резонатора затруднено тем, что вследствие слабости электронно-волнового взаимодействия на столь высокой гармонике для старта такого колебания требуется протяжен-

ный (50–60 длин волн) рабочий резонатор, в котором из-за огромной (на уровне 10^5) дифракционной добротности доля омических потерь составляет более 95%.

В такой ситуации требуются специальные резонаторы, совмещающие в себе протяженное пространство электронно-волнового взаимодействия и относительно низкую дифракционную добротность. В работе [15] был предложен метод решения такой проблемы, который основан на возбуждении высокой (многовариационной) продольной моды в “гиротронном” режиме (т.е. при гиротронном резонансе электронов с волной $\omega \approx N\Omega_c$ без доплеровского сдвига гармоники электронной циклотронной частоты $N\Omega_c$) в секционированном резонаторе с периодическими фазовыми корректорами. Чтобы обеспечить возбуждение четвертой циклотронной гармоники в этом режиме, был разработан протяженный резонатор на основе возбуждения моды $TE_{4,5}$ с пятью продольными вариациями. Расчеты показывают, что секционирование снижает дифракционную добротность рабочей волны со значения более 100000 до ~ 30000 [10, 15]. Благодаря этому доля омических потерь снижается до 85%, что соответствует увеличению КПД выходной волны в 3 раза (по сравнению с использованием регулярного резонатора).

Другой проект, который ведется в настоящее время на установке непрерывного универсального гиротрона, направлен на создание суб-терагерцового генератора с плавной непрерывной перестройкой частоты генерации в широкой (около 10%) полосе рабочих частот. Уникальность цели этого проекта состоит в том, что в нем предлагается решить одну из ключевых проблем гиротронов. В этих автогенераторах, реализованных по традиционным схемам, перестройка частоты может осуществляться либо в очень узкой полосе (доли процентов, что определяется типичными добротностями рабочих мод гиротронов $\sim 10^3 - 10^4$), либо дискретным образом за счет перехода с одной рабочей поперечной моды на другую. Попытки обеспечить квазинепрерывную и относительно широкополосную (с полосой хотя бы порядка 1%) перестройку частоты генерации за счет перехода в режим гиро-лампы обратной волны приводят к резкому падению эффективности генерации. При этом, однако, важным требованием, которые предъявляют к спектроскопическим источникам современные приложения, являются, с одной стороны, стабильность и частотная узкополосность выходного излучения, а с другой стороны, возможность перестройки частоты генерации в широкой (проценты) полосе частот, что существенно повысило бы информативность спектрального исследования различных сред и объектов.

Идея предлагаемого нами гиротрона с широкополосной частотной перестройкой родилась в процессе анализа результатов одной из серий экспериментов с универсальным гиротроном, в которой был в очередной раз воспроизведен режим непрерывной генерации на третьей циклотронной гармонике на частоте около 400 ГГц [16]. Целью этих работ было тестирование квазиоптической системы фокусировки выходного волнового пучка гиротрона до поперечного размера порядка нескольких длин волн. При этом использовалась система визуализации распределения поля в поперечном пятне волнового пучка, основанная на реализации плазменного СВЧ-пробоя в газовой струе, подаваемой в область фокусировки. В плазменном разряде легко можно было различить точки пучности волнового поля, которые соответствовали структуре стоячей волны (рис. 3). Очевидно, формирование стоячей волны произошло за счет отражения излучения от металлической системы ввода газового потока. По расстоянию между точками пучности легко было измерить длину волны, генерируемой гиротроном. Оказалось, что если без отражающей нагрузки в гиротроне уверенно и стабильно возбуждалась волна на третьей циклотронной гармонике на длине волны около 0.77 мм, то отражение части выходного сигнала гиротрона назад в рабочий резонатор приводило к переходу к генерации на

приблизительно втрое большей длине волны (около 2.5 мм), что должно было соответствовать генерации на основной гармонике электронной циклотронной частоты.

С учетом того, что в резонаторе с круглым поперечным сечением приосевой электронный пучок на основной циклотронной гармонике может возбуждать только поперечные моды с азимутальным индексом, равным единице, единственным кандидатом на роль возбуждающегося низкочастотного “паразита” стала мода $TE_{1,3}$. Однако для наблюдавшейся в эксперименте длины волны генерации этой моды циклотронный электронно-волновой резонанс обеспечивался не в регулярной части резонатора, а в его выходной секции с конусным расширением, предназначенной для вывода волны, возбуждаемой электронами в регулярной части резонатора. Это наше предположение подтвердилось результатами численного моделирования взаимодействия электронного пучка с модой $TE_{1,3}$ в нерегулярной части использовавшемся в эксперименте резонатора [16]. Как показало наше моделирование, наличие отражения части выходного излучения обратно в резонатор приводило к тому, что в его конусной части возбуждалась волна $TE_{1,3}$ со сложной многовариационной продольной структурой (рис. 3). При этом стартовые токи оказались превышены для разных продольных мод (обладающих разными частотами), которые могли возбуждаться с высокой (десятки процентов) эффективностью. Важно, что в отсутствие отражения такого типа генерация оказывалась невозможной.

Из результатов этого эксперимента мы сделали следующие выводы. Во-первых, за счет отражения части выходного волнового сигнала от удаленного (расстояние до него от резонатора — сотни длин волн) рефлектора может быть обеспечено возбуждение сложной волновой структуры в нерегулярном резонаторе в режиме стабильной одночастотной генерации. Во-вторых, согласно расчетам, такие волновые структуры могут возбуждаться в широком диапазоне рабочих частот с высокой эффективностью даже в ситуации, когда электронный пучок обладает большим скоростным разбросом.

