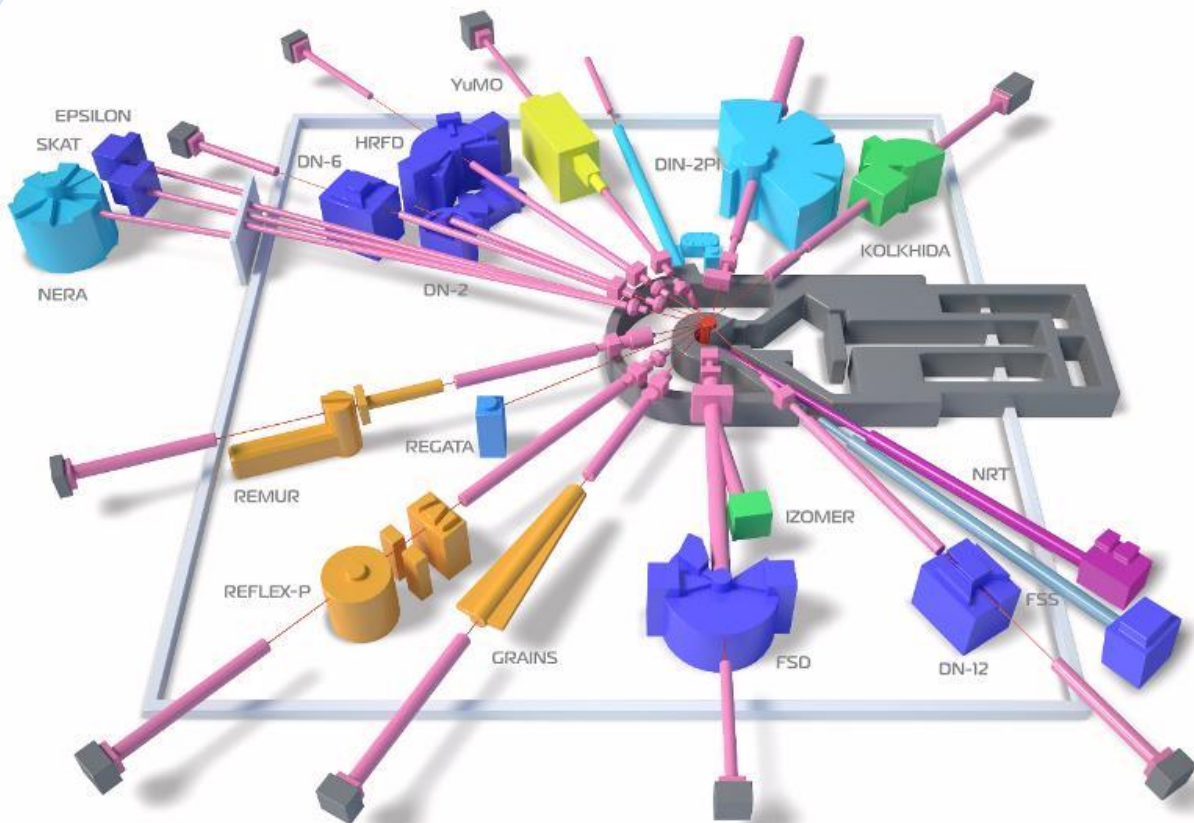


FLNP

Предложения

в программу развития комплекса
спектрометров на реакторе ИБР-2
на 2015 – 2020 гг.



Лаборатория нейтронной физики им. И. М. Франка

**Научно-экспериментальный отдел
нейтронных исследований конденсированных сред**

**Предложения
в программу развития комплекса
спектрометров на реакторе ИБР-2
на 2015 – 2020 гг.**

Дубна 2014

ББК 22.344.1
31.46.6
УДК 621.384.8 + 621.039.55

Составитель: Ю.Е. Горшкова
Под редакцией: Д.П. Козленко

Контактный адрес: 141980, Дубна, обл. Московская,
Объединенный институт ядерных исследований,
Лаборатория нейтронной физики им. И.М.Франка,
E-mail: denk@nf.jinr.ru

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
1. СПИСОК ПРОЕКТОВ.....	7
2. АННОТАЦИИ ПРОЕКТОВ РАЗВИТИЯ ДЕЙСТВУЮЩИХ СПЕКТРОМЕТРОВ	8
Фурье-дифрактометр высокого разрешения ФДВР	8
Фурье-стресс дифрактометр ФСД.....	14
Комплекс дифрактометров ЭПСИЛОН-МДС и СКАТ	21
Спектрометр малоуглового рассеяния нейтронов ЮМО	25
Спектрометр обратной геометрии НЕРА с возможностью одновременного исследования структуры и динамики образцов	29
Спектрометр неупругого рассеяния ДИН-2ПИ	35
Нейтронный дифрактометр ДН-6 для исследования микрообразцов при высоком давлении.....	39
Многофункциональный нейтронный рефлектометр GRAINS с горизонтальной плоскостью образца	42
Спектрометр Нейтронов для Ядерно-Физических Исследований СНЯФИ	48
Спектрометр с поляризованной мишенью КОЛХИДА	55
3. АННОТАЦИИ ПРОЕКТОВ РЕКОНСТРУКЦИЙ ДЕЙСТВУЮЩИХ СПЕКТРОМЕТРОВ	58
Дифрактометр RTD для исследований переходных процессов в реальном времени	58
Разработка спин – эхо малоуглового спектрометра на базе рефлектометра с поляризованными нейтронами РЕФЛЕКС	64
Изотопно-идентификационная рефлектометрия нейтронов (ИИРН) на спектрометре поляризованных нейтронов РЕМУР	68
Нейтронный спектрометр ДН-12 для исследования микрообразцов при высоком давлении.....	72
4. АННОТАЦИИ ПРОЕКТОВ НОВЫХ СПЕКТРОМЕТРОВ.....	75
Спектрометр для нейтронной радиографии и томографии NRT	75
Фурье-дифрактометр FSS	79
Установка малоуглового рассеяния нейтронов МУРН-С.....	84
5. АННОТАЦИИ ПРОЕКТОВ ОБЩЕГО НАЗНАЧЕНИЯ	88
Развитие систем сбора данных, систем автоматизации экспериментов и информационно-вычислительной инфраструктуры комплекса спектрометров ИБР-2.....	88
6. ЗАПРАШИВАЕМОЕ ФИНАНСОВОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ПО ПРОЕКТАМ.....	100

ВВЕДЕНИЕ

Импульсный высокопоточный реактор ИБР-2 был введен в эксплуатацию в 1984 г. К концу 2006 г. ресурс работы ИБР-2 был исчерпан и в период 2007-2010 гг. была проведена масштабная модернизация реактора, включающая замену практически всех его систем. После успешного физического (декабрь 2010 г.) и энергетического (июль - октябрь 2011 г.) пуска реактора, в 2012 г. была возобновлена его работа на физический эксперимент на номинальной мощности 2 МВт. Ресурс работы модернизированного ИБР-2 оценивается в районе 20-25 лет, что открывает долгосрочные перспективы для нейтронных исследований на его базе. Технические параметры реактора представлены в Таблице ниже. Кроме того, осенью 2012 г. была начата эксплуатация первого криогенного замедлителя шарикового типа, который обеспечивает выигрыш в холодных нейтронах до 13 раз на каналах 7, 8, 10 ИБР-2. В ближайшие годы планируется создание еще двух криогенных замедлителей для каналов 4-6 и 2 ИБР-2.

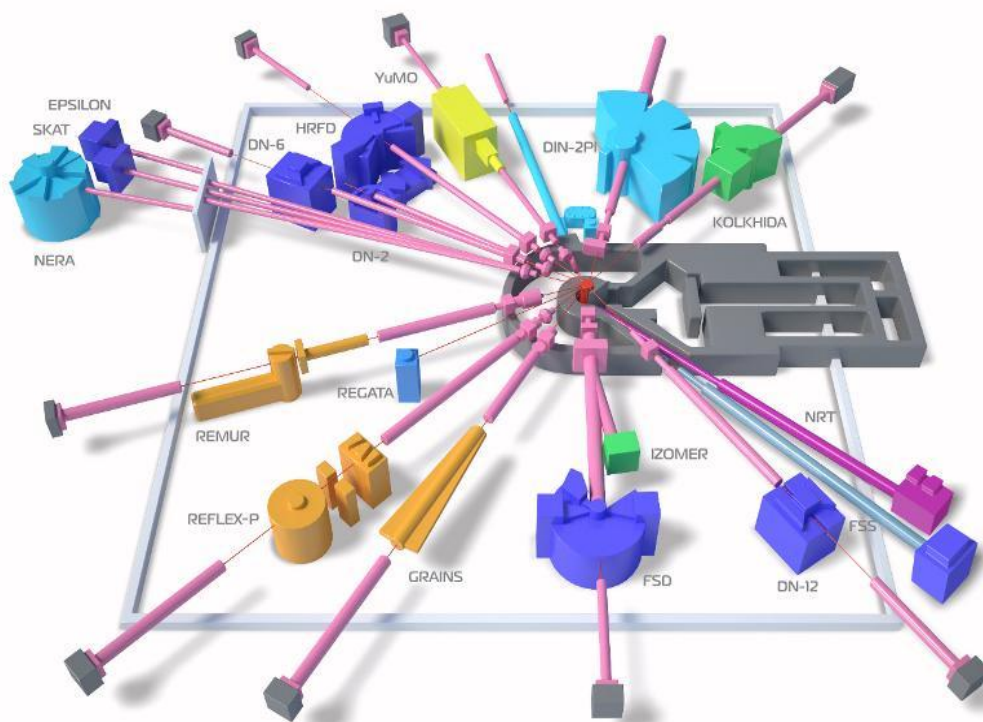
Технические параметры реактора ИБР-2 до и после модернизации

Параметр ИБР-2	до модернизации	после модернизации
Импульсный тепловой поток нейтронов, н/см ² /с	$5 \cdot 10^{15}$	$5 \cdot 10^{15}$
Средняя мощность, МВт	2	2
Импульсная мощность, МВт	1850	1850
Топливо	PuO ₂	PuO ₂
Количество тепловыделяющих сборок	78	69
Максимальное выгорание, %	6.5	9
Частота импульсов, Гц	5, 25	5, 10
Полуширина нейтронного импульса:		
Быстрые нейтроны, мкс	215	240
Тепловые нейтроны, мкс	320	340

Реактор ИБР-2 оснащен уникальным комплексом нейтронных спектрометров, позволяющим проводить широкий круг междисциплинарных исследований в области физики конденсированного состояния, материаловедения, химии, биологии, геофизики, фармакологии, медицины, ядерной физики, экологии и др. Период остановки реактора ИБР-2 активно использовался для проведения работ по созданию новых и модернизации существующих установок. В настоящее время на реакторе работает или находится в завершающей стадии создания 18 установок, из которых 14 используются для исследований в области конденсированных сред, 2 – в области ядерной физики, 1- радиационного материаловедения и 1 – нейтронного активационного анализа.

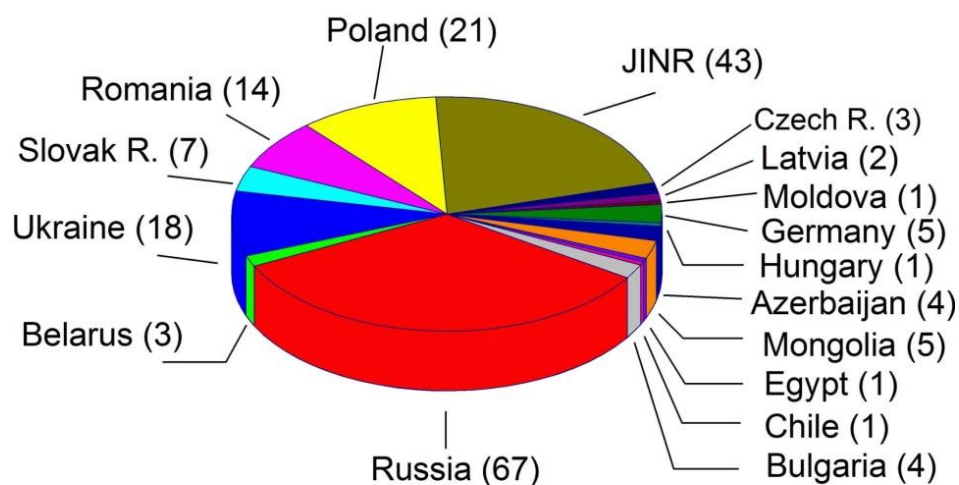
Спектрометры, используемые для исследований конденсированных сред, в настоящее время включают в себя 7 дифрактометров, 3 рефлектометра, 1 спектрометр малоуглового рассеяния, 2 спектрометра неупругого рассеяния нейтронов, 1 спектрометр для нейтронной радиографии и томографии. Преобладание дифрактометров в некоторой степени обусловлено историческими причинами, а также рядом объективных факторов – развитием новой уникальной методики фурье-дифрактометрии, позволяющей проводить дифракционные эксперименты с очень высоким разрешением (вплоть до $\Delta d/d \sim 0.1-0.2\%$) и широкими возможностями применения дифракционных методик в междисциплинарных научных исследованиях – от физики конденсированного состояния до биофизики, геофизики и медицины.

Схема расположения установок в экспериментальном зале ИБР-2



На комплексе спектрометров реактора ИБР-2 реализуется программа пользователей. Сбор заявок на проведение экспериментов осуществляется дважды в год, распределение пучкового времени происходит на основе оценок поданных заявок комитетами, состоящими из высококвалифицированных экспертов. Так, в 2013 г. было получено 200 заявок на проведение экспериментов на спектрометрах ИБР-2 из 15 стран, при этом большинство заявок поступило от внешних организаций.

Распределение заявок по странам за 2013 год



Среди недавно созданных установок следует отметить:

дифрактометр для исследования микрообразцов ДН-6, позволяющий проводить эксперименты с рекордно малым объемом исследуемого материала порядка 0.01 мм^3 в условиях экстремальных воздействий (давления в диапазоне до 30 ГПа, температуры в диапазоне 4 – 300 К),

многофункциональный рефлектометр с горизонтальной плоскостью расположения образца ГРЭЙНС, открывающий новые возможности для исследования жидких и мягких интерфейсов, спектрометр нейтронной радиографии и томографии, позволяющий проводить неразрушающий контроль и исследование внутренней организации материалов и изделий с пространственным разрешением на уровне 200 мкм.

Кроме того, в период остановки ИБР-2 на модернизацию была проведена масштабная модернизация многих существующих установок – НЕРА, СКАТ, ЭПСИЛОН, ДИН-2ПИ и др.

Следует отметить, что в настоящее время на ИБР-2 наиболее остро стоит вопрос с установками малоуглового рассеяния. На одну существующую установку МУРН приходится около 30 % от общего количества подаваемых заявок на эксперимент и имеющееся в наличии пучковое время существенно меньше запрашиваемого. Для улучшения ситуации планируется создание второй малоугловой установки и спин-эхо малоуглового спектрометра.

Наличие нейтронного источника с длительным ресурсом работы и параметрами мирового уровня, оснащенного криогенным замедлителем, интенсивное развитие методов рассеяния нейтронов и конкурирующих методов рассеяния синхротронного излучения, возрастающая потребность использования рассеяния нейтронов в междисциплинарных исследованиях делает необходимым дальнейшее развитие комплекса спектрометров реактора ИБР-2 с учетом данных факторов, направленное на расширение экспериментальных возможностей и улучшение технических параметров.

Данный сборник содержит предложения по развитию и модернизации существующих и созданию новых спектрометров на реакторе ИБР-2, подготовленные в основном сотрудниками НЭО НИКС, а также ОЯФ и НЭО КС. Он может рассматриваться как “дорожная карта” развития комплекса спектрометров реактора ИБР-2 в долгосрочной перспективе до 2020 г.

1. СПИСОК ПРОЕКТОВ

№	СПЕКТРОМЕТР	НАЗВАНИЕ ПРОЕКТА
1.	ФДВР	Фурье дифрактометр высокого разрешения
2.	ФСД	Фурье стресс дифрактометр
3.	ЭПСИЛОН МДС / СКАТ	Комплекс дифрактометров
4.	ЮМО	Спектрометр малоуглового рассеяния нейтронов
5.	НЕРА	Спектрометр обратной геометрии с возможностью одновременного исследования структуры и динамики образцов
6.	ДИН-2ПИ	Спектрометр неупругого рассеяния
7.	ДН-6	Нейтронный дифрактометр для исследования микрообразцов при высоком давлении
8.	GRAINS	Многофункциональный нейтронный рефлектометр с горизонтальной плоскостью образца
9.	СНЯФИ	Спектрометр Нейтронов для Ядерно-Физических Исследований
10.	КОЛХИДА	Спектрометр с поляризованной мишенью
11.	RTD	Дифрактометр для исследований переходных процессов в реальном времени
12.	РЕФЛЕКС	Разработка спин – эхо малоуглового спектрометра на базе рефлектометра с поляризованными нейтронами
13.	РЕМУР	Изотопно-идентификационная рефлектометрия нейтронов (ИИРН) на спектрометре поляризованных нейтронов
14.	ДН-12	Нейтронный спектрометр для исследования микрообразцов при высоком давлении
15.	NRT*	Спектрометр для нейтронной радиографии и томографии
16.	FSS*	Фурье-дифрактометр
17.	МУРН-С*	Высокопоточный спектрометр малоуглового рассеяния нейтронов

* - новый проект

2. АННОТАЦИИ ПРОЕКТОВ РАЗВИТИЯ ДЕЙСТВУЮЩИХ СПЕКТРОМЕТРОВ

Фурье-дифрактометр высокого разрешения ФДВР

Руководитель проекта: А.М.Балагуров

Основные исполнители: И.А.Бобриков, В.Г.Симкин

Аннотация

Созданный коллаборацией ЛНФ ОИЯИ (Дубна), ПИЯФ (Гатчина) и VTT (Espoo, Finland) фурье-дифрактометр высокого разрешения (ФДВР) стационарно действует на ИБР-2 с 1995 года. Его исходная конструкция, принцип действия и номинальные параметры подробно описаны в работе [1]. В работах [2, 3] приведены примеры проведенных многочисленных исследований на ФДВР и сформулированы некоторые идеи по возможному развитию дифрактометра. За прошедшее время на ФДВР уже проведена замена некоторых узлов, значительно изменена детекторная система и произошла полная смена электроники накопления дифракционных спектров и управления экспериментом. Кроме того, большой накопленный опыт работы на ФДВР позволил выявить некоторые технические проблемы при его эксплуатации и наметить четкие пути их устранения.

1. Статус и научная программа

На ФДВР реализован корреляционный метод набора данных с использованием быстрого фурье-прерывателя и электроники, работающей в режиме обратного времени пролета. Актуальная схема дифрактометра показана на *рис.1*. В настоящее время конструкция ФДВР позволяет регистрировать дифракционные спектры высокого разрешения детекторами обратного рассеяния ($2\theta = 152^\circ$) в диапазоне $d_{hkl} = 0.6 - 3.6 \text{ \AA}$ и детектором при $2\theta = 90^\circ$ в диапазоне $d_{hkl} = 0.8 - 4.9 \text{ \AA}$. В режиме низкого разрешения ($\Delta d/d \approx 0.01 - 0.02$) этими же детекторами спектры регистрируются в диапазонах до 4.5 и 6.0 \AA , соответственно. Наконец, с помощью позиционно-чувствительного детектора (1D PSD), установленного при $2\theta = 30^\circ$, дифракция наблюдается до $d_{\max} = 16 \text{ \AA}$.

Основной методической особенностью ФДВР является исключительно высокая разрешающая способность ($\Delta d/d \approx 0.001$) при сравнительно короткой пролетной базе от прерывателя до образца ($L = 20 \text{ м}$). Разрешение ФДВР определяется максимальной скоростью быстрого фурье-прерывателя, слабо зависит от межплоскостного расстояния и улучшается с увеличением d_{hkl} (*Рис.2*).

За прошедшее время накоплен большой опыт по эксплуатации ФДВР и выявлен круг задач, для решения которых он наиболее подходит. Основным назначением ФДВР является прецизионный структурный анализ поликристаллических веществ со средним (до $\sim 500 \text{ \AA}^3$) объемом элементарной ячейки. Наиболее заметными работами, выполненными на ФДВР, были исследования структуры высокотемпературных сверхпроводников на основе ртути с различным содержанием кислорода или фтора [4, 5], причин гигантского изотопического эффекта в манганитах [6, 7], магнитных эффектов в рутенатах [8, 9], структурных аномалий в кобальтитах [10, 11]. ФДВР используется и для анализа монокристаллов, если требуется его уникально высокое разрешение по d_{hkl} , например, при изучении разделения фаз в кристаллах $\text{La}_2\text{CuO}_{4+\delta}$, возникающего в результате низкотемпературной диффузии сверхстехиометрического кислорода [12].

Высокая разрешающая способность ФДВР позволяет уверенно определять микродеформации и характерные размеры когерентных блоков исследуемых поликристаллов по зависимости ширины дифракционных пиков от d_{hkl} (анализ Вильямсона-Холла). Практика изучения на ФДВР микроструктурных эффектов показала, что при его разрешении уверенно определяются микронапряжения в кристаллитах на уровне $\varepsilon \approx 0.0008$ и больше и средние размеры когерентно рассеивающих доменов на уровне $L_{coh} \approx 2500 \text{ \AA}$ и меньше [13].

Начиная с 2012 года на ФДВР, проводятся эксперименты по изучению структурных процессов в электродах Li-ионных аккумуляторов непосредственно в ходе процессов заряда-разряда [14]. Успеху этих работ способствовала возможность переключения между двумя различными модами работы ФДВР – высокой интенсивности и высокого разрешения – без изменений в геометрии самого эксперимента. Высокая интенсивность использовалась для набора данных в реальном времени с разумным интервалом (10 минут) накопления статистики. Высокое разрешение использовалось для набора данных о стационарных состояниях аккумуляторов, что позволяло надежно идентифицировать возникающие структурные фазы.

Основная часть проводимых на ФДВР экспериментов ведется в сотрудничестве с твердотельными, кристаллографическими и материаловедческими научными организациями России и других стран. Соответственно, можно констатировать, что ФДВР является весьма успешно работающим спектрометром со сформировавшейся научной программой и широким кругом пользователей.

2. Работа ФДВР на холодном источнике нейтронов

ФДВР располагается на 5-м канале ИБР-2, со стороны которого предполагается постройка холодного замедлителя. Тестовые эксперименты на холодном метановом замедлителе, проведенные в 1999 году, показали, что он предоставляет более выгодные условия работы, чем штатный водяной замедлитель. Кроме того, было выяснено, что для анализа относительно сложных структур (с объемом элементарной ячейки более 200 \AA^3) оптимальной является температура замедлителя в диапазоне 60 – 100 К. Это дает возможность регистрировать на ФДВР дифракционные пики при больших d_{hkl} , что зачастую является принципиальным обстоятельством при изучении магнитных структур.

Специфическая особенность ФДВР – работа в режиме сканирования по частоте вращения прерывателя (частотный свип). Практика эксплуатации ФДВР показала, что оптимальными являются свипы продолжительностью 2 часа, число таких свипов, как правило, составляет от 3 до 10, т.е. эксперимент длится от 6 до 20 часов. Отсюда следует, что эксплуатация ФДВР на холодном источнике нейтронов будет возможна, если время стабильной работы источника составит не менее суток.

3. Предложения по модернизации ФДВР

Модернизация ФДВР должна быть направлена на увеличение светосилы дифрактометра, снижение уровня фона, улучшение параметров фурье-анализа. Оценки показывают, что решение этих задач позволит примерно в два раза увеличить число проводимых экспериментов, заметно поднять прецизионность получаемой структурной информации, существенно расширить возможности дифрактометра по проведению экспериментов в широком диапазоне температур и давлений.

3.1. Модернизация фурье-прерывателя

Действующий фурье-прерыватель изготовлен в Финляндии в 1992 году, его конструкция устарела морально, а механические узлы выработали свой ресурс. Диск прерывателя изготовлен из Al-сплава, содержит 1024 углубления, заполненных Gd_2O_3 , рассчитан на $V_{max} = 6000$ об/мин, магнитный датчик оборотов закреплен на валу мотора. Рядом с диском располагается статор с аналогичным набором непрозрачных для тепловых нейтронов промежутков. Особенности конструкции прерывателя ограничивают возможности ФДВР по разрешающей способности, приводят к искажениям формы дифракционных пиков и уменьшению функции пропускания.

Устранение отмеченных недостатков возможно только при полной замене прерывателя, которая может быть осуществлена компанией Austrium GmbH (Германия). Эта фирма хорошо зарекомендовала себя в производстве специализированных прерывателей нейтронных пучков. В частности, ей был сконструирован и изготовлен статистический прерыватель для установки POLDI (PSI) с диском из углеродных волокон, рассчитанным на $V_{\max} = 20,000$ об/мин, углублениями, заполненными ^{10}B , и с современной системой управления оборотами.

В новом фурье-прерывателе, помимо увеличения числа оборотов и улучшения системы управления, должна быть улучшена система юстировки статора и предусмотрена возможность оперативного вывода прерывателя из пучка нейтронов.

3.2. Оснащение ФДВР современным нейтроноводом

ФДВР оснащен зеркальным нейтроноводом длиной 19 м, расположенным между фурье-прерывателем и местом образца. Нейтроновод изготовлен в ПИЯФ (Гатчина) в 1992 году из высококачественного стекла толщиной 30 мм, покрытого изотопом ^{58}Ni . Особенностью его конструкции является двойная фокусировка пучка нейтронов в горизонтальной (с 30 мм до 10 мм) и вертикальной (с 200 мм до 100 мм) плоскостях. Стекла помещены в стальной кожух, обеспечивающий необходимый уровень вакуума и стабильность конструкции. Для своего времени нейтроновод ФДВР был одним из лучших.

Однако впоследствии выяснилось, что двойная фокусировка пучка нейтронов несколько увеличивая поток на образце, приводит в слишком сильной неравномерности потока в горизонтальном сечении, причем эта неравномерность сильно зависит от длин волн. Кроме того, в последние годы в технологиях изготовления нейтроноводов произошел качественный скачок, связанный с возможностями современных напылительных установок. Используемые в настоящее время многослойные покрытия обеспечивают заметно больший коэффициент отражения, меньшие шероховатость и волнистость поверхности. Оценки показывают, что замена существующего нейтроновода на современный позволит увеличить поток нейтронов на образце в 2.5 – 3 раза, и особенно существенно в области больших длин волн.

Проведенные расчеты показали, что для решения сложившегося на ФДВР круга дифракционных задач, оптимальными были бы следующие параметры нейтроновода:

Полная длина	18.8 м
Ширина зеркального канала (constant)	15 мм
Высота входного канала	200 мм
Высота выходного канала	100 мм
Суперзеркальное покрытие	$m = 1.75$
Коэффициент отражения (при θ_c)	(97 - 98)%
Радиус кривизны	2120 м
Характеристическая длина волны	1.25 Å
Длина зеркальной секции	0.75 - 0.8 м
Волнистость зеркальной секции	$\leq 1.5 \cdot 10^{-4}$
Толщина стекла	~15 мм
Уровень вакуума	≤ 0.1 мм

Изготовление нейтроновода с такими характеристиками может быть осуществлена фирмой Mirotron Ltd (Венгрия), с которой в 2012 году были проведены предварительные переговоры. Было согласовано, что зеркала будут установлены в существующий металлический кожух. В этом случае полная стоимость работ (изготовление, транспортировка, установка и юстировка) была оценена в 164,500 Евро.

3.3. Увеличение светосилы дифрактометра и снижение уровня фона

В настоящее время полный телесный угол основных детекторов обратного рассеяния составляет 0.16 ср, и по этому параметру ФДВР сильно уступает современным дифрактометрам высокого разрешения, у которых телесные углы детекторов составляют, как правило, около 2 ср и больше. Детектирующим элементом являются сцинтилляторы на основе Li-стекло, имеющие повышенную чувствительность к γ -фону.

Эти недостатки могут быть преодолены путем применения сцинтилляторов на основе ZnS(Ag) и использования комбинированной электронно-геометрической фокусировки. На рис. 3 показана возможная схема такого детектора обратного рассеяния, состоящего из отдельных пластин сцинтиллятора, собранных в 8 колец с одинаковым геометрическим вкладом в функцию разрешения. Эффективный телесный угол детектора близок к 1.5 стерадианам, что обеспечит 10-кратное увеличение светосилы дифрактометра. Переход на ZnS-сцинтилляторы позволит резко уменьшить уровень γ -фона.

Для расширения рабочего диапазона по d_{hkl} на ФДВР установлен 1D-ПЧД при угле рассеяния $2\theta = 30^\circ$, действующий в режиме низкого разрешения. Недостатком этого детектора является малый телесный угол. Для радикального улучшения ситуации необходимо оснащение ФДВР 2D-ПЧД с линейными размерами 25x25 см и позиционным разрешением на уровне 3 мм.

3.4. Устройства для задания внешних условий на образце

В настоящее время в эксплуатации на ФДВР имеются гелиевый рефрижератор ($T \geq 2.5$ К) и печь ($T \leq 1100^\circ\text{C}$). Для расширения круга проводимых экспериментов необходимо приобрести рефрижератор с $T_{\text{мин}} \leq 10$ К и возможностью нагрева образца до 500 К.

4. Запрашиваемые ресурсы

Итак, узлами, подлежащими обновлению, являются фурье-прерыватель, зеркальный нейтронный провод, детектор обратного рассеяния, позиционно-чувствительный детектор, системы задания условий на образце. Их стоимости отражены в Таблице 1 (Раздел 6).

Работы по проекту будут осуществляться силами сотрудников группы ФДВР сектора дифракции с привлечением сотрудников Отдела комплекса спектрометров

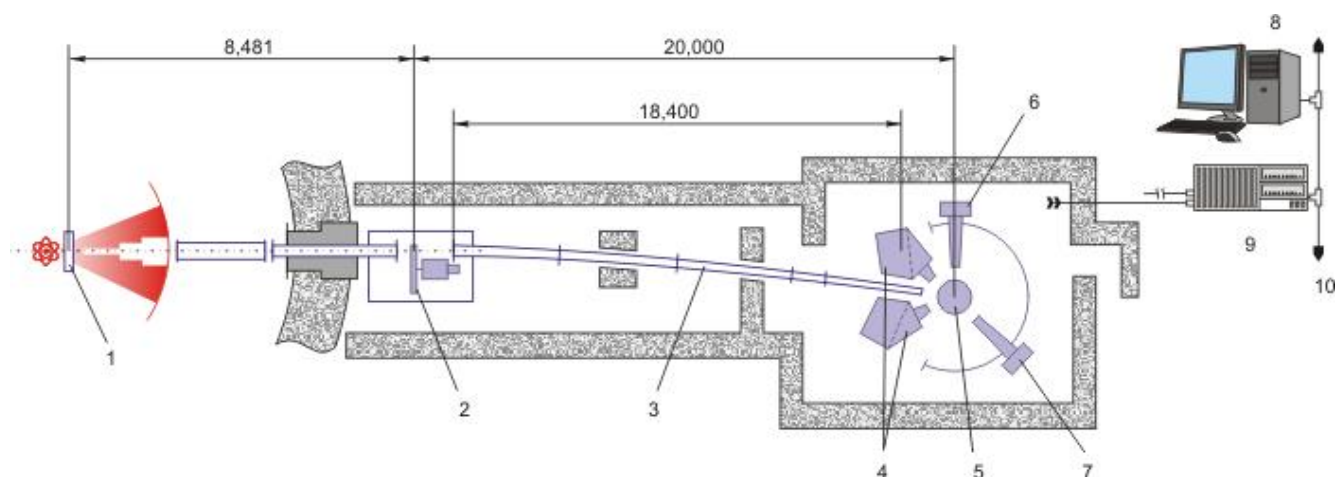


Рис. 1. Схема ФДВР. Быстрый фурье-прерыватель (2) располагается сразу за стеной кольцевого коридора. Нейтронный пучок на образце формируется изогнутым фокусирующим нейтронным проводом (3). Вокруг места образца (5) располагаются главные детекторы (4, 6) и ПЧД (7), работающий в режиме низкого разрешения. Сигналы от детекторов подаются на корреляционную электронику (9). Длины пролетных баз указаны в миллиметрах.

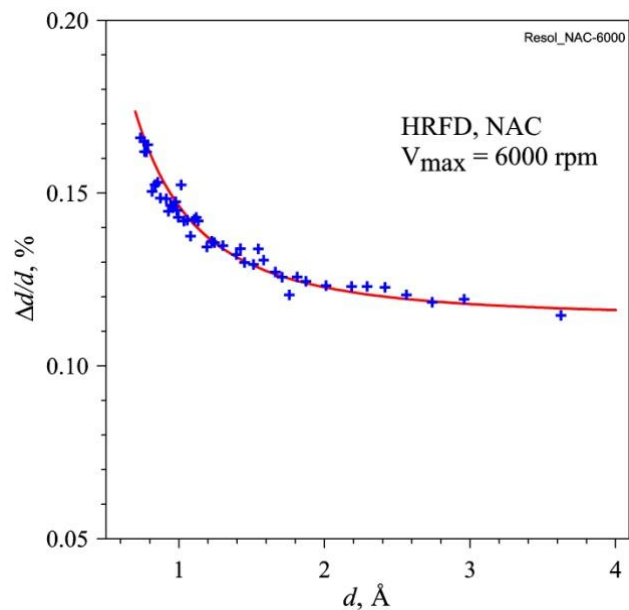


Рис. 2. Функция разрешения ФДВР, измеренная на стандартном образце $\text{Na}_2\text{Al}_2\text{Ca}_3\text{F}_{14}$ (NAC) при максимальной скорости прерывателя 6000 об/мин. Показаны экспериментальные точки и рассчитанная кривая.

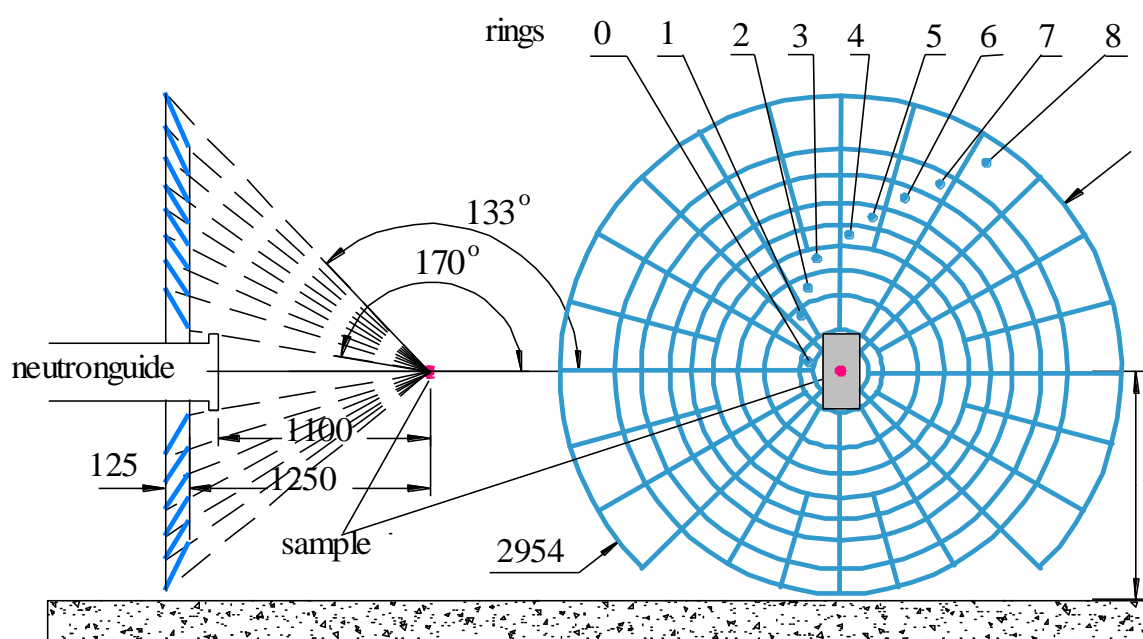


Рис. 3. Схема широкоапертурного детектора на больших углах рассеяния. Показаны виды сбоку (слева) и со стороны образца (справа). Детектор состоит из отдельных пластин (всего около 200 элементов) $\text{ZnS}(\text{Ag})^p\text{LiF}$ сцинтиллятора, каждая из которых удовлетворяет условиям временной фокусировки. Пластины собраны в 8 колец с одинаковым геометрическим вкладом в функцию разрешения, который изменяется в пределах $(3.7 - 8.8) \cdot 10^{-4}$. Площадь детектора около 13.5 м^2 , эффективный телесный угол составляет 1.5 ср.

Литература

1. V.L. Aksenov, A.M. Balagurov, V.G. Simkin, A.P. Bulkin, V.A. Kudrjashev, V.A. Trounov, O. Antson, P. Hiismaki, A. Tiitta "Performance of the high resolution Fourier diffractometer at the IBR-2 pulsed reactor" J. of Neutron Research, J. of Neutron Research, 5 (1997) 181-200.
2. A.M. Balagurov "High resolution Fourier diffraction at the IBR-2 reactor" Neutron News, 16 (2005) 8-12.
3. A.M. Balagurov, V.A. Kudrjashev "Correlation Fourier diffractometry for long-pulse neutron sources: a new concept" ICANS-XIX conference, 08-12.04.2010, Grindenwald, Switzerland.
4. Aksenov V.L., Balagurov A.M., V.V.Sikolenko, V.G.Simkin, V.A.Aleshin, Antipov E.V., A.A.Gippius, D.A.Mikhajlova, S.N.Putilin, F.Bouree "Precision neutron diffraction study of the high- T_c superconductor $HgBa_2CuO_{4+\delta}$ " Phys. Rev. B, 55 (1997) 3966-3973.
5. Abakumov A.M., Aksenov V.L., Antipov E.V., Balagurov A.M. et al., "Effect of fluorination on the structure and superconducting properties of the Hg-1201 phase" Phys. Rev. Lett., 80 (1998) 385-388.
6. A.M.Balagurov, V.Yu.Pomjakushin, D.V.Sheptyakov, V.L.Aksenov, N.A.Babushkina, L.M.Belova, A.H.Taldenkov, A.V.Inyushkin, P.Fischer, M.Gutmann, L.Keller, O.Yu.Gorbenko, A.R.Kaul "Effect of oxygen isotope substitution on magnetic structure of $(La_{0.25}Pr_{0.75})_{0.7}Ca_{0.3}MnO_3$ " Phys. Rev. B, 60 (1999) 383-387.
7. Balagurov A.M., Pomjakushin V.Yu., Sheptyakov D.V., Aksenov V.L., Fischer P., Keller L., Gorbenko O.Yu., Kaul A.R., Babushkina N.A. "Long-scale phase separation versus homogeneous magnetic state in $(La_{1-y}Pr_y)_{0.7}Ca_{0.3}MnO_3$: A neutron diffraction study" Phys. Rev. B, 64 (2001) 024420 (10 pp).
8. A.M. Balagurov, S.N. Bushmeleva, V.Yu. Pomjakushin, D.V. Sheptyakov, V.A. Amelichev, O.Yu. Gorbenko, A.R. Kaul, E.A. Gan'shina, N.B. Perkins "Magnetic structure of $NdMnO_3$ consistently doped with Sr and Ru" Phys. Rev. B, v.70 (1) 014427-1-8, 2004.
9. S.N. Bushmeleva, V.Yu. Pomjakushin, E.V. Pomjakushina, D.V. Sheptyakov, A.M. Balagurov "Neutron diffraction evidence for band ferromagnetism in $SrRuO_3$ " JMMM, 305 (2006) 491-496.
10. A.M. Балагуров, И.А. Бобриков, Д.В. Карпинский, И.О. Троянчук, В.Ю. Помякушин, Д.В. Шептяков "Последовательные структурные фазовые переходы в $Pr_{0.5}Sr_{0.5}CoO_3$ в диапазоне 10 – 1120 К" Письма в ЖЭТФ, 2008, т. 88(8), с. 608 - 614.
11. А.М. Балагуров, И.А. Бобриков, В.Ю. Помякушин, Е.В. Помякушина, Д.В. Шептяков, И.О.Троянчук "Структурные аномалии в $Pr_{0.5}Sr_{0.5}CoO_3$ при низких температурах" Письма в ЖЭТФ, 2011, т. 93(5), с. 293 - 298.
12. Balagurov A.M., Pomjakushin V.Yu., Simkin V.G., Zakharov A.A. "Neutron diffraction study of phase separation in La_2CuO_{4+y} single crystals" Physica C, 272 (1996) 277-284.
13. A.M. Balagurov, I.A. Bobrikov, J. Grabis, D. Jakovlevs, A. Kuzmin, M. Maiorov, N. Mironova-Ulmane "Neutron scattering study of structural and magnetic size effects in NiO" Materials Science and Engineering, 49 (2013) 012021 (4 pp).
14. I.A. Bobrikov, A.M. Balagurov, Chih-Wei Hu, Chih-Hao Lee, Sangaa Deleg, D.A. Balagurov "Structural evolution in $LiFePO_4$ -based battery materials: *in-situ* and *ex-situ* time-of-flight neutron diffraction study" Journal of Power Sources (2014) accepted.

Фурье-стресс дифрактометр ФСД

Руководитель проекта:

Г.Д. Бокучава

Коллектив исполнителей:

Работы по проекту будут осуществляться силами сотрудников группы ФДВР/ФСД сектора дифракции и отдела НЭОКС.

Сотрудничающие и заинтересованные в спектрометре организации

Исследования, проводимые на дифрактометре ФСД, представляют интерес для таких организаций как МАГАТЭ, РОСАТОМ, различных научно-исследовательских организаций материаловедческого направления (например, НИКИЭТ, Гидропресс, ВНИИНМ, ИМЕТ РАН), ряда промышленных предприятий (Туламашзавод, ОАО КБП, Газпром и др.).

Аннотация

Специализированный фурье-дифрактометр ФСД расположен на канале №11а реактора ИБР-2 в ЛНФ ОИЯИ и предназначен для измерения остаточных напряжений в объемных изделиях и новых перспективных материалах. Регулярные эксперименты по определению остаточных напряжений в различных промышленных изделиях, по изучению упругих свойств современных материалов, а также методические исследования проводятся на ФСД с 2001 г.

Для модернизации дифрактометра ФСД, расширения его возможностей и улучшения его технических параметров необходимо завершить создание детекторной системы и провести модернизацию некоторых его узлов.

1. Актуальность научной программы, сопоставление с мировым уровнем

Исследование внутренних механических напряжений в материалах имеет как фундаментальное научное, так и прикладное значение. Метод изучения напряжений с помощью дифракции нейтронов начал применяться в середине 80-х и впоследствии получил широкое распространение из-за ряда его существенных преимуществ по сравнению с традиционными методиками. Наиболее важным является то, что нейтроны могут проникать в материал на глубину до 2-3 см для сталей и до 10 см для алюминия. Достоинства метода дифракции нейтронов настолько существенны, что в течение последних лет практически во всех современных нейтронных центрах созданы специализированные дифрактометры для изучения внутренних напряжений.

ФСД относится к классу **дифрактометров высокого разрешения**. Нейтронный дифрактометр высокого разрешения является сложной и дорогой установкой, поэтому прецизионные нейтронографические эксперименты с очень высоким (на уровне $\Delta d/d \approx 0.002$ и лучше) разрешением ведутся в настоящее время только в нескольких, наиболее развитых нейтронных лабораториях мира. В настоящее время **ОИЯИ является единственным научным центром в России**, в котором проводятся регулярные исследования остаточных напряжений с помощью дифракции нейтронов на уровне мировых стандартов. Технические характеристики и описание ФСД приведены в работах [1, 2]. За время эксплуатации ФСД определились реальные возможности дифрактометра в решении тех или иных задач и сформировались основные направления научных исследований. Они связаны с достигнутыми уровнями разрешающей способности и светосилы и доступным диапазоном межплоскостных расстояний d_{hkl} .

Основная часть задач связана с **определением остаточных напряжений в готовых деталях и конструкциях**. Чаще всего источником возникновения напряжений являются

различные технологические процессы. Такие задачи представляют интерес для промышленных производителей с точки зрения создания наиболее оптимальных свойств материала детали и оптимизации технологического процесса изготовления детали. Результаты подобных работ помогают создать оптимальное остаточное напряженное состояние в различных сечениях детали, и, соответственно, улучшить эксплуатационные свойства и срок работы детали. Типичными примерами являются исследования остаточного напряженного состояния в ударнике перфоратора [3] и переходнике трубы Zr/нержавеющая сталь [4], используемого в атомной промышленности.

Вторым важным направлением научной деятельности является **изучение остаточного напряженного состояния и механических свойств современных материалов**, таких как композиционные и градиентные материалы, а также различные марки сталей. В этих задачах проводятся исследования сосуществования нескольких различных фаз в одном материале и их совместное влияние на упругие свойства и остаточное напряженное состояние материала. Такие задачи очень важны для создания материалов с заранее заданными физико-химическими и упругими свойствами. Как результат этих работ появляется возможность создавать новые материалы с прогнозируемыми свойствами и поведением. Типичными примерами могут служить работы по изучению остаточного напряженного состояния и упругих свойств в сталях, современных композитных и градиентных материалах [5, 6].

2. Научный и методический задел, имеющийся в ЛНФ ОИЯИ

Первые работы по определению остаточных напряжений в объемных изделиях и новых материалах начались в ЛНФ ОИЯИ в 1993 г. на базе нейтронного фурье-дифрактометра высокого разрешения ФДВР на 5-м канале реактора ИБР-2. Для этого был разработан новый метод анализа внутренних механических напряжений в материалах с использованием нейтронной корреляционной фурье-дифрактометрии на источнике нейтронов с длинным импульсом – реакторе ИБР-2, разработано и создано необходимое оборудование, проведены тестовые эксперименты по исследованию напряжений в конкретных материалах с целью апробирования разработанной методики и определения потенциального круга задач.

Через несколько лет накопленный опыт работы позволил приступить к реализации нового проекта по созданию на 11а канале реактора ИБР-2 специализированного фурье-дифрактометра ФСД для исследования внутренних напряжений, который начал функционировать в 2001 г. За время работы на дифрактометре ФСД проведено множество экспериментов, характеризующих основные направления в этой области исследований: изучение механических свойств материалов при различных режимах нагрузки, различных сварных соединений, структурных компонент различных промышленных изделий, новых перспективных материалов, градиентных структур и композитов. Результаты выполненных экспериментов показали эффективность фурье-дифрактометра для решения поставленных задач.

3. Текущее состояние и предложения по дальнейшему развитию ФСД

3.1. Схема и основные узлы ФСД

Дифрактометр ФСД расположен на канале №11А реактора ИБР-2 в ЛНФ ОИЯИ. Данный прибор создавался с учетом накопленного мирового опыта в постановке исследований внутренних механических напряжений в объемных образцах и изделиях. Использовался опыт ПИЯФ, Гатчина (дифрактометр мини-СФИНКС [7]), GKSS, Геестхахт (дифрактометр FSS [8]) и ЛНФ ОИЯИ, Дубна (дифрактометр ФДВР [9]) в применении корреляционной фурье-техники в дифракции нейтронов. Все три перечисленные прибора являются TOF-дифрактометрами с использованием быстрого фурье-прерывателя для модуляции интенсивности первичного пучка и применением RTOF-метода [10] для накопления данных.

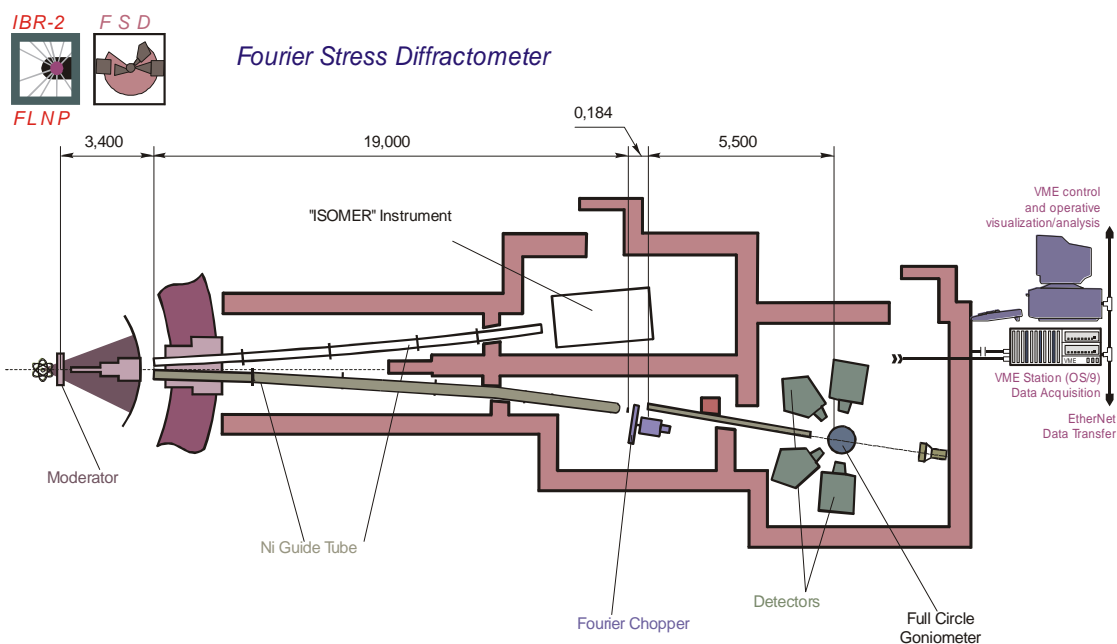


Рис. 4. Схема фурье-дифрактометра ФСД на реакторе ИБР-2.

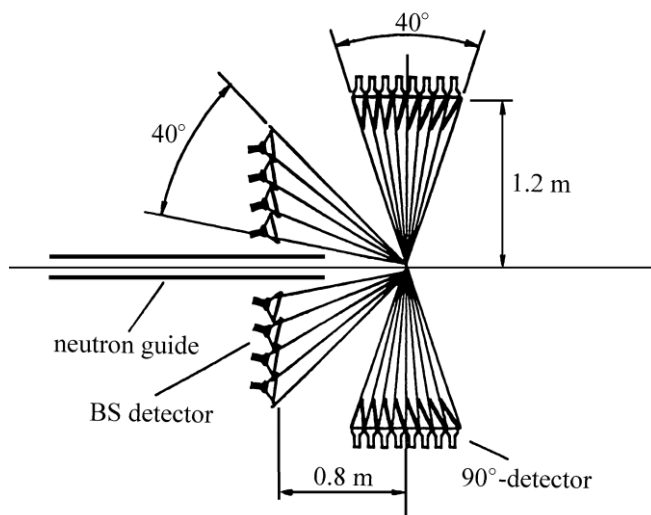


Рис. 5. Детекторная система фурье-дифрактометра ФСД. BS – детекторы обратного рассеяния (BackScattering) $\pm 140^\circ$. 90° детектор – детекторная система ASTRA (левое и правое крыло).

Основными функциональными узлами дифрактометра ФСД являются:

- 1) источник нейтронов - реактор ИБР-2 с водяным гребенчатым замедлителем - производящий импульсы тепловых нейтронов с частотой 5 Гц и длительностью ~ 350 мкс;
- 2) длинный изогнутый зеркальный нейтроновод, очищающий пучок от быстрых нейтронов и γ -лучей;
- 3) быстрый фурье-прерыватель, обеспечивающий модуляцию интенсивности нейтронного пучка;
- 4) прямой зеркальный нейтроновод, формирующий пучок тепловых нейтронов на образце;
- 5) детекторная система, состоящая из детекторов на углах рассеяния $\pm 90^\circ$ и детектора обратного рассеяния;
- 6) устройства формирования пучков (диафрагмы и радиальный коллиматор), задающие расходимость первичного пучка и выделяющие рассеивающий объем в образце;

- 7) гониометр HUBER (до 300 кг), на котором могут размещаться массивные образцы и дополнительное оборудование (нагрузочные машины, печи и т.д.);
- 8) система автоматизации SONIX+, позволяющая осуществлять локальное или дистанционное управление ходом эксперимента.

Основные параметры ФСД

Изогнутый нейтроновод	зеркальный, с покрытием из Ni
- длина, м	19
- радиус кривизны, м	2864.8
Прямой нейтроновод	зеркальный, с покрытием из Ni
- длина, м	5.01
Расстояние замедлитель - образец, м	28.14
Расстояние прерыватель - образец, м	5.55
Фурье-прерыватель (диск)	высокопрочный Al сплав
- внешний диаметр, мм	540
- ширина щели, мм	0.7
- число щелей	1024
- макс. скорость вращения, об/мин.	6000
- макс. частота модуляции пучка, кГц	100
Ширина импульса тепловых нейтронов:	
- в режиме низкого разрешения, мкс	320
- в режиме высокого разрешения, мкс	9.8
Поток нейтронов на образце:	
- без фурье-прерывателя, нейтр./см ² ·с ⁻¹	1.8·10 ⁶
- с фурье-прерывателем, нейтр./см ² ·с ⁻¹	3.7·10 ⁵
Интервал длин волн, Å	0.9 ÷ 8
Детекторы:	
- 2θ=140° (обратного рассеяния)	⁶ Li, с временной фокусировкой
- 2θ=±90°	ZnS, с комбинированной электронно-геометрической фокусировкой
Разрешение детекторов Δd/d (d=2 Å):	
- 2θ=140° (обратного рассеяния)	2.3·10 ⁻³
- 2θ=±90°	4.0·10 ⁻³
Диапазон по d_{hkl}, Å	
- 2θ=140° (обратного рассеяния)	0.51 – 5.39
- 2θ=±90°	0.63 – 6.71

Успехи в создании сравнительно дешевой корреляционной электроники на базе цифровых сигнальных процессоров позволили предложить для ФСД новый принцип создания детекторной системы, а именно, многоэлементный детектор с комбинированной электронно-геометрической фокусировкой [11]. В финальном варианте детекторная система ФСД будет состоять из двух детекторов ASTRA при углах рассеяния 2θ=±90°, при этом каждый из детекторов включает 7 независимых, т.е. с отдельным выводом электронного сигнала, элементов [12]. Комбинированное использование электронной и временной фокусировок рассеянного пучка нейтронов позволяет увеличить телесный угол до ~0.16 ср для каждого детектора ASTRA. Это резко увеличивает светосилу установки при сохранении высокого разрешения по межплоскостному расстоянию $\Delta d/d \approx 4 \times 10^{-3}$.

В настоящее время на ФСД установлены и испытаны шесть элементов (из 14 планируемых) детекторов ASTRA при углах рассеяния +90 и -90°. Кроме того, на ФСД установлен детектор обратного рассеяния с временной фокусировкой, получивший название BS (backscattering), из 16 сцинтилляционных ⁶Li-элементов при угле рассеяния 2θ = 140°.

Имеющееся дополнительное оборудование, интегрированное в систему управления экспериментом, позволяет создавать различные условия на образце:

- 1) 4-осный (x, y, z, ω) гониометр HUBER для позиционирования образца с точностью порядка 0.1 мм и выше. Величина предельной нагрузки на ось гониометра - 300 кг;
- 2) нагрузочная машина "TIRAtest 2560" производства TIRA GmbH (Германия) (максимальная создаваемая нагрузка - до ± 60 кН) для одноосного растяжения/сжатия образцов длиной 100-200 мм с плоской или цилиндрической головкой под зажим в нейтронном пучке при комнатной температуре. Контроль удлинения образцов осуществляется резистивным или механическим тензодатчиком;
- 3) нагрузочная машина "LM-20" производства ИЯФ (г. Ржеж, Чехия) (максимальная нагрузка - до ± 20 кН) для одноосного растяжения/сжатия образцов длиной 30-100 мм с резьбовой цилиндрической головкой в нейтронном пучке при температурах от комнатной до 800 °С. Основным достоинством данной машины является практически *безлюфтовая* передача нагрузки на образец. Контроль удлинения образцов осуществляется механическим тензодатчиком;
- 4) зеркальная печь "MF2000" на основе галогенных ламп (макс. температура - до 1000°C) с управлением температурой посредством контроллера Euroterm.

3.2. Предложения по модернизации ФСД на 2015-2020 гг.

Развитие ФСД направлено на дальнейшее **увеличение светосилы дифрактометра, снижение уровня фона, улучшение параметров фурье-анализа** и оснащение дифрактометра дополнительными устройствами для задания внешних условий на образце. Оценки показывают, что решение этих задач позволит примерно **в десять раз увеличить число проводимых экспериментов**, заметно поднять прецизионность получаемой информации, существенно расширить возможности дифрактометра по проведению экспериментов в широком диапазоне температур и внешних нагрузок.

3.2.1. Увеличение светосилы дифрактометра и снижение уровня фона

Традиционно используемые детекторные системы имеют два недостатка: повышенную чувствительность к γ -фону и недостаточно большой телесный угол. С помощью сцинтилляторов на основе ZnS(Ag) в детекторах ASTRA удалось избавиться от чувствительности к γ -фону. Второй недостаток – маленький телесный угол планируется исправить в финальном варианте детекторной системы, которая будет состоять из двух детекторов ASTRA, при этом каждый будет включать 7 независимых, т.е. с отдельным выводом электронного сигнала, элементов. Комбинированное использование электронной и временной фокусировок позволит **увеличить телесный угол до 0.16 ср для каждого детектора ASTRA**. К настоящему моменту изготовлено и установлено по три элемента на каждом из детекторов ASTRA. Таким образом, для увеличения светосилы дифрактометра необходимо изготовить и установить остальные элементы детекторов ASTRA.

Кроме того, для экспериментов, требующих предельной разрешающей способности дифрактометра, необходимо использовать детекторы в геометрии обратного рассеяния. Существующий детектор обратного рассеяния BS на основе ${}^6\text{Li}$ -стекло имеет небольшой телесный угол и высокую чувствительность к γ -фону. Поэтому необходимо заменить его **новым широкоапертурным (~1 ср) детектором обратного рассеяния на основе ZnS(Ag)** с комбинированной электронно-геометрической фокусировкой.

3.2.2. Система формирования пучков

Для проведения экспериментов по исследованию внутренних напряжений необходимо формировать падающий и рассеянный пучки нейтронов, и, таким образом, выделять внутри исследуемого образца измеряемый объем с характерными размерами несколько кубических миллиметров. Используемая в настоящее время на ФСД **диафрагма падающего пучка** имеет ограничения по апертуре и регулировкам, поэтому нуждается в замене на более современное

устройство. **Использование радиальных коллиматоров** перед 90° детекторами позволит не только выделить необходимый рассеивающий объем внутри образца, но и снизить уровень фона, а также увеличить используемый телесный угол детектора. В настоящее время имеется только один составной радиальный коллиматор, который имеет устаревшую конструкцию и недостатки в юстировке. Данный коллиматор необходимо заменить на два (перед каждым детектором) современных широкоапертурных многощелевых радиальных коллиматора.

3.3.3. *Фурье-прерыватель*

На качество проведения корреляционного фурье-анализа влияют несколько факторов. Одним из основных является степень выполнения фурье-прерывателем заданного закона распределения частот вращения, что связано с точностью и стабильностью работы системы управления. Важными факторами являются также глубина модуляции интенсивности прошедшего через прерыватель пучка нейтронов и стабильность работы системы формирования pick-up сигналов. За прошедшие годы эксплуатации ФСД некоторые из этих узлов (диск прерывателя, система управления) близки к выработке своего ресурса. Таким образом, необходима **замена фурье-прерывателя** на более совершенный, аналогом которого могут служить современные прерыватели, используемые в настоящее время за рубежом (с вакуумным кожухом, стабильными сигналами pick-up, высокой скоростью вращения, гибкой системой управления и т.д.). Кроме того, опыт работы на ФСД показывает, что зачастую при выполнении ряда необходимых тестовых экспериментов необходимо резко увеличить светосилу прибора за счет разрешения (при юстировке радиальных коллиматоров, сканировании падающего пучка, определении положения поверхности образца с помощью gauge volume и т.д.). В настоящее время такой режим работы возможен только при закрытии шиберов и при выдвигании прерывателя вручную, что приводит к большим потерям времени и практически не используется. Таким образом, для обеспечения большей функциональности и гибкости на ФСД необходимо **устройство прецизионного перемещения фурье-прерывателя**, позволяющее при необходимости дистанционно вводить в пучок (выводить из пучка) фурье-прерыватель.

3.3.4. *Система накопления данных*

На дифрактометре ФСД предполагается использовать **RTOF анализаторы принципиально нового типа**, работающие в режиме регистрации всех событий в списочном режиме (“list mode”). Данные “list mode” анализаторы должны заменить существующие RTOF-анализаторы на базе DSP, которые имеют ограниченную производительность и устаревшие алгоритмы восстановления спектров высокого разрешения. В настоящее время на ФСД установлен пилотный образец “list mode” анализатора, выполнены первые эксперименты и ведутся работы по разработке и совершенствованию сложных алгоритмов для восстановления спектров. Ожидается, что в случае успешного решения данной задачи это позволит существенно улучшить качество и интенсивность дифракционных спектров высокого разрешения, использовать усовершенствованный алгоритм электронной фокусировки для многодетекторной системы ФСД, увеличить разрешение прибора и решить проблему формы пика.

3.3.5. *Работа спектрометра при наличии холодного замедлителя*

Специфика исследуемых образцов и схема проведения эксперимента по исследованию внутренних механических напряжений приводит к тому, что основная наблюдаемая часть дифракционных пиков сосредоточена в области $d_{hkl} \approx 0.6 - 2.5 \text{ \AA}$. Таким образом, для проведения экспериментов наиболее оптимальным является **использование тепловых нейтронов**.

4. Ожидаемые научные результаты

Ожидается, что после модернизации дифрактометр ФСД будет обладать современной широкоапертурной детекторной системой с высоким уровнем разрешающей способности. Выигрыш в светосиле позволит существенно сократить время экспозиции спектров и увеличить число выполняемых экспериментов в рамках программы пользователей. Кроме того, станет возможным детальное изучение распределения остаточных напряжений в толстых промышленных образцах за разумное время эксперимента. Планируемое улучшение в разрешающей способности прибора увеличит точность определения остаточных деформаций и тонких эффектов уширения и изменения профиля дифракционных пиков в новых перспективных материалах.

5. План-график и требуемые ресурсы для развития/создания спектрометра

Для завершения создания системы 90°-детекторов на ФСД и увеличения ее светосилы до мирового уровня необходимо изготовить и установить 8 модулей детекторов ASTRA, которые необходимо оснастить радиальными коллиматорами. Кроме того, необходима замена существующего детектора обратного рассеяния на новые широкоапертурные детекторы на основе ZnS (2 плеча). Для кардинального улучшения корреляционной техники необходима замена фурье-прерывателя на новый, более совершенный. Стоимости узлов ФСД, подлежащих изготовлению и обновлению приведены в Таблице 2 (Раздел 6).

Литература

1. G.D. Bokuchava, V.L. Aksenov, A.M. Balagurov et al. "Neutron Fourier diffractometer FSD for internal stress analysis: first results", *Applied Physics A: Materials Science & Processing*, 2002, Vol. 74 [Suppl1], pp. s86-s88.
2. G.D. Bokuchava, A.M. Balagurov, V.V. Sumin, I.V. Papushkin, "Neutron Fourier diffractometer FSD for residual stress studies in materials and industrial components", *Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, 2010, Vol. 4, No. 6, pp. 879-890.
3. Tamonov A.V. and Sumin V.V. "Investigation of Residual Stresses in a Bimetallic Stainless Steel–Zirconium Adapter by Neutron Diffraction" *Journal of Neutron Research*, 2004 Vol. 12, pp. 69-73.
4. Bokuchava G.D., Tamonov A.V. et al., "Reverse Time-of-Flight Neutron Diffraction Study of Residual Stresses in Perforator's Striker". *Journal of Neutron Research*, 2001, Vol.9, pp. 255-261.
5. G.D. Bokuchava, V.V. Luzin, J. Schreiber and Yu.V. Taran, "Residual stress investigations in austenitic steel samples with different degree of low cycle fatigue", *Textures and Microstructures*, 33 (1999) 279-289..
6. G.Bokuchava, N.Shamsutdinov, J.Schreiber, M.Stalder, "Determination of residual stresses in WCu gradient materials", *Textures and Microstructures*, 1999, v.33, pp.207-217.
7. P. Hiismaki, V.A. Trounov, O. Antson et al., *Neutron Scattering in The 'Nineties*, Conf. Proc., Vienna, IAEA (1985), p.453.
8. J. Schroder, V.A. Kudryashev, J.M. Keuter et al., *Neutron Research*, 1994, v.2, p.129.
9. V.L. Aksenov, A.M. Balagurov, V.G. Simkin, V.A. Trounov, P. Hiismaki et al., *J. Neutron Research*, 1997, v.5, p.181.
10. P. Hiismaki, H. Poyry, A. Tiitta, *J. Appl. Cryst.* 21 (1988) 349.
11. Kudryashev V.A., Trounov V.A., Mouratov V.G. // *Physica B*. 1997. V. 234-236. P. 1138.
12. Kuzmin E.S., Balagurov A.M., Bokuchava G.D. et al. // *J. of Neutron Research*. 2002. V. 10, № 1. P. 31-41.

Комплекс дифрактометров ЭПСИЛОН-МДС и СКАТ

Project leaders: *F. Schilling (Karlsruhe, Germany),
J.H. Behrmann (Kiel, Germany)*

Abstract

Beam line 7A has a very long flight path (100 m) and, as a result, good time-of-flight resolution. The instruments are placed at the end of two bent neutron guides. A large cross section of 50x95 mm² allows the investigation of large sample volumes. The diffractometer EPSILON-MDS is dedicated to the investigation of internal stresses and microstrains, the SKAT diffractometer to the investigation of crystallographic preferred orientations (textures) of polymineralic materials with the focus on rocks. Due to high resolution of both instruments, it is possible to investigate materials containing low-symmetrical phases, which is important for the above mentioned investigation of rock samples. Operation of the spectrometers is supported by the German Federal Ministry of Education and Research.

1. EPSILON-MDS diffractometer for internal stress measurements in geologic samples: target setting and research program

Current research at EPSILON-MDS focuses on:

- The understanding of the microstructural processes (strain/stress) going on before rock failure and earthquake formation.
- The investigation of particular microstructural processes in laboratory experiments at various pressure and temperature conditions.
- Microstructural properties of potential storage rocks for radioactive and chemical wastes in order to assess the risk of waste disposal – in particular, the effect of temperature and fluids.

1.1. Technical description.

The diffractometer EPSILON-MDS comprises 9 radial collimators, each of them bears 9 detectors at scattering angles 2θ ranging from 82 to 98°. Combination of the diffraction spectra gained at each collimator is done 'on the fly' by means of time focusing technique [2].

The diffractometer is equipped with the uniaxial pressure device EXSTRESS for in situ strain experiments on cylindrical samples, the external stress is up to 150 MPa. The pressure device allows rotation of the sample in order to determine textural features. Macroscopic deformation of the sample is measured by means of a laser extensometer, in addition, acoustic emissions can be detected in order to determine the on-set and progression of brittle deformational events during sample deformation. The whole diffractometer is placed in a cabin to keep the temperature constant for long-lasting experiments.

2. SKAT diffractometer for the investigation of rock textures: target setting and research program

TOF neutron diffraction texture analysis at the SKAT in combination with laboratory experiments is required to solve fundamental and applied problems in geology and geophysics:

- Origin, evolution, composition, structure and properties of materials in the lithosphere at different thermodynamic parameters.

- Relationship between crystallographic and shape textures and physical properties of rocks (elastic, piezoelectric, magnetic, thermal anisotropies) at various pressure and temperature conditions.
- Metamorphic and geodynamic processes in the lithosphere.
- Evaluation of the texture-forming processes.

2.1. Technical description

The SKAT diffractometer comprises three multi-detector systems at scattering angles of 65° , 90° and 135° [32]. The detector systems are designed for alternative use, by this, the accessible range of d -spacings and the resolution can be adapted to sample requirements. Installation of the detectors of each arrangement at one and the same scattering angle has the advantage that λ - and Θ -dependent intensity corrections can be avoided; high resolution is achieved by collimation of the diffracted beam. The detector arrangements of the 65° and the 90° systems are such that a single sample revolution is sufficient to measure complete pole figures. The 135° detector system requires two sample revolutions, if complete pole figures are required for the data evaluation. In addition, the 90° detector system offers the optimum geometrical conditions for the installation of axial symmetric sample environments, like pressure devices or furnaces.

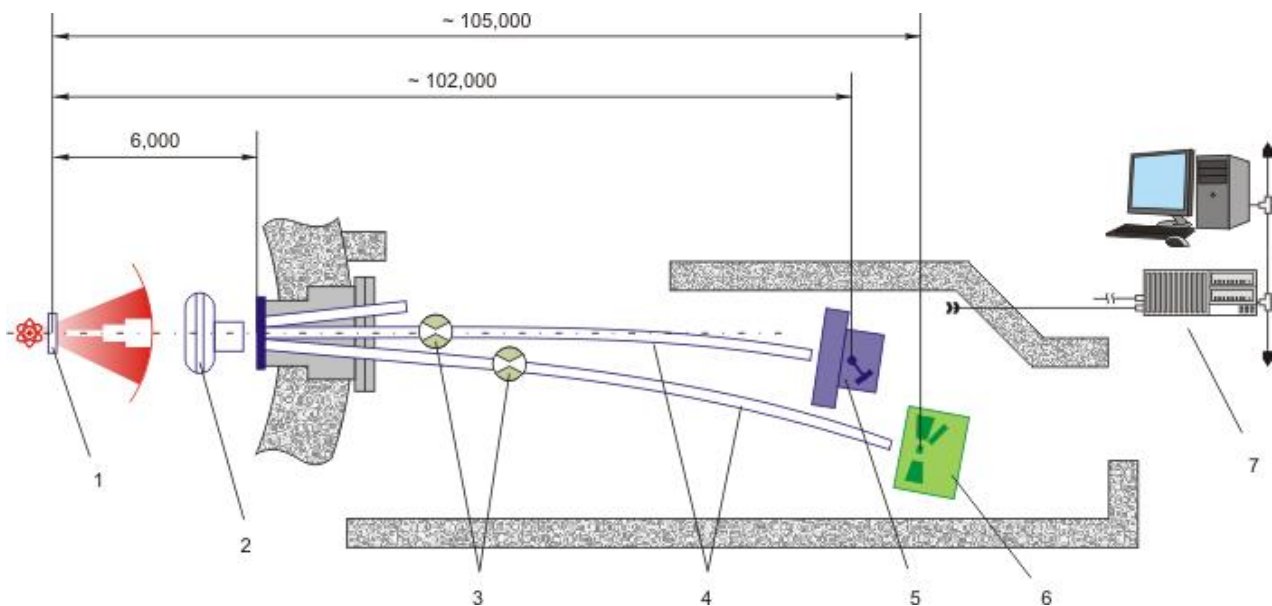


Fig. 6. General layout at beam line 7A.

- 1 - Moderator,
- 2 - Background chopper,
- 3 - λ -choppers,
- 4 - Bent neutron guides (evacuated),
- 5 - Texture diffractometer SKAT,
- 6 - Strain/stress diffractometer EPSILON-MDS,
- 7 - PC based experiment control and data acquisition system.

3. Proposed modernization

3.1. EPSILON-MDS sample environment improvement

The strain/stress diffractometer Epsilon is used for the detection of residual and applied strain in user-regime. It is planned to modernize the detector system, the sample environment by a pore pressure stress coupling device for geological application, and the acoustic emission detection system. Furthermore, modern data analysis methods for determination of spherical strain data are planned to apply.

3.2. SKAT diffractometer modernization

After installation of the additional detector systems at 65° and 135°, the instrument is currently operated in the user regime. Further developments are due to improvement of the data evaluation methods for the texture analysis of complicated polymineralic rock samples.

4. Required resources, cost and schedule times

The cost (in USD) and desired schedule times of manufacturing (purchase) of some of EPSILON and SKAT components are presented in Table 3 (Section 6).

References

1. Ivankina, T.I., Kern, H.M. and Nikitin, A.N. (2005). Directional dependence of P- and S-wave propagation and polarization in foliated rocks from the Kola superdeep well: Evidence from laboratory measurements and calculations based on TOF neutron diffraction. *Tectonophysics* **407**, 25-42.
2. Walther, K., Frischbutter, A., Scheffzük, C., Korobshenko, M., Levchanovski, F., Kirillov, A., Astachova, N. & Mureshkevich, S. (2005) EPSILON-MDS - a neutron time-of-flight diffractometer for strain measurements. In: Esling, C., Humbert, M., Schwarzer, R. & Wagner, F. (Eds.): *Texture and Anisotropy of Polycrystals II (ITAP2)*, *Trans Tech Publications*, Solid State Phenomena **105**, 67-70.
3. Scheffzük, Ch., Kluge-Weiss, P. & Greuter, F. (2006) Varistor Ceramic: Residual Strain and Texture Analysis by Neutron Time-of-Flight Diffraction. In: Reimers, W. & Quander, S. (Eds.): *Proceedings of the 7th European Conference on Residual Stresses (ECRS7)*. *Materials Science Forum* **524-525**, 781-786.
4. Ullemeyer, K., Siegesmund, S., Rasolofosaon, P.N.J. and Behrmann, J. H. (2006). Experimental and texture-derived P-wave anisotropy of principal rocks from the TRANSALP traverse: An aid for the interpretation of seismic field data. *Tectonophysics* **414**, 97-116.
5. Frischbutter, A., Janssen, Ch., Scheffzük, Ch., Walther, K., Ullemeyer, K., Behrmann, J.H., Nikitin, A.N., Ivankina, T.I., Kern, H. & Leiss, B. (2006): Strain and texture measurements on geological samples using neutron diffraction at IBR-2, Joint Institute for Nuclear Research Dubna (Russia). *Physics of Particles and Nuclei* **37** (Suppl. 1), S45-S68.
6. Scheffzük, Ch., Siegesmund, S., Nikolayev, D.I. & Hoffmann, A. (2007) Texture, spatial and orientation dependence of internal strain in marble: A key to understand the bowing of marble panels? In: Prikryl, R. & Smith, B.J. (Eds.): *Building Stone Decay: From Diagnosis to Conservation*. *Spec. Publs Geol. Soc. London* **271**, 237-249.
7. Scheffzük, Ch., Walther, K., Frischbutter, A., Naumann, R. & Brovkin, I.V. (2008) Residual strain and texture of an anhydrite-dolomite-specimen, sampled in the Piora-syncline (Central Switzerland). *Z. geol. Wiss.* **36** (1-2), 39-60.
8. Walther, K., Frischbutter, A., Scheffzük, Ch., Naumann, R. & Brovkin, I.V. (2008) A "Zuckerdolomit"-sample from the Piora Mulde (Switzerland), studied by an *in situ* applied load experiment using neutron time-of-flight diffraction. *Z. geol. Wiss.* **36** (3), 123-138.
9. Siegesmund, S., Mosch, S., Scheffzük, Ch. & Nikolayev, D.I. (2008) The bowing potential of granitic rocks: Rock fabrics, thermal properties and residual strain. *Environ. Geol.* **55**, 1437-1448.
10. Kern H., Ivankina T.I., Nikitin N.N., Lokajicek T. and Pros Z. (2008). The effect of oriented microcracks and crystallographic and shape preferred orientation on bulk elastic anisotropy of a foliated biotite gneiss from Outokumpu. *Tectonophysics* **457**, 143-149.
11. Nikitin, A.N., Ivankina, T.I., Ullemeyer, K. & Vasin, R.N. (2008). Similar quartz crystallographic textures in rocks of continental Earth's crust (by neutron diffraction data): I. Quartz textures in monomineral rocks. *Crystallography Reports* **53/5**, 812-818.
12. Nikitin, A.N., Ivankina, T.I., Ullemeyer, K. & Vasin, R.N. (2008). Similar quartz crystallographic textures in rocks of continental Earth's crust (by neutron diffraction data): II. Quartz textures in monophase rocks. *Crystallography Reports* **53/5**, 819-827.
13. Nikitin, A.N., Ivankina, T.I., Ullemeyer, K. & Vasin, R.N. (2008). Similar quartz crystallographic textures in rocks of continental Earth's crust (by neutron diffraction data): III. Relation of quartz texture types with means and conditions of texture formation. *Crystallography Reports* **53/5**, 828-836.
14. Manoshin, S.A., Belushkin, A.V., Kulikov, S.A., Shabalin, E.P., Walther, K., Scheffzük, C. & Zhuravlev, V.V. (2009) Optimization of a moderator-neutron guide system for diffractometers of beam line 7A of the IBR-2M reactor. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* **608** (3), 447-453.
15. Kern H., Mengel K., Strauss K.W., Ivankina T.I., Nikitin A.N., Kukkonen I.T. (2009): Elastic wave velocities, chemistry and modal mineralogy of crustal rocks sampled by the Outokumpu Scientific Drill Hole: evidence from lab measurements and modeling. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 175, 151-166.
16. Nikitin A.N., Ivankina T.I., Ignatovich V.K. (2009): The wave field patterns of the propagation of longitudinal and transverse elastic waves in textured rocks. *Physica Zemli*, 5, c.57-69.
17. Nikitin A.N., Vasin R.N., Rodkin M.V. (2009): Possible influence of polymorphic transitions (according to the quartz example) on the seismotectonic processes in the lithosphere. *Physica Zemli*, **4**, 67-75.

18. Lychagina, T.A., Nikolayev, D.I. & Wagner, F. (2009) Using individual spectra simulation for the study of pole figures errors. *Texture, Stress, and Microstructure* **ID 237485** [doi: 10.1155/2009/237485]
19. Nikitin A.N., Vasin R.N. (2010). A simultaneous application of neutron diffraction and acoustic emission methods for investigation of physical properties of rocks during polymorphic phase transitions. *Neutron News*. **V. 21. №4.**, 20-24.
20. Nikitin A.N., Pocheptsova O.A., Matthies S. (2010). Allowance of thermal and transport properties of crystalline salt for the radioactive waste storage engineering in halogen formations. *Crystallography Reports*, Vol. **55**, No. 3, pp. 450–457.
21. Ullemeyer, K., Leiss, B. and Stipp, M. (2010). Textures and Microstructures in Peridotites from the Finero Complex (Ivrea Zone, Alps) and their Influence on the Elastic Rock Properties. *Solid State Phenomena* **160**, 183-188.
22. Lokajíček T., Lukáš P., Nikitin A.N., Papushkin I.V., Sumin V.V. & Vasin R.N. (2011): The determination of the elastic properties of an anisotropic polycrystalline graphite using neutron diffraction and ultrasonic measurements. *Carbon* 49, 4, 1374-1384.
23. Ullemeyer, K., Nikolayev, D.I., Christensen, N.I. and Behrmann, J.H. (2011). Evaluation of intrinsic velocity-pressure trends from low-pressure P-wave velocity measurements in rocks containing microcracks. *Geophys. J. Int.* **185**, 1312-1320.
24. Nikitin A.N., Vasin R.N., Ivankina T.I., Kruglov A.A., Lokajíček T. & Phan L.T.N. (2012): Peculiarities of the propagation of quasi-longitudinal elastic waves through the interface between isotropic and anisotropic media: theoretical and experimental investigations. *Crystallography Report*, 57, 4: 560-568.
25. Nikitin A.N., Vasin R.N., Ivankina T.I., Kruglov A.A., Lokajíček T. & Phan L.T.N. (2012): Investigation of seismo-acoustic properties of specific polycrystalline materials to be used in nuclear reactors. – *Crystallography Report*, 57, 5: 682-692.
26. Nikitin A.N., Lokajicek T., Kruglov A.A., Vasin R.N., Zel I.Yu. (2012). Peculiarities of ultrasound propagation through layered structurally inhomogeneous solid bodies. *Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, 6, 6: 954-960.
27. Scheffzük, Ch., Hempel, H., Frischbutter, A., Walther, K. & Schilling, F.R. (2012). A device for sample rotation under external load for the simultaneous strain and orientation dependent material properties by means of TOF neutron diffraction. *Journal of Physics: Conference Series* **340**, 012038.
28. Wenk, H.-R., Vasin, R.B., Kern, H., Matthies, S., Vogel, S.C. and Ivankina, T.I. (2012). Revisiting elastic anisotropy of biotite gneiss from the Outokumpu scientific drill hole based on new texture measurements and texture-based velocity calculations. *Tectonophysics* **570-571**, 123-134.
29. Zel, I.Yu., Ivankina, T.I., Levin, D.M., Lokajicek, T. and Hrouda, F. (2013). Study of anisotropy of elastic and magnetic properties in modeled samples of layered rock. *Proceedings of the TulGU, Natural sciences series*, 3: 225-234.
30. Vasin, R.N., Wenk, H.-R., Kanitpanyacharoen, W., Matthies, S. and Wirth, R. (2013). Elastic anisotropy modeling of Kimmeridge shale. *J. Geophys. Res.* **118**, doi: 10.1002/jgrb.50259.
31. Scheffzuek, Ch., Ullemeyer, K., Vasin, R., Naumann, R. and Schilling, F.R. (2014). Strain and texture investigations by means of neutron time-of-flight diffraction: application to polyphase gneisses. *Materials Science Forum* **777**, 136-141.
32. Keppler, R., Ullemeyer, K., Behrmann, J.H. and Stipp, M. (2014). Application of full pattern fit methods to texture analysis of geological materials, based on time-of-flight neutron diffraction data. *J. Appl. Cryst.* (under review).