На основе этих выводов нами была предложена схема гиротрона с широкополосной частотной перестройкой, основанная на нерегулярный низкодобротный резонатор, а также узкополосного зеркала, расположенного за окном гиротрона (рис. 4). Профиль резонатора должен быть столь неоднороден, чтобы в нем не существовало близких к отсечке высокодобротным мод, так что возбуждение такого резонатора (по крайней мере, в области рабочих магнитных полей) должно осуществляться только за счет отражения рабочей волны от внешнего удаленного рефлектора. Как

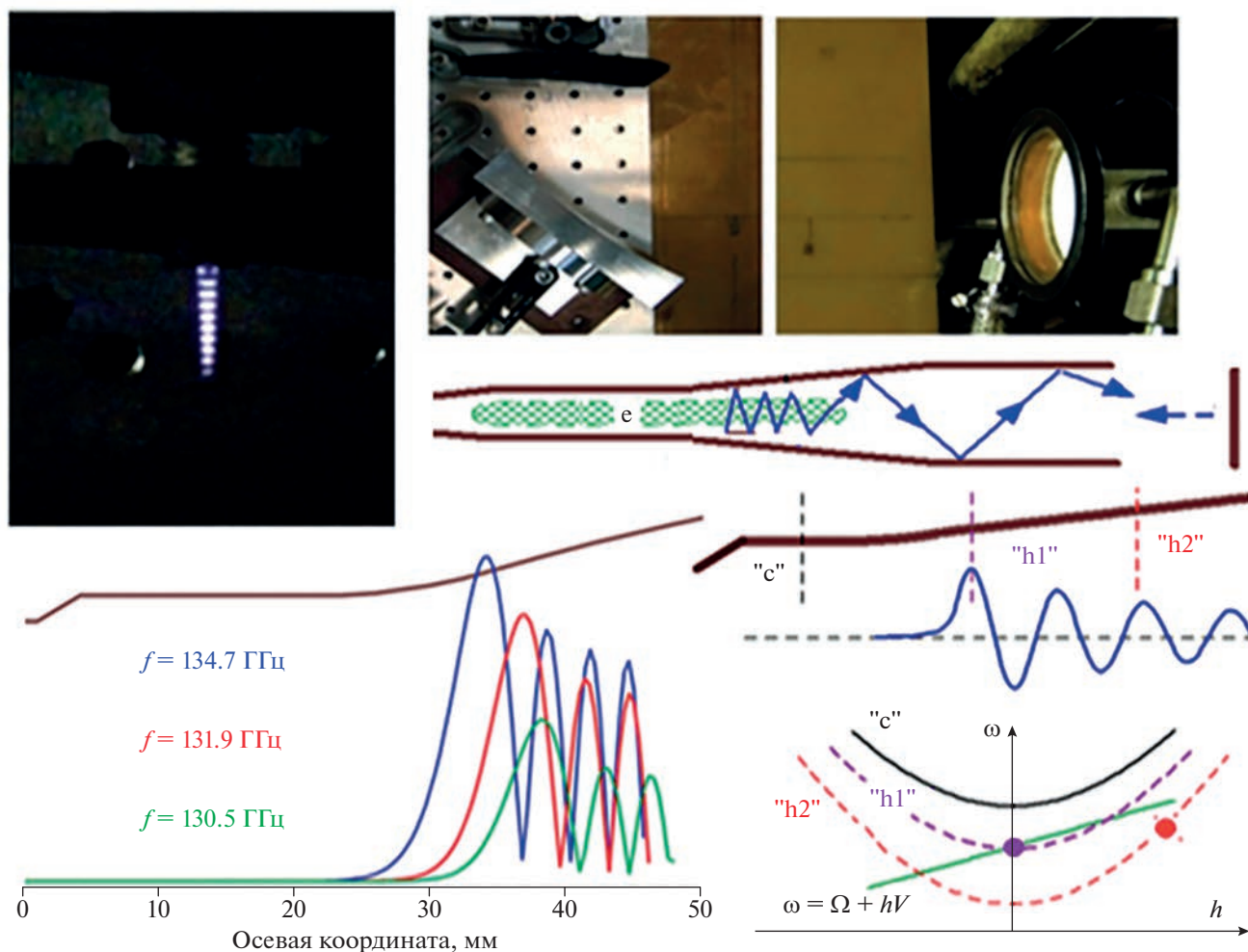


Рис. 3. Эксперимент, в котором наблюдалось возбуждение волны на первой циклотронной гармонике в выходной конусной секции резонатора. Фото пробоя в области внешнего отражателя. Дисперсионные характеристики возбуждаемой поперечной моды в регулярной и конусной частях резонатора, а также расчетные структуры волн, возбуждаемых на различных частотах.

следствие, рабочая частота рефлектора фактически “диктует” системе частоту возбуждаемых в ней электромагнитных колебаний. Соответственно, перестройка частоты генерации в такой системе может быть реализована или изменением рабочей частоты рефлектора, или просто заменой одного рефлектора другим. Такие манипуляции с внешних рефлекторов могут осуществляться легко, поскольку он располагается вне зоны вакуума гиротрона. В проведенная нами серия предварительных численных расчетов найдены оптимальный профиль резонатора, удовлетворяющий описанным выше условиям. Эти расчеты демонстрируют возможность реализации суб-терагерцового гиротрона, работающего в непрерывном режиме генерации и обладающего 10-процентной полосой частотной перестройки (125–137 ГГц). В пределах этой полосы эффективность генерации спадает от 40 (на меньших частотах) до 10% (на

больших частотах). Для рабочего электронного пучка 0.5 А/30 кэВ это соответствует мощности в несколько кВт.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Подводя итоги, можно утверждать, что гиротроны с большой электронной орбитой, основанные на использовании относительно маломощных электронных пучков, представляют собой источники, интересные с точки зрения самых разных приложений, требующих стабильное узкополосное суб-терагерцовое излучение. Привлекательны их относительная компактность и простота, умеренные величины рабочих магнитных полей, которые требуются для достижения суб-терагерцовых частот, а также уникальные (стабильность, узкополосность) свойства выходного излучения. Кроме того, использование