Спектрометр малоуглового рассеяния нейтронов ЮМО

Руководитель проекта:

А.И.Куклин

Основные исполнители:

А.И.Иваньков, Д.В. Соловьев

Коллектив исполнителей:

*А.В.Рогачев, Ю.С.Ковалев, А.Г.Соловьев,
А.П.Сиротин, А.Чураков, А.А.Богдзель,
А.С.Кирилов*

Аннотация

Проект направлен на создание и развитие спектрометра малоуглового рассеяния нейтронов, действующего на 4-м канале ИБР-2. Реализация проекта позволит качественно изменить характер получаемых данных (за счет смены типа детектора), будет расширен диапазон доступных векторов рассеяния и увеличена скорость накопления экспериментальных данных, улучшены разрешение и фоновые условия. Благодаря созданию новых позиционно-чувствительных детекторов будут возможны эксперименты с анизотропными образцами и расширены возможности создания дополнительных условий (магнитное поле, вращение жидкости и др.). Уже имеющийся широкий круг пользователей спектрометра благодаря модернизации будет значительно расширен.

1. Статус и научная программа

Малоугловое рассеяние нейтронов широко применяется при исследованиях надатомной структуры вещества, являясь эффективным методом для изучения фундаментальных проблем и для решения важнейших технологических задач. На установке ЮМО проводятся исследования по физике конденсированного состояния, физико-химии дисперсных систем, агрегатов поверхностно-активных веществ, биофизике и биологии [1, 2], полимерных веществ [3, 4], металлургии [5], материаловедении [6] и т.д. Важнейшей особенностью малоуглового рассеяния является возможность анализа структуры неупорядоченных систем. Этот метод, например, часто является единственным способом получения структурной информации о системах с хаотическим и частично упорядоченным расположением неоднородностей плотности с размерами 10 – 10000 Å. Он дает возможность исследовать дисперсную структуру сплавов, порошков, стекол (механизмы разделения фаз, размер и степень полидисперсности частиц), особенности строения полимеров в различных агрегатных состояниях, весовые и геометрические характеристики биологических макромолекул и их комплексов, биологические надмолекулярные структуры, такие как биологические мембраны и вирусы. Существенное различие когерентных длин рассеяния нейтронов на водороде и дейтерии, а также возможность специфического дейтерирования макромолекул и надмолекулярных структур, делает малоугловое рассеяние нейтронов незаменимым инструментом исследования биологических, коллоидных объектов, а также полимеров и жидких кристаллов.

В настоящее время спектрометр ЮМО обладает рядом специфических черт, а именно:

–двухдетекторной системой [7,8], прямой аксиальной геометрией, большой пролетной и коллимационными базами, использованием ванадиевого стандарта нормировки в процессе эксперимента, специфической геометрией детекторов, использованием: детектора прямого пучка, широкого диапазона длин волн, прерывателя, а также полной автоматизацией эксперимента, включая первичную обработку данных и дополнительными возможностями для создания на образце температуры, давления, магнитного поля.

Основным недостатком спектрометра является отсутствие азимутальной чувствительности у детекторов. Поэтому базовой модернизацией спектрометра должно стать создание 2–х позиционно–чувствительных детекторов нового типа. Один из детекторов создан и проведены первые тесты. Второй детектор требуется разработать, изготовить, испытать и установить в штатное положение.

2. Работа ЮМО на холодном источнике нейтронов

Практически все современные спектрометры малоуглового рассеяния работают с холодным источником нейтронов. Это связано, прежде всего, с необходимостью работы в максимально широком диапазоне переданных импульсов Q и минимально возможными Q . При установке холодного замедлителя на стационарном (не импульсном) реакторе происходит изменение не только длины волны (в сторону увеличения длины волны, следовательно, уменьшения величины значения модуля вектора рассеяния, соответственно, возможности измерения объектов большего размера), но и выигрыш по нейтронному потоку в 10 и более раз. Поэтому в мире сложилась парадигма об обязательном использовании холодного замедлителя. Другая ситуация на импульсном реакторе ИБР–2. Невысокая средняя мощность реактора (2 МВт) компенсируется широким диапазоном используемых длин волн. В результате установка ЮМО с прямой видимостью гребенчатого замедлителя при комнатной температуре позволяет (при отсутствии нейтроновода) обеспечить высокий поток нейтронов на образце [9]. Использование холодного замедлителя дает лишь слабый выигрыш в диапазоне малых углов при неоптимальной позиции детектора. Поток в используемом диапазоне длин волн падает в 3–5 раз в режиме холодного замедлителя. Известно, что фоновая составляющая на реакторе определяется исключительно мощностью реактора. Поэтому отношение сигнал–шум падает тоже в 3–5 раз. Это приводит к тому, что эксперименты с небольшой интенсивностью в нулевой угол становятся невозможными. А это, на сегодняшний день, большинство экспериментов с биологическими и полимерными материалами.

Мы предлагаем использовать альтернативные способы увеличения потока для гребенчатого замедлителя в 1.4–1.5 раза по всему диапазону используемых длин волн. Такие решения существуют уже не только в расчетных данных, но и в практической реализации.

3. Предложения по проекту ЮМО

Параметрами спектрометра, которые будут в результате реализации проекта, являются: диапазон доступных векторов рассеяния $Q_{\min} - Q_{\max}$, скорость накопления экспериментальных данных, тип детекторов рассеянных нейтронов, разрешающая способность, фоновые условия.

1) Расширение диапазона Q будет достигнуто за счёт смены регистрирующих детекторов, исключения части пролётной базы нейтронов в воздухе, улучшения коллимации пучка нейтронов. Будут установлены два позиционно–чувствительных детектора (ПЧД) рассеяния и один детектор прямого пучка. Первый ПЧД рассеянных нейтронов будет располагаться в ближней позиции (2–8 метра от образца), второй ПЧД будет иметь возможность смены позиции от 5 до 13 метров от образца. Реализация двухдетекторной системы потребует в свою очередь изменения коллимационной системы, электронного оборудования (системы накопления данных) и качественного изменения программного обеспечения. Кроме того, совместный анализ экспериментальных данных от разных детекторов потребует методических усовершенствований уже существующего подхода. Эти изменения будут базироваться на методических [7–11], научных достижениях [12] и уже частично разработанном программном обеспечении [11], что позволит существенно снизить соответствующие расходы.

2) Улучшение разрешения (прежде всего пространственного разрешения на позиционно–чувствительном детекторе) потребует улучшения пространственной юстировки детекторов непосредственно по нейтронам, что потребует, в свою очередь разработки, создания и монтажа механизмов юстировки больших детекторов и ванадиевых стандартов. Это позволит качественно улучшить спектрометр.

3) Увеличение скорости накопления экспериментальных данных будет достигнуто за счет одновременной регистрации рассеянных нейтронов несколькими детекторами, расположенными так, чтобы перекрывать весь необходимый (доступный) диапазон векторов рассеяния, увеличения эффективности и размеров детекторов, а также за счет улучшения фоновых условий.

4) Так как на установке ЮМО ширина функции разрешения по переданному импульсу в основном определяется угловым вкладом (вклад от ширины импульса мал), то ее уменьшение будет достигнуто за счет улучшения позиционного разрешения детектора и соответствующего коллиматора.

5) Возможность измерять образцы с малым сечением рассеяния будет обеспечена существенным уменьшением фона с помощью новых прерывателя и коллимационной системы, а также благодаря современным детекторам и детекторной электронике и самое гребенчатому замедлителю с дополнительной геометрией.

6) Будет расширено окружение образца для проведения исследований с дополнительными условиями на образце. Это, прежде всего, касается возможности проведения реологических исследований, исследований с давлением, магнитным полем, с вращением образца и с расширенным диапазоном температур.

Основные параметры существующей и модернизированной установок ЮМО на 4-м канале ИБР-2

Параметры	До модернизации	После модернизации
Поток на образце	$10^7 - 4 \cdot 10^7$ n/(s cm ²)	$10^7 - 4 \cdot 10^7$ n/(s cm ²)
Диапазон длин волн	от 0.5 Å до 8 Å	от 0.5 Å до 14 Å
Q-диапазон	$8 \cdot 10^{-3} - 0.5$ Å ⁻¹	$4 \cdot 10^{-3} - 1$ Å ⁻¹
Диапазон масштабов исследуемых объектов	10 – 500 Å	8 – 1500 Å
Измеряемое сечение рассеяния	0.01 cm ⁻¹	0.005 cm ⁻¹
Система калибровки (нормировка)	V стандарт во время эксперимента	V, H ₂ O, графит
Тип коллимации	Аксиальный	Аксиальный
Детекторная система	2 детектора рассеянных нейтронов, детектор прямого пучка	2 ПЧД рассеянных нейтронов, детектор прямого пучка, монитор
Автоматический контроль за образцами	14 образцов в термостатируемом боксе	25 образцов в термостатируемом боксе
Температурный диапазон	от –20°C до +130°C	от –20°C до +200°C
Разрешение по переданному импульсу	5 – 20%	2 – 8%
Контролируемые параметры	Старты, температура, V-стандарт, позиция образца	Старты, температура, вакуум, V-стандарт, позиция образца, позиция детектора, монитор, прерыватель, мощность реактора

4. Запрашиваемые ресурсы, стоимость и сроки реализации проекта ЮМО.

Работы по проекту в основном будут осуществляться силами сотрудников 2-х отделов ЛНФ, сотрудниками ЛИТ и группы малоуглового рассеяния (ЮМО).

Стоимость и желательные сроки изготовления (приобретения) некоторых узлов ЮМО в рамках проекта приведены в Таблице 4 (Раздел 6).

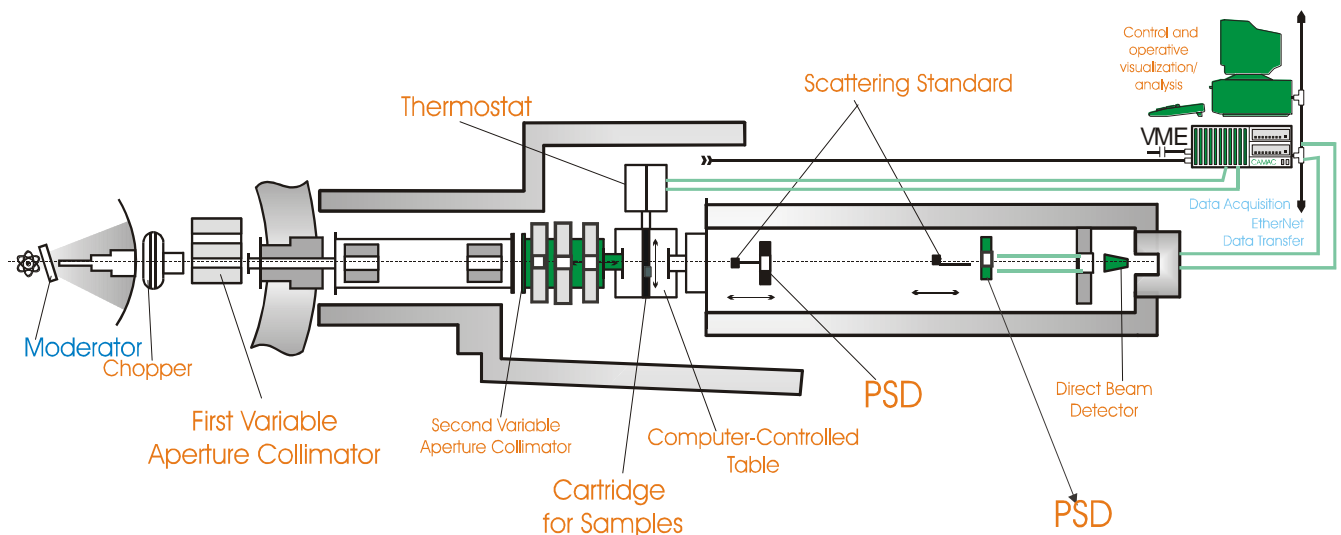


Рис. 7. Схема модернизированного спектрометра ЮМО

Литература

1. J.Gallova, D.Uhrikova, A.Islamov, A.Kuklin and P.Balgavy, Effect of Cholesterol on the Bilayer Thickness in Unilamellar Extruded DLPC and DOPC Liposomes: SANS Contrast Variation Study, *Gen.Physiol.Biophys.* (2004)23, 113–128.
2. D.V.Lebedev, D.M.Baitin, A.Kh.Islamov, A.I.Kuklin, V.Kh.Shalguev, V.A.Lazov, V.V.Isaev–Ivanov. Analytic model for determination of parameters of helical structures in solution by small angle scattering: comparison of RecA structures by SANS. *FEBS Letters* 537 (2003) 182–186.
3. N. Ozerin, A. M. Muzafarov, A. I. Kuklin, A. Kh. Islamov, V. I. Gordelyi, G. M. Ignat'eva, V. D. Myakushev, L. A. Ozerina, and E. A. Tatarinova, Determination of the Shape of Dendrimer Macromolecules in Solutions from Small–Angle Neutron Scattering Data, *Doklady Chemistry*, Vol. 395, Part 2, 2004, pp. 59–62. Translated from *Doklady Akademii Nauk*, Vol. 395, No. 4, 2004, pp. 487–490.
4. Андреева А.С., Фоменков А.И., Исламов А.Х., Куклин А.И., Филиппова О.Е., Хохлов А.Р. “Гидрофобная агрегация в микрофазно расслоенном геле гидрофобно модифицированной полиакриловой кислоты”, *Высокомолек. соед., Сер. А.* 2005, т.47, №2, с. 338–347.
5. О.А.Баных, В.М.Блинов, А.И.Куклин, В.А.Семенов, В.В.Сумин, А.В.Тамонов. Изучение распада азотистого аустенита сплава X24A методами рассеяния нейтронов. *Металлы*, №5, с.55–59, 2002.
6. Кнотько А.В., Гаршев А.В., Макарова М.В., Пуляев В.И., Третьяков Ю.Д., Куклин А.И. Фазовый распад в Рг – содержащих твердых растворах на основе сверхпроводника Bi2Sr2CaCu2O8. *Материаловедение*, 2004, N 2, стр. 2 – 8.
7. A.I.Kuklin, A.Kh.Islamov, and V.I.Gordeliy. Two–detector System for Small–Angle Neutron Scattering Instrument, *Neutron News*, 2005, vol. 16, 3, pp.16–18.
8. Куклин А.И, Исламов А.Х., Ковалев Ю.С., Утробин П.К., Горделий В.И. Оптимизация двухдетекторной системы малоуглового нейтронного спектрометра ЮМО для исследования нанообъектов. *Поверхность*. 2006, №6, с.74–83.
9. Куклин А.И., Рогов А.Д., Горшкова Ю.Е., Утробин П.К., Ковалев Ю.С., Рогачев А.В., Иванов О.И., Кутузов С.А., Соловьев Д.В., Горделий В.И. Анализ спектров и потоков от криогенных и тепловых замедлителей нейтронов реактора ИБР-2 по результатам моделирования и экспериментов на установке малоуглового рассеяния ЮМО. *Письма в ЭЧАЯ*, вып.2, 2011, стр.200–217.
10. A.I.Kuklin, D.V.Soloviov, A.V.Rogachev, P.K.Utrobina, Yu.S. Kovalev, M.Balasoivu, O.I.Ivankov, A.P. Sirotin, T.N.Murugova, T.B.Petukhova, Yu.E.Gorshkova, R.V.Erhan, S.A.Kutuzov, A.G.Soloviev, V.I. Gordeliy. New opportunities provided by modernized small–angle neutron scattering two–detector system instrument (YuMO). *Journal of Physics: Conference Series* **291** (2011) 012013, pp.1–7.
11. А.Г.Соловьев, Т.М.Соловьева, А.В.Стадник, А.Х.Исламов и А.И.Куклин. SAS. Программа для первичной обработки спектров малоуглового рассеяния. Версия 2.4. Описание и руководство пользователя. Сообщение ОИЯИ Р10–2003–86, Дубна: ОИЯИ, 2003.
12. A. N. Ozerin, D. I. Svergun, V. V. Volkov, A. I. Kuklin, V. I. Gordeliy, A. Kh. Islamov, L. A. Ozerina and D. S. Zavorotnyuk. The spatial structure of dendritic macromolecules, *J. Appl. Cryst.* (2005). 38, 996–1003.

Спектрометр обратной геометрии НЕРА с возможностью одновременного исследования структуры и динамики образцов

Руководитель проекта:

Д. Худоба

Коллектив исполнителей:

И. Натканец, И. Л. Сашин, Л. Хетманчик,

•

В. Ю. Казимиров, В. И. Суханов

Сотрудничающие и заинтересованные организации:

Польша:

- 1. ЯУ, Краков*
- 2. ИЯФ ПАН, Краков*
- 3. УАМ, Познань*
- 4. ИЯХТ, Варшава*
- 5. ВУ, Вроцлав*
- 6. ВПТУ, Вроцлав*
- 7. УЕГН, Седльце*
- 8. ЗППТУ, Щецин*

Аннотация

Метод обратной геометрии, в котором исследуемый образец облучается “белым” пучком нейтронов от импульсного источника, дает уникальную возможность одновременного исследования спектров дифракции и неупругого рассеяния нейтронов, т.е. структуры и динамики вещества в зависимости от внешних условий на образце. Этот метод особенно удобен для исследования полиморфизма и фазовых переходов в кристаллических материалах в зависимости от температуры и давления. В то же время неупругое рассеяние нейтронов является незаменимым инструментом в исследованиях биологически активных материалов, позволяя с применением методов квантовой химии понять процессы, протекающие в них. Спектрометр НЕРА, расположенный на расстоянии 109 м от замедлителя, обеспечивает высокое разрешение получаемых спектров. Однако столь длинная пролетная база приводит к существенному понижению плотности потока падающих на образец нейтронов. Поэтому главной задачей модернизации спектрометра является улучшение качества нейтронного пучка, которое позволило бы повысить светосилу спектрометра без ухудшения его разрешающей способности.

1. Актуальность научной программы, сопоставление с мировым уровнем

Спектрометр НЕРА [1] спроектирован и сооружен на ИБР-2 в 1986-92 г.г. в сотрудничестве Института ядерной физики им. Г. Неводничаньского в Кракове и Лаборатории нейтронной физики им. И.М. Франка, ОИЯИ в Дубне. С начала эксплуатации в 1993 г., спектрометр НЕРА используется в режиме пользователей, для исследования молекулярной динамики и фазовых переходов методами неупругого рассеяния и дифракции нейтронов. Ежегодно реализуется около 15 заявок на эксперимент, результатом которых является примерно 10 публикации и около 20 сообщения на международных конференциях за год.

Актуальная тематика исследований на спектрометре НЕРА отражена в списке публикации за 2009-13 г.г. [2-33]. Основной тематикой за последние 5 лет были исследования молекулярно-ионных кристаллов, инклюзивных систем и фармакологически активных соединений.

Нейтронная спектроскопия является очень точной проверкой достоверности квантово-химических расчетов структуры, динамики и электронных свойств молекул этих материалов. Следует также отметить работы по исследованию структуры, фазовых переходов и динамики в ряде неорганических материалов.

Спектрометры NEPA на реакторе ИБР-2, TOSCA на импульсном источнике ISIS и LAGRANGE в ILL являются пока лучшими установками мирового уровня для нейтронной спектроскопии водород-содержащих материалов. Конкурентоспособные установки создаются на новых высокопоточных источниках нейтронов в США и в Японии. Во время остановки реактора ИБР-2 на модернизацию, было необходимо провести более основательную и требующую значительных финансовых затрат модернизацию нейтроновода пучка 7б, являющегося одним из основных узлов спектрометра NEPA, определяющего плотность потока нейтронов на образце. Оптимальным решением являлась полная замена существующего зеркального нейтроновода, который построен по технологии 1970-х годов и уже выработал свой ресурс. Современные технологии зеркальных вакуумных нейтроноводов позволяют получить в ~10 раз больший поток нейтронов на выходе. В случае спектрометра NEPA оптимальным являлось следующее решение: установка “баллистического” нейтроновода, идея которого заключается в захвате нейтронов с максимально доступной поверхности замедлителя, транспортировке потока нейтронов на большое расстояние зеркальным нейтроноводом большого сечения и концентрации пучка на образце с помощью конусной суперзеркальной секции. В период с 2008 по 2012г.г. на спектрометре NEPA был заменен зеркальный нейтроновод, но с одинаковым сечением 160*50 мм на входе и выходе зеркального нейтроновода.

2. Описание спектрометра на 2014г.

План расположения спектрометра NEPA и его основные узлы показаны на Рис. 8. Начало нового зеркального нейтроновода 7 находится на расстоянии 6 м от замедлителя сразу после дискового прерывателя, диаметром 134 см, запаздывающих нейтронов 4. Толщина слоя TiN₂ равна 6.2 см, что вдвое превышает значение до модернизации. λ-чоппер барабанного типа 6 радиусом 48 см расположен на расстоянии 26.95 м от замедлителя и вращается с частотой 2.5 Гц. Общая длина нового зеркального вакуумного нейтроновода 7 составляет 80 м. Сечение зеркального нейтроновода составляет 5×16 см². Он заканчивается монитором и диафрагмами пучка 9,10 на расстоянии 2 м от позиции образца. Последние 2 м до образца пучок проходит по вакуумированному нейтроноводу 8. Спектрометр NEPA состоит из двух зеркально-симметричных секций. Основные узлы спектрометра и одна из секций показаны на Рис. 9 А и В, функция разрешения – на Рис. 9 С .

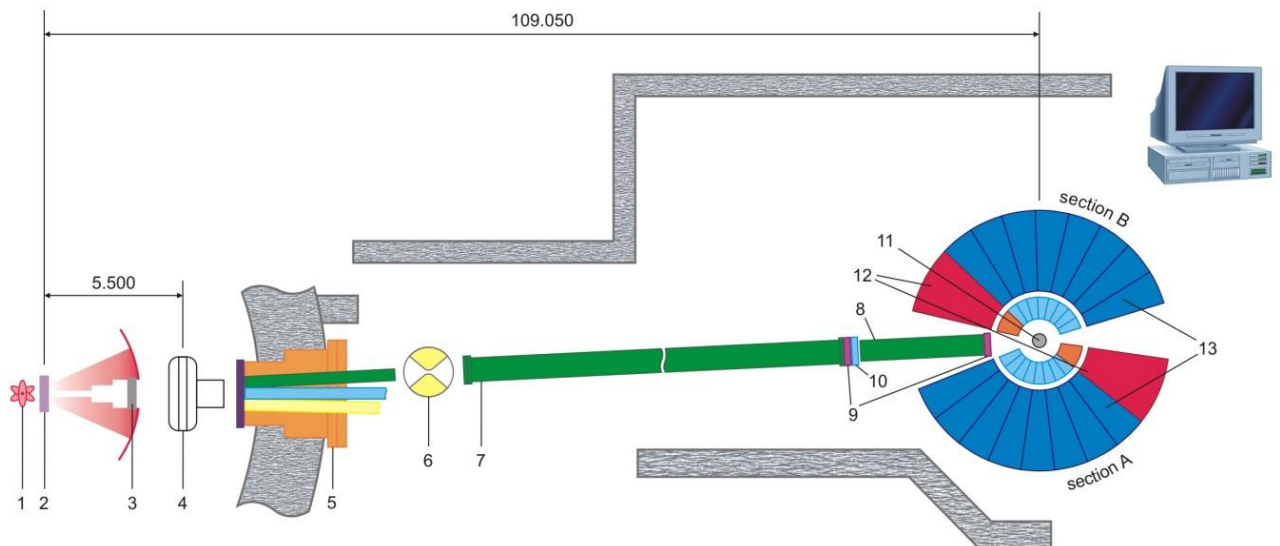


Рис 8. 1 – Активная зона ИБР-2, 2 – тепловой и холодный замедлители, 3 – шиббер пучка, 4 – чоппер запаздывающих нейтронов, 5 – вакуумный сплиттер трех нейтронных каналов, 6 – λ -чоппер, 7 – вакуумный зеркальный Ni-нейтронвод, 8 – вакуумная секция доводки пучка до образца, 9 – 10 – монитор и диафрагмы падающего пучка, 11 – образец, 12 – секции нейтронной дифракции, 13 – секции INS и QENS.

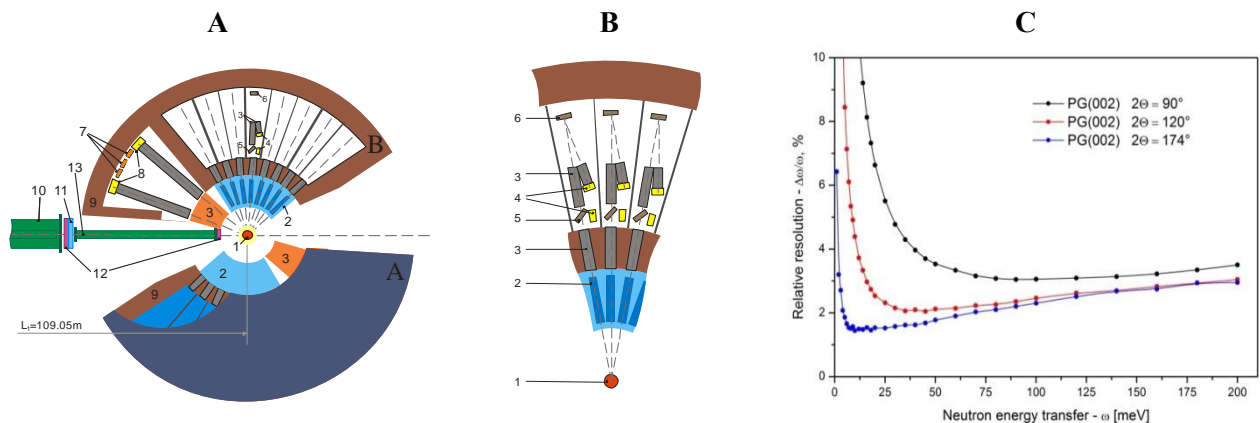


Рис. 9. А и В. 1 - образец, 2 – бериллиевые фильтры, 3 - коллиматоры, 4 – детекторы He-3 (INS и QNS), 5 – анализаторы из пиролитического графита (INS), 6 – монокристалльные анализаторы (QNS), 7 – детекторы высокоинтенсивной нейтронной дифракции, 8 – дифракционные детекторы высокого разрешения, 9 – защита спектрометра, 10 – никелевый зеркальный нейтронвод в вакуумной трубе, 11 - 12 – диафрагмы и монитор падающего пучка, 13 – вакуумный нейтронвод. **С.** Относительное разрешение INS спектров, измеренное с анализатором из пирографита PG(002) на различных углах рассеяния $2\Theta = 90^\circ$, 120° and 174° .

В результате проведенной модернизации спектрометра НЕРА увеличение средней плотности потока тепловых нейтронов на образце при использовании водяного замедлителя составило 1.2, что нельзя назвать выдающимся результатом. Однако существенным образом поменялось спектральное распределение падающего пучка. Коэффициент усиления для упругого рассеяния при использовании холодного замедлителя в диапазоне длин волн (от 2 Å) $1.5 \text{ \AA} < \lambda < 7 \text{ \AA}$ составляет 1-20, что дает значительно лучшие возможности для измерения нейтронной дифракции и квазиупругого рассеяния в моде высокого разрешения при рассеянии

близком к обратному. К сожалению, пропускать новое зеркальное нейтронное ограничивается длинами волн тепловых нейтронов $\lambda=0.8 \text{ \AA}$, что позволяет измерять INS спектры только до передач энергии $\sim 120 \text{ мЭВ}$.

В итоге, на настоящий момент характеристики спектрометра HEPA следующие:

плотность потока на HEPE	$\sim 10^6 \text{ н*см}^{-2}*\text{с}^{-1}$
диапазон переданных энергий	0- 120 мЭВ
телесный угол для INS	~ 0.2 стерадиана
телесный угол для QNS	~ 0.01 стерадиана

Таким образом, можно констатировать, что на настоящий момент спектрометр значительно уступает существующим мировым аналогам и планируемым спектрометрам подобного типа.

(Например, телесный угол LAGRANGE – 2.5 стерадиана).

3. Предложения по улучшению характеристик.

Использование холодного замедлителя позволяет уменьшить энергию монохроматоров до $E=2.7 \text{ мЭВ}$, и, т.о., улучшить разрешение на упругой линии на **порядок** (от 700 мкЭВ до $\sim 60 \text{ мкЭВ}$), хотя это приведет к потере интенсивности рассеянных нейтронов в 1.5-2 раза из-за уменьшения телесного угла спектрометра.

Для существенного увеличения светосилы спектрометра HEPA предлагается:

- установить фокусирующий суперконцентратор до позиции образца. Это позволит уменьшить сечение падающего пучка и увеличить плотность потока нейтронов с $\lambda=5.5 \text{ \AA}$ ~ 2.5 раза
- увеличить телесный угол спектрометра, т.е. площадь кристаллов монохроматоров и детекторов в 4-5 раз.

Для увеличения телесного угла необходимо проработать разные варианты расположения Ве фильтра и кристаллов-анализаторов.

4. Запрашиваемые ресурсы, стоимость и сроки проведения модернизации

Стоимость (в USD) и желательные сроки изготовления (приобретения) некоторых узлов спектрометра HEPA в рамках проекта модернизации представлены в Таблице 5 (Раздел 6).

Литература

1. I. Natkaniec, S.I. Bragin, J. Brankowski, J.Mayer, in Proc. ICANS XII Meeting, Abington 1993, RAL Report 94-025, vol.I., (1994) p.89.
2. J. Hetmańczyk, A. Migdał-Mikuli, E. Mikuli, K. Hołderna-Natkaniec, Ł. Hetmaczyk, I. Natkaniec. Phase transitions and H2O motions in $[\text{Ca}(\text{H}_2\text{O})_4](\text{ClO}_4)_2$ studied by infrared spectroscopy, inelastic/quasielastic incoherent neutron scattering and proton magnetic resonance. Part II. Journal of Molecular Structure, 923 (2009) 103–109.
3. A. Migdał-Mikuli, E. Mikuli, J. Hetmańczyk, Ł. Hetmańczyk, K. Hołderna-Natkaniec, I. Natkaniec. Phase transitions and H2O motions in $[\text{Ca}(\text{H}_2\text{O})_4](\text{NO}_3)_2$ studied by infrared spectroscopy, inelastic/quasi-elastic incoherent neutron scattering and proton magnetic resonance, Part II, Journal of Alloys and Compounds, 469 (2009) 73–81.
4. L. S. Smirnov, I. Natkaniec, M.R. Johnson, A.S. Ivanov, S.I. Troyanov. Vibrational Modes of Hydrogen in $(\text{NH}_4)\text{H}_5(\text{PO}_4)_2$ (Neutron Scattering and Simulation). Crystallography Reports, 2009, Vol. 54, No 3, pp. 477–482.
5. L.S. Smirnov, I. Natkaniec, A.B. Belushkin, D. Smith, M. Prager. Features of the Structure and Dynamics of $\text{Me}1-x(\text{NH}_4)_x\text{SCN}$ ($\text{Me}=\text{K}, \text{Rb}$) Mixed Crystals. Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, 3 (2009) 847-856.
6. V.Yu. Kazimirov, M.B. Smirnov, L. Bourgeois, L. Guerlou-Demourgues, L. Servant, A.M. Balagurov, I. Natkaniec, N.R. Khasanova, and E.V. Antipov. Lattice Dynamics of Ni and Mg Hydroxides. Solid State Ionics, 181 (2010) 1764-1770.
7. W. Sawka-Dobrowolska, G. Bator, L. Sobczyk, E. Grech, J. Nowicka-Scheibe, A. Pawlukojc, J. Wuttke. The (2:1) complex of picric acid with tetramethylpyrazine: The structure, IR spectra and tunnel splitting of methyl groups. J. Mol. Struct., 975 (2010) 298-302.
8. J. Nowicka-Scheibe, E. Grech, W. Sawka-Dobrowolska, G. Bator, A. Pawlukojc, L. Sobczyk. Structure and vibrational spectra of squaric acid complexes with 4,4'- and 5,5'-dimethyl-2,2'-bipyridine. J. Mol. Struct., 976 (2010) 30-35.

9. L.S. Smirnov, I. Natkaniec, A.S. Ivanov, A. Pawlukoje, S.I. Troyanov. Vibrational modes of acid hydrogen in CsH5(PO4)2 and NaH5P2O6: inelastic neutron scattering. *Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, 2010, Vol.4, No.6, pp.982-986. Original Russian text published in: *Poverkhnost'. Rentgenovskie, Sinkhrotronnye i Neitronnye Issledovaniya*, № 12 (2010) 9-14.
10. L.S. Smirnov, I. Natkaniec, J. Ollivier, J. Dianoux, M.L. Martinez Sarrion, L.Mestres. Study of ammonium molecular ion impurity modes in $Rb_{1-x}(NH_4)_xI$ mixed crystals by Inelastic Incoherent Neutron Scattering. *Препринт ОИЯИ*, № E14-2010-108.
11. J. Mielcarek, D.M. Nowak, A. Pajzderska, B. Peplinska, J. Wasicki. A hybrid method for estimation of molecular dynamics of diazepam-density functional theory combined with NMR and FT-IR spectroscopy. *Int. J. Pharm.* 404 (2011), pp. 19-26.
12. M. Rachwalska, I. Natkaniec, K. Holderna-Natkaniec, Z.H. Urbanek, and K. Zborowski, Inelastic Neutron Scattering (INS) Study of Low Frequency Vibrations and Hydrogen Bonding of (E)-2-Hydroxyimino-2-Cyanoacetic Acid Ethyl Ester. *Z. Phys. Chem.* 225, No. 2. (2011) 183-216.
13. E. Juszyńska, K. Holderna-Natkaniec, M. Massalska-Arodź, I. Natkaniec, E. Ściesińska, J. Ściesiński. Formation of hydrogen bonds; hydroxyl and methyl groups dynamics in 2,2-dimethylbutan-1-ol and 2,3-dimethylbutan-2-ol: DFT, IINS and IR investigations. *Acta Physica Polonica A*, 122 (2012) 765-775.
14. Ł. Kolek, M. Massalska-Arodź, D. Majda, B. Wantusiak, S. Zalewski, P. Kula. Studies of Phase Diagram of a Liquid Crystal with 4-[2-(3-Fluorophenyl)ethyl]biphenyl Core of Molecules. *Acta Physica Polonica A*, Vol. 122, No. 2 (2012) 370-374.
15. J. Pieper, M. Trapp, A. Skomorokhov, I. Natkaniec, J. Peters, G. Renger. Temperature-dependent vibrational and conformational dynamics of photosystem II membrane fragments from spinach investigated by elastic and inelastic neutron scattering. *Biochimica et Biophysica Acta*, 1817 (2012) 1213-1219.
16. R. Bujakiewicz-Korońska, Ł. Hetmańczyk, B. Garbarz-Glos, A. Budziak, A. Kalvane, K. Bormanis, K. Druzbicki. Low temperature measurements by infrared spectroscopy in CoFe2O4 ceramic. *Central European Journal of Physics* (2012) 1-7.
17. G. Bator, W. Sawka-Dobrowolska, L. Sobczyk, M. Owczarek, A. Pawlukoje, E. Grech, J. Nowicka-Scheibe. Hydrogen bonded NHO chains formed by chloranilic acid (CLA) with 4,40-di-t-butyl-2,20-bipyridyl (dtBBP) in the solid state. *Chemical Physics* 392 (2012) 114-121.
18. R. Baddour-Hadjean, M.B. Smirnov, K.S. Smirnov, V. Kazimirov, J.M. Gallardo-Amores, U. Amador, M.E. Arroyo-de Dompablo, J.P. Pereira-Ramos. Lattice dynamics of β -V2O5: raman spectroscopic insight into atomistic structure of a high pressure vanadium pentoxide polymorph. *Chemistry of Materials*, 51(2012) 3194.
19. K. Druzbicki, E. Mikuli, A. Kocot, M. D. Ossowska-Chruściel, J. Chruściel, S. Zalewski. Complex Vibrational Analysis of an Antiferroelectric Liquid Crystal Based on Solid State Oriented Quantum Chemical Calculations and Experimental Molecular Spectroscopy. *Journal of Physical Chemistry A*, 116 (2012) 7809-7821.
20. K. Druzbicki, A. Kocot, E. Mikuli, M.D. Ossowska-Chruściel, J. Chruściel. Temperature-Dependent Infrared Spectroscopy Studies of a Novel Antiferroelectric Liquid-Crystalline Thiobenzoate. *Journal of Physical Chemistry B*, 116 (2012) 11332-11343.
21. A. Pajzderska, D.M. Chudoba, J. Mielcarek, J. Wąsicki. Calorimetric, FTIR and 1H NMR measurements in combination with DFT calculations for monitoring solid-state changes of dynamics of sibutramine hydrochloride. *J.Pharm.Sci.*, 101 (2012) 3799.
22. W. Starosta, B. Sartowska, K. Łyczko, J. Maurin, A. Pawlukoje, L. Waliś, M. Buczkowski. A method for production of nanoMOF and preliminary characterization by selected analytical techniques. *Nukleonika*, 57 (2012) 581-583.
23. B. Wantusiak, S. Zalewski, P. Suchodolski, J. Chruściel, M. D. Ossowska-Chruściel. Phase transitions of new antiferroelectric bent-core thiobenzoate. *Phase Transitions*, Vol. 85, No. 5 (2012) 444-452.
24. M. Rachwalska, I. Natkaniec, Z.H. Urbanek, D. Majda. Inelastic Neutron Scattering (INS) Study of Low Frequency Vibrations of Acid K Salt of (E)-2-Hydroxyimino-2-Cyanoacetic Acid Ethyl Ester and its Phase Situation by DSC Method. *Z. Phys. Chem.*, 226 (2012) 291-314.
25. A.N. Pirogov, S.G. Bogdanov, E.V. Rosenfeld, J.-G. Park, Y.N. Choi, S. Lee, K. Prokes, N.O. Golosova, I.L. Sashin, N.V. Kydevatykh, Yu.N. Skryabin, A.P. Vokhmyanin. Effects of magnetic anisotropy and exchange in Tm2Fe17. *ЖЭТФ*, 2012, т.142, вып.5(11), стр.951-963.
26. Ł. Hetmańczyk, N. Górka, J. Hetmańczyk, E. Mikuli, I. Natkaniec. Phase transitions in $[Co(NH_3)_6](ClO_4)_3$ investigated by neutron scattering methods. *Chemical Physics* 412 (2013) 1-6.
27. G. Bator, L. Sobczyk, W. Sawka-Dobrowolska, J. Wuttke, A. Pawlukoje, E. Grech, J. Nowicka-Scheibe. Structural, spectroscopic and theoretical studies on 3,4,7,8-tetramethyl-1,10-phenantroline complex with picric acid. *Chemical Physics* 410 (2013) 55-65.
28. Ł. Hetmańczyk, J. Hetmańczyk, E. Mikuli, A. Migdał-Mikuli, W. Nitek, K. Holderna-Natkaniec, I. Natkaniec. Crystal structure of two $[Ba(H_2O)_3](ClO_4)_2$ phases and H_2O ligands reorientational motions studied by X-ray single crystal, inelastic and quasielastic incoherent neutron scattering and proton magnetic resonance. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 74 (2013) 1775-1782.

29. J. Hetmańczyk, L. Hetmańczyk, A. Migdał-Mikuli, E. Mikuli. Vibrational and reorientational motions of H₂O ligands, phase transition and thermal properties of [Sr(H₂O)₆]Cl₂. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 115 (2013) 504–510.
30. K. Druźbicki, E. Mikuli, S. Zalewski, M. D. Ossowska-Chruściel, J. Chruściel, S. Wróbel, J. Czerwiec. Complementary Studies of Mesomorphic Properties in a Novel Antiferroelectric Liquid Crystalline Thiobenzoate. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 105 (2013) 424.
31. K. Łuczyńska-Szymczak, W. Starosta, K. Druźbicki. Solid-State DFT-Assisted Raman Study of Titanate Nanostructures. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 116 (2013) 646.
32. L. Sobczyk, A. Pawlukoje, E. Grech, A. Huczynski, B. Brzezinski. Extremely different structures and vibrational spectra of tetramethylpyrazine nitrate dehydrate in solid and solutions. *Journal of Molecular Structure*, 1037 (2013) 264-270.
33. D. M. Novak, L. S. Smirnov, A. I. Kolesnikov, V. I. Voronin, I. F. Berger, N. M. Laptash, A. D. Vasil'ev, I. N. Flerov. Refinement of the Crystal Structure of the High-Temperature Phase G0 in (NH₄)₂WO₂F₄ (Powder, X-Ray, and Neutron Scattering). *Crystallography Reports*, 2013, Vol. 58, No. 1, pp. 129–134.