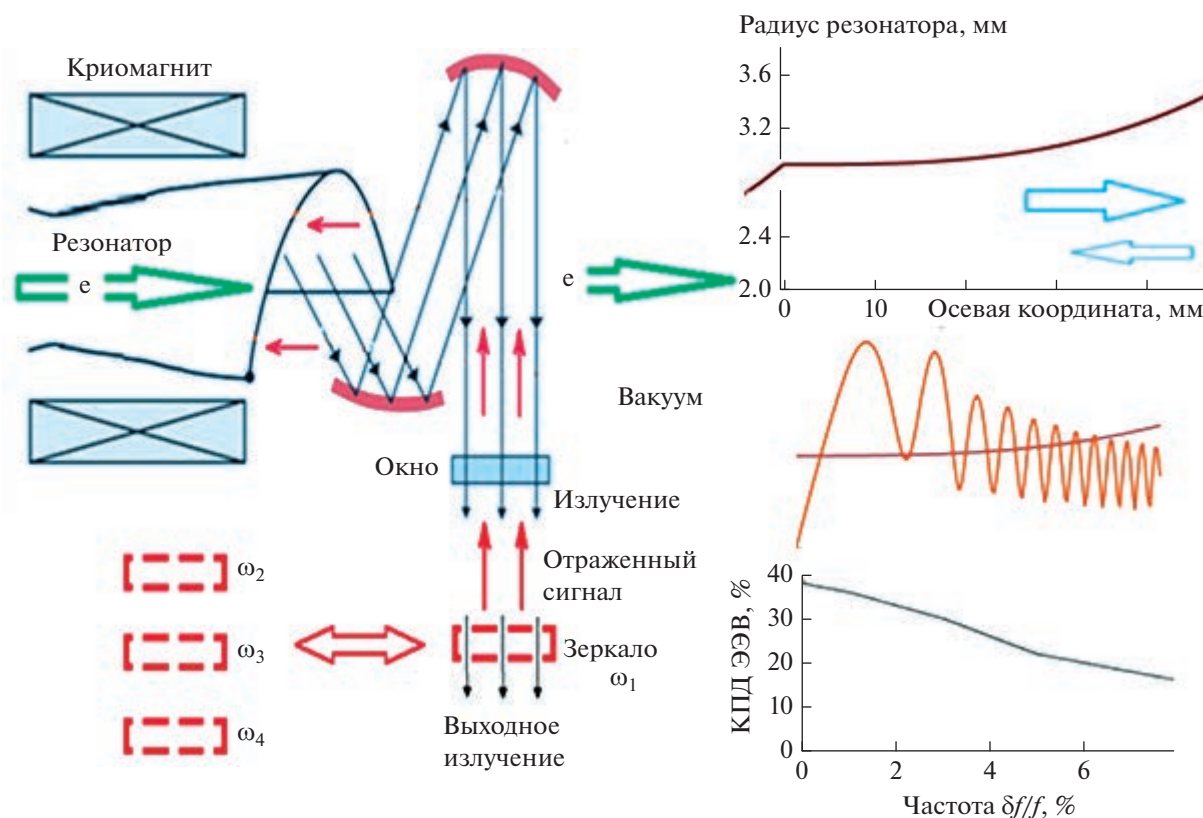


Рис. 4. Иллюстрация схемы гиротрона с частотно-перестраиваемыми зеркалами, профиль резонатора, характерная продольная структура волны, а также зависимость КПД электронно-волнового взаимодействия от частоты (идет отсчет от частоты f_0 , соответствующей частоте отсечки в самой узкой области резонатора).

сложных электродинамических систем в этих приборах открывает богатые возможности с точки зрения повышения селективности возбуждения высоких циклотронных гармоник (что дает возможность или повысить мощность генерации в уже освоенных частотных диапазонах, или выйти на более высокие уровни рабочих частот), а также открывает пути к реализации новых схем гиротронов с уникальными свойствами.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда (проекты № 19-19-00599 – раздел “Импульсный терагерцовый ГБО” и № 22-19-00490 – раздел “Универсальный непрерывный ГБО”).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Jory H. Research and development technical report ecom-01873-f. Technical Report ECOM-01873-F. Palo Alto: Varian Associates, 1968.
2. McDermott D.B., Luhmann N.C. Jr., Kupiszewski A., Jory H.R. // Phys. Fluids. 1983. V. 26. P. 1936.
3. Lawson W., Destler W.W., Striffler C.D. // IEEE Trans. Plasma Sci. 1985. V. PS-13. P. 444.
4. Bratman V.L., Fedotov A.E., Kalynov Y.K. et al. // IEEE Trans. Plasma Sci. 1999. V. 27. P. 456.
5. Bratman V.L., Kalynov Yu.K., Manuilov V.N. // Phys. Rev. Lett. 2009. V. 102. Art. No. 245101.
6. Bandurkin I.V., Bratman V.L., Kalynov Yu.K. et al. // IEEE Trans. Electron Devices. 2018. V. 65. P. 2287.
7. Kalynov Yu.K., Manuilov V.N., Fiks A.Sh., Zavolsky N.A. // Appl. Phys. Lett. 2019. V. 114. Art. No. 213502.
8. Shalashov A., Gospodchikov E. // IEEE Trans. Antennas Propag. 2016. V. 64. P. 3960.
9. Abramov I.S., Gospodchikov E.D., Shalashov A.G. // Phys. Rev. Appl. 2018. V. 10. Art. No. 034065.
10. Bandurkin I.V., Kalynov Y.K., Makhalov P.B. et al. // IEEE Trans. Electron Devices. 2017. V. 64. P. 300.
11. Kalynov Yu.K., Osharin I.V., Savilov A.V. // Phys. Plasm. 2016. V. 23. Art. No. 053116.
12. Bandurkin I.V., Fokin A.P., Glyavin M.Y. et al. // IEEE Electron Device Lett. 2020. V. 41. P. 1412.
13. Bandurkin I.V., Kalynova G.I., Kalynov Yu.K. et al. // IEEE Trans. Electron Devices. 2021. V. 68. P. 347.
14. Kalynov Y.K., Osharin I.V., Savilov A.V. // IEEE Trans. Electron Devices. 2020. V. 67. P. 3795.
15. Bandurkin I.V., Kalynov Y.K., Osharin I.V., Savilov A.V. // Phys. Plasmas. 2016. V. 23. Art. No. 013113.
16. Guznov Yu.M., Kalynov Y.K., Osharin I.V., Savilov A.V. // IEEE Trans. Electron Devices. 2021. V. 69. P. 325.

High-harmonic large-orbit terahertz gyrotrons for physical applications

I. V. Bandurkin^a, Yu. K. Kalynov^a, I. V. Osharin^a, A. V. Savilov^{a, *},
E. S. Semenov^a, D. Yu. Shchegolkov^a

^a*Federal Research Center Institute of Applied Physics of the Russian Academy of Sciences, Nizhny Novgorod, 603950 Russia*

^{*}*e-mail: savilov@ipfran.ru*

An overview is given of works on two experimental installations that implement large-orbit gyrotrons (LOG) operating in the sub-terahertz frequency range at high harmonics of the electronic cyclotron frequency. At the installation of a pulsed LOG (80–100 keV/0.7–1.0 A), a radiation source with a frequency of 1 THz with a kilowatt output power level is being developed, which is planned to be used in plasma applications. A continuous subterahertz LOG (30 keV/0.7 A) is being created as a prototype of a universal multi-frequency source for spectroscopic applications. Complex electrodynamic systems are also described, designed to increase the selectivity and efficiency of excitation of high cyclotron harmonics in these devices, as well as to ensure the tuning of the generation frequency.