Спектрометр неупругого рассеяния ДИН-2ПИ

Руководитель проекта: А.В. Пучков, д.ф.-м.н., нач.лаб. ГНЦ РФ-ФЭИ

Коллектив исполнителей - сотрудники ГНЦ РФ-ФЭИ : И.И. Анисимов, нс;
В.М. Морозов, вед.инж.; А.Г. Новиков, д.ф.-м.н., гнс;
В.В. Савостин, к.ф.-м.н., внс; В.А. Семенов, к.ф.-м.н.,
внс; В.В. Сударев, нс; М.С. Шамаев, нс

1. Статус и научная программа

Спектрометр неупругого рассеяния ДИН-2ПИ, установленный и работающий на канале №2 реактора ИБР-2 с 1985 года, скомпонован по классической схеме прямой геометрии с пролетными базами 20 м и 7 м длиной (до и после образца, соответственно). ДИН-2ПИ оснащен детекторной системой на основе He^3 -счетчиков, охватывающей интервал углов рассеяния 3° - 134° , и системой вращающихся коллиматоров для подавления фона, расположенных в кольцевом коридоре реактора [1]. Камера образца в форме цилиндра диаметром 1200 мм и высотой 800 мм, допускает использование широкого набора систем окружения образца. Спектрометр оснащен суперзеркальным нейтронным концентратором (2011), установка которого позволила повысить плотность потока нейтронов на образце почти на порядок [2].

Оптимальным режимом работы спектрометра в настоящее время являются эксперименты с начальными энергиями нейтронов $\sim(2-20)$ мэВ. Такой режим обеспечивает удовлетворительное разрешение для упругого и неупругого рассеяния ($\sim 5\%$), и разумную продолжительность эксперимента, позволяющую обеспечить необходимую статистическую точность экспериментальных данных. Как показал многолетний опыт работ на спектрометре ДИН-2ПИ, одним из его главных достоинств является низкий уровень фона и «чистота» получаемых экспериментальных данных, обусловленная отсутствием побочных эффектов, искажающих спектры рассеянных нейтронов.

Компоновка спектрометров типа ДИН оптимальна для получения информации о законе рассеяния (или динамической функции рассеяния) в широком диапазоне динамических переменных Q и ϵ , как в случае твердых тел, так и жидкостей. Традиционными направлениями экспериментальных работ, проводимых и развиваемых на спектрометре, являются:

1. Исследования жидких металлов (Na, Ga, Pb, K, Li) и жидкометаллических систем с примесями (расплавы K-O, Pb-K, Na-Pb, Li-N, Li-H, Na-H) [3,4].
2. Исследования водных ионных и гидрофобных растворов [5,6], в том числе водных дисперсий углеродных частиц (фуллерены, шунгит, сажи).
3. Исследования квантовых жидкостей как в «объемном» состоянии, так и в условиях ограниченной геометрии [7] и пленок ^4He атомарной толщины.
4. Исследования многокомпонентных кристаллических и аморфных систем, включающих твердые растворы, оксиды и гидриды металлов, суперионные проводники и тройные примесные системы [8,9].
5. Исследования реакторных материалов в широком диапазоне температур для решения проблем безопасности ЯЭУ [10,11].

Как вспомогательный режим, на спектрометре ДИН-2ПИ может быть организован и режим дифракции по времени пролета (после демонтажа основного прерывателя), который, в частности, был использован для получения структурной информации о расплавах K, Na, Pb, Pb-K, Na-Pb, Li-N.

2. Предложения по модернизации спектрометра ДИН-2ПИ

2.1. Область малых углов рассеяния

Круг задач, решаемых на спектрометре ДИН-2ПИ, может быть значительно расширен в случае использования углов рассеяния 1-3 град. Это особенно существенно при проведении дифракционных экспериментов, для которых область $Q \sim (0.1-0.5) \text{ \AA}^{-1}$ является высокоинформативной. Расширить область малых углов рассеяния возможно при незначительном изменении конструкции спектрометра в области вывода прямого пучка. Предварительные оценки показывают, что можно рассчитывать на использование в будущем углов рассеяния $\sim 1^\circ$.

2.2. Замена основного прерывателя спектрометра

В результате модернизации первой пролетной базы спектрометра и замены вакуумного нейтроновода на суперзеркальный концентратор, геометрические размеры пучка в области основного прерывателя значительно изменились. Спектральные особенности формируемого прерывателем импульса монохроматических нейтронов также изменились. Для адаптации системы монохроматизации ДИН-2ПИ к новым спектрально-геометрическим параметрам пучка целесообразно создать набор высокооборотных нейтронных прерывателей из поглощающего нейтроны материала, используя, по возможности, старые посадочные узлы и корпус существующего прерывателя.

2.3. Окружение образца

В настоящее время штатные устройства окружения образца обеспечивают температурный интервал от 1.5К до 3000К.

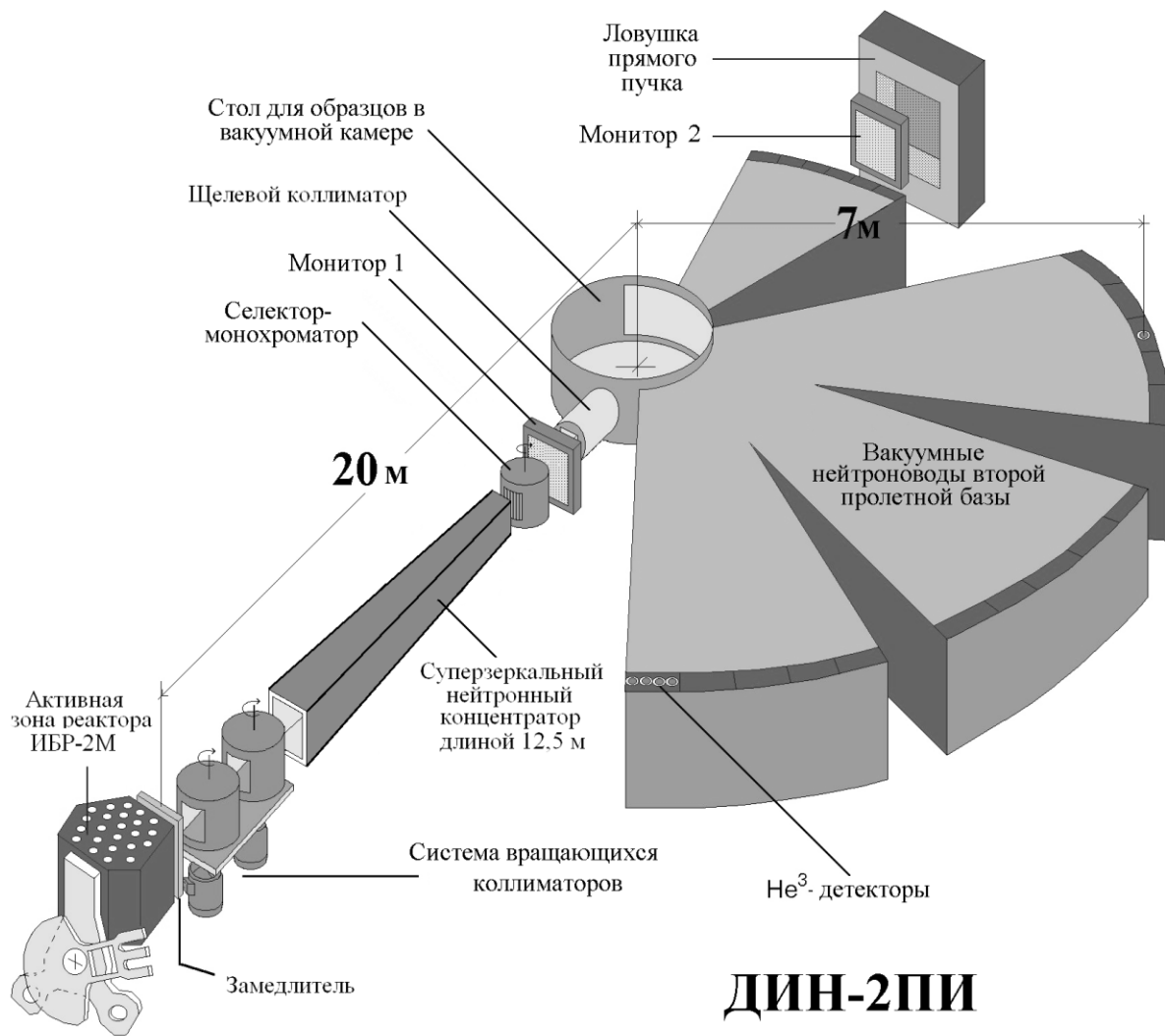
Установленное в настоящее время криогенное оборудование на базе криостата MAX ORANGE ориентировано на использование жидкого гелия для достижения температур 4-300К. Представляется целесообразным приобрести для получения температуры в диапазоне от «гелиевой» до комнатной рефрижератор с замкнутым циклом на основе пульсационной трубы, не требующий использования жидкого гелия. Следующим этапом развития рефрижератора будет создание ступени растворения ^3He в ^4He , позволяющей опустить температуру исследуемых образцов до 50 мК.

Систему вакуумирования камеры образца спектрометра планируется заменить на безмасляную, на основе турбомолекулярного и сухого спирального насосов.

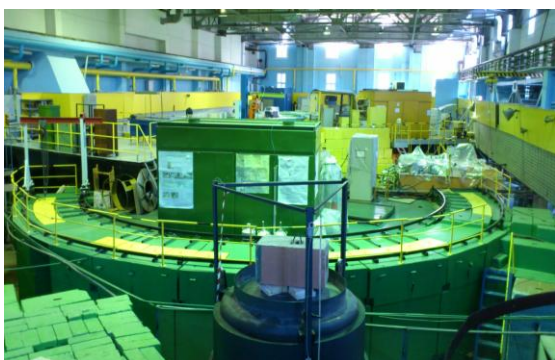
Сравнительные характеристики нейтронных спектрометров неупругого рассеяния

Характеристика при $E_0=4,6 \text{ мэВ}$ ($4,2 \text{ \AA}$)	IN5 [12]	IN6 [12]	CNCS [13]	ДИН-2ПИ
Разрешение в упругом пике	180 мэВ	170 мэВ	100 мэВ	260 мэВ
Плотность потока нейтронов на образце ($\text{н/см}^2\text{с}$)	$7 \cdot 10^4$	$9 \cdot 10^4$	$1 \cdot 10^5$	$2,4 \cdot 10^3$ $\sim 0,3 \cdot 10^5$ *
Полный поток нейтронов на образце (н/с)	$S=10 \text{ см}^2$ $7 \cdot 10^5$	$S=15 \text{ см}^2$ $14 \cdot 10^5$	$S=7,5 \text{ см}^2$ $7,5 \cdot 10^5$	$S=50 \text{ см}^2$ $1,2 \cdot 10^5$ $\sim 16 \cdot 10^5$ *

*Ожидаемые значения при использовании холодного замедлителя



Общий вид спектрометра ДИН-2ПИ



Термостат на 1000 К



Литература

1. А.И. Ступак, А.Г. Новиков, М.З. Тараско, Энергетически - временная плотность потока тепловых нейтронов в замедлителе реактора ИБР – 2. Препринт ФЭИ – 1957, 1989.
2. И.В. Калинин, В.М. Морозов, А.Г. Новиков, А.В. Пучков, В.В. Савостин, В.В. Сударев, А.П. Булкин, С.И. Калинин, В.М. Пусенков, В.А. Ульянов «Характеристики спектрометра ДИН-2ПИ с нейтронным концентратором», ЖТФ, 2014, т.84, вып.2, 155-158.
3. N.M. Blagoveshchenskii, V.A. Morozov, A.G. Novikov, M.A. Pashnev, A.L. Shimkevich, O.V. Sobolev, Quasielastic neutron scattering and diffusion in liquid lithium and lithium-hydrogen melt., J. of Physics: Cond. Matter, 2008, v. 20, p. 104201 – 104204.
4. N.M. Blagoveshchenskii, A.G. Novikov, A.V. Puchkov, V.V. Savostin, M.S. Shamaev, I.I. Zazorin, Investigation of diffusion processes in liquid sodium-hydrogen melt by quasielastic neutron scattering, Письма в ЖЭТФ, 2013, т.98, вып. 12, сс.938-942.
5. Н.М. Благовещенский, А.Г. Новиков, Н.Н. Рожкова. «Анализ квазиупругого рассеяния нейтронов концентрированной водной дисперсией наноалмазов», ФТТ, 2014, т.56, вып.1, с.116-118.
6. Ю.В. Лисичкин, Л.А. Сахарова, А.А. Туманов, Динамика молекулы воды, адсорбированной кремнеземом и смолой SGK-7, ФТТ, 2014, т.56, вып.1, с.99-106.
7. I. Kalinin, H. Lauter, A. Puchkov. Experimental study of zero sound and single-particle excitations in 4He. Physica B, 2006, v. 385-386, p. 44-46.
8. A.N. Skomorokhov, D.M. Trots, I.L. Sashin, H. Fuess, E.L. Jadrowskii, S.G. Ovchinnikov, Phonon density of states in g-, b- and a- AgCuS, Физика Твёрдого Тела, 50, вып.2, 2008, с.307-310.
9. С.А. К уликов, И.В. Калинин, В.М. Морозов, А.Г. Новиков, А.В. Пучков, А.Н. Черников, Е.П.Шабалин. «Измерение спектров холодных нейтронов на макете криогенного замедлителя реактора ИБР – 2М», Письма в ЭЧАЯ, 2010, 1(157), с. 95-100.
10. В.А.Семенов, Ж.А.Козлов, Л.Крачун, Г.Матееску, В.М.Морозов, А.И.Опреа, К.Опреа, А.В.Пучков, Спектр частот тангала при температурах 293-2300К, ФТТ, 2010. Т. 52. вып.5., С. 926.
11. В.А. Семенов, О.А. Дубовский, А.В. Орлов, Д.В. Савостин, В.В. Сударев, Спектр частот вольфрама при температурах 293 и 2400 К, ФТТ, 2014, т.56, вып.1, с.36-40.
12. Guide to Neutron Research Facilities at the ILL. Grenoble, France, 2008.
13. <http://neutrons.ornl.gov/instruments/SNS/CNCS/equipment.shtml>

Нейтронный дифрактометр ДН-6 для исследования микрообразцов при высоком давлении

Руководитель проекта: *Б.Н. Савенко*

Ответственные исполнители: *Д.П. Козленко, С.Е. Кичанов,
Е.В. Лукин, А.В. Руткаускас*

Сотрудничающие и заинтересованные организации:

НИЦ «Курчатовский институт»

Лаборатория Резерфорда Апплетона, Великобритания

НИЦ Петербургский институт ядерной физики

Лаборатории Леона Бриллюэна, Сакле, Франция

Институт физики металлов УрО РАН

Университет им. А.Мицкевича, Познань, Польша

Аннотация

На основе метода нейтронной дифракции при высоком давлении в ЛНФ ОИЯИ, на базе импульсного реактора ИБР-2 совместно с сотрудниками НИЦ «Курчатовский Институт» создан спектрометр для исследований микрообразцов - ДН-12, позволяющий проводить исследования в диапазоне высоких давлений до 7 ГПа. За время его работы был накоплен значительный опыт, связанный как с проектированием, разработкой и модернизацией спектрометра, так и с развитием методики нейтронографии при высоких давлениях. Работы по созданию нового спектрометра ДН-6 на 6Б канале реактора ИБР-2 являются логическим продолжением работ на спектрометре ДН-12 и направлены на значительное увеличение светосилы инструмента и расширения достижимых давлений в эксперименте.

1. Статус и научная программа

Эксперименты по рассеянию нейтронов с применением камер высокого давления ведутся в настоящее время только в нескольких наиболее развитых лабораториях мира. Это связано с тем, что для получения приемлемых для анализа экспериментальных данных требуется высокопоточные источники нейтронов и дорогостоящие детекторные системы. До недавнего времени область применения нейтронных методов, как правило, ограничивалась диапазоном давлений 1-2 ГПа, что связано с использованием относительно больших объемов образца в камерах типа цилиндр-поршень. Развитие метода нейтронных исследований при высоких давлениях, основанного на сочетании техники сапфировых и алмазных наковален и низкофоновой нейтронной дифрактометрии позволило расширить диапазон давлений в этих экспериментах до нескольких десятков ГПа. Основным назначением спектрометра ДН-12 [1] в настоящее время является исследование атомной и магнитной структуры конденсированных сред под воздействием высоких давлений 0 – 7 ГПа и низких температур 10 – 300 К. Дальнейшее развитие техники высоких давлений направленное на расширение диапазона достижимых давлений до 30-50 ГПа требует увеличения потока нейтронов на образце и увеличении телесного угла детекторной системы. 12-й канал один из наименее интенсивных на реакторе ИБР-2 и на нем нет возможности работы с холодным замедлителем, что накладывает серьезные ограничения на исследования магнитных структур под давлением.

Канал 6б реактора ИБР-2 обеспечивает поток тепловых нейтронов, величина которого в 4 раза выше величины потока тепловых нейтронов на канале 12. Использование холодного замедлителя нейтронов на этом канале позволит существенно расширить возможности исследования магнитной структуры кристаллов при высоких давлениях. Оптимальное сочетание интенсивного нейтронного пучка канала 6б, использование зеркального нейтронотода и уникальная многодетекторная система спектрометра ДН-6 позволяет проводить дифракционные эксперименты при давлениях до 13 ГПа, используя новые камеры высокого давления с сапфировыми наковальнями. В качестве примера можно привести исследование сегнетоэлектрического материала Pb_2WMgO_6 при высоком давлении [2]. Применение камер высокого давления с алмазными наковальнями позволит проводить эксперименты со сверхмалыми объемами образцов $0.001 - 0.1 \text{ мм}^3$ при давлениях до 50 ГПа. В будущем планируется проводить исследования кристаллической и магнитной структуры различных материалов при высоком давлении до 50 ГПа на дифрактометре ДН-6. Основные узлы нового спектрометра ДН-6 представлены на Рис. 10.

Основные параметры спектрометра ДН-12

Поток тепловых нейтронов на образце ($\text{н/см}^2/\text{с}$)	$5.9 \cdot 10^6$
Расстояние: замедлитель - образец	30.0 м
образец - детектор	0.5 м
Диапазон : по длине волны	$0.8 \div 10 \text{ \AA}$
по углу рассеяния	45°
по d_{hkl}	$0.6 \div 6 \text{ \AA}$
Разрешение ($\Delta d/d$, $d = 2 \text{ \AA}$): при $2\theta = 90^\circ$	0.022
Телесный угол детекторной системы	0.325 ср
Объем образца, мм^3	0.003 - 5
Достижимые давления	0-30 ГПа
Характерное время измерения спектра	1-30 ч.
Температурный диапазон	4 - 300 К

1.1. Светосила спектрометра.

Интенсивность нейтронного пучка канала 6б превосходит интенсивность пучка 12 канала в ~ 4 раза и поток нейтронов составляет $5.9 \times 10^6 \text{ н/см}^2/\text{с}$. Детекторная система дифрактометра состоит из кольцевого газового детектора из 96 независимых детекторных элемента. Это позволяет сократить время экспериментов в 10 раз по сравнению с спектрометром ДН-12. Для расширения круга научных задач, решаемом на дифрактометре ДН-12, планируется ввести в эксплуатацию второе детекторное кольцо из 96 детекторных элементов.

1.2. Устройства окружения образца.

Для создания низких температур на образце используется гелиевый рефрижератор ($T \geq 4 \text{ К}$). Для создания высокого давления есть в наличии камеры высокого давления различных конструкций, в том числе с алмазными наковальнями. Для расширения диапазона достижимых давлений ведется проектирование и изготовление новых камер высокого давления с наковальнями из сапфира и алмаза.

2. Работа ДН-6 на холодном источнике нейтронов.

Новый дифрактометр ДН-6 на канале 6Б, где предусмотрена установка холодного замедлителя, что позволит увеличить интенсивность падающего потока холодных нейтронов в диапазоне длин волн $4 - 13 \text{ \AA}$ в $\sim 7-10$ раз, а это в свою очередь существенно улучшит качество измеряемых дифракционных данных в диапазоне межплоскостных расстояний $d_{\text{hkl}} > 4 \text{ \AA}$.

3. Запрашиваемые ресурсы, стоимость и сроки реализации.

Для создания второго детекторного кольца требуется приобрести нейтронные счетчики, платы предусилителей для них, блоки электроники. Кроме этого планируется разработка и изготовления детекторного кольца на основе сцинтилляторов. Для расширения диапазона давлений на образце требуется закупка камер высокого давления и набора специального оборудования для их эксплуатации.

Стоимости нового детекторного кольца и оборудования для проведения экспериментов при высоком давлении отражены в Таблице 7 (Раздел 6).



Рис. 10. Основные узлы дифрактометра ДН-6.

Литература

1. V.L. Aksenov, A.M. Balagurov, V.P. Glazkov, D.P. Kozlenko, I.V. Naumov, B.N. Savenko, D.V. Sheptyakov, V.A. Somenkov *Physica B* 265, 258 (1999).
2. Р.З. Мехдиева, Е.В. Лукин, С.Е. Кичанов, Д.П. Козленко, С.Г. Джабаров, Т.Н. Данг, А.И. Мамедов, Б.Н. Савенко "Исследование структурных аспектов фазового перехода антисегнетоэлектрик – параэлектрик в двойном перовските Pb_2MgWO_6 при высоких давлениях и температурах" ФФТ, том 56, вып. 4, с. 735 (2014).

Многофункциональный нейтронный рефлектометр GRAINS с горизонтальной плоскостью образца

Руководитель проекта:

М.В.Авдеев

Ответственные исполнители: Работы по проекту будут осуществляться в основном сотрудниками группы «ГРЭИНС», сектора нейтронной оптики отдела НИКС ЛНФ им. И.М. Франка при участии специалистов ПИЯФ (г. Гатчина).

Сотрудничающие и заинтересованные в спектрометре организации

Киевский национальный университет имени Тараса Шевченко (Украина)

Институт экспериментальной физики (Словакия)

Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт» (РФ)

Петербургский институт ядерной физики (РФ)

Институт Макса Планка исследований физики твердого тела (Германия)

Аннотация

Проект GRAINS (многофункциональный нейтронный рефлектометр с горизонтальной плоскостью образца) начался в 2007 г. [1]. Основные участники проекта: ВМБФ (Германия) – НАС (Венгрия) – ЛНФ ОИЯИ (РФ) – ПИЯФ НИЦ КИ (РФ) – КНУ (Украина). На данный момент завершён первый этап проекта (базовая конфигурация) со следующими возможностями: рефлектометрия в вертикальной плоскости рассеяния; границы раздела жидких сред; рассеяние поляризованных нейтронов.

Дальнейшее развитие и модернизацию рефлектометра планируется разбить на два этапа. Следующий этап подразумевает в себе покупку, установку и наладку широкоугольного анализатора и дополнительного спин-флиппера для проведения экспериментов с полным поляризационным анализом. Третьим завершающим этапом развития прибора является создание и введение в эксплуатацию полноценной системы окружения образца, позволяющей проводить измерения в магнитном поле и в широком диапазоне температур. Успешное выполнение всех предложенных этапов создания и модернизации позволит получить полностью укомплектованный рефлектометр для проведения экспериментов по нейтронной рефлектометрии на мировом уровне.

1. Актуальность научной программы, сопоставление с мировым уровнем

Активное развитие в последнее десятилетие методов, использующих рассеяние нейтронов (таких как нейтронная рефлектометрия) показало, что они являются идеальными методиками для изучения наноструктур в системах с развитой поверхностью и низкоразмерных системах. Исследование наноструктур на поверхностях и границах раздела на сегодняшний день является важным компонентом развития нанонаук, нанотехнологий, в том числе и нанобиотехнологий. Информация о формировании различных наноструктур, их стабилизации и механизмах разрушения имеет большое значение для практических приложений. В последнее время бурное развитие науки о живом ставят целый комплекс вопросов, которые можно в принципе решать методом рефлектометрии тепловых нейтронов. Как правило, биологические образцы

представляют собой жидкие растворы и для изучения их поверхностных свойств необходима организация вертикальной плоскости рассеяния.

На рефлектометре GRAINS планируются исследования по следующим научным направлениям:

- Биологические комплексы и мембраны;
- Магнитные коллоидные системы для биомедицины;
- Полимеры и поверхностно-активные вещества в растворах;
- Бинарные смеси жидкостей в критических точках;
- Нанокпозиционные материалы;
- Слоистые наноструктуры;
- Развитие новых методов исследования и диагностики наносистем с использованием поляризованных нейтронов.

2. Научный и методический задел, имеющийся в ЛНФ ОИЯИ

Рефлектометр GRAINS введен в эксплуатацию на 10-м канале модернизированного реактора ИБР-2 в 2013 г. В настоящее время прибор работает в режиме так называемой базовой конфигурации. Рефлектометр GRAINS предназначен для определения отражательной способности поверхностей и границ раздела в отношении тепловых нейтронов в различных измерениях. Исследуемая система имеет горизонтальную плоскость (вертикальная плоскость отражения). Первоначальный пучок нейтронов, поступающий от холодного замедлителя в зоне реактора, коллимируется в горизонтальной плоскости с помощью системы щелей. Для регулирования угла, под которым он падает на образец (0.5-25 мрад), используется специальное нейтронное зеркало – дефлектор. Так как отклоняющее зеркало отражает только тепловые нейтроны (длина волны > 0.05 нм), то оно выполняет также функцию отделения пучка тепловых нейтронов от быстрых нейтронов (длина волны < 0.05 нм), которые являются источником фона. После отражения от плоскости образца рассеянный пучок попадает на позиционно-чувствительный детектор большой площади. Позиционная чувствительность дает возможность анализа рассеянного пучка по двум направлениям (в вертикальной и горизонтальной плоскостях) и таким образом определяет реализацию так называемой полной 3-х мерной рефлектометрии:

- 1) Анализ полного зеркального отражения (измерение зависимости отражательной способности системы в точке максимума, как функции модуля переданного импульса);
- 2) Анализ незеркального отражения (измерение диффузного рассеяния в вертикальной плоскости как функции вектора переданного импульса);
- 3) Анализ малоуглового рассеяния под скользящими углами (GISANS) (измерение диффузного рассеяния в горизонтальной плоскости как функции вектора переданного импульса).

3. Детальное описание предложения о развитии/создании спектрометра

Суть предложения заключается в завершении всех запланированных этапов проекта GRAINS. Выполнение проекта GRAINS разбито на три этапа. Этап I представляет собой базовую конфигурацию. Она запущена в 2013 г. В 2014 г. продолжается ее доводка.

Основные характеристики (Этап I):

Поток тепловых нейтронов на образце	$\sim 1-2 \times 10^6 \text{ с}^{-1} \text{ см}^{-2}$
Используемые длины волн	0.05 – 1 нм
Измеряемые углы отражения	3 – 15 мрад
Диапазон векторов рассеяния	0.08 – 4 нм ⁻¹
Разрешение	$< 5\%$

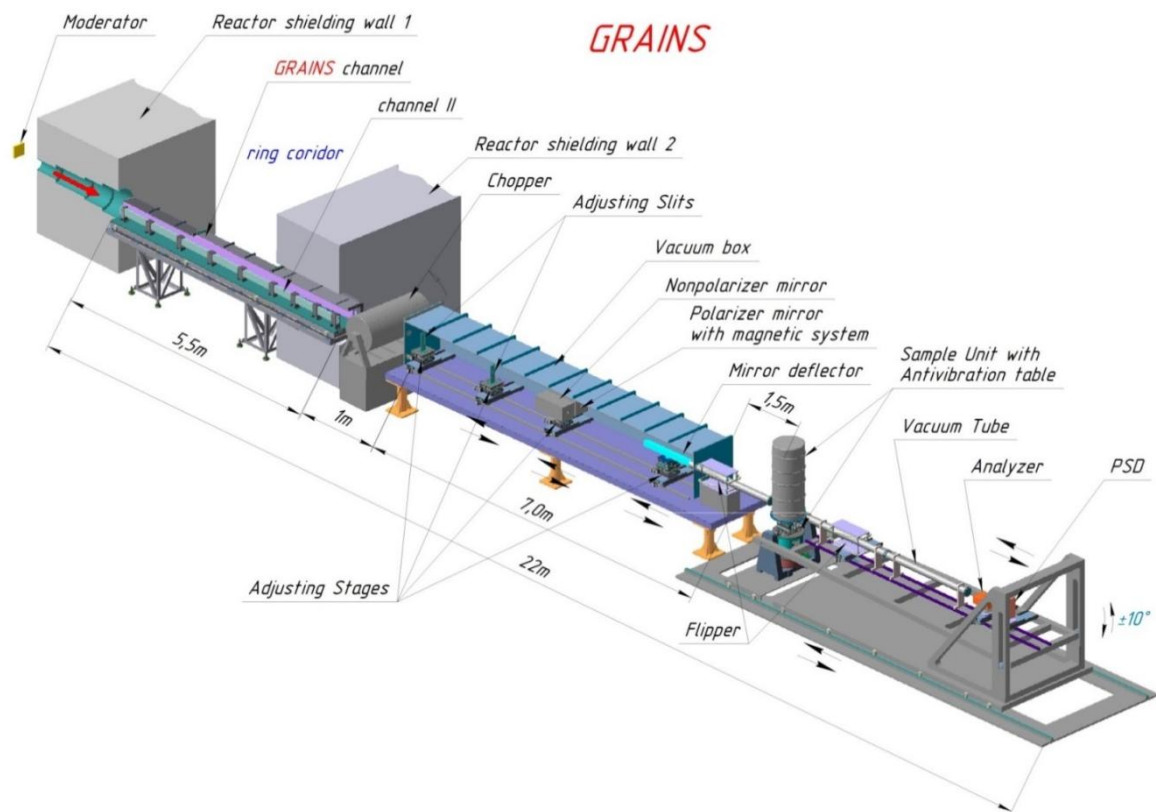


Рис. 11. Проектный общий вид полной конфигурации рефлектометра GRAINS

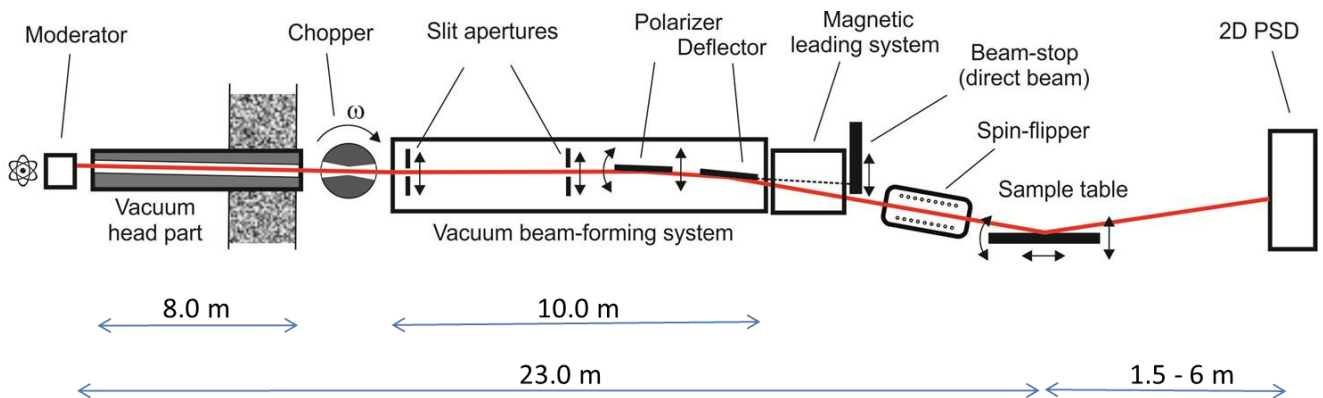


Рис.12. Принципиальная схема рефлектометра GRAINS на этапе I (базовая конфигурация, вид сбоку)

При работе замедлителя в «холодном» (криогенном) режиме общий поток тепловых нейтронов (длина волны более 0.05 нм) уменьшается в два раза. При этом динамический диапазон (q_{\max}/q_{\min}) при одной конфигурации установки увеличивается в 1.5 раза (с 12 до 18). Также возможность увеличения угла отражения позволяет более полно разделять отраженный и падающий пучки, что приводит к уменьшению влияния фона падающего пучка в анализе отражения.

Этап II подразумевает в себе покупку, установку и наладку широкоугольного анализатора и дополнительного спин-флиппера для проведения экспериментов с полным поляризационным анализом.

Этап III подразумевает создание и введение в эксплуатацию полноценной системы окружения образца, позволяющей проводить измерения в магнитном поле и в широком диапазоне температур.

Большинство современных рефлектометров расположены на стационарных источниках нейтронов (реакторы). Несмотря на это, наиболее удобным и эффективным режимом работы признан времяпролетный режим. Для его организации на стационарном источнике требуется использование специального прерывателя, который осуществляет импульсный режим работы на установке. Это резко снижает эффективность использования мощности реактора, так как пиковая мощность такого устройства определяется средней мощностью реактора, которая на порядки меньше пиковой мощности импульсного источника нейтронов (импульсный реактор или испарительный источник на основе ускорителя). Так как в настоящий момент развитие источников нейтронов идет в сторону создания мощных импульсных источников (импульсный реактор ИБР-2, вторая мишень на ускорителе ISIS, американский SNS, японский J-PARC, европейский ESS), практически все создаваемые и развивающиеся в настоящее время горизонтальные рефлектометры работают во времяпролетном режиме.

Параметры рефлектометра GRAINS отвечают мировым стандартам, что позволяет уверенно говорить о конкурентоспособности GRAINS в отношении мировых аналогов. На сегодня в мире существует около десяти установок (в разной степени готовности и доступности), где можно проводить полный рефлектометрический анализ на горизонтальных поверхностях с использованием поляризованных нейтронов. Большая потребность в таких установках отражена в том факте, что практически такое же количество горизонтальных рефлектометров создается в настоящее время на импульсных источниках нейтронов. В этой связи параметры российского источника нейтронов – реактора ИБР-2 позволяют крайне эффективно включиться в общий процесс развития нейтронных источников и реализовать проект GRAINS на высоком уровне с точки зрения мировой исследовательской инфраструктуры. В России в настоящее время на завершающем этапе находится проект REVERANS – рефлектометр с горизонтальной плоскостью образца на стационарном реакторе ВВР-М ПИЯФ РАН (Гатчина). Работа установки спроектирована в стационарном режиме. GRAINS превосходит по проектным параметрам данную установку (в значительной степени по потоку на образце).

С точки зрения научной и приборной организации ЛНФ ОИЯИ рефлектометр GRAINS можно рассматривать установку, крайне эффективно дополняющей возможности двух действующих рефлектометров на ИБР-2 (РЕМУР, РЕФЛЕКС), которые работают в вертикальной геометрии образцов (твердые пленки) и действующего малоуглового спектрометра ЮМО. Сегодня можно говорить о практике размещения на одном источнике нейтронов рефлектометров двух типов геометрии и нескольких малоугловых спектрометров (BENSC, NIST, SING, ILL, FRM-2 Munich, LLB, KEK, LANSCE, SNS), что позволяет проводить широкомасштабные изучения в области наносистем и материалов. Таким образом, завершение проекта GRAINS позволит поднять статус исследований в ЛНФ ОИЯИ в области наносистем и материалов на качественно новый уровень.

4. Ожидаемые научные результаты

Актуальным направлением в исследованиях является изучение структуры ориентированных фосфолипидных бислоев, представляющих реальные модели клеточных мембран [2,3]. Изучение каналов транспортировки ионов, а также адсорбции протеинов в этих системах может быть существенным для развития новых систем доставки лекарств, а также для исследования самого механизма транспортировки. Важным для исследований является определение размера, распределения, физического и химического поведения ориентированных липидных мембран. Эту информацию можно получить из экспериментов на ориентированных липидах или синтезированных мембранах в различных условиях. Исследование их поперечной и

латеральной структуры, а также состава и флуктуаций может быть проведено *в реальном времени* используя времяпролетную рефлектометрию с незеркальным рассеянием и GISANS, которые охватывают диапазон размеров, начиная от десятков нанометров, в случае каналов транспортировки ионов, до микронов при анализе структуры мембран.

Интерес к системам, содержащим магнитные наночастицы, связан, прежде всего, с возможностью управления свойствами таких систем посредством внешнего магнитного поля. К таким системам относятся магнитные жидкости, магнитные полимерные пленки, пленки Лангмюр-Блоджет с магнитными нановключениями, магнитные гели, включая эластомеры и другие магнитные композиционные материалы [4,5]. Особые перспективы связаны с использованием магнитных наночастиц в биомедицинских применениях, таких как: направленная транспортировка лекарственных препаратов в опухоли; диагностика опухолей (магнито-резонансная томография), терапия опухолей (магнитная гипертермия).

Явление самоорганизации – одно из наиболее многообещающих для синтеза новых комплексов нанокompозитных материалов с заданными физическими свойствами. В зависимости от симметрии и молекулярной массы самоорганизующиеся блок-сополимеры могут образовывать цилиндрические, сферические и ламеллярные полимеры. С помощью нейтронной рефлектометрии активно исследуются детали внутренней структуры сополимерных пленок с различным строением на поверхностях и границах раздела фаз [6]. Времяпролетные эксперименты *in-situ* позволяют получить информацию о структурных изменениях в процессе самоорганизации, происходящем во время гибридизации.

Классической задачей, исследованной достаточно полно для объемных систем, является изучение разделение фаз в смешанных жидких системах. Созданная до сих пор полуэмпирическая теория данного явления позволяет провести достаточно полную классификацию типов разделения в зависимости от потенциалов взаимодействия в компонентах растворов. На сегодня крайне интересной проблемой видится изучение поведения смешанных растворов на границах раздела. Современные структурные методы, такие как нейтронная рефлектометрия в горизонтальной геометрии образца, позволят продвинуться в решении данной проблемы [7].

Слоистые наносистемы с заданной латеральной и поперечной структурой представляют огромный интерес для создания новых функциональных материалов. Развитие современных методов для приготовления и внедрения в производство таких систем требует детальной информации об их структурных характеристиках. В частности, для нужд спинтроники (использование особых магнитных свойств слоистых наносистем) дополнительно к атомным характеристикам структуры необходима информация о магнитной структуре. Одним из основных методов исследования слоистых наносистем с магнитными слоями является рефлектометрия поляризованных нейтронов, позволяющая определять профили атомной и магнитной плотностей по глубине (поперечная структура) и вдоль поверхности (латеральная структура), включая атомные и магнитные межслоевые шероховатости [8-10].

Интерес к новым методам по рассеянию поляризованных нейтронов в отношении структурных исследований наносистем связан с развитием в последнее время методик, использующих Ларморовскую прецессию спина нейтрона в постоянном магнитном поле [11-13]. По-существу, данные методики являются модификацией нейтронного спин-эха. К ним относятся малоугловое рассеяние и нейтронная рефлектометрия на основе спин-эха, а также метод угловой кодировки на основе Ларморовской прецессии спина нейтрона. Задача данных методов – значительное увеличение разрешения приборов в обратном пространстве, что дает возможность использовать нейтронную вариацию контраста в области размеров более 100 нм. Это достигается за счет перехода от измерений углов рассеяния нейтронов к измерению их деполяризации, определяемой углом прецессии. Точность измерения последнего на порядок выше, чем у прямого измерения угла рассеяния, что позволяет проводить анализ рассеяния при очень малых углах. Данные методы предназначены для структурных исследований сравнительно больших и немагнитных неоднородностей.

5. План-график и требуемые ресурсы для развития/создания спектрометра

Завершение полной конфигурации рефлектометра GRAINS требует дополнительных вложений ~500 k\$ в течение трех лет (Таблица 8, Раздел 6).