УДК 537.862:621.385

ЭЛЕКТРОДИНАМИЧЕСКАЯ СИСТЕМА МОЩНОГО ТГц ЛАЗЕРА НА СВОБОДНЫХ ЭЛЕКТРОНАХ НА ОСНОВЕ ЛИНЕЙНОГО ИНДУКЦИОННОГО УСКОРИТЕЛЯ “ЛИУ”: МОДЕЛИРОВАНИЕ И “ХОЛОДНЫЕ” ТЕСТЫ

© 2023 г. Н. Ю. Песков^{1, 2, *}, А. В. Аржанников², В. И. Белоусов¹, Н. С. Гинзбург^{1, 2},
В. Ю. Заславский¹, Д. А. Никифоров², Ю. С. Опарина^{1, 2}, А. В. Савилов¹,
Е. С. Сандалов², С. Л. Синицкий², Д. И. Соболев¹

¹Федеральное государственное бюджетное научное учреждение
“Федеральный исследовательский центр Институт прикладной физики Российской академии наук”,
Нижний Новгород, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
“Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук”,
Новосибирск, Россия

*E-mail: peskov@ipfran.ru

Поступила в редакцию 28.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 25.01.2023 г.

Описана текущая стадия разработки мощного длинноимпульсного лазера на свободных электронах (ЛСЭ) терагерцового диапазона, создание которого ведется в Институте ядерной физики им. Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук в сотрудничестве с Институтом прикладной физики Российской академии наук на основе линейного индукционного ускорителя “ЛИУ” с энергией 5–10 МэВ, током до 2 кА и длительностью импульсов до 200 нс. Для обеспечения режима стабильной узкополосной генерации в проекте предлагается использование двух альтернативных типов электродинамических систем: модифицированных брегговских резонаторов и квазиоптических резонаторов Тальбота — типа. Представлены расчетные параметры ЛСЭ на основе данных резонаторов и результаты их моделирования в условиях существенной сверхразмерности. Работоспособность резонаторов нового типа подтверждена в “холодных” электродинамических тестах.

DOI: 10.31857/S0367676522701290, EDN: ACAGLI

ВВЕДЕНИЕ

Семейство линейных индукционных ускорителей “ЛИУ”, реализованное в ИЯФ СО РАН (Новосибирск) [1, 2], способно формировать релятивистские электронные пучки (РЭП) с энергией 5–10 МэВ, током 1–2 кА и длительностью импульса до 200 нс. Использование подобных пучков в ЛСЭ позволяет генерировать излучение в субтерагерцовой (суб-ТГц) и терагерцовой (ТГц) области частот с мощностью на уровне 0.1–1 ГВт и рекордным энергосодержанием в импульсах до 10–100 Дж [3, 4].

Проект по созданию мощного длинноимпульсного ЛСЭ суб-ТГц/ТГц диапазона на основе ускорителя “ЛИУ” разрабатывается в настоящее время в ИЯФ СО РАН (Новосибирск) в сотрудничестве с ИПФ РАН (Нижний Новгород). В серии проведенных электронно-оптических экспериментов обеспечено формирование РЭП с

параметрами, необходимыми для эффективной работы генератора в указанных диапазонах, и их транспортировка через вакуумную систему генератора [5]. При этом реализованный поперечный размер (диаметр) пучка в рабочей области ЛСЭ составляет $D_{\text{beam}} \sim 7\text{--}10$ мм.

Для проводки интенсивного РЭП, формируемого “ЛИУ” (с учетом амплитуды баунс-осцилляций электронов в ондуляторе), через пространство взаимодействия ЛСЭ диаметр системы должен быть $D \geq 15\text{--}20$ мм. Это на порядки превышает длину волны излучения в обсуждаемых диапазонах. Таким образом, одной из “ключевых” проблем в реализации ЛСЭ является разработка электродинамической системы, способной обеспечить стабильный режим узкополосной генерации в условиях существенной сверхразмерности пространства взаимодействия. Для решения проблемы селекции мод в подобных условиях в рамках развиваемого проекта исследуются

два основных типа электродинамических систем: (1) модифицированные брэгговские резонаторы, реализующие связь бегущих и квазикритических волн и (2) квазиоптические резонаторы, основанные на эффекте Тальбота. В статье обсуждаются конструктивные особенности этих резонаторов, их электродинамические свойства и результаты “холодных” тестов в суб-ТГц области частот. Представлены результаты моделирования ЛСЭ с использованием данных резонаторов в условиях существенной сверхразмерности пространства взаимодействия.

ЛСЭ НА ОСНОВЕ МОДИФИЦИРОВАННЫХ БРЭГГОВСКИХ РЕЗОНАТОРОВ

Отличительной особенностью модифицированных брэгговских резонаторов является включение в цепь обратной связи квазикритических волн [6]. Достоинством подобных структур является существенно большая селективность по сравнению с “традиционными” аналогами, основанными на связи двух бегущих параксиальных волн [7, 8]. В отличие от “традиционных” аналогов в модифицированной брэгговской структуре непосредственная связь попутной и встречной волн отсутствует и возникает только через возбуждение квазикритической волны. Вовлечение в цепь обратной связи критической волны, подобно гиротронам [9], позволяет значительно разредить спектр мод резонатора: в условиях большой сверхразмерности $D/\lambda \gg 1$ плотность спектра критических волн существенно меньше плотности спектра параксиальных волн, определяющих цикл обратной связи в брэгговских резонаторах “традиционного” типа. Это приводит к существенному улучшению селективных свойств модифицированных брэгговских структур по сравнению с “традиционными” аналогами. В то же время, в ЛСЭ взаимодействие с интенсивным РЭП обеспечивается попутной синхронной волной в условиях большого доплеровского преобразования частоты. Таким образом, ЛСЭ на основе модифицированных брэгговских резонаторов позволяет объединить достоинства, присущие гиротронам (высокая селективность по поперечному индексу мод) и релятивистским генераторам (возможность освоения коротковолновых диапазонов на высоком уровне импульсной мощности). Согласно моделированию, проведенному как на базе усредненных моделей, так и трехмерных PIC-кодов, модифицированные брэгговские структуры позволяют обеспечить селективное возбуждение рабочей моды при поперечных размерах пространства взаимодействия до $D/\lambda \sim 50$ длин волн, что представляется достаточным для формирования канала транспортировки интенсивных РЭП вплоть до ТГц-диапазона [10, 11].

Работоспособность модифицированных брэгговских резонаторов подтверждена экспериментально в макетах МСЭ, реализованных в сотрудничестве ИПФ РАН и ОИЯИ на основе ускорителя “ЛИУ-3000” 0.8 МэВ/200 А/200 нс (ОИЯИ, Дубна). Использование высокоселективных брэгговских резонаторов нового типа позволило получить в этих экспериментах стабильную узкополосную генерацию вплоть до W-диапазона частот при сверхразмерности $D/\lambda \sim 5$ и мультимагваттном уровне мощности [12]. Важно отметить, что в реализованных МСЭ на основе модифицированных брэгговских резонаторов при изменении амплитуды ондуляторного поля (соответственно, расстройки синхронизма электронов с рабочей волной) узкополосная генерация на основной моде имела место во всей полосе зоны самовозбуждения, что демонстрирует стабильность рабочего режима к изменению параметров пучка. В МСЭ с “традиционными” брэгговскими резонаторами при подобном изменении ондуляторного поля в предшествующих экспериментах уже при сверхразмерности системы $D/\lambda \sim 2$ наблюдались перескоки частоты генерации, соответствующие возбуждению различных пар волноводных мод (см., например, [13]).

Дальнейшее увеличение частоты излучения в ОИЯИ–ИПФ МСЭ было ограничено реализуемыми периодами ондуляторов и энергией электронного пучка, формируемого ускорителем “ЛИУ-3000”. В то же время, продвижение данного типа генераторов в область терагерцовых частот может быть достигнуто на базе семейства более мощных ускорителей “ЛИУ”, созданных в ИЯФ СО РАН [1, 2]. Однако работа мощных ЛСЭ-генераторов в высокочастотных диапазонах неизбежно требует увеличения сверхразмерности пространства взаимодействия. Это необходимо, с одной стороны, для формирования канала транспортировки интенсивного РЭП, а с другой – для снижения омических потерь.

Для решения указанной проблемы была исследована возможность реализации в суб-ТГц/ТГц диапазоне резонаторов на основе модифицированных брэгговских структур с фактором сверхразмерности, на порядок и более превосходящем длину волны. На данном этапе были разработаны модифицированные брэгговские структуры для работы ЛСЭ в диапазоне 0.7 ТГц (рис. 1а). Эти структуры имели диаметр $D \approx 20$ мм ($D/\lambda \sim 45$) и длину около 5 см, гофрировка с периодом 0.43 мм и глубиной 0.15 мм обеспечивала цикл обратной связи $TE_{1,1} \leftrightarrow TE_{1,45} \leftrightarrow TE_{1,1}$. Трехмерное моделирование с использованием кода CST Microwave Studio показывает, что даже при таких больших поперечных размерах модифицированные брэгговские структуры позволяют осуществить селективное отражение рабочей волны с эффективностью $\sim 90\%$ по мощности. Проведенные “холодные”

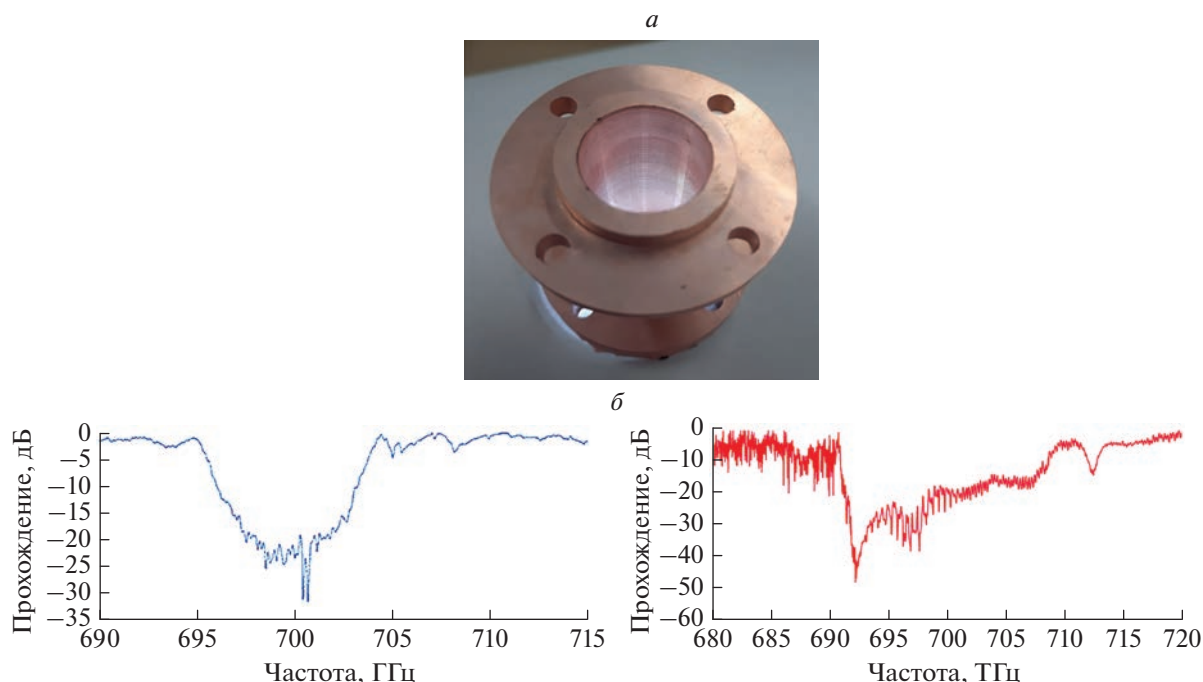


Рис. 1. Фотография макета модифицированной брэгговской структуры диапазона 0.7 ТГц (а), результаты его 3D моделирования (слева) и “холодного” тестирования (справа): частотная зависимость коэффициента прохождения (б).