Литература

1. M.V.Avdeev, V.I.Bodnarchuk, M.V.Avdeev, V.I.Bodnarchuk, V.V.Lauter-Pasyuk, H.Lauter, V.L.Aksenov, S.P.Yaradaikin, V.A.Ulyanov, V.A.Trounov, S.I.Kalinin, Project of the new multifunctional reflectometer GRAINS with horizontal sample plane at the IBR-2M pulsed reactor in Dubna, *J. Phys.: Conf. Ser.* 251 (2010) 012060
2. T.Gutberlet, B.Kloesgen, R.Krastev, R.Steits, *Adv. Eng. Mater.* (2004)
3. F. Heinrich, T. Ng, D. J. Vanderah, et al., *Langmuir* (2009)
4. V. Lauter-Pasyuk, H. Lauter, G. Gordeev, et al., *Physica B* (2004)
5. A.Vorobiev, J.Major, H.Dosch, G.Gordeev, D.Orlova, *Phys. Rev. Lett.* (2004)
6. T.L. Kuhl, J. Majewski, J.Y. Wong, et al., *Biophysical Journal* (1998)
7. M.D.Brown, et al., *J. Chem. Phys.* 126, 204704 2007
8. V.L.Aksenov, K.N.Jernenkov, Yu.N.Khaidukov, et al., *Physica B* (2005)
9. В.Л.Аксенов, Ю.В.Никитенко, Ю.Н.Хайдуков, и др. *Кристаллография* (2007)
10. V.F.Kozhevnikov, Yu.V.Nikitenko, V.L.Aksenov, et al., *Phys. Rev. B* (2008)
11. W.G. Bouwman, M.T. Rekveldt, et al., *Nucl. Instrum. Methods* 586 (2008) 9
12. R. Andersson, L. F. van Heijkamp, et al, *J. Appl. Cryst.* (2008)
13. M. Jernenkov, S. Klimko, V. Lauter-Pasyuk, et al., *Nucl. Instr. Methods* 586 (2008) 116.

Спектрометр Нейтронов для Ядерно-Физических Исследований СНЯФИ

Руководитель проекта: Н.А.Гундорин

Аннотация

Метод спектрометрии нейтронов по времени пролёта остаётся базовым в области энергий вплоть до ~ 5 ГэВ. Этот метод широко используется в исследованиях механизмов взаимодействия частиц высоких энергий с ядрами. В исследованиях взаимодействий медленных нейтронов с ядрами метод времени пролёта активно разрабатывался и применялся в ЛНФ ОИЯИ на импульсных реакторах ИБР-1 и ИБР-30. Длительность импульса этих источников составляла несколько микросекунд, что позволяло проводить спектрометрию нейтронов с достаточным энергетическим разрешением в широком интервале энергий. Характерная для ИБР-2М длительность нейтронного импульса (~ 400 мкс) делает его в значительной степени ориентированным на исследования в области физики твёрдого тела. Тем не менее, существует круг задач, связанных с ядерно-физическими исследованиями, которые могут успешно решаться на этом источнике нейтронов.

1. Статус и научная программа

Спектрометр нейтронов СНЯФИ использует пучок нейтронов канала 11Б ИБР-2М для проведения различных экспериментальных исследований нейтронно-ядерных взаимодействий, а также методических работ с целью настройки оборудования и подготовки детекторов к экспериментам, проводимым в ОЯФ ЛНФ.

Спектрометр укомплектован изогнутым зеркальным нейтронородом с радиусом кривизны $R=2000$ м, позволяющим отклонять тепловые нейтроны от направления прямого пучка и, тем самым, отделять их от сопровождающего потока быстрых нейтронов, доля которых после замедлителя достаточно высока (около 40% полной интенсивности). Это обстоятельство даёт возможность изучать эффекты с очень малым сечением для тепловых нейтронов при наличии высокого сечения для быстрых нейтронов. Физико-технические характеристики этого нейтронорода сформировались в результате работ по его модернизации в 2000 году при участии специалистов ООО «Никель/Элис» из Гатчины. При мощности реактора 2 МВт и частоте повторения импульсов 5 Гц плотность потока тепловых нейтронов на пролётной базе спектрометра $L = 23$ м составляет около $8 \cdot 10^5$ н / см² с.

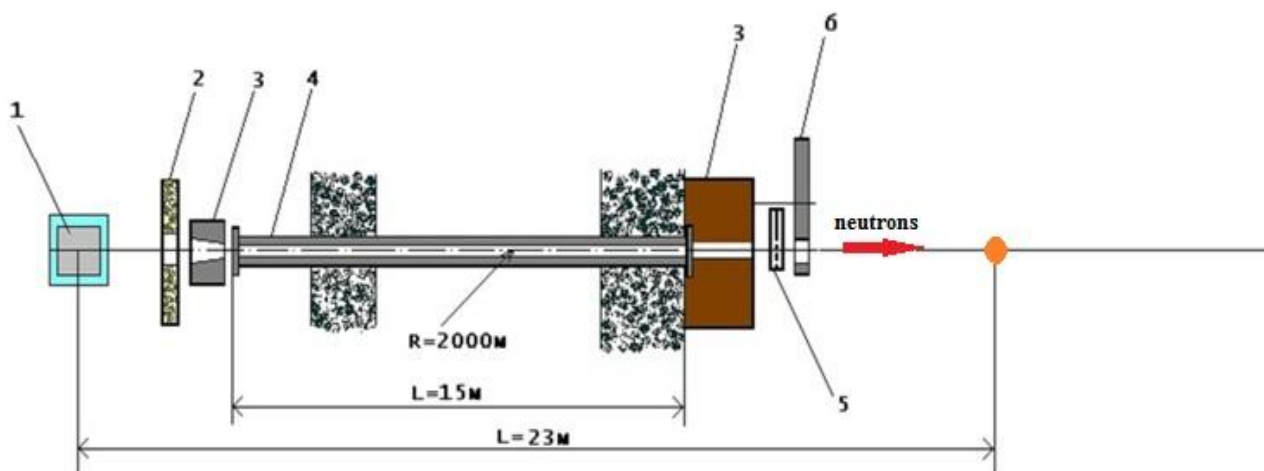


Рис. 13. Функциональная схема спектрометра. 1 – активная зона реактора, окружённая замедлителем, 2 и 3 – коллиматоры, 4 – изогнутый зеркальный нейтронпровод, 5 – фильтр для тепловых нейтронов Cd-пинг-понг, 6 – прерыватель.

В настоящее время спектрометр работает в пользовательском режиме и используется для проведения разноплановых ядерно-физических исследований.

1.1. Измерение выхода запаздывающих нейтронов деления

В течении ряда лет на спектрометре изучался выход запаздывающих нейтронов (ЗН) нейтронно-индуцированного деления главных и минорных реакторных изотопов, являющихся важными ядерными константами при расчётах кинетики ядерных реакторов. В 1993-95 годах в ЛНФ был разработан экспериментальный метод, базирующийся на периодическом облучении образца в импульсном нейтронном пучке и измерении выхода ЗН в интервалах между импульсами [1]. Этот метод был реализован в экспериментах на установке «Изомер», в которых были получены данные по выходам ЗН при делении тепловыми нейтронами изотопов ^{233}U , ^{237}Np и ^{239}Pu [2]. Дальнейшая модернизация и совершенствование методики позволили получить на установке «Изомер-М» значение полного выхода ЗН деления тепловыми нейтронами изотопа ^{245}Sm для мишени весом около 2 мг с точностью, превышающей известные к тому времени данные [3].

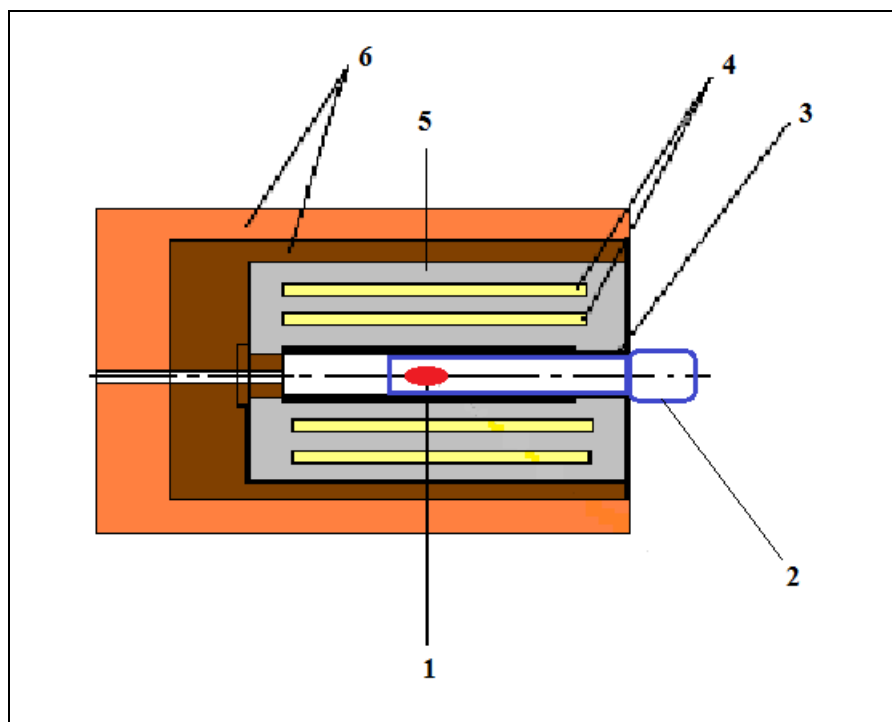


Рис. 14. Схема детекторного модуля установки «Изомер-М».

1 – мишень с ^{245}Cm , ионизационная камера с CH_4 , 3 – Cd-экран, 4 – ^3He -счётчики, 5 – замедлитель нейтронов, 6 – комбинированная защита с CH и CH-B .

В связи с тем, что потребность в получении и уточнении ядерных данных о характеристиках запаздывающих нейтронов деления по-прежнему сохраняется, детекторный модуль «Изомер-М» остаётся в работоспособном состоянии и эксперименты с его использованием с целью продолжения ядерно-константной деятельности могут быть успешно продолжены.

1.2. Поиск метастабильного синглетного состояния дейтрона с применением прецизионной гамма-спектроскопии

Исследования нуклон-нуклонного взаимодействия исключительно важны для понимания ядерных сил. Интерес к проблеме существования синглетного дейтрона тесно связан с вопросом о существовании динейтрона и других нейтральных ядер. Согласно принципу изотопической инвариантности динейтрон должен существовать, если существует синглетный дейтрон.

Ряд теоретических работ, согласующихся с квантовой хромодинамикой, показывают, что существует синглетное метастабильное состояние системы $n+p$ с массой, немного меньшей суммы масс двух нуклонов [4,5], что согласуется с представлением об отрицательном резонансе. Если существует квазистационарный синглетный уровень, то возможен радиационный захват тепловых нейтронов протонами с вылетом двух гамма-квантов, которые образуются при переходе из непрерывного спектра на метастабильный синглетный уровень ($^3S \rightarrow ^1S$) и последующем переходе в основное состояние ($^1S_0 \rightarrow ^3S_1(\text{g.s.})$).

В ряде экспериментальных работ были получены результаты, свидетельствующие о существовании синглетного состояния дейтрона [6,7,8]. Однако, до сих пор вопрос о его существовании остаётся открытым.

Первый эксперимент с целью поиска двухквантового канала реакции радиационного захвата нейтронов на водороде с использованием прецизионной гамма-спектроскопии был проведён на прямом пучке нейтронов первого канала ИБР-2 [9]. Полученная в нём оценка верхней границы такого процесса составила около 75 мкб. С целью уточнения этого результата

проводился второй эксперимент на СНИЯФ, в котором наличие зеркального нейтронновода позволило существенно снизить фон. На Рис. 15 показана схема экспериментальной установки на базе HPGe-детектора.

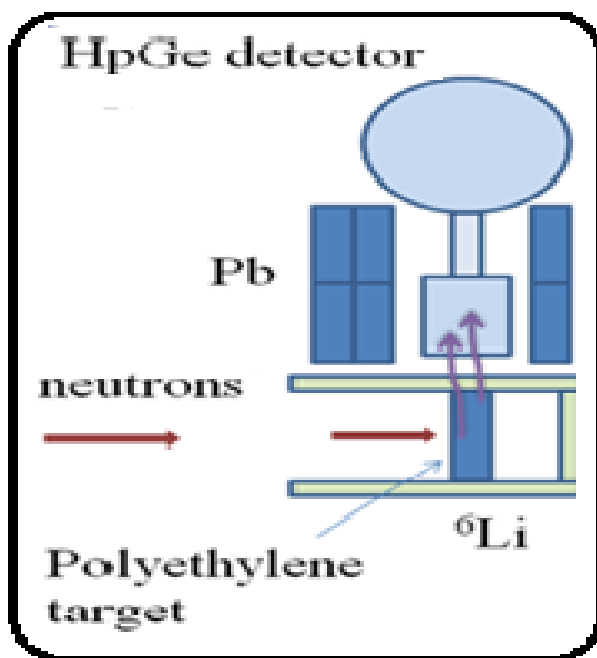


Рис. 15. Схема установки для прецизионной гамма-спектроскопии.

Использованная в эксперименте большая мишень из полиэтилена и длительное время измерения позволили получить гамма-спектры с высокой статистикой, участок которых представлен на Рис. 16.

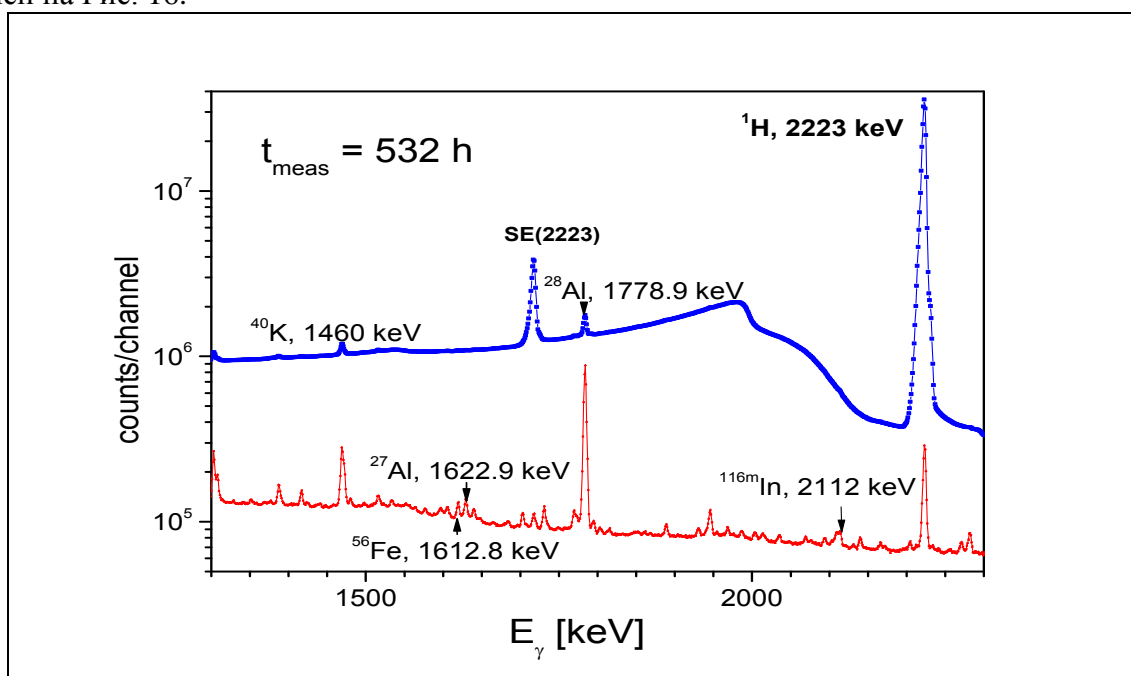


Рис. 16. Участок измеренных гамма-спектров. Верхний спектр соответствует мишени из полиэтилена, нижний – фону с графитовой мишенью.

В пике полного поглощения для основного перехода с энергией 2223 кэВ было набрано $S(2223) = 2.06 \cdot 10^8$ отсчетов (за 532 часа измерений). В результате анализа участка спектра, представленного на рисунке 5, с интервалом (2134-2158) кэВ, в котором ожидается проявление пика двухквантового распада, была получена новая оценка около 18 мкб.

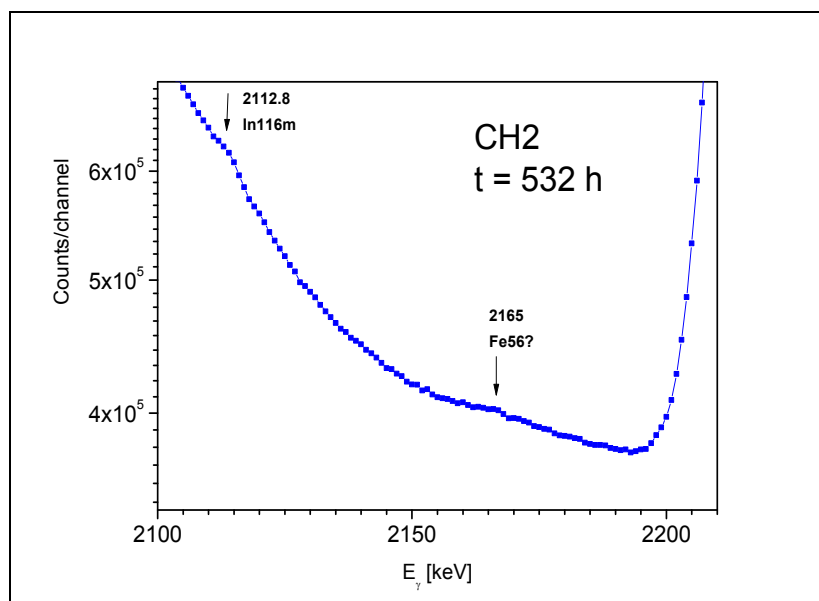


Рис. 17. Участок спектра с интервалом (2134-2158) кэВ с искомым пиком.

Уровень чувствительности эксперимента к изучаемому процессу может быть существенно повышен при увеличении эффективности используемого HPGe-детектора и применении метода корреляционной гамма-спектроскопии.

1.3. Исследование особенностей деления в реакции $^{235}\text{U}(n_{th}, f)$

При изучении спонтанного деления в экспериментах с $^{252}\text{Cf}(sf)$ по исследованию нового многотельного канала распада тяжелых ядер – тройного коллинеарного кластерного распада (ТККР) [10], проводимых в ЛЯР ОИЯИ, – было установлено, что при прохождении осколком металлической фольги в столкновении, близком к лобовому, он теряет заметную долю массы, т.е. разваливается на две части [11].

На изучение этого эффекта направлен эксперимент по исследованию реакции $^{235}\text{U}(n_{th}, f)$ с использованием возможностей СНЯФИ на установке СОМЕТА-R, представленной на Рис. 18.

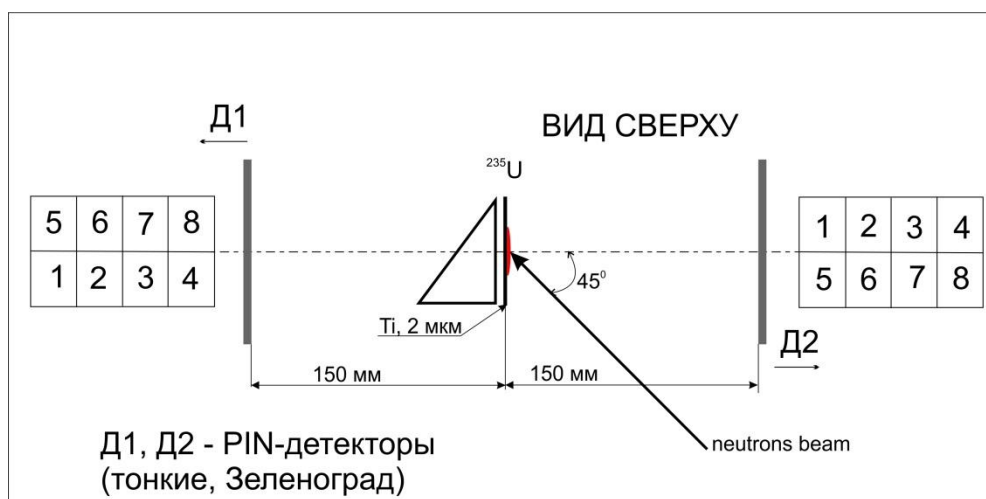


Рис.18. Схема установки СОМЕТА-R. Д1 и Д2 – мозаики PIN диодов, по восемь диодов в каждой, в центре - стартовый детектор на микроканальных пластинах и мишень ^{235}U на подложке из Ti толщиной 2 микрона.

Установка представляет собой двухплечевой время-пролетный спектрометр осколков деления на базе двух мозаик из PIN диодов и стартового детектора на микроканальных пластинах. С каждого из PIN диодов снимается временной и энергетический сигналы.

Вторая цель эксперимента заключается в поиске долгоживущего изомера формы $^{236}\text{U}^*$, предсказанного в работе [12]. В рамках феноменологической трех-центральной модели, развитой авторами работы, выявлен минимум в энергии деформации ядра-компаунда на спуске с барьера деления, достаточно глубокий для существования квазимолекулярного состояния делящейся системы. Период полураспада квазимолекулярного состояния, через которое система делится с испусканием ядра ^{12}C (тройной распад) оценивается в 1мсек. Для улучшения фоновых условий между нейтронными импульсами реактора используется селектор. Искомый изомер формы может быть идентифицирован через запаздывающее деление, наблюдаемое между импульсами.

В настоящее время идет обработка накопленных экспериментальных данных. Планируется проведение экспериментов с другими делящимися мишенями и усовершенствованной методикой регистрации с использованием быстрых flash-ADC.

2. Предложения по модернизации

Для успешного продолжения и развития исследований на СНЯФИ предлагается:

- 1) Провести модернизацию зеркального нейтроновода с учётом современных технологий.
- 2) Укомплектовать канал средствами контроля и поддержания вакуума в зеркальном нейтроноводе.
- 3) Укомплектовать спектрометр измерительным павильоном для размещения аппаратуры и работы экспериментаторов.
- 4) Оборудовать спектрометр стационарным монитором интенсивности нейтронного пучка и позиционно-чувствительным детектором (ПЧД).
- 5) Оборудовать кондиционерами пучковое пространство канала и измерительный павильон.
- 6) Укомплектовать спектрометр системой бесперебойного питания, современным РС и терабайтным накопителем информации.
- 7) Наличие на канале холодного замедлителя позволит увеличить интенсивность нейтронного потока на мишени спектрометра и будет способствовать повышению эффективности работ.

3. Запрашиваемые ресурсы, стоимость и сроки проведения модернизации

Запрашиваемые ресурсы (Таблица 9, Раздел 6) позволят увеличить интенсивность пучка на выходе зеркального нейтроновода в 3-5 раз, повысят эффективность использования оборудования и информативность экспериментальных результатов.

Литература

1. E. Dermendjiev, V. M. Nazarov, S. S. Pavlov, Iv. Ruskov, Yu. S. Zamyatnin, Preprint JINR, E3-93-6, Dubna, 1993.
2. S. B. Borzakov, A. N. Andreev, E. Dermendjiev, A. Filip, W. I. Furman, Ts. Panteleev, I. Ruskov, Yu. S. Zamyatnin, Sh. Zeinalov, Nuclear Physics, v. 63, p. 591, 2000.
3. В.Р.Андрианов, В.Н.Вячин, Н.А.Гундорин, А.А.Дружинин, К.В.Жданова, А.Н.Лихачёв, Л.Б.Пикельнер, Н.В.Реброва, И.М.Саламатин, В.И.Фурман Выход запаздывающих нейтронов в реакции $^{245}\text{Cm}(n,f)$ на тепловых нейтронах, Ядерная физика, т.71, в. 10, с. 1705-1713, (2008).
4. A.N. Ivanov, M. Cargneli, M. Farber, H. Furhmann, V.A. Ivanova, J. Marton, N. I. Troitskaya, J. Zmeskal, e-Arxiv:nucl-th/0407079 (2004).
5. R. W. Hackenburg, Report BNL 77483-2007-JA, 2007.
6. N.O. Gaiser et al., Phys. Rev., C38 (1988) 1119.
7. W. Bohne, M. Hagen, H. Homeyer, H. Lettau, K.H. Maier, H. Morgenstern, J. Scheer, Phys. Rev. Lett., 24 (1970) 1028.

8. O.V. Bochkarev, A.A. Korshennikov, E.A. Kuzmin, I.G. Mukha, A.A. Ogloblin, L.V. Chulkov, G.B. Yan'kov, *Yad. Fiz.*, 46 (1987) 12.
9. Borzakov S.B., Gundorin N.A., Pikelner L.B., Rebrova N. V., Zhdanova K.V., ISINN-16, Dubna, Russia, June 11-14, 2008, proceedings, JINR, Dubna, 2009.
10. D.V. Kamanin, Yu. V. Pyatkov, "Clusters in Nuclei - Vol.3" ed. by C. Beck, *Lecture Notes in Physics* 875, pp. 183-246 (2013)
11. Yu. V. Pyatkov et al., *Proc. ISINN21* (in press).
12. D N Poenaru, B Dobrescu et al., *J. Phys. G: Nucl. Part. Phys.* 26 (2000) L97–L102.

Спектрометр с поляризованной мишенью КОЛХИДА

Руководитель проекта: М.И.Цулая

Аннотация

На канале №1 импульсного реактора ИБР-2 ведутся работы по завершению создания экспериментальной установки «Колхида», состоящей из спектрометра поляризованных нейтронов и поляризованной ядерной мишени. Завершена первая часть работы – введен в эксплуатацию спектрометр поляризованных нейтронов, исследованы его параметры и на нем проведены первые экспериментальные исследования на монокристалле Bi_2CuO_4 . Установка «Колхида» предназначена для исследования взаимодействия поляризованных нейтронов с поляризованными ядрами и магнитных структур и магнитных свойств кристаллов методом дифракции на поляризованных нейтронах. Для расширения возможностей установки «Колхида», улучшения ее параметров и подготовке к работе на новом реакторе ИБР-2М необходимо провести модернизацию некоторых ее узлов и оснастить дополнительными устройствами.

1. Статус и научная программа

Спектрометр «Колхида» позволяет вести исследования, как в области ядерной физики, так и в области физики конденсированных сред. Первоначально установка была предназначена для работы на стационарном ядерном реакторе [1], но затем она была перестроена для работы на импульсном реакторе. В состав установки входят:

1. Спектрометр монохроматических поляризованных нейтронов (Рис. 19). Нейтроны поляризуются при дифракционном отражении от монокристалла Co-Fe. Энергия поляризованных нейтронов может быть от 0.06 эВ до 2.0 эВ, поляризация $P_n = 0.98$.

2. Криостат растворения ${}^3\text{He}$ в ${}^4\text{He}$ со сверхпроводящим соленоидом, предназначенный для поляризации ядер.

Технические параметры спектрометра поляризованных нейтронов, являющегося частью установки «Колхида», даны в работе [2]. Поляризация ядер осуществляется в криостате растворения ${}^3\text{He}/{}^4\text{He}$ как методом «грубой силы», так и динамической накачкой. Образец в криостате можно охлаждать до 24 мК и держать в магнитном поле $H=6$ Т, при однородности поля $\Delta H/H = 10^{-4}$.

В программу исследований на установке в первую очередь входит изучение ядерного псевдомагнетизма, проявляющегося при взаимодействии поляризованных нейтронов с поляризованными ядрами. При этом наблюдается вращение спина нейтрона вокруг оси поляризации ядер. Особый интерес представляет наблюдение так называемого парамагнитного резонанса, связывающего обычное магнитное поле с псевдомагнитным, а также изучение эффекта в области нейтронного резонанса. В этой области энергии нейтронов ожидается изменение направления вращения спина, однако пока это не исследовано экспериментально.

Еще одно из направлений исследований на установке «Колхида» – наблюдение эффекта нарушения четности при взаимодействии неполяризованных нейтронов с поляризованными ядрами. Этот эффект до настоящего времени практически не изучен.

Планируется также исследование магнитных свойств кристаллов методом дифракции нейтронов. Проведены пробные тестовые измерения на монокристалле Bi_2CuO_4 размером $5 \times 5 \times 7$ мм. Использовался поляризованный пучок нейтронов с $\lambda = 1.15 \text{ \AA}$, имеющий максимальную интенсивность – $430 \text{ н/см}^2\text{сек}$. В эксперименте измерены дифракционные отражения (100) и (200) с межплоскостными расстояниями $d=8.51 \text{ \AA}$ и $d=4.25 \text{ \AA}$ соответственно. Проведенные измерения показали, что дифракционные эксперименты на монокристаллах могут успешно проводиться на установке “Колхида”.

При использовании поляризованных тепловых нейтронов с $\lambda=1.15 \text{ \AA}$, как имеющих максимальную интенсивность, и регистрации рассеянных на образце нейтронов в диапазоне углов $2\Theta = 5^\circ \div 90^\circ$, доступная наблюдению область межплоскостных расстояний лежит в диапазоне $0.8 - 12 \text{ \AA}$.

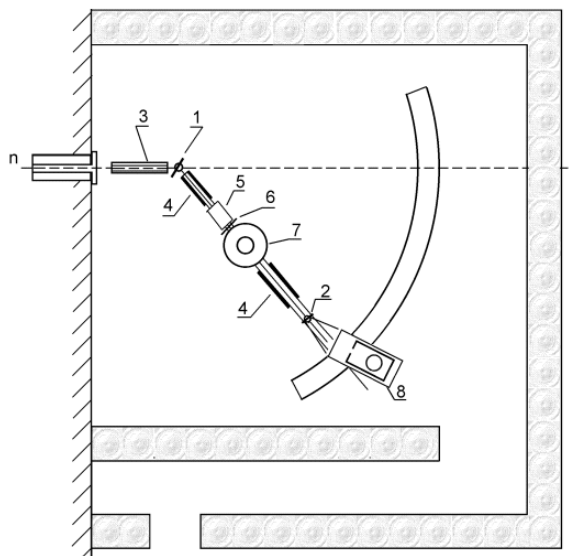


Рис. 19. Общая схема спектрометра.

- 1 – кристалл поляризатора;
- 2 – кристалл анализатора;
- 3 – коллиматор Соллера;
- 4 – ведущие магнитные поля;
- 5 – спин флиппер;
- 6 – шим; 7 – криостат;
- 8 – детектор.

2. Запрашиваемые ресурсы, стоимость и сроки проведения модернизации

Для нормальной работы криостата растворения $^3\text{He} / ^4\text{He}$ со сверхпроводящим магнитом необходимо:

1. Заменить морально устаревшие вакуумные насосы для циркуляции ^3He на новые, с улучшенными параметрами.
2. Приобрести стабилизированный источник питания сверхпроводящего соленоида, управляемый ПК.
3. Приобрести измеритель сверхнизких температур с градуированным датчиком температуры.
4. Установить монохроматор Cu_2MnAl_3 .

Один из наиболее важных параметров установки – ее светосила. Светосилу спектрометра поляризованных нейтронов с целью его использования для дифракционных экспериментов можно увеличить в несколько раз, заменив монокристаллы CoFe (поляризатор и анализатор) на более светосильные поляризаторы нейтронов, например сплав Гейслера Cu_2MnAl_3 . Наиболее радикальным образом (на несколько порядков), светосила будет увеличена при использовании многощелевых поляризатора и анализатора. В этом случае образец размещается в зеркально отраженном пучке поляризованных нейтронов. В такой геометрии возможны эксперименты как с моно-, так и с поликристаллическими образцами.

Для дифракционных экспериментов необходимы:

1. однокоординатный ПЧД ($l \approx 50 \text{ см}$, пространственное разрешение $\Delta X \approx 0,5 \text{ см}$) с электроникой и системой накопления емкостью 128К;
2. гониометрическая головка с дистанционным управлением для юстировки монокристаллических образцов;
3. многощелевой поляризатор

Стоимость узлов и оборудования для модернизации и желательные сроки их поставки отражены в таблице 10 (Раздел 6).

Литература

1. Tsulaya M.I., Gabelya M.S., Djamaspishvili C.I., Blinovski K., Dobrzyn'ski L., Chelmicki L. – Polarized neutron set-up for experimental study the neutron nuclear precession - Nucl. Instr. Meth., 1981, 185, p. 497-504.
2. Абов Ю.Г., Алфименков В.П., Галинский Е.М., Ласонь Л., Мареев Ю.Д., Новицкий В.В., Пикельнер Л.Б., Цулая В.М., Цулая М.И., Черников А.Н. – Спектрометр поляризованных нейтронов – ПТЭ, 2000, 3, с. 9-12.
3. Абов Ю.Г., Цулая М.И. – Ядерная прецессия нейтронов и прецессия спина нейтронов в немагнитных кристаллах, помещенных в однородном магнитном поле – Поверхность, 1997, 7, с. 82-89.

3. АННОТАЦИИ ПРОЕКТОВ РЕКОНСТРУКЦИЙ ДЕЙСТВУЮЩИХ СПЕКТРОМЕТРОВ

Дифрактометр RTD для исследований переходных процессов в реальном времени

Руководитель работ: А.И.Бескровный

Коллектив исполнителей: Г.М. Миронова, Д. Неов,
Н.Ю. Рябова, С.Г. Шеверёв

Сотрудничающие и заинтересованные в спектрометре организации:

Химфак МГУ – Е.В.Антипов, А.Р.Кауль
ИХФ РАН (Москва) – Л.Г.Мамсурова
ИК РАН (Москва) – И.С.Любутин
ПИЯФ (Гатчина) – А.И. Курбаков
ФТИ им.Иоффе (Санкт-Петербург) – А.А.Набережнов
НИЦ КИ (Москва) – В.А.Соменков
ИФМ (Екатеринбург) – В.И.Воронин
ИЯИ РАН (Троицк) – Р.А.Садыков
НГГУ (Нижний Новгород) – А.И.Орлова, А.И.Петьков
НПЦ (Минск, Беларусь) – И.О.Троянчук
ИПМ НАНУ (Киев, Украина) – Г.В.Лашкарев
ДФТИ НАНУ (Донецк, Украина) – В.И.Вальков
ТУ (Прага, Чехия) – С.Вратислав
УК (Братислава, Словакия) – П.Балгавы
ИФТ АНМ (Улан-Батор, Монголия) – Д.Сангаа
IZFP (Дрезден, Германия) – Ю.Шрайбер
MLU (Галле, Германия) – П.Нойберт
LLB (Сакле, Франция) – Е.М.Матон
PSI (Виллиген, Швейцария) – В.Ю.Помякушин
Дагестанский госуниверситет (Махачкала) – О.М.Шабанов

В ЛНФ ОИЯИ на импульсном реакторе ИБР-2 дифракция и малоугловое рассеяние нейтронов используются для изучения необратимых процессов в конденсированных средах *in situ* и в реальном времени. Зачастую только такая постановка эксперимента с непрерывной регистрацией информации о процессе позволяет получить необходимые для интерпретации событий данные. Одним из критических параметров такого рода экспериментов является минимальный временной интервал, за который удается набрать необходимую статистику. Минутный, а для некоторых типов переходных процессов секундный, диапазон измерения дифракционных и малоугловых спектров уже был достигнут на ИБР-2. Оценки показывают, что на модернизированном реакторе ИБР-2М имеются условия для значительного улучшения временного разрешения при одновременном уменьшении массы образца. В настоящее время созрела необходимость создания на ИБР-2М специализированного спектрометра, который предоставит существенно лучшие условия для экспериментов в реальном времени. В благоприятных случаях временное разрешение спектрометра составит доли миллисекунды, что в настоящее время возможно только на сверхярких источниках синхротронного излучения.

Аннотация

.....**RT**-дифрактометр—создаваемая экспериментальная установка на базе дифрактометра ДН-2 на ба канале для изучения необратимых процессов в конденсированных средах *in situ* и в реальном времени. В экспериментах в реальном времени исследуется перестройка структуры вещества на атомном уровне непосредственно в ходе перестройки с помощью рассеяния нейтронов. Эксперименты в реальном времени применяются для решения разнообразных задач, в которых возникает необходимость анализа необратимых переходных процессов. В частности, к ним относятся изучение кинетики фазовых переходов, твердофазных химических реакций, плавления, солидификации, диффузии легких элементов в керамических средах, кристаллизации стекол, окисления металлов, гидратации-дегидратации полимеров и липидов и т.д.

Масштаб характерных времен, доступных для изучения необратимых процессов, например, таких, как твердофазные химические реакции, определяется условием $t_s \ll \tau$, где τ - характерное время процесса, t_s - время измерения одного спектра с достаточным для целей эксперимента уровнем статистики. Величина t_s зависит от потока нейтронов от источника и от параметров дифрактометра. На реакторе ИБР-2, обладающим рекордным импульсным потоком выполнена серия **RT**-экспериментов с временным разрешением в диапазоне 2 секунды – 5 минут.

Улучшение временного разрешения эксперимента и расширение экспериментальных возможностей и связанного с этим круга решаемых на дифрактометре задач – основное направление дальнейшего развития и совершенствования **RT**-дифрактометра.

1. Актуальность научной программы

RT-эксперименты по различной тематике выполняются на специализированном дифрактометре D20 (ILL, Grenoble), на импульсных spallation-источниках нейтронов (ISIS, LANSCE). На импульсных нейтронных spallation-источниках следующего (третьего) поколения (SNS, J-PARC, ESS) со средней мощностью на уровне 1 – 5 МВт предлагаются проекты создания светосильных дифрактометров, которые, по-видимому, позволят набирать необходимую статистику от одного импульса источника, что до сих пор было возможно только на ИБР-2.

Основные направления применения дифрактометра определяются его разрешением по межплоскостному расстоянию (~ 0.01) и высоким потоком нейтронов на образце ($\sim 10^7$ н/см²/сек). Помимо **RT**-экспериментов, **RTD** используется для многих других типов дифракционных экспериментов как светосильный дифрактометр умеренного разрешения с уникально широким диапазоном по d_{hkl} . На нем можно будет уточнять структуру поликристаллических веществ с структурой средней сложности. Наличие 2D ПЧД позволит при необходимости проводить эксперименты с монокристаллами. В частности, сочетание 2D детектора и ТОФ-методики регистрации дифракционных спектров позволяет изучать эффекты диффузного рассеяния в монокристаллах, что позволяет анализировать локальные отклонения структуры от идеального дальнего порядка. Разнообразные и удобные для работы системы задания внешних условий на образце позволят использовать **RTD** для изучения кристаллической и магнитной структур и фазовых переходов различного типа в широком диапазоне параметров.

2. Научный и методический задел, имеющийся в ЛНФ ОИЯИ

К достоинствам дифрактометра **RTD** относятся его высокая светосила (порядка 10^7 н/см²/сек) и большой диапазон доступных длин волн (от 1 до 20 Å).

Проведение **RT**-экспериментов начато в середине 1980 годов сразу после начала работы реактора ИБР-2. В проведенных экспериментах был получен ряд интересных результатов по гидратации компонент цементов и по кинетике сорбции и десорбции воды липидными мембранами. В начале 1990 годов выполнена серия экспериментов по твердофазному синтезу ВТСП соединений, влиянию водорода на структуру ВТСП Y-123, кинетике фазовых переходов

в дейтериде титана и фазовых превращениях метастабильного льда высокого давления. За прошедший период на дифрактометре так же выполнены многочисленные эксперименты на поликристаллах, монокристаллах и биологических мембранах по определению атомной и магнитной структур, исследованию кинетики и особенностей фазовых превращений.

На дифрактометре эксплуатируются три вида детекторных систем:

- блок из восьми счетчиков нейтронов СММ-17, расположенных на среднем угле рассеяния 90 градусов,
- двухкоординатный ПЧД на линиях задержки с чувствительной областью 225x225 мм² с координатным разрешением 2,0 мм, который может быть установлен в широком диапазоне углов рассеяния (от 2 до 160 градусов) на расстоянии от образца 0.3 – 1.5 м,
- кольцевой детектор на больших углах рассеяния (165 – 178 градусов),
- кольцевой детектор на малых углах рассеяния (0.2 – 0.5 градусов).

Интервал доступных длин волны в сочетании с возможностью регистрации нейтронов на углах рассеяния от 2° до 178° позволяют перекрыть интервал измеряемых межплоскостных расстояний от 0.7 до 100 Å.

Используемое на дифрактометре оборудование, включает трехосный гониометр, рефрижератор замкнутого цикла, высокотемпературную печь. Параметры дифрактометра и комплект оборудования позволяют изучать [1-20]:

1. процессы в реальном времени, такие как:
 - a) твердофазные химические реакции,
 - b) кристаллизацию,
 - c) гидратацию – дегидратацию,
 - d) фазовые переходы.
2. кристаллическую структуру порошков и монокристаллов в широком интервале температур от 7 К до 1000 К,
3. магнитную структуру,
4. фазовые переходы,
5. диффузное рассеяние в дефектных кристаллах,
6. доменные структуры,
7. сверхструктурные рефлексы малой интенсивности (~0.1-0.01% от интенсивности основных пиков) в модулированных структурах,
8. низкоразмерные структуры с большой элементарной ячейкой,
9. несоразмерные модулированные магнитные структуры,

3. Предложение по развитию РТ-дифрактометра

На Рис. 20 показана схема дифрактометра для исследований переходных процессов в реальном времени.

Для успешной дальнейшей эксплуатации дифрактометра РТД, развития его экспериментальных возможностей и улучшения его параметров, необходимо провести замену некоторых узлов дифрактометра и провести оснащение новыми устройствами окружения образца.

3.1. Увеличение светосилы дифрактометра и снижение уровня фона

Детекторная система, создаваемая в рамках реализации проекта создания РТ-дифрактометра, состоит из блока с восемью счетчиками СММ-17 на среднем угле рассеяния 90°, двух кольцевых детекторов на обратных и малых углах рассеяния в аксиальной геометрии и двухкоординатного ПЧД на поворотной платформе. Детекторная система обеспечивает при одной съемке измерение спектра в диапазоне межплоскостных расстояний от 1 до 100 Å. Однако телесный угол регистрации счетчиками СММ-17 очень мал. Например, на spallation-источниках уже действуют детекторы с $\Omega_d \approx 3$ ср (GEM, ISIS). Оснащение дифрактометра детектором с телесным углом $\Omega_d \approx 2$ ср скорость счета составит $\sim 10^6$ н/с и даст возможность уменьшить измерение спектров в режиме реального времени от нескольких секунд до

мелисекунд. Для увеличения светосилы дифрактометра при исследованиях на поликристаллах с малыми и большими ячейками необходимо установить на угле рассеяние 90° и обратных углах рассеяния (диапазон $150^\circ - 170^\circ$) детекторные блоки на основе ZnS(Ag) сцинтиллятора. Конструкция детекторной системы должна быть выполнена с учетом современных тенденций создания детекторов с большими телесными углами. За основу могут быть взяты разработки детекторов на ZnS-элементах, выполненные в ЛНФ для дифрактометров FSD, ДН-6 и HRFD.

Светосила RTD может быть увеличена также и за счет замены существующего зеркального нейтроновода на суперзеркальный с фокусировкой в двух плоскостях.

3.2. Устройства для задания условий на образце

Оборудование, используемое на дифрактометре, включает в себя трехосный гониометр, рефрижератор замкнутого цикла на 7 – 300 К, высокотемпературную печь до 1200 К и термостат для исследования биологических образцов в температурном интервале 243–373 К. Для расширения экспериментальных возможностей планируется приобретение вакуумной печи для создания на образце высоких (до 1800 К) температур. Необходимо также приобрести рефрижератор с минимальной рабочей температурой 1,5-3К. Необходимы герметичные камеры с возможностью пропускания электрического тока через образец (до 10 А) на диапазон температур 20 – 900°C, рефрижератор с шахтным доступом к месту образца на температуры 8 – 290 К.

Для ведения работ с монокристаллами и ориентированными биологическими объектами обоснованным является приобретение трёхкружного гониометра Huber с рефрижератором до 4°К и минипечью.

3.3. Развитие электроники и программного обеспечения ДН-2

Планируется на измерительном модуле внедрить систему управления экспериментом с возможностью удаленной работы и систему первичной обработки экспериментальных данных.

4. Работа на холодном замедлителе нейтронов

На 6-м канале ИБР-2 предполагается установить холодный замедлитель. Тестовые эксперименты на макете холодного замедлителя, проведенные в 1994 г. и 1999 г., показали, что в диапазоне длин волн 4 – 10 Å фактор выигрыша при работе с холодным замедлителем по сравнению с гребенчатым замедлителем составляет от 5 до 10 раз. Для относительно сложных структур с объемом элементарной ячейки $\sim 300 \text{ \AA}^3$ и более основная наблюдаемая часть дифракционных пиков сосредоточена в области $d_{hkl} \approx 2.5 - 10.0 \text{ \AA}$. Таким образом, работа на холодном замедлителе дает возможность регистрировать дифракционные пики с большими d_{hkl} с хорошей статистикой за приемлемое время. Регистрация на RTD дифракционных пиков при больших d_{hkl} является принципиальным обстоятельством при изучении многих типов процессов. Особенно важна эта возможность при изучении магнитных структур. Очень важен холодный замедлитель и при исследовании длиннопериодных структур. Например, при изучении структуры и кинетики превращений в биологических мембранах с периодом от 20 до 100 Å.

Как правило, время измерения одного дифракционного спектра в обычном режиме длится от 2 до 20 часов. Специфической особенностью работы в реальном времени также является необходимость хорошей временной стабильности интенсивности нейтронного пучка. Следовательно, работа с холодным замедлителем будет возможна при его стабильной работе не менее суток. Наиболее оптимальная температура замедлителя – 100К.

5. Запрашиваемые ресурсы, стоимость и сроки проведения модернизации

Стоимость оборудования для реализации предлагаемого развития дифрактометра RTD приведена в таблице 11 (Раздел 6).

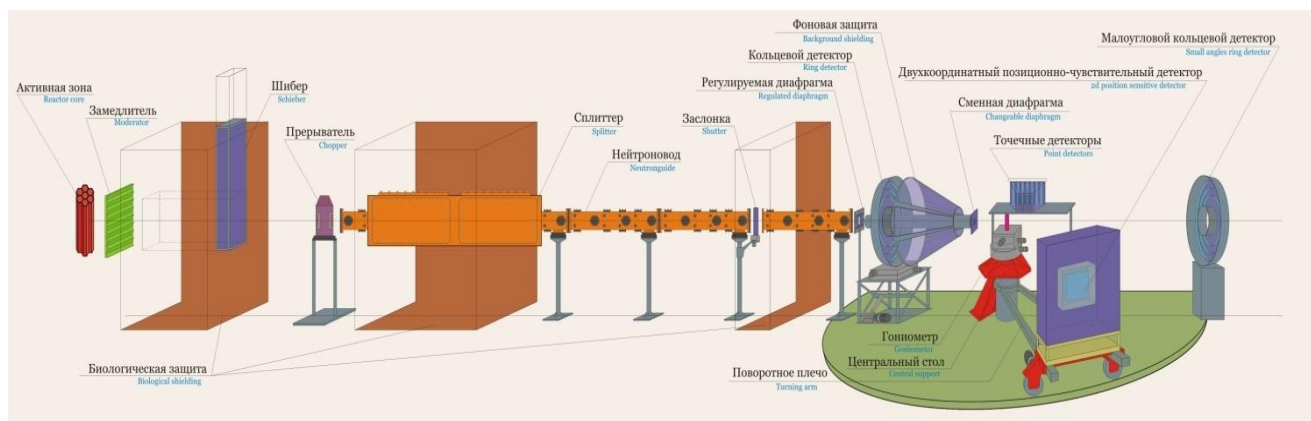


Рис. 20. Схема дифрактометра RTD.

Литература

1. А.М. Балагуров, Г.М. Миронова "Нейтроннографические исследования в реальном масштабе времени" Кристаллография, 1991, т.36, с. 314-325.
2. L.Mestres, M.L.Martinez-Sarrion, M.Morales, A.I.Beskrovnyi, I.Natkaniec, I.G.Shelkova, L.S.Smirnov, L.A.Shuvalov "X-ray and neutron diffraction study of the $Rb_{2-x}(NH_4)_xSO_4$ system" J. Phys. Soc. Jpn. v.67 (1998) pp.1636-1642.
3. M.Baeva, A.Beskrovnyi, S.Danilkin, E.Jadrovskiy "X-Ray diffraction and neutron diffraction study of Fe-(15 to 29) Cr-H-Ni-0.5N" Journal of materials science letters, v.17 (1998) pp.1169-1171.
3. V.K.Fedotov, V.E.Antonov, A.I.Kolesnikov, A.I.Beskrovny, G.Grosse, F.E.Wagner "Neutron diffraction investigation of γ -manganese hydride" Sol. St. Commun., v.107(12), pp.787-790, 1998.
4. V.Yu. Pomjakushin, A. A. Zakharov, A. M. Balagurov, F. N. Gygax, A. Schenck, A. Amato, D. Herlach, A. I. Beskrovny, V. N. Duginov, Yu. V. Obukhov, A.N.Ponomarev, and S. N. Barilo "Microscopic phase separation in $LaCuO_{4+y}$ induced by the superconducting transition", Phys. Rev. B, v.58(18) 1998, pp.12350-12354.
5. A.I. Beskrovnyi, Z.Jirak, M.Nevriva, and I.G. Shelkova "Neutron diffraction study of the modulated structure of $Bi_2 Sr_{3-x}Cu_2O_{8+y}(x\sim 0.6)$ ", Physica C 206 (1993) pp.27-32.
6. M.Nevriva, Z.Jirak, V.Sima, A.I. Beskrovnyi, C.Martin, B.Raveau "Single crystal growth and the structure of $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Y_xCu_2O_{8+y}$ " Electrochemical Society Proceedings 1997, v.39, pp.480-486.
7. Gordeliy V. I. and N.I. Chernov (1997) "Accuracy of Determination of Position and Width of Molecular Groups in Biological and Lipid Membranes via Neutron Diffraction" J. Appl. Cryst. D53 (1997) pp. 377-384.
8. G. Klose, A. Islamov, B. Koenig, V. Cherezov, "Structure of Mixed Multilayers of Palmitoylcholine and Oligo(oxyethylene glycol) Monododecyl Ether Determined by X-ray and Neutron Diffraction" (1996), Langmuir, 12, pp.409-415;
9. A.M.Balagurov, A.I.Beskrovnyi, V.Yu.Pomjakushin, V.G.Simkin, B.Sh.Bagautdinov, V.Sh.Shekhtman, and A.A.Zakharov, "Twinned of La_2CuO_4 Structure" Kristallography Reports. v.44, 1999, pp.67-77.
10. G. Aldica, G.M. Mironova, N.P. Popa, A.D. Stoica, and M.G. Stoica "Time- Resolved Neutron Diffraction Study of the Superconducting Phase Formation Process in the Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O System" Journal of Superconductivity v.6(4), p.273, 1993.
11. A.Andrianov, D.Kosarev, A.Beskrovnyi "Helical magnetic structure in Tb affected by uniaxial tension" Phys. Rev. B, v62(21), p.13844 (2000).
12. L.M. Plyasova, V. F. Anufrienko, A.I. Beskrovnyi, I.Y. Molina et al. Influence reductive-oxidative processings on magnetic properties of chromite copper. "Journal of Structural Chemistry" 2002, v.43(2), p.274.
13. M.L.Martinez Sarrion, L.Mestres, M.Herraiz, A.V.Belushkin, A.M.Balagurov, A.I.Beskrovnyi, S.G.Vasilovskii, L.S.Smirnov, «Synthesis and characterisation of new semiconductor Aurivillius phase» Eur. J. Inorg. Chem., 2002, pp.1794-1800.
14. Н.Н.Биккулова, С.А.Данилкин, А.И.Бескровный, Е.Л.Ядровский, В.А.Семенов, Г.Н.Ассылгужина, М.Х.Балапанов, М.Б.Сагдаткиреева, У.Х.Мухамедьянов, Нейтроннографическое исследование фазовых переходов в суперионном проводнике $Li_{0.25}Cu_{1.75}Se$, Кристаллография, 48(2003)502.
15. Z.Surowiec, M.Wiertel, A.I.Beskrovny, J.Sarzyński and J.J.Milczarek "Investigations of microscopic magnetic properties of the pseudo-binary system $(Zr_{1-x}Ti_x)Fe_2$ " J.Phys.:Condens.Matter v.15 (2003) pp.6403-6414.
16. A.I.Beskrovnyi, S.G.Vasilovskii, A.V.Belushkin, L.S.Smirnov, A.M.Balagurov, M.L. Martinez Sarrion, L.Mestres, M.Herraiz "Structural study of new compound $Bi_{2.53}Li_{0.29}Nb_2O_9$ by the powder diffraction method" Crystallography Reports v.48, 2003, p.396.
17. G. Trubach, A. I. Beskrovny, A. I. Orlova, V. A. Orlova, and V. S. Kurazhkovskaya "Synthesis and Investigation of the new phosphates $K_2LnZr(PO_4)_3$ (Ln = Ce, Yb, Y) with langbeinite structure" Crystallography Reports v.49, 2004, p.614.
18. V. Likodimos, N. Guskos, S. Glenis, R. Szymczak, A. Bezkrvnyi, M. Wabia, J. Typek, G.Gasiorek, M. Kurzawa, I.

- Rychlowska-Himmel, and A. Blonska-Tabero “Magnetic properties of the antiferromagnetic site-disordered vanadate $Zn_2FeV_3O_{11}$ ” *Eur.Phys.J. B* 38, pp.13-18 (2004).
19. Биккулова Н.Н., Данилкин С.А., Бескровный А.И., Асылгужина Г.Н., Скоморохов А.Н., Ядровский Е.Л. “Исследование структурных особенностей высокотемпературных фаз твердых растворов на основе селенида меди” *Известия РАН, серия физическая*. 2004. Т.68, № 5, с. 604-606.
 20. М.Е. Dokukin, N.S. Perov, A.I. Beskrovnyi, E.B. Dokukin, “Structural relaxation of amorphous metallic alloys” *JMMM*, v. 272-276S, 2004, p.1151.
 21. А.М. Балагуров, А.И. Бескровный, В.В. Журавлев, Г.М. Миронова. Дифрактометр для исследований переходных процессов в реальном времени на реакторе ИБР-2М. Сообщение ОИЯИ Р13-2010-116, Дубна, 2010
 22. А.И.Бескровный, С.Г.Василовский, С.Б.Вахрушев, Д.А.Курдюков, О.И.Зворыкина, А.А. Набережнов, Н.М.Окунева, М.Товар, Е.Rysiakiewicz-Pasek, P.Jagus. Температурные зависимости параметра порядка для нитрита натрия, внедренного в пористые стекла и опалы. *Физика твердого тела*. 2010. Т. 52. № 5. С. 1021-1025.
 23. Н.Ю. Рябова, М.А. Киселев, А.И. Бескровный, А.М. Балагуров “Исследование структуры многослойных липидных мембран методом дифракции нейтронов в реальном времени” *ФТТ*, 2010, т.52, с.984-991.
 24. N.Y. Ryabova, M.A. Kiselev, A. I. Beskrovnyi and A.M. Balagurov. Investigation of the structure of multilayer lipid membranes by real-time neutron diffraction. *Physics of the Solid State* 52 (5), 1050-1058 (2010).
 25. A.I. Beskrovnyy^{1,3} and Z. Jirák². Structural modulation in $Bi_2Sr_2Ca_{0.4}Y_{0.6}Cu_2O_{8+d}$. Принята в *Journal of Physics: Conference Series*. Volume 340, p. 405-410. Prague, 17-22. 7. 2011
 26. Monika Jazdzewska, Małgorzata M. Śliwinska-Bartkowiak, Anatoly I. Beskrovnyy, Sergey G. Vasilovskiy, Siu-Wa Ting, Kwong-Yu Chan, Liangliang Huang and Keith E. Gubbins. Novel ice structures in carbon nanopores: pressure enhancement effect of confinement. *Phys. Chem. Chem. Phys.*, 2011, 13, 9008-9013.

Разработка спин – эхо малоуглового спектрометра на базе рефлектометра с поляризованными нейтронами РЕФЛЕКС

Руководитель работ: *А. Иоффе (Исследовательский центр Юлих, Германия), В.И. Боднарчук(ЛНФ ОИЯИ)*

Коллектив исполнителей - сотрудники ЛНФ ОИЯИ:

Ерхан Рауль Виктор, Ярадайкин С.П., Маношин С.А., Нагорный А.В, Гапон И.В.

Сотрудничающие и заинтересованные в спектрометре организации

ПИЯФ (г. Гатчина)

Исследовательский центр Юлиха (Германия)

Метод кодирования угла рассеяния нейтронов посредством ларморовской прецессии спина во внешних магнитных полях позволяет достигать высокого углового разрешения, не прибегая к высокой коллимации пучка. Это дает возможность проводить измерения с высоким разрешением по переданному импульсу, недостижимому другими методами рассеяния нейтронов из-за высоких потерь интенсивности. Недавно предложенный метод нейтронного спинового эха, основанный на использовании линейно растущих во времени магнитных полях органично сочетается с методом времени пролета, используемом на установках, расположенных на импульсном реакторе ИБР-2. Временную структуру импульсов магнитного поля легко синхронизировать с импульсами мощности реактора и, таким образом, получать данные в широком динамическом диапазоне. Цель этого проекта заключается в разработке и реализации спин-эхо спектрометра с высокой разрешающей способностью для исследования крупномасштабных структур, вплоть до нескольких микрон, что выходит далеко за рамки возможностей действующих установок на импульсном реакторе ИБР-2.

В традиционном методе малоуглового рассеяния нейтронов разрешение по переданному импульсу Q определяется степенью коллимации падающего на образец пучка. Для того чтобы добиться разрешения по Q на уровне $5 \cdot 10^{-3} \text{ \AA}$ приходится платить значительными потерями в интенсивности, которые накладывает теорема Лиувилля. В нейтронном спин-эхо малоугловом рассеянии (СЭМУРН) можно избежать этих ограничений и добиться разрешения по Q на уровне 10^{-5} \AA , что ставит этот метод по разрешающей способности между традиционным малоугловым рассеянием и двухкристальной дифрактометрией. В настоящее время метод СЭМУРН реализован на базе хорошо известных методов нейтронного спинового эха с использованием постоянных или осциллирующих магнитных полей.

Предложение использовать спин-эхо методику для малоуглового рассеяния было сделано в работе [1]. Если спин-прецессионные области развернуть относительно оси пучка на определенный угол, то появляется зависимость приобретаемой нейтроном фазы прецессии от угла распространения. Методика довольно быстро была освоена практически во всех нейтронных центрах из-за простоты реализации. Существенным ограничением спин-прецессионных методов, как с постоянными магнитными полями, так и радиочастотных является их плохая адаптация для импульсных источников. Рабочая область методов ограничивается монохроматичностью пучка $\Delta\lambda = \pm 5\%$, что делает эффективность метода невысокой для импульсных источников. Есть попытки реализации радиочастотного спин-эхо на импульсных источниках на разных спектральных полосах $\Delta\lambda$ путем рампирования постоянной составляющей магнитного поля флиппера.

Метод спин-эхо с линейно растущими во времени магнитными полями ориентирован именно на применение на импульсных источниках нейтронов [2]. Допустимая спектральная

ширина $\Delta\lambda$, определяется временем линейного нарастания магнитного поля в спиновом ротаторе. Разрешение метода определяется среди прочего временным градиентом поля, и ограничения по ширине $\Delta\lambda$ накладываются из технических возможностей конкретной катушки выдержать максимальный ток, который будет достигнут за определенный интервал времени. Катушки с воздушным охлаждением, использовавшиеся в работах [3-4] способны выдерживать пилообразный ток до нескольких сотен ампер в пике, с микросекундной длительностью импульса. Очевидно, что техническая доработка катушек с возможностью жидкостного охлаждения позволит на порядок увеличить предельные значения тока. Как было показано в работе [5] спин-эхо время в данном методе пропорционально четвертой степени длины волны нейтрона, а не третьей, как в спин эхо с постоянными полями и радиочастотном спин-эхо. Это открывает дополнительные возможности для увеличения разрешающей способности. Таким образом, метод спин-эхо с линейно растущими во времени магнитными полями является наиболее перспективным для применения на импульсных источниках нейтронов. Можно отметить несколько преимуществ предлагаемого метода:

1. Методы спин-эхо с линейно растущими во времени полями значительно проще в технической реализации по сравнению с используемыми в настоящее время методами.
2. Требуемое для размещения на пучке нейтронов место невелико и предлагаемые методики могут быть реализованы как дополнительные опции на существующих спектрометрах, например рефлектометрах или малоугловых спектрометрах.
3. Метод с линейно растущими магнитными полями органично вписывается для использования на импульсном источнике нейтронов, каким является реактор ИБР-2М
4. Спин-эхо время в методе спин-эхо с линейно растущими магнитными полями пропорционально четвертой степени длины волны нейтрона, а не третьей, как в методах с постоянной длиной волны или радиочастотном спин-эхо, что дает дополнительные возможности для увеличения разрешающей способности.
5. Метод с линейно растущими магнитными полями удобен для применения в малоугловом рассеянии, из-за простоты создания соленоидов требуемой формы.

Авторы обладают большим опытом по созданию спиновых ротаторов с линейно растущими во времени магнитными полями. На действующем спин-эхо спектрометре MIRA (FRMII, TU Munchen) была доказана принципиальная реализуемость спин-эхо метода с линейно растущими во времени магнитными полями [6-7]. Данный эксперимент был поставлен на постоянном источнике нейтронов, однако нет никаких сомнений, что такая же схема будет работать и на импульсном источнике нейтронов. Участники коллектива располагают всеми необходимыми навыками для проведения Монте-Карло моделирования прохождения пучка поляризованных нейтронов через магнитные поля различных конфигураций. Среди авторов проекта есть разработчики программного пакета VITESS для проведения Монте-Карло моделирования [8].

В предлагаемой спин-эхо методике магнитное поле в спиновом ротаторе линейно нарастает со временем $B_1(t) = \dot{B}t$ ($t > 0$), в направлении перпендикулярном направлению распространения пучка нейтронов. Пара таких ротаторов, расположенных последовательно друг за другом на определенном расстоянии L_1 образуют первое плечо спин-эхо. Фаза ларморовской прецессии, набранная при прохождении первого плеча Φ_1 , равна $\Phi_1 = -\gamma \dot{B}_1 \frac{L_1 a}{v}$, где v - скорость нейтрона, a - толщина спинового ротатора.

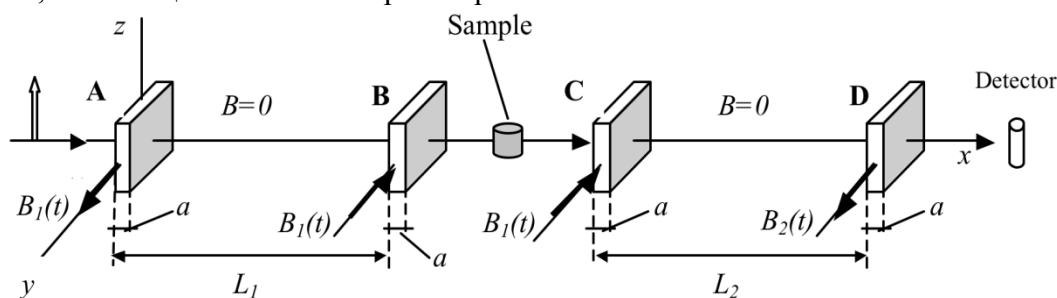


Рис. 21. Схема спин-эхо спектрометра с линейно растущими магнитными полями.

Используя несколько спиновых ротаторов подобного типа, можно построить спин-эхо схему, как показано на Рис. 21 [5]. Во втором плече магнитные поля в спиновых ротаторах направлены в противоположную сторону относительно первого плеча. При условии равенства длины обоих плеч $L_2 = L_1$ нейтроны проходят одинаковый путь в обоих плечах при отсутствии рассеяния на месте образца. В этом случае время T_1 прохождения первого плеча А - В и время прохождения T_2 второго плеча С - Д одинаковы для нейтронов одной длины волны. Таким образом, фазы прецессии, набранные в обоих плечах спин-эхо спектрометра, будут одинаковы, но противоположны по знаку. Таким образом, второе плечо полностью компенсирует первое плечо при отсутствии рассеяния на месте образца. Если имеет место рассеяние на угол $\theta \ll 1$, то направление распространения во втором плече изменяется и, таким образом, изменяется время пролета второго плеча, что в свою очередь приводит к нарушению равенства фаз $\Phi_1 \neq \Phi_2$. Поворот спиновых ротаторов на угол α относительно оси пучка (Рис. 22) позволяет добиться чувствительности разности фаз $\Delta\Phi = \Phi_2 - \Phi_1$ пропорционально углу рассеяния θ , тогда как при $\alpha = 0$, фаза $\Delta\Phi$ пропорциональна θ^2 .

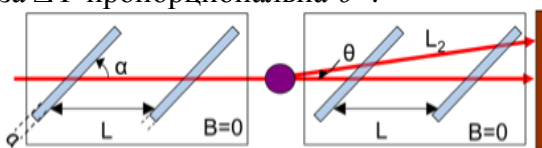


Рис. 22. Поворот спиновых ротаторов относительно оси пучка на угол α увеличит чувствительность фазы прецессии к углу рассеяния θ .

Выражая угол рассеяния $\theta \ll 1$ через переданный импульс $Q = 2\pi \cdot \sin(\theta)/\lambda$ можно получить выражение $\Delta\Phi(\theta) = QZ$, где величина Z – спин-эхо длина. Реализовать импульс линейного тока, питающего катушку спин-эхо ротатора произвольной длительности невозможно. Практическая реализация представляется в виде последовательности пилообразных импульсов, с определенной частотой повторения (Рис. 23).

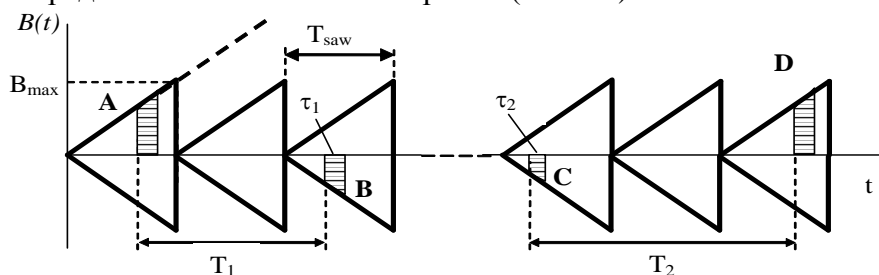


Рис. 23. Временная схема пилообразных импульсов тока в обоих плечах спин-эхо спектрометра.

Это безусловно приведет к некоторым потерям поляризации за счет того, что некоторые нейтроны испытают скачки поля в момент прохождения того или иного спин-эхо ротатора. Потери поляризации за счет скачков поля можно оценить как $P = P_0(1 - \tau/T_{saw})^4$, где τ - время пролет одного спин-эхо ротатора, T_{saw} - период пилообразных импульсов поля. Можно ввести так называемый фактор потерь $k_p = f_{saw} \tau$, с учетом которого спин-эхо длина Z будет иметь вид:

$$Z = 2\gamma B_{max} k_p \frac{\hbar}{m_n} \frac{L}{v_n^2} \cot(\alpha).$$

Поляризация пучка на выходе из второго плеча спектрометра по отношению к падающей имеет вид

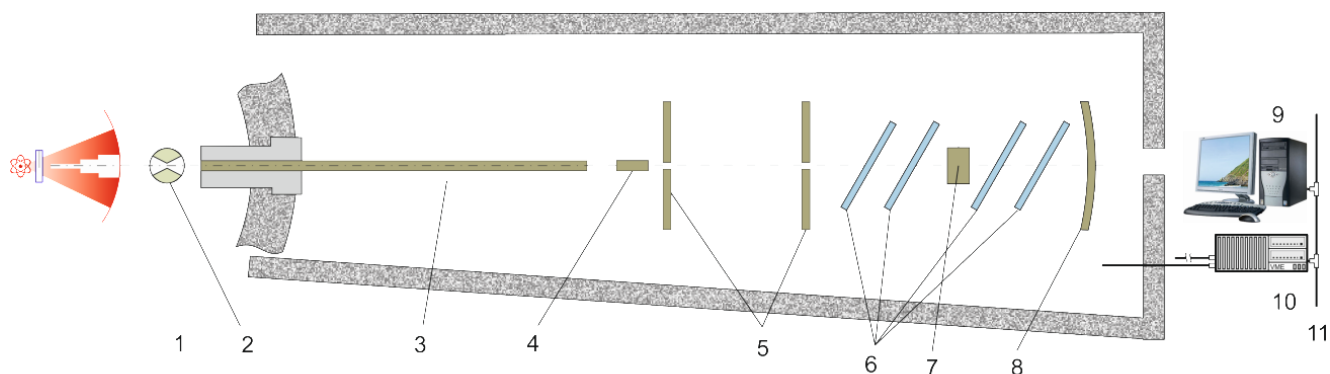
$$\frac{P(Z)}{P_0} = \exp[\overline{G}(Z) - \overline{G}(0)] = \exp\{\overline{G}(0)[\overline{G}_0(Z) - 1]\}, \text{ где } \overline{G}(Z) = \frac{1}{k} \int_{-\infty}^{\infty} dQ_y \int_{-\infty}^{\infty} dQ_z S(Q) \cos(Q_z Z) -$$

корреляционная функция СЭМУРН, $Q = (\theta, Q_y, Q_z)$, k – волновой вектор нейтрона.

Предлагаемый метод СЭМУРН дает, так же как и другие методы СЭМУРН информацию о структуре рассеивателя в реальном пространстве.

Рассматриваемый метод предполагается реализовать на рефлектометре с поляризованными нейтронами РЕФЛЕКС в качестве опции. Блок со спиновыми ротаторами и камерами с нулевым магнитным полем смогут размещаться на месте образца без изменения существующей схемы рефлектометра.

20,000



- 1 - Замедлитель
- 2 - Прерыватель
- 3 - Нейтроновод
- 4 - Поляризатор
- 5 - Диафрагмы
- 6 - Спиновые ротаторы
- 7 - Место образца
- 9 - Анализатор и ПЧД
- 10 - 12 - Электроника управления и накопления данных

Ожидаемые параметры:

Максимальный ток через катушки спиновых ротаторов 100А

Угол поворота спиновых ротаторов $\alpha 30^\circ$

Ширина спиновых ротаторов $a 0.02\text{м}$

Длина плеча 0.6м

Амплитуда магнитного поля 130Ое

Максимальная частота 2кГц

Z (при максимальной частоте) 10 ($\lambda=1 \text{ \AA}$) \sim 1000 ($\lambda=5 \text{ \AA}$) \AA

Литература

1. R. Pynn, Neutron Spin Echo 128 (1980) 159.
2. A. Ioffe, NIM A 586 (2008) 31–35.
3. A. Ioffe, V. Bodnarchuk, K. Bussmann, R. Müller, Physica B 397 (2007) 108-111.
4. A. Ioffe, V. Bodnarchuk, K. Bussmann, R. Muller, R. Georgii, NIM A 586 (2008) 36-40.
5. A. Ioffe, NIM A 586 (2008) 31–35.
6. A. Ioffe, V. Bodnarchuk, K. Bussmann, R. Mueller, Physica B 397 (2007) 108-111.
7. A. Ioffe, V. Bodnarchuk, K. Bussmann, R. Muller, R. Georgii, NIM A 586 (2008) 36-40.
8. G. Zsigmond, S. Manoshin, K. Lieutenant, P.A. Seeger, P. Christiansen, P. Willendrup, K. Lefmann, Physica B 397 (2007) 115

Изотопно-идентификационная рефлектометрия нейтронов (ИИРН) на спектрометре поляризованных нейтронов РЕМУР

Руководитель проекта: Ю.В. Никитенко

Изотопно-идентификационная рефлектометрия нейтронов (ИИРН) на спектрометре поляризованных нейтронов РЕМУР

Руководитель проекта: Ю.В. Никитенко

Аннотация

Предлагается оснастить спектрометр РЕМУР каналами регистрации заряженных частиц (альфа-частиц, протонов, осколков деления) и гамма-квантов, испускаемых после захвата тепловых нейтронов ядрами и изотропно рассеянных нейтронов, испытавших переворот спина. Это позволит определять в слоистой структуре пространственное распределение отдельных изотопов, магнитных элементов и атомных ядер со спином.

1. Постановка задачи и научная программа

В стандартной рефлектометрии нейтронов определяется пространственный профиль потенциала взаимодействия нейтронов со средой (плотность длины рассеяния на атомных ядрах). В случае среды из смеси изотопов извлекается средний по объёму потенциал взаимодействия, а не потенциал какого-либо отдельного изотопа. При изготовлении слоистой структуры, слои толщиной более 1нм осаждаются аморфно с меньшей плотностью, чем плотность кристаллического вещества. В этой связи средний потенциал определяется и той долей вакуума, которая уменьшает плотность аморфного вещества. Следует также отметить, что смесь двух изотопов появляется естественно на границе раздела слоёв. В настоящее время, для качественных слоистых структур среднеквадратичная амплитуда шероховатостей составляет $\delta=0.3-1$ нм. Для таких структур важным является пространственное распределение взаимодействующих элементов в случае, если характерная длина рассматриваемого между элементами взаимодействия имеет величину L , сравнимую с значением δ . Таким взаимодействием является, например, обменное взаимодействие, конкуренция различных типов которого на границе Fe/Gd приводит к установлению геликоидальных магнитных структур. Другим примером является обменное взаимодействие на границе ферромагнетика и сверхпроводника, которое приводит к взаимному проникновению параметров порядка ферромагнетизма и сверхпроводимости.

Таким образом, актуальным для многих задач является определение пространственного распределения элементов. Для этого необходимо прежде всего выполнить идентификацию элементов. Нейтроны позволяют выполнить идентификацию изотопов по регистрации вторичного излучения, испускаемого ядрами изотопов после захвата ими тепловых нейтронов. Признаками, характеризующими изотопы, здесь являются вид излучения (заряженные частицы разного типа, гамма-кванты), энергия излучения, момент излучения, угловое распределение излучения. На Рис. 24 показан спектр гамма-квантов, регистрируемых при отражении нейтронов от структуры Gd(5нм)/Fe(100нм)/стекло. Видно, что по энергии гамма-квантов с разрешением 2 кэВ идентифицируются изотопы ^{155}Gd и ^{157}Gd .

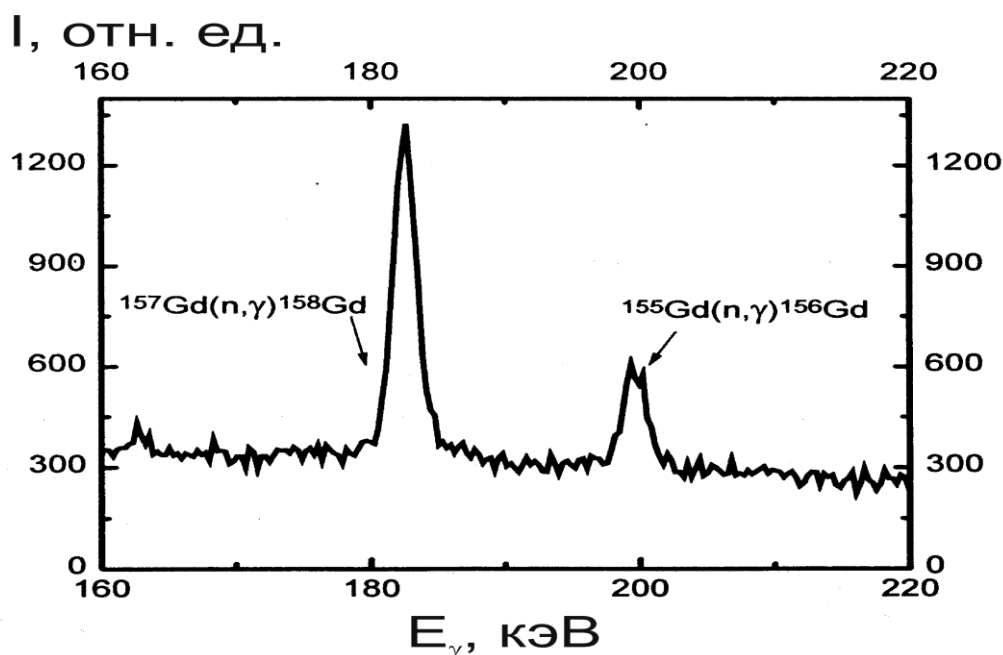


Рис. 24. Экспериментальный спектр излучения гамма – квантов из естественного гадолия при отражении нейтронов от структуры Gd(5нм)/Fe(100нм)/стекло(5мм).

Для интенсивности вторичного излучения, регистрируемого детектором имеет место соотношение $J = A \times M$, где A – аппаратный коэффициент, учитывающий выход вторичного излучения из образца, угловое распределение вторичного излучения, телесный угол видимости детектора и эффективность регистрации вторичного излучения детектором, $M(k) = \int dz [n(z, k) \nu N(z) \sigma_{\text{abs}}(\nu) / J_0]$ – коэффициент поглощения нейтронов, $n(z, k)$ – плотность нейтронов, определяемая потенциалом взаимодействия $U(z)$, $N(z)$ – плотность ядер, захватывающих нейтроны с сечением σ_{abs} , ν - перпендикулярная компонента скорости нейтронов, J_0 - поток нейтронов, падающих на структуру.

Для определения искомого распределения плотности ядер $N(z)$ необходимо формировать пространственную зависимость плотности нейтронов $n(z, k)$. Различные зависимости $n(z, k)$ формируются при полном отражении нейтронов и в режимах стоячих нейтронных волн. В первом случае пространственное разрешение при измерениях пространственного профиля изотопа находится в пределах $0.5 \div 5$ нм, во втором – $3 \div 50$ нм. В перспективе, в режиме стоячих волн, формируемых отражением от периодических структур, разрешение можно довести до $0.25-0.5$ нм.

2. Техническое описание основных узлов

Суть проекта состоит в создании и размещении на действующем спектрометре РЕМУР блоков регистрации гамма-квантов и заряженных частиц. В дальнейшем проект может быть развит для осуществления регистрации изотропного некогерентного рассеяния нейтронов от ядер со спином. В этом случае можно будет измерять пространственные профили, например атомов водорода и ванадия, используемых в настоящее время при разработке плёночных топливных элементов на основе водорода. На Рис. 25 представлена схема аппаратуры в случае организации канала регистрации гамма-квантов. Регистрация гамма-излучения осуществляется германиевым полупроводниковым детектором. Детектор окружён сцинтилляторами с фотоумножителями для осуществления схем совпадения или анти-совпадения, что улучшает отношение сигнал-фон. Для уменьшения фона также важным является использование прецизионно-юстируемого коллиматора на входе с сечением соответствующим приёмному сечению пучка нейтронов на образце, а также создание пассивной защиты германиевого детектора от гамма и нейтронного излучения.

В случае регистрации заряженных частиц - протонов, альфа-частиц и тритонов, применяется ионизационная камера, имеющая энергетическое разрешение 30-50 кэВ. Камера выполняется на юстировочных столах и для разделения частиц разной массы имеет регулируемое давление азота. Вся электроника регистрации нейтронов, гамма-квантов и заряженных частиц работает в режиме времени пролёта нейтронов.

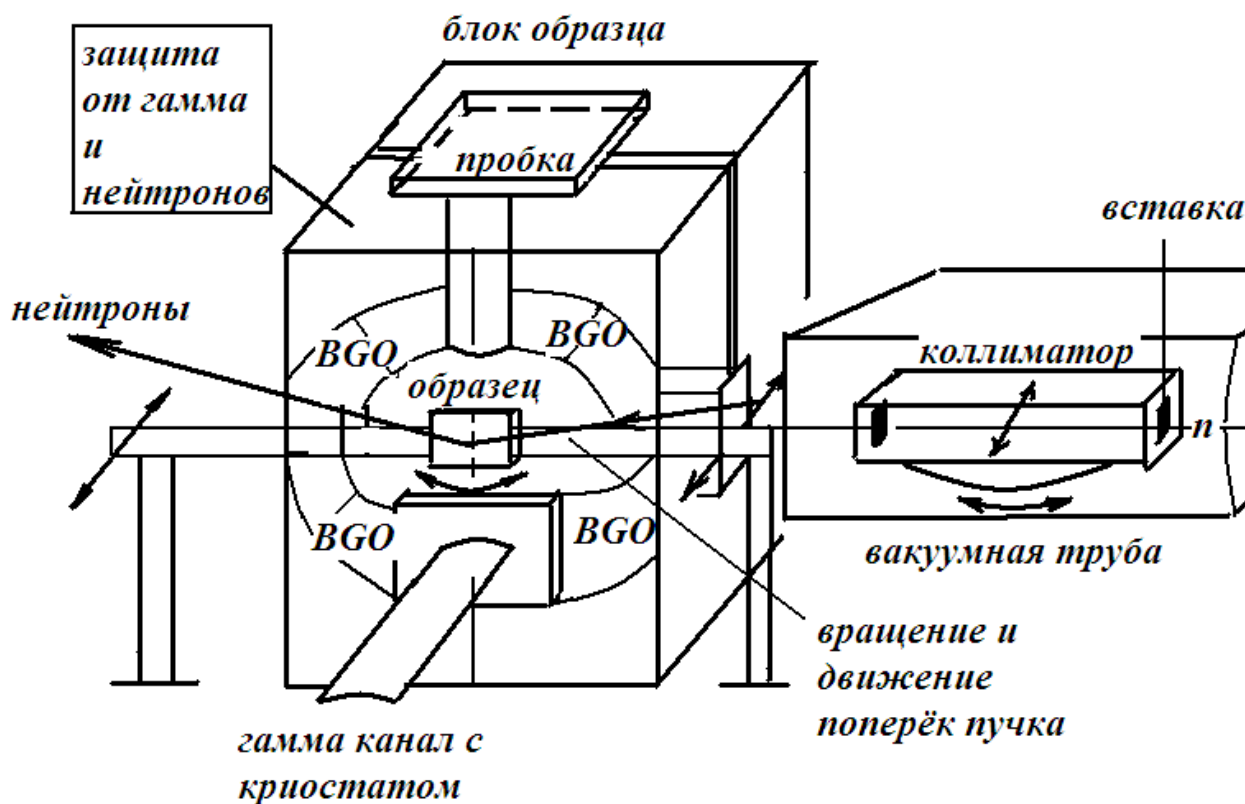


Рис. 25. Схема оборудования для канала регистрации гамма-квантов на спектрометре РЕМУР.