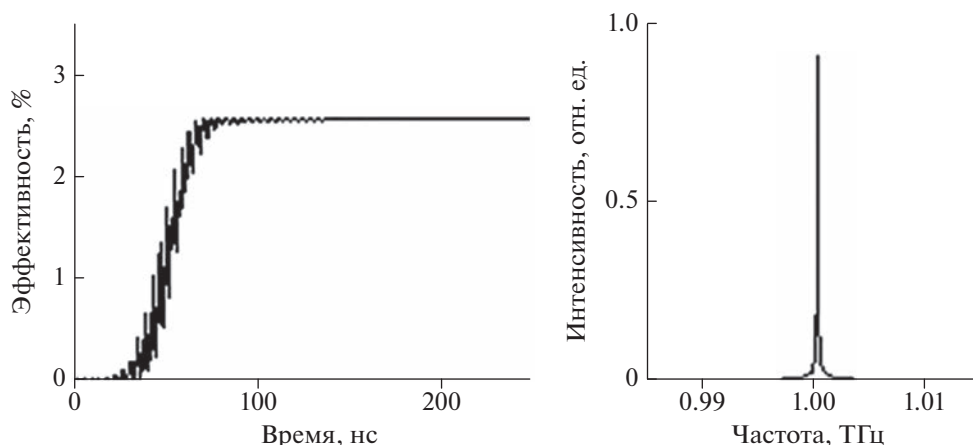


Рис. 2. Результаты моделирования ЛСЭ с двухзеркальным резонатором на основе модифицированных брэгговских структур, запитываемого ускорителем “ЛИУ”, в диапазоне 1 ТГц: зависимость электронного КПД от времени (слева) и частотный спектр излучения (справа).

электродинамические тесты подтверждают результаты моделирования и демонстрируют наличие эффективного узкополосного отражения в расчетной области частот (рис. 1б). Следует отметить, что при изготовлении описанного макета брэгговских структур использовалась развиваемая в ИПФ РАН новая аддитивная технология фотополимерной 3D печати с последующим химическим нанесением медного слоя [14].

Результаты моделирования брэгговского ЛСЭ-генератора в ТГц-диапазоне на основе ускорителя “ЛИУ” с параметрами 5 МэВ/2 кА

представлены на рис. 2. Моделирование проводилось в рамках развитых усредненных трехмерных квазиоптических моделей электронно-волнового взаимодействия на основе метода связанных волн при параметрах, близких к условиям планируемых экспериментов. Разработанная магнитная система данного ЛСЭ включает в себя импульсный винтовой ондулятор с периодом 4 см для раскачки рабочих баунс-осцилляций электронов и соленоиды, создающие ведущее продольное магнитное поле ~ 0.4 Тл (в так называемой обратной конфигурации), для фокусировки и транспорти-

а

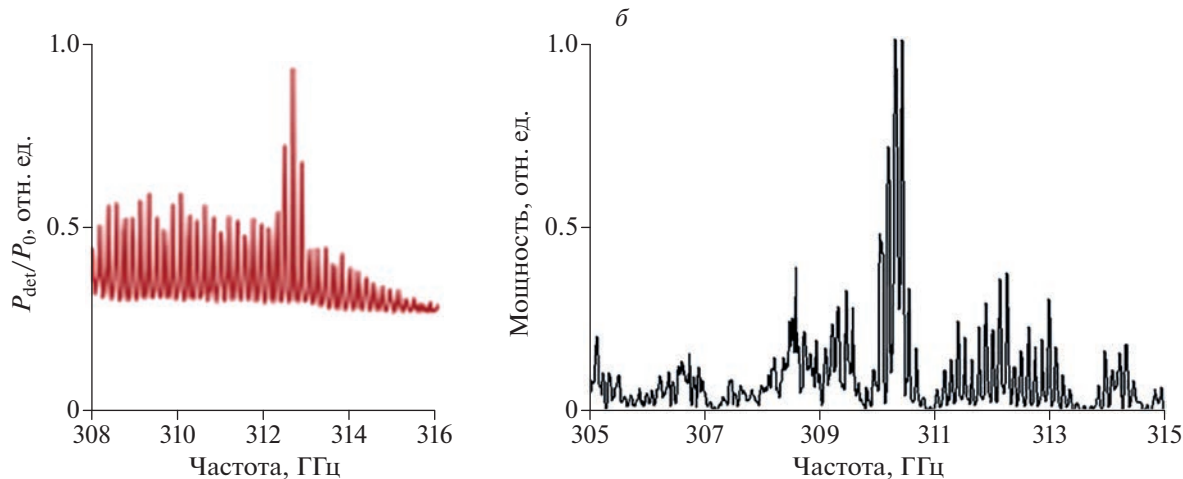


Рис. 3. Фотография макета резонатора, основанного на эффекте Тальбота, диапазона 0.3 ТГц (а), результаты его моделирования (слева) и “холодного” тестирования (справа): частотная зависимость мощности сигнала, детектируемого в отверстии связи (б).

ровки интенсивного РЭП (см. подробнее [5]). В качестве электродинамической системы ЛСЭ предполагается использовать двухзеркальный резонатор, в котором модифицированные брэгговские структуры выступают в роли эффективных селективных отражателей. Согласно результатам проведенного моделирования секционирование пространства взаимодействия, которое позволяет осуществить двухзеркальная схема резонатора, привлекательно как с точки зрения снижения омических потерь на высоких частотах, так и с точки зрения увеличения эффективности генератора.

Для работы ЛСЭ на частоте около 1 ТГц был сконструирован двухзеркальный резонатор с диаметром $D \approx 12$ мм (сверхразмерность $D/\lambda \sim 40$), регулярным участком длиной около 50 см и брэгговскими структурами (рефлекторами) длиной 20 см (входная) и 12 см (выходная), имеющими гофрировку с периодом 0.3 мм и глубиной ~ 20 –30 мкм. Согласно моделированию (рис. 2), при расчетных параметрах электронный КПД может достигать 2–3%, а выходная мощность 0.2–0.3 ГВт. Омические потери в этом случае не превышают 25–30% от излучаемой мощности. Следует отметить, что для работы в высокочастотных диапазонах перспективным представляется пере-

ход открытым в поперечном направлении схемам резонаторов (планарным системам, волноводам с боковыми разрезами и др.), которые, как показывает проведенный теоретический анализ, позволяют еще более разрядить плотность спектра поперечных мод и, таким образом, обеспечить дальнейшее увеличение селективных свойств.

ЛСЭ С РЕЗОНАТОРАМИ ТАЛЬБОТА-ТИПА

В качестве альтернативного типа электродинамической системы перспективными представляются квазиоптические резонаторы, основанные на эффекте Тальбота [15, 16]. В качестве развития данной идеи в разрабатываемом проекте ЛСЭ исследуется возможность использования простейшего (с технологической точки зрения) резонатора, образованного отрезком гладкого сверхразмерного цилиндрического волновода с двумя шайбами на краях, выполняющими роль зеркал, на которых в результате эффекта Тальбота имеет место периодическое воспроизведение поперечной структуры волнового пучка [17, 18]. Идея подобного резонатора основана на отказе от возбуждения фиксированной поперечной моды и переходе к возбуждению так называемой супер-

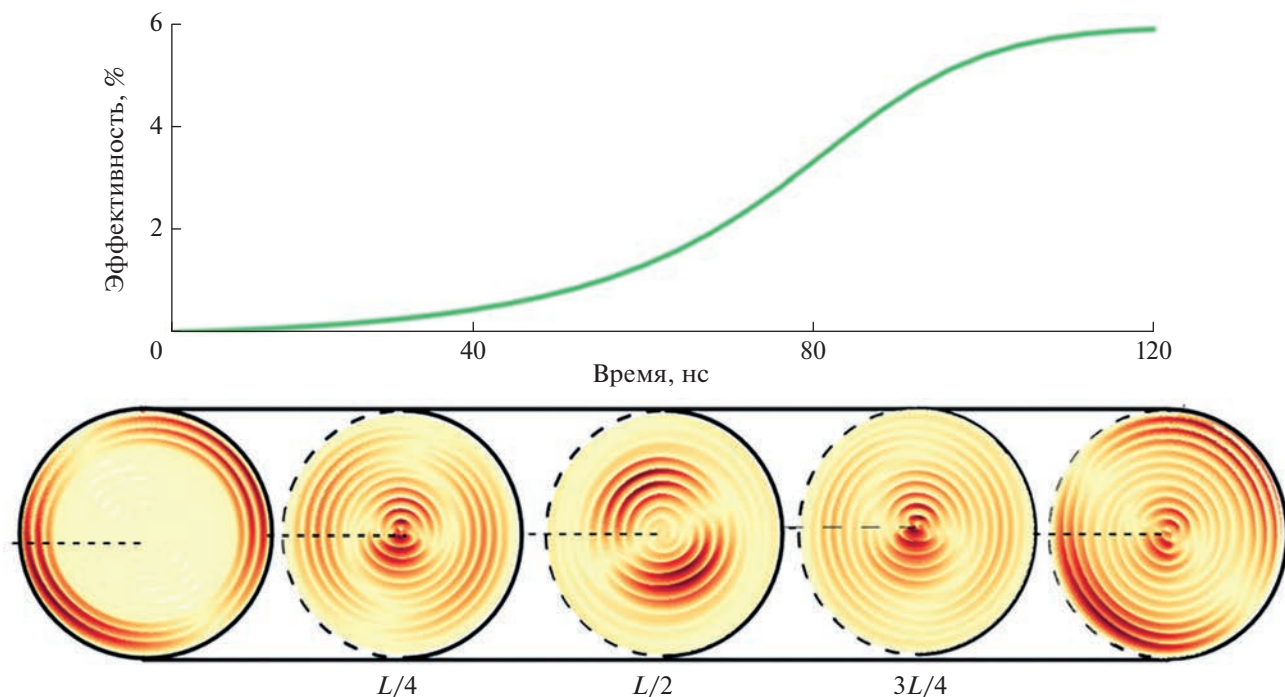


Рис. 4. Результаты моделирования ЛСЭ с резонатором Тальбота-типа на основе ускорителя “ЛИУ” в диапазоне 2 ТГц: зависимость электронного КПД от времени (вверху) и поперечная структура возбужденного волнового пучка в различных поперечных сечениях резонатора в установившемся режиме (внизу).

моды, образованной фиксированным набором нескольких поперечных мод сверхразмерного волновода, имеющих одинаковую частоту.

Для проведения “холодных” тестов макет резонатора, основанного на эффекте Тальбота, был разработан с диаметром 36 мм ($D/\lambda \sim 40$) и длиной около 80 см для работы в диапазоне частот около 0.3 ТГц (рис. 3а). Расположенные по краям зеркала (шайбы) имели ширину 4 мм, на выходном зеркале было выполнено отверстие связи диаметром 2 мм (положение отверстия соответствовало положению расчетного максимума поля). Возбуждение резонатора осуществлялось с входной стороны резонатора волной $TE_{1,1}$ -типа. Согласно проведенному моделированию, эта волна эффективно трансформируется в волну $TE_{1,7}$, максимально представленную в супермоды на рабочей частоте. Детектирование выходного сигнала проводилось через указанное отверстие связи. Моделирование показывает, что на частоте, соответствующей искомой супермоды, должен наблюдаться пик мощности в отверстии связи. В соответствии с результатами моделирования в проведенных “холодных” тестах наблюдался хорошо различимый пик детектируемой выходной мощности на расчетных частотах, что, таким образом, подтверждало работоспособность резонатора данного типа (рис. 3б).

В рамках моделирования была исследована возможность реализации ЛСЭ в области частот в районе 2 ТГц на основе пучка 7 МэВ/1.5 кА, формируемого ускорителем “ЛИУ”. В качестве электродинамической системы данного ЛСЭ рассмотрен резонатор Тальбота-типа с диаметром $D \approx 10.5$ мм ($D/\lambda \sim 70$) и длиной около 60 см. Согласно результатам моделирования (рис. 4) при расчетных параметрах электронный КПД составляет около 5%, что соответствует выходной мощности излучения на уровне 0.5 ГВт. Время переходного процесса при этом достигает ~ 80 –100 нс (т.е. около 20 пробегов волны по резонатору).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, проведенные теоретические и экспериментальные исследования подтвердили перспективность создания мощного длинноимпульсного ЛСЭ-генератора, работающего в суб-ТГц/ТГц диапазоне, на основе линейного индукционного ускорителя “ЛИУ” (ИЯФ СО РАН). Для данного ЛСЭ предложены новые высокоселективные схемы резонаторов: модифицированные брэгговские резонаторы и квазиоптические резонаторы, основанные на эффекте Тальбота. Проведенные “холодные” электродинамические тесты продемонстрировали реализуемость и работоспособность указанных резонаторов в условиях существенной сверхразмерности. В рамках

моделирования показана эффективность их использования для обеспечения устойчивого узкополосного режима генерации в ЛСЭ на основе ускорителя “ЛИУ”: модифицированных брегговских резонаторов от суб-ТГц до ТГц диапазона при сверхразмерности до 40–50 длин волн и резонаторов Тальбота-типа на частотах вплоть до 2–5 ТГц при $D/\lambda \geq 100$. При этом мощность излучения может достигать суб-ГВт уровня, а энергосодержание в импульсах излучения ~ 10 –100 Дж.