3. Запрашиваемые ресурсы, стоимость и сроки реализации

Создание спектрометра предполагается силами подразделений ЛНФ и ОИЯИ. Стоимость отдельных узлов представлены в Таблице 13 (Раздел 6).

План – график работ

2014г.

Разработка детального проекта, подготовка контрактов на закупку и изготовление оборудования.

2015г.

Закупка материалов и оборудования: HPGe детектор, оцифровщик и программное обеспечение для системы накопления экспериментальных данных.

Изготовление прерывателя пучка.

2016г.

Проектирование комбинированной защиты и закупка многоканального блока питания детекторов.

Изготовление прецизионного коллиматора.

Изготовление ионизационной камеры.

Тестирование системы накопления данных и канала гамма-спектроскопии.

Тестирование ионизационной камеры

2017г.

Изготовление защиты и образцов для тестирования.

Размещение и монтаж спектрометра, тестирование каналов регистрации гамма-квантов и заряженных частиц на пучке нейтронов.

Технические параметры спектрометра.

2018г.

Экспериментальные исследования.

Литература

1. Ю.В. Никитенко, А.В. Петренко, Н.А. Гундорин, Ю.М. Гледенов, В.Л. Аксёнов, Изотопно-идентификационная рефлектометрия нейтронов, направлено в журнал “Кристаллографии”, 2014г., 40 с.

Нейтронный спектрометр ДН-12 для исследования микрообразцов при высоком давлении

Руководитель проекта: Б.Н. Савенко

Ответственные исполнители: Д.П. Козленко, С.Е. Кичанов,
Е.В. Лукин, А.В. Руткаускас

Аннотация

На основе метода нейтронной дифракции при высоком давлении в ЛНФ ОИЯИ, на базе импульсного реактора ИБР-2 совместно с сотрудниками НИЦ «Курчатовский Институт» создан спектрометр для исследований микрообразцов - ДН-12, позволяющий проводить исследования в диапазоне высоких давлений до 8 ГПа.

1. Статус и научная программа

Эксперименты по рассеянию нейтронов с применением камер высокого давления ведутся в настоящее время только в нескольких наиболее развитых лабораториях мира. Оптимальное сочетание нейтронного пучка канала 12 на высокопоточном импульсном реакторе ИБР-2, использование зеркального нейтронотода на суперзеркалах и уникальная мультidetекторная система спектрометра ДН-12 позволяет проводить эксперименты со сверхмалыми объемами образцов до 1 мм³ и давлениях до 8 ГПа. Использование охлаждаемого бериллиевый фильтра дает возможность измерять неупругое рассеяние нейтронов в широком диапазоне давлений. Основным назначением спектрометра ДН-12 [1] в настоящее время является исследование атомной и магнитной структуры конденсированных сред под воздействием высоких давлений 0 – 8 ГПа и низких температур 10 – 300 К. Нейтронографические эксперименты на спектрометре ДН-12 позволяют одновременно определить характеристики кристаллической и магнитной структуры функционального материала в широком диапазоне температур и внешних высоких давлений. По сравнению с другими экспериментальными подходами, воздействие высокого давления является прямым способом контролируемого изменения потенциальной энергии и межатомных взаимодействий в кристалле (в том числе и магнитных) за счет вариации межатомных расстояний и углов.

За время работы дифрактометра проведены успешные исследования, которые фактически легли в основу нового научного направления, заключающегося в систематическом одновременном исследовании кристаллической и магнитной структуры целых классов функциональных материалов, широко используемых в различных технологиях: сложные оксиды марганца $R_{1-x}A_xMnO_3$ [2-4], кобальтиты [5], органические сегнетоэлектрики [6] и другие соединения. Планируется продолжать исследования кристаллической и магнитной структуры различных материалов при высоком давлении на спектрометре ДН-12. Заинтересованные в развитии спектрометра научные центры и институты: НИЦ «Курчатовский институт», Лаборатория Резерфорда Апплетона, Великобритания, НИЦ Петербургский институт ядерной физики, Лаборатории Леона Бриллюэна, Сакле, Франция, Институт физики металлов УрО РАН, Университет им. А.Мицкевича, Познань, Польша и др.

Спектрометр включает следующие основные системы: прерыватель пучка нейтронов, сфазированный с импульсом реактора, систему коллимации пучка, нейтронотод на суперзеркалах, детекторную систему, систему управления, регистрации и обработки

информации. Детекторная система состоит из двух кольцевых детекторов радиусами 393 и 342 мм, расположенных на расстоянии 386 мм друг от друга и может перемещаться вдоль оси пучка, обеспечивая диапазон углов рассеяния нейтронов от 45.5° до 138.4°. Каждый кольцевой детектор содержит 16 независимых ³He газовых нейтронных счетчиков СНМ-31. Основные параметры спектрометра ДН-12 представлены в Таблице ниже.

1.1. Светосила спектрометра.

Поток нейтронов на образце на канале 12 составляет 1.5×10^6 н/см²/с. Детекторная система дифрактометра состоит из двух детекторных колец, состоящих из 16 газовых детекторов.

Основные параметры спектрометра ДН-12

Параметры	
Поток тепловых нейтронов на образце (н/см ² /с)	$1.5 \cdot 10^6$
Расстояние: замедлитель - образец	26.0 м
образец - детектор	0.4 м
Диапазон : по длине волны	$0.8 \div 10 \text{ \AA}$
по углу рассеяния	$45^\circ \div 138^\circ$
по d_{hkl}	$0.6 \div 10 \text{ \AA}$
Разрешение ($\Delta d/d$, $d = 2 \text{ \AA}$): при $2\theta = 90^\circ$	0.022
при $2\theta = 135^\circ$	0.012
Телесный угол детекторной системы	0.125 ср
Объем образца, мм ³	0.1 - 5
Достижимые давления	0-10 ГПа
Характерное время измерения спектра	15-30 ч.
Температурный диапазон	10 - 300 К

1.2. Устройства окружения образца.

Для создания низких температур на образце используется гелиевый рефрижератор замкнутого цикла (до $T = 10$ К). Для создания высокого давления есть в наличии камеры высокого давления различных конструкций. Для расширения диапазона достижимых давлений ведется проектирование и изготовление новых камер высокого давления с наковальнями из сапфира и алмаза. В данный момент ведутся работы по проектированию постоянного магнита на сверхпроводниках.

2. Работа ДН-12 на холодном источнике нейтронов.

ДН-12 в настоящее время располагается на 12-м канале ИБР-2, на котором не планируется установка холодного замедлителя.

3. Планы по модернизации ДН-12.

Для увеличения светосилы установки запланировано проведение модернизации детекторной системы. Предполагается создание новых кольцевых детекторов большего телесного угла на основе сцинтиллятора ZnS. Также для расширения возможностей установки предполагается создание новых устройств окружения образца:

– постоянного магнита с полями до 4 Тл, что позволит проводить дифракционные эксперименты при высоком давлении в магнитном поле;

- Специализированного пресса для одновременного создания высоких давлений в диапазоне 0 – 30 ГПа и температур 300 – 3000 К на больших объемах образца порядка 100 мм³.

4. Запрашиваемые ресурсы, стоимость и сроки реализации.

Стоимость нового оборудования, необходимого для модернизации ДН-12, представлена в Таблице 14 (Раздел 6). Кроме того, для проведения экспериментов при высоких давлениях требуются закупки наковален из сапфира (Таблица 14).

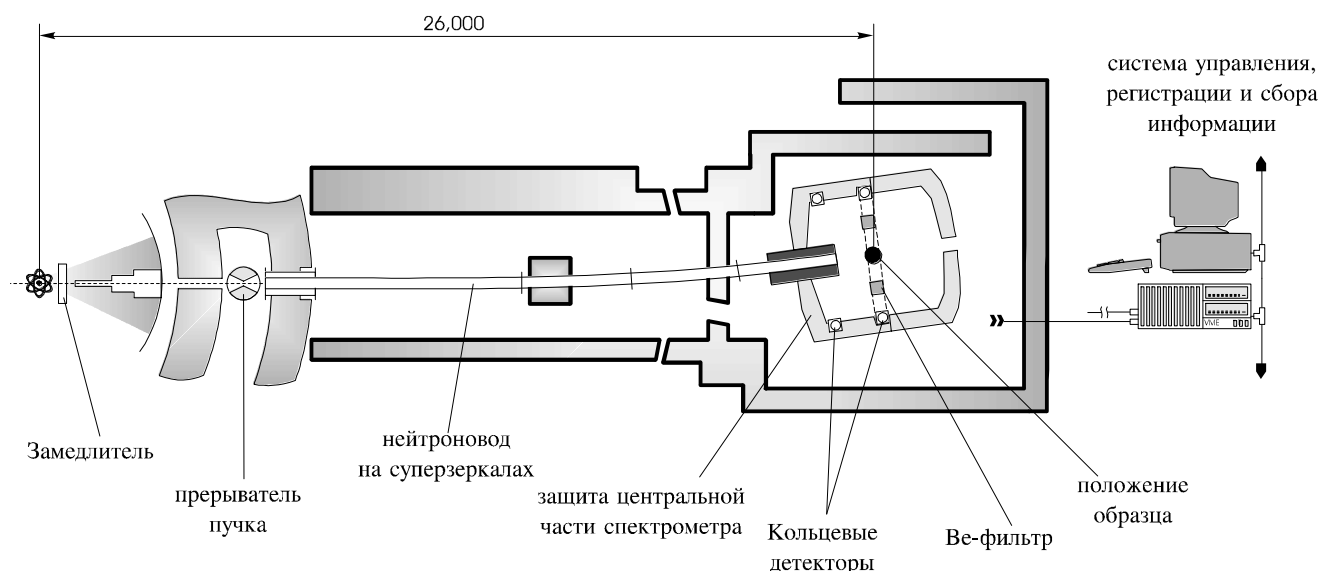


Рис. 26. Схематическое представление основных узлов дифрактометра ДН-12.

Литература

1. D.P.Kozlenko, B.N.Savenko, V.P.Glazkov, V.A.Somenkov "Neutron Scattering Investigations of Structure and Dynamics of Materials Under High Pressure at IBR-2 Pulsed Reactor", *Neutron News* 16, № 3, pp. 13-15 (2005).
2. Д.П.Козленко, С.Е.Кичанов, В.И.Воронин, Б.Н.Савенко, В.П.Глазков, Е.А.Киселева, Н.В.Проскурнина "Индукцированный давлением антиферромагнетизм в манганите $\text{La}_{0.75}\text{Ca}_{0.25}\text{MnO}_3$ ", *Письма в ЖЭТФ*, т. 82, № 7, стр. 501-505 (2005).
3. Д.П.Козленко, С.Е.Кичанов, С.Ли, Дж.Г.Парк, В.П.Глазков, Б.Н.Савенко "Влияние высокого давления на кристаллическую и магнитную структуру LuMnO_3 : корреляция между искажением треугольной решетки и симметрией магнитного состояния гексагональных фрустрированных манганитов", *Письма в ЖЭТФ*, т. 83, № 8, стр. 405-409 (2006).
4. Д.П.Козленко, Б.Н.Савенко, "Влияние высокого давления на кристаллическую и магнитную структуру манганитов", *ЭЧАЯ*, т. 37, вып. 7, стр. 5-26 (2006).
5. Н.О.Голосова, Д.П.Козленко, В.И.Воронин, В.П.Глазков, Б.Н.Савенко, "Влияние высокого давления на кристаллическую и магнитную структуру кобальтита $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{CoO}_3$ ", *Физика твердого тела* 48, №1 стр. 90-94, (2006).
6. S.E. Kichanov, D.P. Kozlenko, J. Wasicki, L.S. Dubrovinsky, P. Czarnecki, W. Nawrocik, B.N. Savenko, D.K. Pogoreliy, K.M. Podurets "Structural phase transitions and Raman spectra of pyridinium perchrenate at high pressures", *Journal of Molecular Structure*, v. 921, pp. 68-71 (2009).

4. АННОТАЦИИ ПРОЕКТОВ НОВЫХ СПЕКТРОМЕТРОВ

Спектрометр для нейтронной радиографии и томографии NRT

Руководитель проекта: Д.П. Козленко

Ответственные исполнители: Б.Н. Савенко, С.Е. Кичанов, Е.В. Лукин,
А.В. Руткаускас, Г.Д. Бокучава

Сотрудничество:

НИЦ “Курчатовский институт”

HZB (Берлин)

PSI (Швейцария)

Аннотация

В период 2012-2013 гг. на 14 канале реактора ИБР-2 проведены работы по созданию макетного варианта спектрометра для нейтронной радиографии и томографии. В конце 2013 г. на спектрометре начаты первые методические и экспериментальные работы. Дальнейшие планы по развитию спектрометра будут направлены на улучшение его технических параметров и развитию энергоселективных методов, позволяющих выборочно усиливать контраст для ряда кристаллических материалов.

1. Актуальность проблемы, научно-методический задел

Развитие новых высокоэффективных методов неразрушающего контроля промышленных изделий, включая изделия наноиндустрии, является одной из важнейших задач в области прикладных исследований в мире. Одним из наиболее перспективных методов для неразрушающего контроля объемных изделий является нейтронная радиография, которая дает возможность получения детального изображения внутреннего строения изделий толщиной в несколько см. с разрешением на уровне 100-500 мкм и лучше [1]. Это обусловлено высокой проникающей способностью нейтронного излучения, которое может проникать в большинство металлов без заметного поглощения вглубь на 2-3 и более см, а в отдельных случаях, например, Al – до 10 см. Разные химические элементы имеют различные сечения поглощения нейтронов, поэтому области, соответствующие различным материалам в изделии имеют различную степень контрастности на изображении объекта.

Для сравнения, другие методы неразрушающего контроля, например, рентгеновская радиография, дают возможность диагностировать только приповерхностные слои исследуемого изделия, поскольку глубина проникновения в этом случае ограничивается на порядок меньшей величиной – 2-3 мм. Другое важное преимущество нейтронной радиографии – возможность визуализации водородосодержащих веществ, находящихся в металлической матрице.

Для получения высококачественных радиографических изображений за короткий промежуток времени требуется использование нейтронных источников с высокой интенсивностью нейтронного потока. В силу вышеописанных уникальных особенностей нейтронной радиографии, делающих этот метод исключительно эффективным для неразрушающего контроля объемных материалов и изделий, за рубежом наблюдается значительный интерес к развитию этого метода для неразрушающего контроля на высокопоточных исследовательских нейтронных источниках. Причем использование нейтронной радиографии там широко востребовано как бизнес-сообществом, особенно

компаниями по производству автомобилей и авиатехники, так и историко-археологическим сообществом для исследования объектов культурного наследия. Для примера, на нейтронном источнике Института Пауля Шеррера (Швейцария) в настоящий момент создается уже 3-я установка для радиографии в связи с большой востребованностью данного метода для неразрушающего контроля.

В России наблюдается существенное отставание в данной области и специализированных радиографических установок на высокопоточных реакторах практически не существует. Исключением является НИЦ “Курчатовский институт”, где недавно была создана подобная установка на стационарном реакторе ИР-8.

Большинство существующих в мире радиографических установок, включая Россию, работают на стационарных источниках нейтронов, где используется монохроматическая длина волны нейтрона. В тоже время использование импульсных источников нейтронов, к классу которых относится ИБР-2, имеет ряд важных преимуществ, которые позволяют значительно улучшить эффективность и расширить области применения нейтронной радиографии. Они связаны с возможностью использования “белого” нейтронного спектра, содержащего нейтроны в диапазоне длин волн от 0.8 до 10 Å. Сечение поглощения материалов сильно зависит от длины волны и имеет так называемые “брэгговские” скачки [1-3]. Используя для регистрации изображения длину волны, соответствующую брэгговскому скачку сечения поглощения определенного материала, можно резко понизить его контраст и тем самым выделить в изображении объекта детали из тех материалов, которые представляют интерес для анализа.

Выбирая разные длины волн из белого нейтронного пучка, можно получить серию изображений одного объекта с выделением контраста деталей из разных материалов [4]. Кроме того, измерения с длиной волны на брэгговском скачке усиливает контраст микротрещин и неоднородностей в изделии, что повышает эффективность использования метода.

Следует отметить, что методика нейтронной радиографии на импульсных нейтронных источниках находится на стадии активного развития [4, 5]. Предложен ряд методик выделения требуемой длины волны из нейтронного спектра для регистрации изображений. Одна из наиболее простых и менее затратных – использование для регистрации изображений ССД камеры в периодическом режиме с временной привязкой с периодичности работы нейтронного источника [4], которую и планируется применить в настоящем проекте.

С целью оценки возможностей развития методом нейтронной радиографии и томографии на реакторе ИБР-2 в 2011 г. на спектрометре ДН-12 были проведены тестовые эксперименты по нейтронной радиографии с использованием ССД-камеры. Полученные результаты показали большой потенциал для развития этого метода на реакторе ИБР-2. Удовлетворительное качество изображения можно получать за очень короткое время порядка 10 с.

2. Спектрометр для радиографии и томографии

После первых успешных методических работ по радиографии на 12 канале ИБР-2 было принято решение о создании макетного варианта специализированного спектрометра для радиографии и томографии на 14-м канале реактора ИБР-2. Схематическое изображение спектрометра и его основные элементы показаны на Рис. 27 и 28. Для формирования нейтронного пучка используется расходящийся вакуумный коллиматор длиной 10 м. Для перемещения образца в трех измерениях и его вращения используется гониометрический столик. Нейтронные изображения регистрируются детектором, состоящим из сцинтиллятора, зеркала, установленного под углом 45° к нейтронному пучку и ССД-камеры. В 2012-2013 гг. были проведены работы по созданию биологической защиты, электротехнические работы, разработка и изготовление основных узлов спектрометра и их установке на 14-м канале ИБР-2. В конце 2013 г. на спектрометре начаты первые методические и экспериментальные работы.

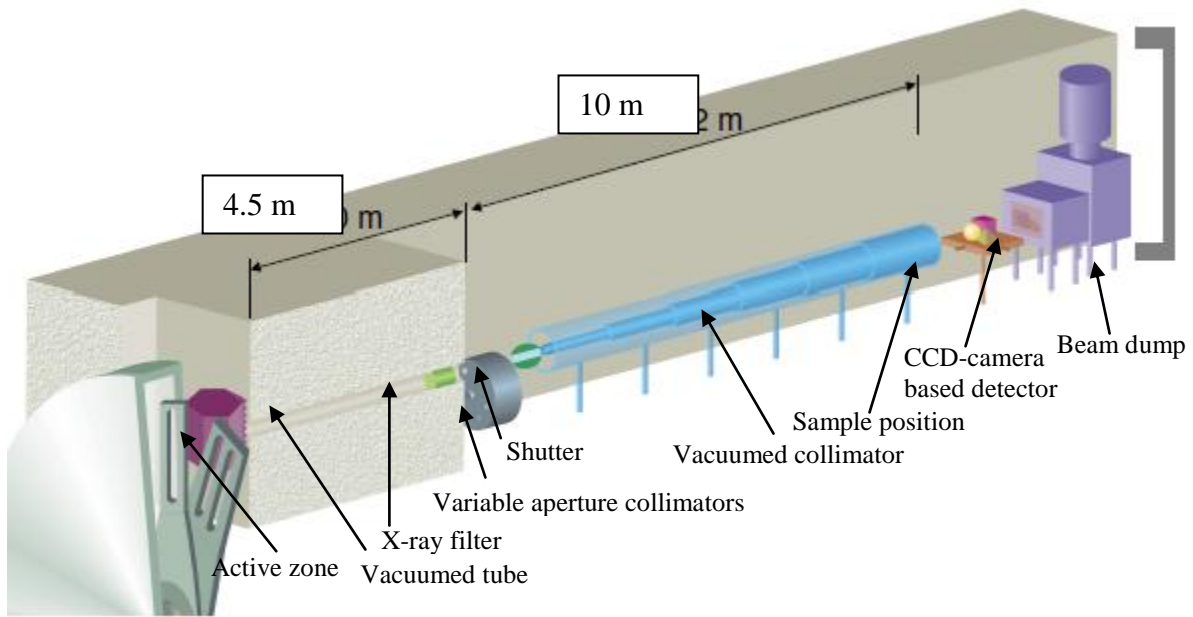


Рис. 27. Схематическое изображение спектрометра для радиографии и томографии на 14-м канале реактора ИБР-2.



Рис. 28. Вакуумная коллимационная система (слева) и система регистрации изображений на основе CCD камеры (справа).

Планируемые технические параметры спектрометра представлены в Таблице ниже. Они сопоставимы с большинством зарубежных аналогов. Оценка пространственного разрешения, достигнутого в настоящее время, составляет 200 μm , что несколько хуже, чем у зарубежных аналогов (на уровне 100 μm).

Технические параметры спектрометра для радиографии и томографии

Нейтронный поток на образце	$5 \cdot 10^6$ н/см ² /с
Диапазон входных апертур нейтронного пучка	50, 20, 10, 5 мм
Отношение L/D ratio для входных апертур	194, 485, 970, 1940
Поля зрения для указанных L/D	289, 230, 210, 201 мм
Параметры CCD-камеры	Активные пиксели: 4008×2672 Размер пикселя: 9×9 μm Площадь матрицы 36×24 мм Оцифровка: 12 бит Охлаждение (Пельтье) до -25 °С

3. Научная программа исследований

на спектрометре нейтронной радиографии и томографии включает в себя:

- Неразрушающий контроль и получение информации о внутреннем строении промышленных материалов и изделий;
- Изучение и 3D-реконструкция внутреннего строения объектов природного и культурного наследия;
- Изучение и 3D-реконструкция внутреннего строения геофизических объектов;
- Изучение микроструктурных особенностей и визуализация физических процессов в материалах, в том числе в режиме реального времени.

4. Планы по дальнейшему развитию спектрометра

Дальнейшие планы работ будут направлены на улучшение фоновых условий и технических параметров спектрометра, в первую очередь – пространственного разрешения. Одновременно будут проводиться методические работы по развитию методов энергоселективной радиографии и томографии. Они будут основаны на использовании для регистрации изображений ССД камеры в периодическом режиме с временной привязкой с периодичности работы нейтронного источника [4]. Также планируется развивать другие энергоселективные методы регистрации нейтронных изображений с помощью ПЧД-детекторов, позволяющих проводить анализ времени пролета нейтронов. Также особое внимание будет уделено освоению цифровых методов обработки изображений и томографических методов, позволяющих проводить 3D реконструкцию внутреннего строения исследуемых объектов.

Литература

1. I.A.Anderson et al., Neutron Imaging and Applications. Neutron scattering applications and techniques, Springer Science + Business Media, LLS 2009.
2. Neutron Imaging: a non-destructive tool for materials testing. IAEA-TecDoc-1604 (2008).
3. W.Treimer et al., Appl. Phys. Lett. 89, 203504 (2006).
4. W. Kockelmann et al., Nucl. Instr. and Meth. A 578, 421 (2007).
5. B. Schillinger et al., Nucl. Instr. and Meth. A 542, 142 (2005).

Фурье-дифрактометр FSS

Руководитель проекта:

Г.Д. Бокучава

Коллектив исполнителей:

Работы по проекту будут осуществляться силами сотрудников группы ФДВР/ФСД сектора дифракции и отдела НЭОКС.

Сотрудничающие и заинтересованные в спектрометре организации

Исследования и методические разработки, планируемые на дифрактометре FSS, представляют интерес для других нейтронных центров (например, ESS), различных научно-исследовательских организаций материаловедческого направления и ряда промышленных предприятий.

Аннотация

В проекте рассматривается размещение нейтронного фурье-дифрактометра высокого разрешения FSS (Fourier Strain Scanner), ранее использовавшегося в исследовательском центре GKSS (Германия) [1], на 13-ом канале реактора ИБР-2 ЛНФ ОИЯИ и вопросы, связанные с его адаптацией к работе на импульсном источнике нейтронов с длинным импульсом [2, 3].

1. Актуальность научной программы, сопоставление с мировым уровнем

Фурье-дифрактометр FSS на 13-м канале реактора ИБР-2 предназначен для исследования внутренних напряжений в конструкционных материалах и промышленных изделиях с помощью дифракции нейтронов высокого разрешения ($\Delta d/d \approx 4 \times 10^{-3}$). Помимо проведения научных исследований, важным направлением научно-методической деятельности на FSS будет дальнейшее развитие нейтронного корреляционного RTOF-метода для анализа упругого рассеяния нейтронов на кристаллах, а также разработка и тестирование новых детекторов, детекторной электроники и электроники накопления данных. На FSS будет возможно опробование новых идей корреляционной нейтронной спектрометрии, которые могут в дальнейшем использоваться на создаваемом Европейском импульсном источнике нейтронов ESS. Кроме того, на FSS будет организован учебный процесс для студентов, аспирантов и молодых специалистов.

FSS по своему устройству будет весьма близок к существующему на ИБР-2 дифрактометру ФСД [4]. Однако FSS будет иметь более длинную пролетную базу между фурье-прерывателем и детектором, что позволит использовать сравнительно низкие скорости вращения прерывателя (~ 3000 об/мин). Кроме того, конструкция фурье-прерывателя на FSS обеспечит минимизацию «эффекта коллимации» пучка нейтронов, проходящих через прерыватель, что позволит уменьшить искажения формы дифракционных пиков. В ходе реализации проекта основное внимание будет уделяться повышению светосилы, улучшению разрешающей способности и решению существующих технических проблем, затрудняющих широкое внедрение этого метода на импульсных источниках нейтронов.

2. Научный и методический задел, имеющийся в ЛНФ ОИЯИ

В ЛНФ ОИЯИ имеется значительный опыт использования нейтронной корреляционной фурье-дифрактометрии на источнике нейтронов с длинным импульсом, накопленный в ходе эксплуатации фурье-дифрактометров ФДВР и ФСД. За годы работы на обоих дифрактометрах проведено множество экспериментов как в области структурных исследований, так и в области

физического материаловедения и инженерных наук.

3. Текущее состояние и предложения по дальнейшему развитию FSS

Схема и основные узлы FSS

Дифрактометр FSS будет расположен на канале №13 реактора ИБР-2 в ЛНФ ОИЯИ. Дифрактометр FSS содержит следующие основные узлы: стальной конический коллиматор, нейтронный фурье-прерыватель, нейтроновод, узел образца и два детектора. Между коническим коллиматором и нейтроноводом располагается фурье-прерыватель. Быстрый фурье-прерыватель модулирует интенсивность первичного нейтронного пучка, скорость вращения его диска изменяется в диапазоне от 0 до 3000 об/мин. Нейтроновод, расположенный между фурье-прерывателем и образцом, предназначен для снижения потерь при транспортировке нейтронного потока к образцу. При углах рассеяния $\pm 90^\circ$ располагаются два детектора, содержащие по 16 сцинтилляционных элементов на ${}^6\text{Li}$ -стеклах. Перед детекторами могут располагаться радиальные коллиматоры, обеспечивающие эффективный размер рассеивающей области образца 1 или 2 мм. Предлагаемая схема расположения узлов дифрактометра незначительно отличается от схемы, применявшейся ранее в GKSS на реакторе FRG-2. Необходимость изменений связана, в основном, с геометрическими ограничениями, существующими на 13-м канале реактора ИБР-2.

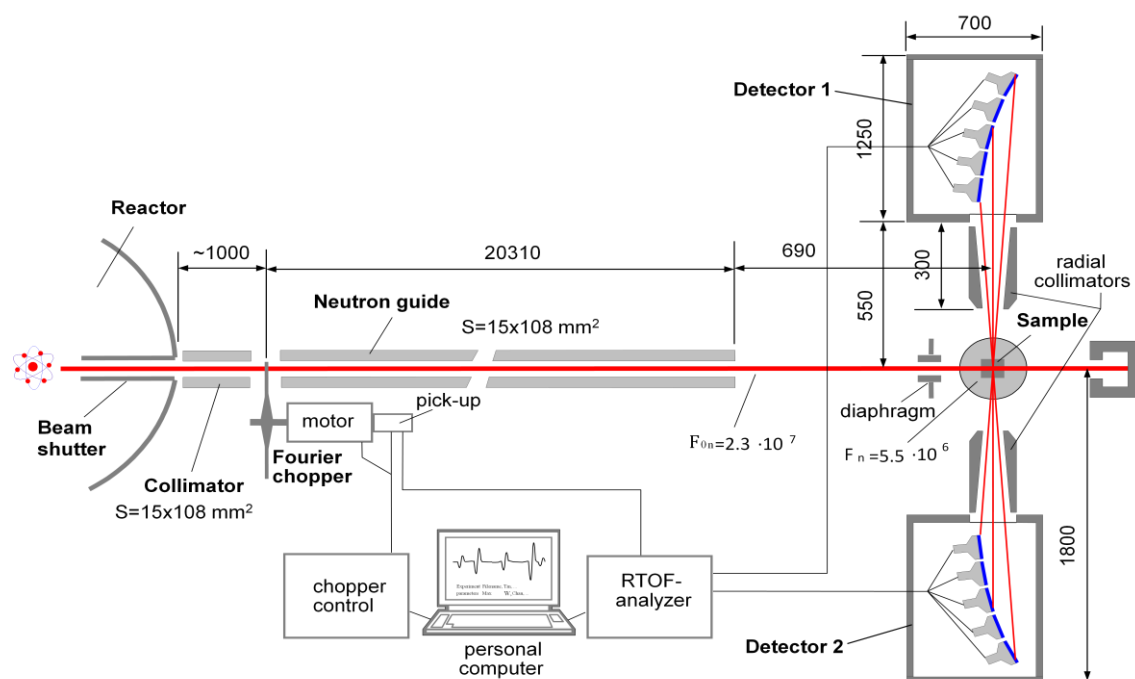


Рис.29. Схема фурье-дифрактометра FSS на исследовательском реакторе FRG-2 мощностью 5 МВт (до 2005 года).

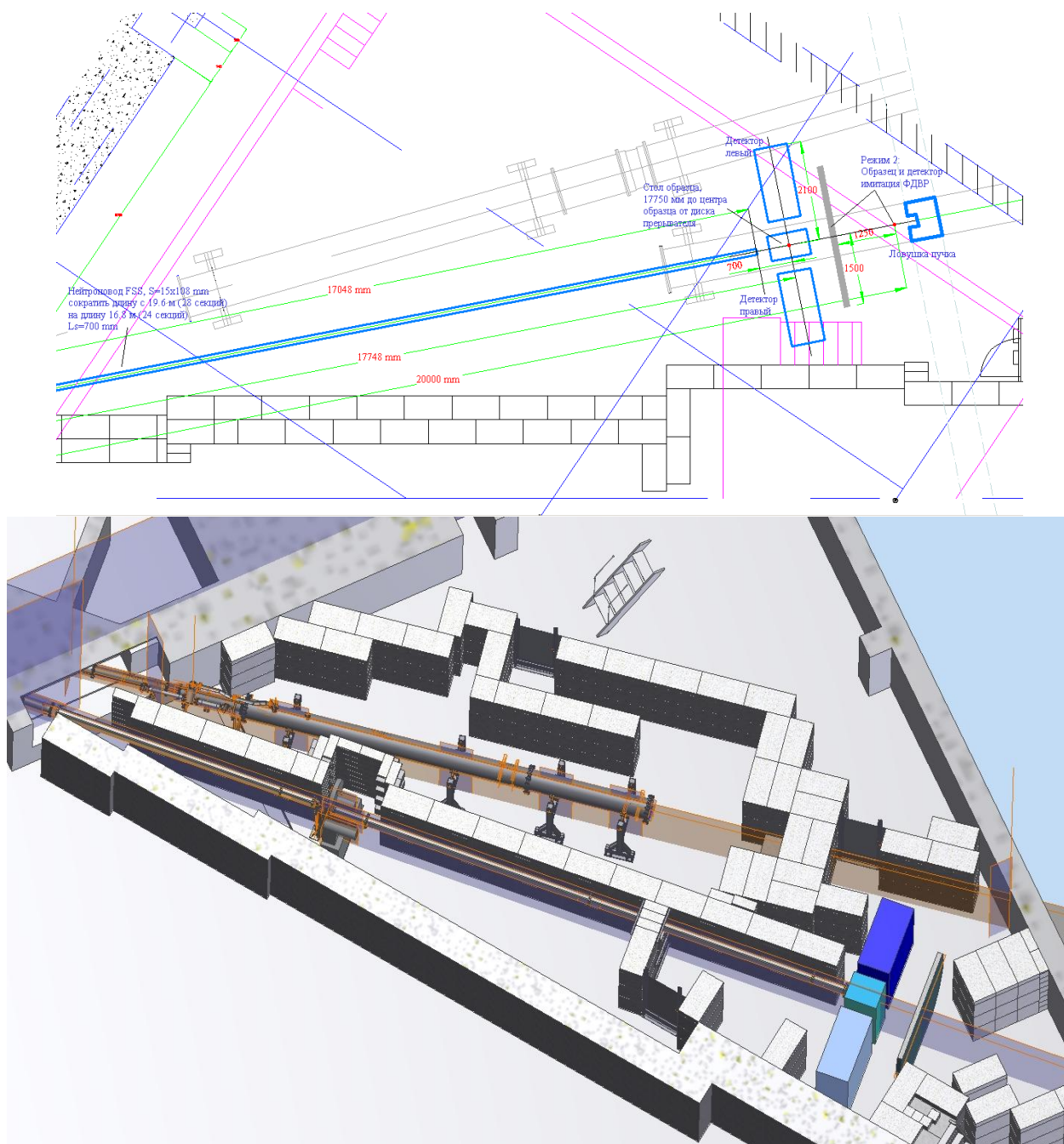


Рис.30. Схема размещения фурье-дифрактометра на 13 канале реактора ИБР-2.

Стальной конический прерыватель, предназначен для уменьшения радиационной нагрузки на все последующие элементы установки. Для согласования с нейтронным коллиматором отверстие конического прерывателя имеет прямоугольное сечение, коническое (клиновидное) по горизонтали и вертикали. Размеры и углы отверстия конического коллиматора таковы, что входное сечение нейтронного коллиматора $15 \times 108 \text{ мм}^2$ «освещено» без затенения от всей поверхности замедлителя, видимой в шибере. Пространство в нише стены вокруг пучка максимально заполняется защитой.

Фурье-прерыватель, предназначен для быстрой модуляции нейтронного пучка. Скорость вращения диска от 0 до 3000 об/мин. Устанавливается на жестком прочном основании для максимального уменьшения вибраций. Диск прерывателя имеет 1024 щели. В качестве поглотителя нейтронов (между щелями) используется металлический гадолиний. Диск прерывателя является началом отсчета удаления последующих элементов установки. На оси

электродвигателя под кожухом вентилятора располагается магнитный датчик положения щелей, т.н. датчик pickup-сигнала.

Изогнутый зеркальный нейтронотвод в стальном вакуумном кожухе с радиусом кривизны 3000 м, очищающий пучок от быстрых нейтронов и γ -лучей. Длина нейтронотвода в GKSS был равна 19.75 м, 28 оптических секций по 700 мм. Для установки на 13 канале нейтронотвод необходимо укоротить до 16.9 м и организовать новую позицию для размещения фурье-прерывателя.

Детекторная система состоит из двух $\pm 90^\circ$ -детекторов с временной фокусировкой на основе ${}^6\text{Li}$ -стекло. В защитном кожухе каждого детектора установлено по 16 ФЭУ с входными окнами ~ 200 мм и наклеенными на них сцинтилляционными стеклами NE912.

В составе оборудования FSS имеется стол образца с нагрузочной способностью 100-150 кг с регулировкой по вертикали.

Рабочие параметры FSS на реакторе FRG-2 в GKSS

Изогнутый нейтронотвод	зеркальный, с покрытием из Ni
- длина, м	21.15
- радиус кривизны, м	3000
Сечение пучка, мм	15x108
Фурье-прерыватель (диск)	высокопрочный Al сплав
- внешний диаметр, мм	540
- ширина щели, мм	0.7
- число щелей	1024
- макс. скорость вращения, об/мин.	3000
Поток нейтронов на образце, нейтр./см²·с⁻¹	$5.5 \cdot 10^6$
Интервал длин волн, Å	1 ÷ 4
Детекторы ($2\theta = \pm 90^\circ$)	${}^6\text{Li}$, с временной фокусировкой
Разрешение детекторов $\Delta d/d$ ($d=2$ Å):	$4.0 \cdot 10^{-3}$
Окружение образца:	Стол образца с регулировкой Печь (до 1000 °C) Нагрузочное устройство (до 30 кН)

4. Предложения по модернизации FSS на 2015-2020 гг.

Реализация проекта FSS планируется в два этапа. На I этапе выполняются работы по адаптации дифрактометра на 13-м канале ИБР-2 и выполняются первые тестовые эксперименты. На этом этапе предполагается, в основном, использовать имеющиеся в наличии компоненты FSS. План работ II этапа по модернизации FSS во многом аналогичен плану модернизации дифрактометра ФСД и включает в себя работы по **увеличению светосилы дифрактометра, снижению уровня фона, улучшению параметров фурье-анализа** и оснащению дифрактометра дополнительными устройствами для задания внешних условий на образце.

4.1. Развитие детекторной системы

Для повышения светосилы дифрактометра необходимо создание новой широкоапертурной детекторной системы на основе сцинтиллятора ZnS(Ag) с комбинированным использованием электронной и временной фокусировок. Для 90° -детекторов FSS планируется использовать схему детекторов ASTRA на ФСД. Также планируется создание детектора обратного рассеяния на базе ZnS(Ag) с большим телесным углом.

4.2. Система формирования пучков

С учетом планируемой детекторной системы необходима установка широкоапертурных многощелевых радиальных коллиматоров перед 90° детекторами. Для первичного пучка нейтронов планируется использовать автоматизированную диафрагму с регулируемой апертурой. Данная система позволит формировать падающий и рассеянный пучки нейтронов, и, таким образом, выделять внутри исследуемого образца измеряемый объем с характерными размерами несколько кубических миллиметров.

4.3. Зеркальный нейтронвод

В рамках модернизации дифрактометра FSS планируется замена старого нейтронвода, близкого к выработке своего ресурса, на новый.

4.4. Фурье-прерыватель

Для улучшения качества корреляционного анализа планируется замена фурье-прерывателя на усовершенствованный вариант (с вакуумным кожухом, стабильными сигналами pick-up, высокой скоростью вращения, гибкой системой управления и т.д.), оборудованный устройством прецизионного перемещения.

4.5. Системы управления дифрактометром и накопления данных

На FSS предполагается использовать RTOF анализаторы нового типа ("list mode"), работающие в режиме регистрации всех событий в списочном режиме. В качестве системы управления дифрактометром будет использоваться программный комплекс Sonix+ на платформе Windows (PC), разработанный в ЛНФ ОИЯИ.

4.6. Работа спектрометра при наличии холодного замедлителя

Большинство исследуемых на FSS конструкционных материалов имеет сравнительно небольшой параметр элементарной ячейки, поэтому основная часть наблюдаемых дифракционных пиков сосредоточена в области $d_{hkl} \approx 0.6 - 2.5 \text{ \AA}$. Кроме того, на 13 канале ИБР-2 установка криогенного замедлителя не планируется. Таким образом, для проведения экспериментов на FSS будут использоваться тепловые нейтроны.

5. Ожидаемые научные результаты

После модернизации дифрактометр FSS будет обладать современной широкоапертурной детекторной системой с высоким уровнем разрешающей способности, что значительно увеличит точность определения остаточных деформаций в материале. Выигрыш в светосиле и прецизионная система формирования пучков позволит изучать распределение остаточных напряжений в толстых промышленных образцах за разумное время эксперимента.