В настоящее время ключевые компоненты электродинамической системы изготовлены, макет ЛСЭ-генератора находится в стадии сборки на ускорителе “ЛИУ”. Проведены электронно-оптические эксперименты по формированию РЭП с требуемыми параметрами, его инжекции и транспортировке через пространство взаимодействия. Первоначальные эксперименты по тестированию работы ЛСЭ на расчетном уровне мощности планируется начать в диапазоне 0.6–0.7 ТГц с перспективой перехода в более высокочастотные диапазоны по мере получения позитивных результатов.

Исследование выполнено при частичной поддержке Российского научного фонда (проект № 19-12-00212).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Логачев П.В., Кузнецов Г.И., Корепанов А.А. и др. // ПТЭ. 2013. № 6. С. 42; Logachev P.V., Kuznetsov G.I., Korepanov A.A. et al. // Instrum. Exp. Tech. 2013. V. 56. No. 6. P. 672.
2. Никифоров Д.А., Блинов М.Ф., Федоров В.В. и др. // Письма в ЭЧАЯ. 2020. Т. 17. № 2(227). С. 158; Nikiforov D.A., Blinov M.F., Fedorov V.V. et al. // Part. Nucl. Lett. 2020. V. 17. No. 2. P. 197.
3. Peskov N.Yu., Ginzburg N.S., Malkin A.M. et al. // EPJ Web Conf. 2018. V. 195. Art. No. 01010.
4. Arzhannikov A.V., Ginzburg N.S., Peskov N.Yu. et al. // IEEE Conf. Proc. The 44th Int. Conf. IRMMW-THz 2019 (Paris, 2019). Art. No. 8874573.
5. Аржанников А.В., Бак П.А., Белоусов В.И. и др. // Изв. вузов. Радиофиз. 2021. Т. 64. № 11. С. 905.
6. Гинзбург Н.С., Малкин А.М., Песков Н.Ю., Сергеев А.С. // Письма в ЖТФ. 2006. Т. 32. № 20. С. 60; Ginzburg N.S., Malkin A.M., Peskov N.Yu., Sergeev A.S. // Tech. Phys. Lett. 2006. V. 32. No. 10. P. 896.
7. Ковалев Н.Ф., Орлова И.М., Петелин М.И. // Изв. вузов. Радиофиз. 1968. Т. 11. № 5. С. 783.
8. Bratman V.L., Denisov G.G., Ginzburg N.S., Petelin M.I. // IEEE J. Quant. Electron. 1983. V. QE-19. No. 3. P. 282.
9. Гапонов А.В., Гольденберг А.Л., Григорьев Д.П. и др. // Письма в ЖЭТФ. 1965. Т. 2. № 9. С. 430.
10. Гинзбург Н.С., Заславский В.Ю., Зотова И.В. и др. // Письма в ЖЭТФ. 2010. Т. 91. № 6. С. 286; Ginzburg N.S., Zaslavskii V.Yu., Zotova I.V. et al. // JETP Lett. 2010. V. 91. No. 6. P. 266.
11. Песков Н.Ю., Гинзбург Н.С., Заславский В.Ю., Корнишин С.Ю. // Изв. вузов. Радиофиз. 2020. Т. 63. № 5–6. С. 488.
12. Peskov N.Yu., Ginzburg N.S., Golubev I.I. et al. // Appl. Phys. Lett. 2020. V. 116. Art. No. 0006047.
13. Ginzburg N.S., Kaminsky A.A., Kaminsky A.K. et al. // IEEE Trans. Plasma Sci. 1998. V. 26. No. 3. P. 542.
14. Проявин М.Д., Вихарев А.А., Федотов А.Э. и др. // Изв. вузов. Радиофиз. 2020. Т. 63. № 5–6. С. 521.
15. Denisov G.G., Lukovnikov D.A., Shmelyov M.Yu. // Proc. IRMMW-1993. (Colchester, 1993). P. 485.
16. Urbanus W.H., Bongers W.A., Van Der Geer C.A.J. et al. // Phys. Rev. E. 1999. V. 59. No. 5. P. 6058.
17. Oparina Yu.S., Peskov N.Yu., Savilov A.V. // Phys. Rev. Appl. 2019. V. 12. Art. No. 044070.
18. Oparina Yu.S., Savilov A.V., Shchegolkov D.Yu. // J. Appl. Phys. 2020. V. 128. No. 11. Art. No. 114502.

Electrodynamic system for powerful THz-band free-electron laser based on linear induction accelerator “LIU”: simulations and “cold” tests

N. Yu. Peskov^{a, b, *}, A. V. Arzhannikov^b, V. I. Belousov^a, N. S. Ginzburg^{a, b}, V. Yu. Zaslavsky^a, D. A. Nikiforov^b, Yu. S. Oparina^{a, b}, A. V. Savilov^a, E. S. Sandalov^b, S. L. Sinitsky^b, D. I. Sobolev^a

^aInstitute of Applied Physics of the Russian Academy of Sciences, Nizhny Novgorod, 603950 Russia

^bBudker Institute of Nuclear Physics of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630090 Russia

*e-mail: peskov@ipfran.ru

The current stage of development of powerful long-pulse free-electron laser (FEL) of the terahertz band carried out in the BINP RAS in collaboration with the IAP RAS based on the linear induction accelerator “LIU” with an energy of 5–10 MeV, a kA-level current, and a pulse duration of up to 200 ns is described. To ensure a stable narrow-band generation regime, the project proposes the use of two alternative types of the electrodynamic system: advanced Bragg resonators and quasi-optical Talbot-type resonators. We discussed design parameters of the FEL based on these resonators and results of their simulations under conditions of substantial oversize. Operability of resonators of the novel types was demonstrated in the “cold” electrodynamic tests.