Литература

1. J. Schröder, V.A. Kudryashev, J.M. Keuter, H.G. Priesmeyer, J. Larsen, and A. Tiitta, *FSS-a novel RTOF-diffractometer optimized for residual stress investigations*. Journal of Neutron Research, 1994. 2(4): p. 129 - 141.
2. В.А. Кудряшев, А.М. Балагуров, Г.Д. Бокучава, В.В. Журавлев, В.А. Матвеев, *Новый фурье-дифрактометр на реакторе ИБР-2М и возможности корреляционного метода Фурье на источниках с длинным импульсом, XXI Совецание по использованию рассеяния нейтронов в исследованиях конденсированного состояния РНИКС-2010*. 2010: Москва
3. В.А. Матвеев, Г.Д. Бокучава, В.В. Журавлев, В.А. Кудряшев, *Адаптация дифрактометра FSS для работы на реакторе ИБР-2М, XXI Совецание по использованию рассеяния нейтронов в исследованиях конденсированного состояния РНИКС-2010*. 2010: Москва
4. Г.Д. Бокучава, А.М. Балагуров, В.В. Сумин, И.В. Папушкин, *Нейтронный фурье-дифрактометр ФСД для исследования остаточных напряжений в материалах и промышленных изделиях*. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2010. 11: p. 9-21.

Установка малоуглового рассеяния нейтронов МУРН-С

Руководитель проекта:

А.И.Куклин

Основные исполнители:

А.И.Иваньков, Д.В. Соловьев

Коллектив исполнителей:

*А.В.Рогачев, Ю.С.Ковалев, А.Г.Соловьев,
А.П.Сиротин, А. Чураков, А.А.Богдзель,
А.С.Кирилов*

Аннотация

В проекте предлагается создать современную высокопоточную установку малоуглового рассеяния на одном из каналов реактора ИБР-2 с холодным замедлителем. Особенности установки будут: изогнутый нейтронный канал, высокий поток нейтронов на образце (от 10^7 до 4×10^7 н/с/см²), широкий диапазон переданных импульсов ($1 \times 10^{-3} - 0.5 \text{ \AA}^{-1}$, что соответствует характерным размерам изучаемых объектов 10 – 6000 Å), использование современного позиционно-чувствительного детектора нейтронов. Необходимость создания подобной установки связана, прежде всего, с высоким спросом на использование метода малоуглового рассеяния, что в свою очередь объясняется как широким кругом решаемых задач (от материаловедения до современных проблем биологии), так и уникальностью метода.

1. Статус и научная программа

Цель проекта – создание новой установки малоуглового рассеяния нейтронов (МУРН-С) с параметрами мирового уровня, на одном из пучков ИБР-2 с холодным замедлителем. Два основных элемента установки – изогнутый зеркальный нейтронный канал и двумерный позиционно-чувствительный детектор рассеянных нейтронов. МУРН-С реализует в полной мере уникальные возможности, предоставляемые ИБР-2 для малоуглового рассеяния нейтронов, а именно: широкий диапазон векторов рассеяния (от 0.001 до 0.5 Å⁻¹), высокую скорость накопления экспериментальных данных, высокое разрешение, возможность исследования анизотропно и слабо рассеивающих объектов.

Модернизированный спектрометр малоуглового рассеяния ЮМО и МУРН-С будут **взаимно дополнять** друг друга. Эффективность их работы будет обеспечиваться правильным распределением экспериментов. Такая концепция позволяет добиться не только минимальных затрат на модернизацию ЮМО, но и существенно снизить затраты на создание новой установки МУРН-С за счет унификации ряда узлов, программного обеспечения, окружения образца обеих установок.

Малоугловое рассеяние нейтронов как эффективный метод для изучения фундаментальных проблем и для решения важнейших технологических задач широко применяется при исследованиях надатомной структуры вещества [1]. Он активно используется в физике конденсированного состояния, физико-химии дисперсных систем и агрегатов поверхностно-активных веществ, биофизике и молекулярной биологии, при исследовании полимерных веществ, в металлургии и других областях науки и техники. Важнейшей особенностью малоуглового рассеяния является возможность анализа структуры разупорядоченных систем. Этот метод, например, часто является единственным способом получения прямой структурной информации о системах с хаотическим и частично упорядоченным расположением неоднородностей плотности размеров порядка 10 – 10000 Å; он дает возможность исследовать дисперсную структуру сплавов, порошков, стекол (механизмы разделения фаз, размер и степень

полидисперсности частиц), особенности строения полимеров в различных агрегатных состояниях, весовые и геометрические характеристики биологических макромолекул и их комплексов, биологические надмолекулярные структуры, такие как биологические мембраны и вирусы. Существенное различие длин рассеяния нейтронов на водороде и дейтерии, а также возможность специфического дейтерирования макромолекул и надмолекулярных структур, делает малоугловое рассеяние нейтронов незаменимым инструментом исследования биологических, коллоидных объектов, а также полимеров и жидких кристаллов.

Малоугловой спектрометр – очень популярный и эффективный инструмент для исследования конденсированного состояния вещества, и, как правило, на нейтронных источниках мира установлены по 2 и более спектрометров (LLB –PAXE, PAXY, ILL- D11, D22, D16, D17; GKSS –SANS-1, SANS-2; KFA – KWS 1, KWS 2; BENSC- V4; V12; KEK –SAN, WINK; JAERI – SANS-J, SANS-U; IPNS –SAD, SAND). Это связано с большими запросами на использование метода малоуглового рассеяния. Такая же ситуация на установке ЮМО на реакторе ИБР-2. В последние годы запрос на время превышает возможности ЮМО в несколько раз.

Для иллюстрации необходимости: так, например, на период с января по май 2011 года подано 32 предложения на проведение экспериментов (свыше 100 дней по времени), при наличии только 50 дней. В список институтов, участвующих и заинтересованных в дальнейшем сотрудничестве, входят: Московский Государственный Университет; Институт им. Белозерского; Институт биоорганической химии, Москва; Институт синтетических и полимерных материалов им. Еникополова, Москва; Институт белка, Пушино; Faculty of Pharmacy Comenius University, Bratislava, Словакия; University of Bayreuth, Germany; Leipzig University, Germany University of Utrecht, Netherlands; Institute of Macromolecular Chemistry, Czech Republic; LLB, Saclay, France; IBI-2, Forshungszentrum Julich, Germany; National Institute of Materials Physics, Romania.

МУРН-С будет ориентирована преимущественно на решение тех задач, которые не могут быть реализованы на ЮМО, а именно: эксперименты с образцами с низким сечением рассеяния (слабый контраст), большими характерными размерами неоднородностей и их высокой анизотропией.

2. Работа новой установки на холодном источнике нейтронов

Практически все малоугловые спектрометры в мире работают с холодным источником нейтронов. Это связано, прежде всего, с необходимостью работы в максимально широком диапазоне векторов Q и минимально возможными Q . Требования к холодному замедлителю по размерам определяются размерами нейтронотода и свойствами нейтронотода, а именно: минимальная длина волны привязана к функции пропускания нейтронотода так, чтобы выдать максимальный поток на образце. Максимальный поток на образце – ключевой пункт требований к холодному замедлителю. Будет необходима высокая стабильность работы замедлителя в течении нескольких суток.

Окончательные требования к холодному замедлителю будут сформулированы при разработке детального проекта спектрометра.

3. Предложения по созданию нового малоуглового спектрометра

Реализация проекта по созданию современной установки малоуглового рассеяния нейтронов позволит использовать в полной мере возможности предоставляемые реактором ИБР-2. Это становится особенно актуально в связи с вводом в эксплуатацию холодного замедлителя. Риск при создании установки исключен, поскольку существует мировой и российский опыт в создании подобных установок [2, 3]. Расширение диапазона Q будет достигнуто за счёт регистрирующих детекторов, исключения части пролётной базы нейтронов в воздухе, улучшения коллимации пучка нейтронов. Будут установлены два позиционно-чувствительных детектора (ПЧД) рассеяния и один детектор прямого пучка. Первый ПЧД рассеянных нейтронов будет располагаться в ближней позиции (1 –8 метра от образца), второй

ПЧД будет иметь возможность смены позиции от 5 до 13 метров от образца. Реализация двухдетекторной системы потребует в свою очередь изменения коллимационной системы, электронного оборудования (системы накопления данных) и качественного изменения программного обеспечения. Кроме того, совместный анализ экспериментальных данных от разных детекторов потребует методических усовершенствований уже существующего подхода. Эти изменения будут базироваться на методических [4–8], научных достижениях и уже частично разработанном программном обеспечении [8], что позволит существенно снизить соответствующие расходы.

Проектируемая установка включает следующие узлы (рис.29): 1, 2 - реактор и замедлитель; 3 - прерыватель; 4 - зеркальный изогнутый нейтроновод; 5 – коллимирующая система, 6 - место образца, позволяющее обеспечить соответствующее современное окружение образца (гониометр, магнит, термостат и т.п.); 7 - вакуумная труба; 8 – двумерный ПЧД с размерами $64 \times 64 \text{ см}^2$ или $100 \times 100 \text{ см}^2$, который позволит исследовать анизотропно рассеивающие образцы, увеличит диапазон доступных векторов рассеяния и скорость накопления экспериментальных данных; 9 – домик экспериментатора с электроникой и вычислительной техникой. Кроме того, предполагается использование двухдетекторной системы с тем, чтобы выйти в мировые лидеры по динамическому диапазону переданных импульсов. Предлагаемая установка будет обладать параметрами, представленными в таблице.

Основные параметры установки МУРН-С

Параметры	Значение
Поток на образце (тепловые нейтроны)	$10^7 - 4 \times 10^7 \text{ n/s/cm}^2$
Диапазон длин волн	0.5 Å до 20Å
Q-диапазон	$1 \times 10^{-3} - 0.5 \text{ Å}^{-1}$
Диапазон масштабов исследуемых объектов	10 - 6000 Å
Измеряемое сечение рассеяния (нижний предел в абсолютных единицах)	0.001 см^{-1}
Система калибровки (нормировка)	V, H₂O, графит
Детекторная система	ПЧД с разрешением 1 см
Температурный диапазон	от 4 К до +1000°C
Разрешение по переданному импульсу	1-20%

Кроме того, установка будет обладать низкими фоновыми условиями, позволяющим исследовать слабо рассеивающие объекты (минимальное сечение рассеяния 10^{-3} см^{-1}) и современным окружением образца.

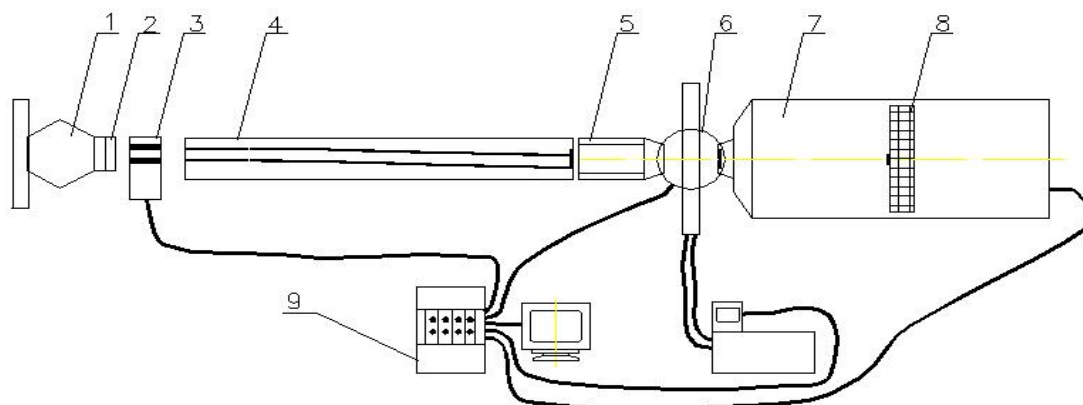


Рис.31. Общий вид малоуглового спектрометра МУРН-С. 1, 2 – зона реактора и замедлитель соответственно, 3- прерыватель, 4 – нейтронород, 5 – коллиматор, 6- окружение образца, 7 – вакуумная труба для детекторов, 8 – детекторы.

Литература

1. В.И.Горделий, А.И.Куклин, Малоугловое рассеяние нейтронов на реакторе ИБР-2, Сообщения ОИЯИ, P13-2002-250.
2. Куклин А.И., Бобарыкина Г.Н., Богдзель А.А., Горделий В.И., Исламов А.Х., Коновалов В.Ю., Рогов А.Д. и Флорек М. Измерение и расчет методом Монте-Карло спектра пучка нейтронов. Параметры пучка малоугловой установки ЮМО на 4-м канале реактора ИБР-2. Препринт ОИЯИ E13-2002-249, Дубна, 2003.
3. А.И. Куклин, А.П. Сиротин, А.С. Кирилов, А.Х. Исламов, Т.Б. Петухова, Н.В. Астахова, П.К. Утробин, Ю.С. Ковалев и В.И.Горделий, Автоматизация и окружение образца модернизированной установки ЮМО. Препринт ОИЯИ P13-2004-77. Дубна, 2004.
4. A.I.Kuklin, A.Kh.Islamov, and V.I.Gordeliy. Two-detector System for Small-Angle Neutron Scattering Instrument, Neutron News, 2005, vol. 16, 3, pp.16-18.
5. Куклин А.И, Исламов А.Х., Ковалев Ю.С., Утробин П.К., Горделий В.И. Оптимизация двухдетекторной системы малоуглового нейтронного спектрометра ЮМО для исследования нанообъектов. Поверхность. 2006, №6, с.74-83.
6. Куклин А.И., Рогов А.Д., Горшкова Ю.Е., Утробин П.К., Ковалев Ю.С., Рогачев А.В., Иванов О.И., Кутузов С.А., Соловьев Д.В., Горделий В.И. Анализ спектров и потоков от криогенных и тепловых замедлителей нейтронов реактора ИБР-2 по результатам моделирования и экспериментов на установке малоуглового рассеяния ЮМО. Письма в ЭЧАЯ, вып.2, 2011, стр.200-217.
7. A.I.Kuklin, D.V.Soloviov, A.V.Rogachev, P.K.Utrobina, Yu.S. Kovalev, M.Balasoivu, O.I.Ivankov, A.P. Sirotnin, T.N.Murugova, T.B.Petukhova, Yu.E.Gorshkova, R.V.Erhan, S.A.Kutuzov, A.G.Soloviev, V.I. Gordeliy. New opportunities provided by modernized small-angle neutron scattering two-detector system instrument (YuMO). Journal of Physics: Conference Series **291** (2011) 012013, pp.1-7.
8. А.Г.Соловьев, Т.М.Соловьева, А.В.Стадник, А.Х.Исламов и А.И.Куклин. SAS. Программа для первичной обработки спектров малоуглового рассеяния. Версия 2.4. Описание и руководство пользователя. Сообщение ОИЯИ P10-2003-86, Дубна: ОИЯИ, 2003.

5. АННОТАЦИИ ПРОЕКТОВ ОБЩЕГО НАЗНАЧЕНИЯ

Развитие систем сбора данных, систем автоматизации экспериментов и информационно-вычислительной инфраструктуры комплекса спектрометров ИБР-2

Руководители проекта: С.А. Куликов, В.И. Приходько

Развитие систем сбора данных и информационно-вычислительной инфраструктуры имеет ключевое значение для успешной реализации программы научных исследований конденсированных сред на ИЯУ ИБР-2. Совершенствование методики измерений, рост числа управляемых и контролируемых параметров, увеличение количества и усложнение используемых в эксперименте детекторов, повышение требований к точности и быстродействию регистрирующей аппаратуры, необходимость обеспечения удаленного (из любой точки локальной вычислительной сети) управления подсистемами спектрометра и экспериментом в целом выдвинули новые требования к системам сбора и накопления данных и системам автоматизации экспериментов, для выполнения которых потребовались разработка новой линейки унифицированных электронных блоков, модернизация исполнительных механизмов и систем окружения образца, развитие программного комплекса Sonix и модернизация информационно-вычислительной инфраструктуры Лаборатории. Пользовательский режим работы спектрометров ИБР-2 выдвигает дополнительные требования к системам сбора данных, системам автоматизации и компьютерингу: простота освоения и работы, удобный графический интерфейс, доступ к результатам измерений по Интернету и др.

Главными проблемами в создании новых систем сбора данных и систем автоматизации для нейтронных спектрометров являются надежность, стоимость, время разработки и ввода в эксплуатацию, а также возможность быстрой адаптации систем к изменениям требований эксперимента. Адаптируемость имеет принципиальное значение, т.к. обеспечивает необходимую гибкость для выполнения требований будущих экспериментов.

Проект развитие систем сбора данных комплекса спектрометров ИБР-2 и информационно-вычислительной инфраструктуры ЛНФ, подготовленный в 2006 г. и опубликованный в «синей» книге, полностью выполнен. Ниже приведены результаты работ по основным направлениям проекта.

Электроника.

Завершены разработки нового поколения электронных блоков для сбора и накопления данных с массива точечных детекторов (газовые или сцинтилляционные счетчики). В настоящее время новой DAQ-электроникой оснащены все спектрометры ИЯУ ИБР-2. Все указанные DAQ-системы состоят из двух типов блоков — одного цифрового, способного регистрировать и накапливать данные от 1 до 240 точечных детекторных элементов, и нескольких 32-канальных аналоговых блоков, в которых осуществляются прием, дискриминация, преобразование и передача сигналов от предусилителей детекторов в цифровой блок **MPD-32**. В аналоговом блоке осуществляется также переход от разъемов LEMO на ленточный кабель. Архитектура блока МПД показана на **Рис. 32**.

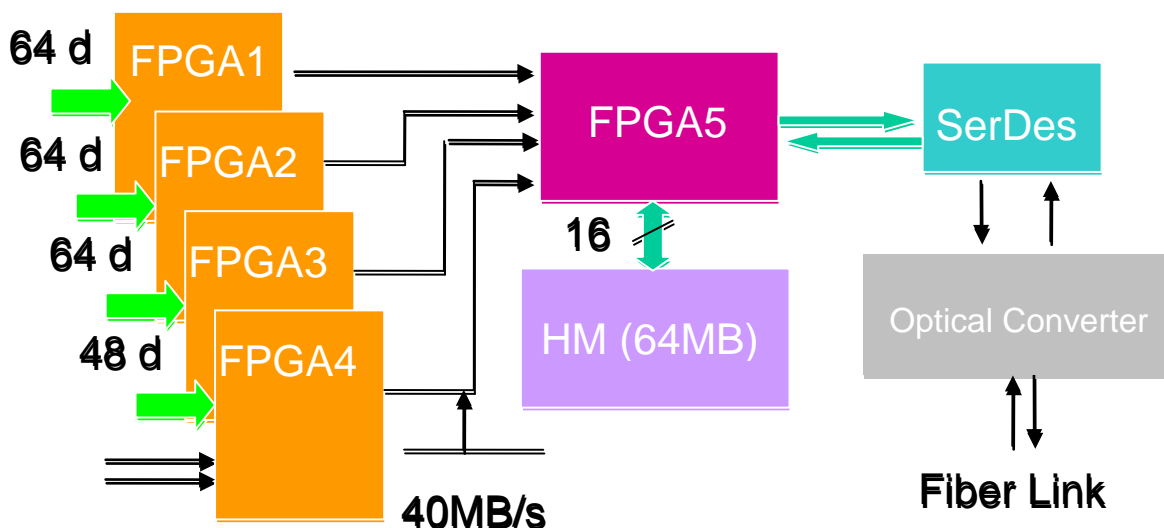


Рис.32. Архитектура блока МПД

Электроника блоков MPD унифицирована, специфические особенности каждого спектрометра учитываются при программировании FPGA. Основные параметры блоков МПД:

- Частота временной дискретизации всех сигналов (детекторные, старт реактора и др.) – программируемая (максимум 62,5 МГц);
- Максимальное число детекторных элементов – 240;
- Максимальная скорость регистрации - $8 \cdot 10^6$ соб./сек.;
- Внутренняя гистограммная память блока накопления - 64 Мбайта;
- Максимальная задержка начала регистрации относительно вспышки реактора - 0,268 сек (программируется, квант времени - 16нсек); с такой же точностью программируются ширина канала для гистограммной памяти и величина временного окна, в котором регистрируются нейтроны;
- В блоки MPD встроен тестовый генератор, имитирующий работу системы накопления данных;
- Передача данных между электроникой сбора данных и портом USB 2.0 компьютера осуществляется через интерфейсный блок по последовательной волоконно-оптической линии связи (скорость передачи данных – 1.25 Гбит/сек., максимальная удаленность компьютера – до 100м);
- Имеется 16-канальная версия блока MPD, в котором печатные платы с аналоговой и цифровой электроникой смонтированы в едином каркасе. Блок MPD-16 предназначен для спектрометров с числом детекторных элементов не более 16. Блоки MPD-32 и MPD-16 программно совместимы.
- Блоки MPD устанавливаются в стандартные крейты NIM, при этом из крейта берется только электропитание, а магистраль не используется.



Рис.33. Блок МРД

Для сбора и накопления данных с одно- и двухкоординатных позиционно-чувствительных детекторов на основе многопроволочных пропорциональных камер со считыванием информации с линий задержки используются два типа унифицированных электронных блоков нового поколения **De-Li-DAQ-1** и **De-Li-DAQ-2**.

Блок **De-Li-DAQ-1** разработан совместно с HZB, Берлин. Он построен на основе цифровых сигнальных процессоров и программируемых логических матриц (FPGA), что позволило реализовать широкие функциональные возможности и достаточно сложные алгоритмы отбора и предварительной обработки событий. Блок имеет внутреннюю гистограммную память емкостью 256 Мбайт и обеспечивает скорость регистрации до 10^5 соб./сек. К настоящему времени изготовлено около 50 блоков DAQ, которые вместе с разработанными в ЛНФ ПЧД используются на спектрометрах ИБР-2, в ИЯФ (Ржеж, Чехия) и в ряде российских нейтронных центров (ИФМ УрО РАН, Екатеринбург, РИЦ «Курчатовский институт», Москва и Филиал НИФХИ, Обнинск), а также в HZB с детекторами других производителей. Блок (**Рис. 34**) устанавливается в свободный слот персонального компьютера, подключается к PC через PCI интерфейс и работает под управлением ОС Windows.

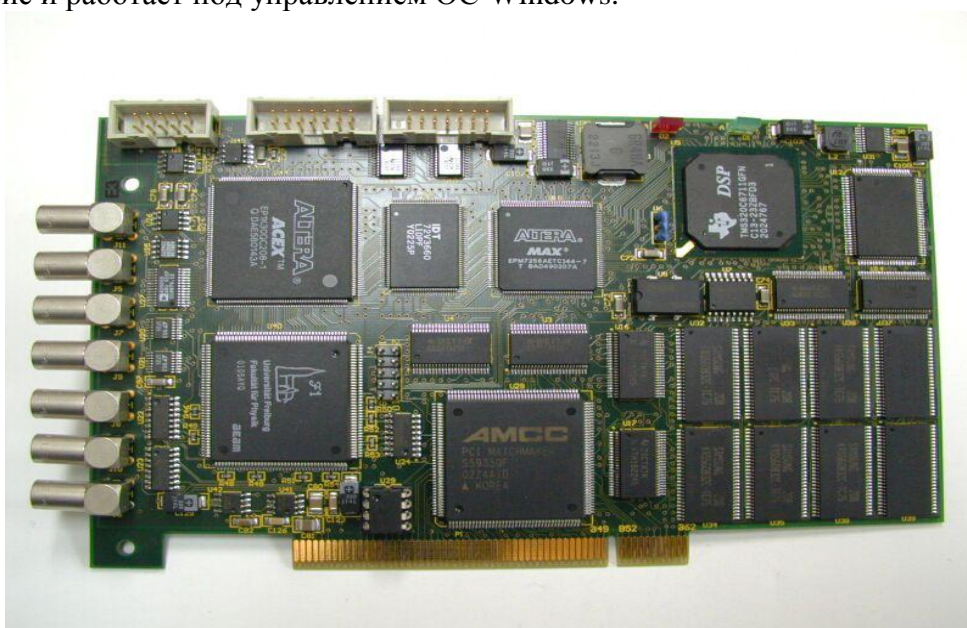


Рис.34. Блок De-Li-DAQ-1

Новый блок **De-Li-DAQ-2** включает в себя интегральный преобразователь время-код (TDC-GPX) с временным разрешением 80псек, программируемую логическую матрицу (FPGA – Field Programmable Gate Array), содержащую порядка 6К логических элементов, гистограммную память емкостью 1Гбайт, которая позволяет накапливать 3-мерные спектры X-Y-TOF размером 512x512x1024 32-разрядных слов, и высокоскоростной интерфейс с оптической линией связи к персональному компьютеру. Блок смонтирован на шестислойной печатной плате конструктива NIM, оптические приемо-передатчики и преобразователи кодов (параллельного кода в последовательный и наоборот) размещены на дочерней плате (мезонине), что в принципе позволяет использовать различные типы интерфейсов, не меняя схемотехнику самого блока (**Рис. 35**). Связь с PC осуществляются через интерфейс USB2.0. Блок обеспечивает скорость регистрации более 10^6 соб./сек.



Рис.35. Блок *De-Li-DAQ-2*

Так же как и **MPD**, оба блока **De-Li-DAQ** обеспечивают сбор и накопление данных в двух основных режимах: режим гистограммирования (on-line сортировка и накопление спектров в памяти блока) и списочный режим (list mode), в котором сырые данные накапливаются непосредственно на диске компьютера. В последнем случае с целью контроля эксперимента в блоках параллельно выполняется гистограммирование всех или заданной части регистрируемых событий.

Таким образом, системы сбора данных практически всех спектрометров ИБР-2 состоят из 1-2 базовых блоков, один из которых обрабатывает и накапливает данные с одно- и двух координатных ПЧД, а другой – с массива точечных детекторов. С точки зрения hardware базовые блоки идентичны; задание всех параметров, режимов и алгоритмов работы, специфичных для конкретного спектрометра, реализовано на уровне микропрограмм, которые хранятся и выполняются в FPGA соответствующего блока под управлением PC.

На основе блоков **MPD** для фурье-дифрактометров разработан list-mode анализатор, для которого создано специализированное программное обеспечение, находящееся в стадии отладки. Эти же блоки используются для накопления множества гистограмм в коротких интервалах времени для изучения в конденсированных средах переходных процессов в реальном времени (спектрометр ДН-2/RTD).

Программное обеспечение систем сбора данных базируется на разработанном в ЛНФ управляющем комплексе Sonix + с операционной системой Windows.

Следует отметить, что описанные выше DAQ-блоки являются только частью электроники систем сбора данных, с которой непосредственно работают физики. В течение последнего времени была модернизирована примерно половина аналоговой электроники, которая, как

правило, от них “скрыта” – это предусилители, формирователи, дискриминаторы, источники питания, кабели, разъемы и т.п. для нескольких сот измерительных каналов.

Системы контроля и управления исполнительными механизмами, оборудованием окружения образца и прерывателями спектрометров.

За отчетный период разработаны, изготовлены и отлажены **системы управления прерывателями** на базе частотных электроприводов серии VFAS1 фирмы Toshiba для дискового фонового прерывателя и трех барабанных λ - прерывателей спектрометров ЭПСИЛОН, СКАТ и НЕРА-ПР. Электропривод имеет встроенный микропроцессор, который реализует алгоритм управления по скорости вращения и по моменту на валу двигателя. На оси двигателя устанавливается инкрементный магнитный кодирующий датчик для измерения скорости и ускорения диска и формирования сигнала, несущего информацию об открытом состоянии прерывателя. Используемый контроллер фазировки СС-07 позволяет регулировать фазу положения окна диска (барабана) прерывателя относительно старта реактора. Проведены измерения характеристик прерывателей в режиме стабилизации фазы, полученные результаты соответствуют проектным значениям. Аналогичная система управления была создана и введена в эксплуатацию для барабанного прерывателя спектрометра ГРЕЙНС.

Проведены испытания в режиме стабилизации фазы прерывателей 4 и 8 каналов с частотными приводами фирмы TOSHIBA. Испытаны в кольцевом коридоре на каналах 6-а и 6-б изготовленные в НПО «АТОМ» барабанные прерыватели на базе двигателей постоянного тока. Точность стабилизации фазы составила 25-50 мкс.

Проведенные испытания показали возможность использования частотных приводов VFAS1 и систем управления для замены устаревших ЭКТ 2 на прерывателях других спектрометров ИБР-2, где эти работы или уже выполнены, или находятся в стадии выполнения.

Выполнена разработка **системы контроля прерывателей**, основанной на микроконтроллерах с CAN интерфейсом. В результате, контроль каждого прерывателя осуществляется управляющим компьютером соответствующего спектрометра. Контроллер управления прерывателем подключается к шине CAN и к РС через преобразователь «USB-to-CAN compact».

Разработан и реализован проект модернизации системы управления гониометром и платформой с детектором на спектрометре РЕМУР. В рамках данного проекта предложены структурные схемы унифицированной системы управления шаговыми двигателями и системы сбора данных с датчиков, которые могут быть использованы при модернизации систем управления исполнительными механизмами и на других спектрометрах.

В настоящее время системы окружения образца и системы управления модернизированы на 10 спектрометрах из 13. Основными особенностями новых систем являются:

- построение всех систем по единой схеме;
- выполнение систем контроля и управления спектрометра в виде независимого модуля, подключенного к РС через интерфейс USB;
- вынос системы управления к образцу через оптический удлинитель USB;
- унификация основных элементов системы (датчиков, двигателей, контроллеров управления перемещением, температурных контроллеров и т.п.) и их интерфейсов;
- ориентация на использование промышленного оборудования.

В качестве примера на **Рис.36** приведена структурная схема системы управления и контроля спектрометра ЮМО после модернизации.

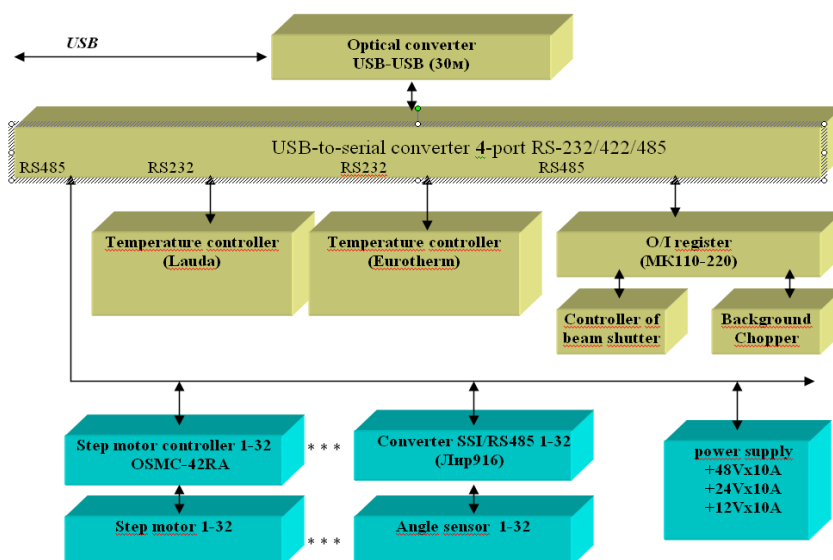


Рис.36. Структурная схема системы управления и контроля спектрометра ЮМО

По такой же схеме в 2013 г. была выполнена модернизация систем автоматизации для *Фурье-дифрактометров*: *ФДВР* (6 каналов управления) и *ФСД* (12 каналов), а также создана новая система для спектрометра *ГРЕЙНС* (26 каналов). У образца устанавливается 19-дюймовый крейт высотой 3U с контроллерами шаговых двигателей, число которых равно числу каналов управления. В таком же крейте у РС размещается адаптер USB-RS485 AC4 (фирмы ОВЕН), обеспечивающий связь РС с контроллерами шаговых двигателей. Каждый из контроллеров имеет свой адрес на линии RS485. Возможность одновременного движения шаговых двигателей задается управляющей программой и ограничена только мощностью соответствующего источника питания.

Комплект устройств связи с объектом контролирует состояние шибера и прерывателя и управляет через контроллеры OSM-42RA-3U гониометрами и сканерами Huber (**Рис.37**), диафрагмами (**Рис.38**), поляризаторами, коллиматорами и другими устройствами. Имеется возможность подключения до 8 таких устройств с интерфейсами RS 232/422/485.



Рис.37. Гониометр и сканер Huber на дифрактометре ФСД



Рис.38. Регулируемая диафрагма нейтронного пучка дифрактометра RTD

Введена в эксплуатацию система контроля и управления на криогенном замедлителе КЗ-202 реактора ИБР-2, которая позволяют техническому персоналу контролировать основные параметры замедлителя: уровень гелия в газгольдере, скорость вращения вала вентилятора, расход гелия и температуру, вакуум в трубопроводах, движение шариков при загрузке трубопровода и др. Датчики температуры и вакуума распределены по всей установке КЗ. Разработана также система аварийного контроля КЗ, которая следит за циркуляцией гелия в системе и расходом гелия в трубопроводе. Электроника контроля при превышении допустимых значений этих параметров подает на пульт реактора ИБР-2 сигнал для принятия решения о снижении мощности реактора.

Программное обеспечение.

По данному направлению выполнены следующие основные работы:

1. Системы управления всех спектрометров ИЯУ ИБР-2 модернизированы с заменой управляющего компьютера в стандарте VME (операционная система Os9) на PC с ОС Windows XP, а позднее Windows 7. При этом, использующийся ранее управляющий программный комплекс Sonix, заменен на Sonix+, адаптированный к измененному в ходе модернизации составу оборудования спектрометров (новые детекторы, исполнительные механизмы, системы окружения образца, цифровая электроника).
2. Значительно расширены возможности программного инструментального комплекса Sonix+:
 - Добавлены новые модули для управления всеми контроллерами, разработанными в ЛНФ (MPD, De-Li-DAQ-2) или приобретенными на коммерческой основе (для управления шаговыми двигателями, гониометрами, нагрузочными машинами, нагревателями, рефрижераторами, высоковольтными источниками питания и т.д.), которые используются в составе оборудования спектрометров. Для DAQ-контроллеров помимо режима гистограммирования, реализован режим накопления "сырых" данных.
 - Разработан и внедрен новый, более простой и удобный унифицированный графический интерфейс (GUI), включающий как управление экспериментом, так и визуализацию данных со всех используемых детекторов (точечные детекторы, 1D и 2D ПЧД). Новый GUI создан на основе PyQt и библиотеки matplotlib.
 - Предложен общий подход к созданию программ юстировки (настройки) спектрометров. На основе этого подхода были разработаны и внедрены программы на рефлектометрах (Ремур, Рефлекс, Грейнс), а также спектрометрах Юмо и Эпсилон. Одна из версий программы используется на спектрометрах Дн-6 и Дн-12 в качестве пользовательского интерфейса для управления экспериментом.
 - Предложен подход к созданию программ ведения рабочего журнала измерений. Создан первый вариант, который успешно эксплуатируется на спектрометре ЮМО.
 - Выполнен перевод всех компонентов Sonix+ под Microsoft Visual Studio 2008 и версию языка Python 2.6.

3. Радикально переработана с учетом пожеланий пользователей и повышения требований по надежности система удаленного слежения за экспериментом WebSonix. Существенно дополнен справочный раздел на русском и английском языках.

4. Начата практическая эксплуатация центрального файл-сервера ЛНФ, пока для некоторых спектрометров в проверочном режиме.

На Рис. 39 – 42 приведено несколько иллюстраций.

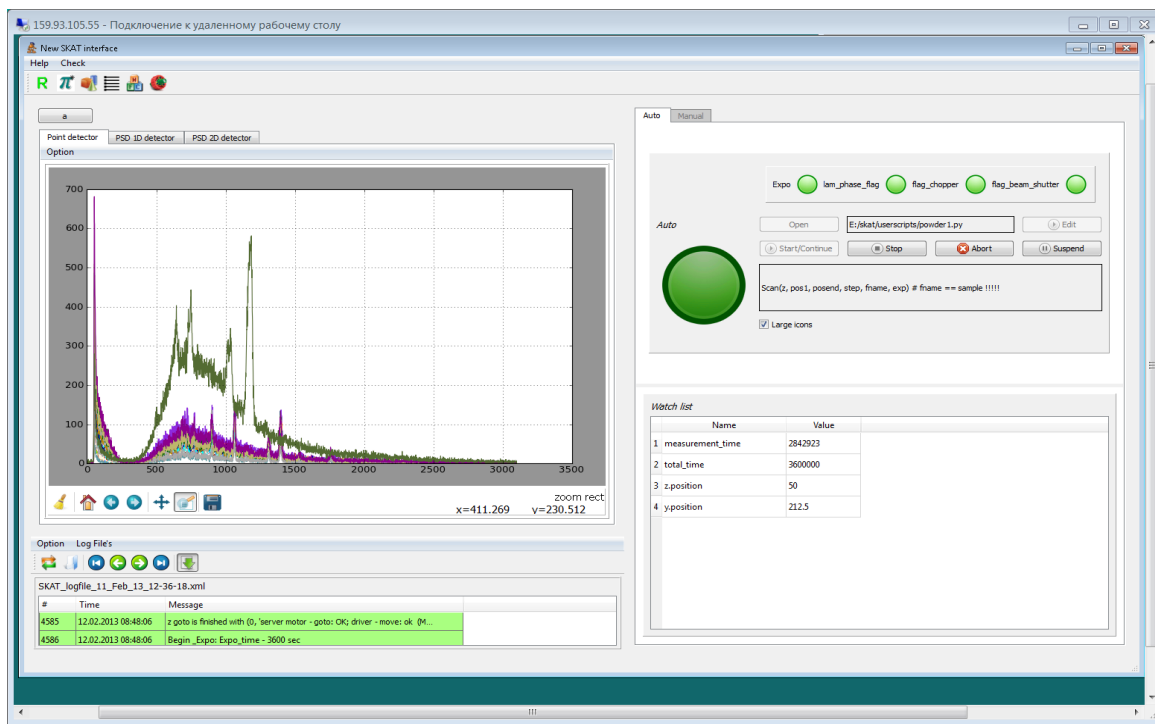


Рис.39. Новый GUI на спектрометре SKAT

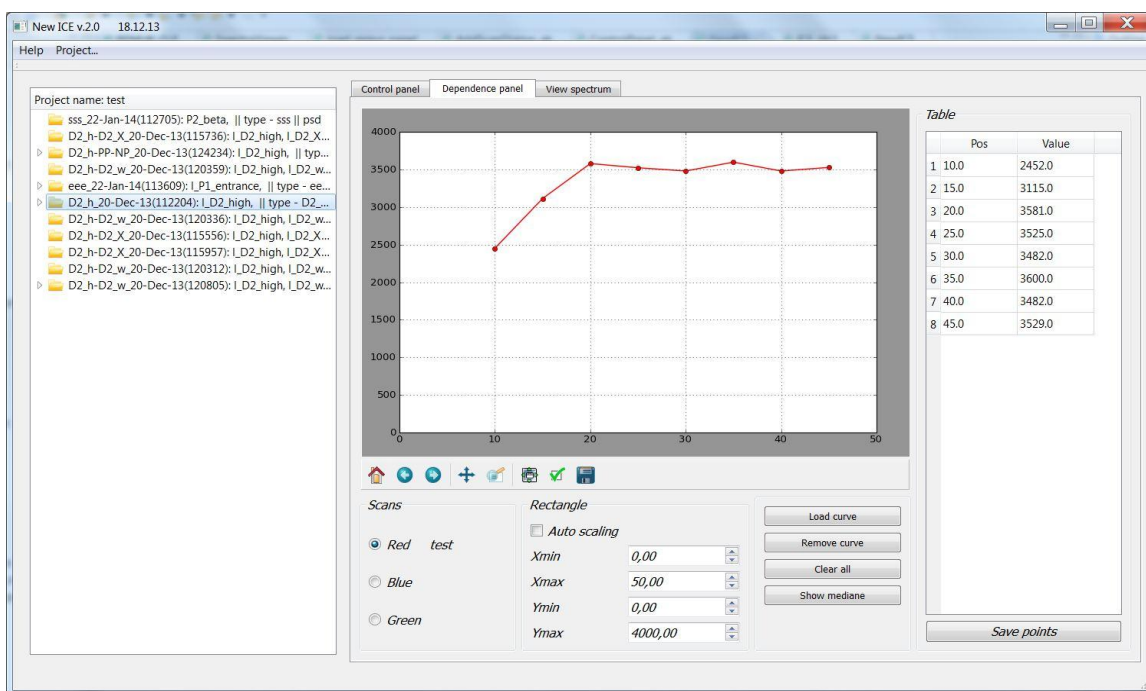


Рис.40. Программа юстировки. Визуализация данных одномерного сканирования на спектрометре РЕМУР

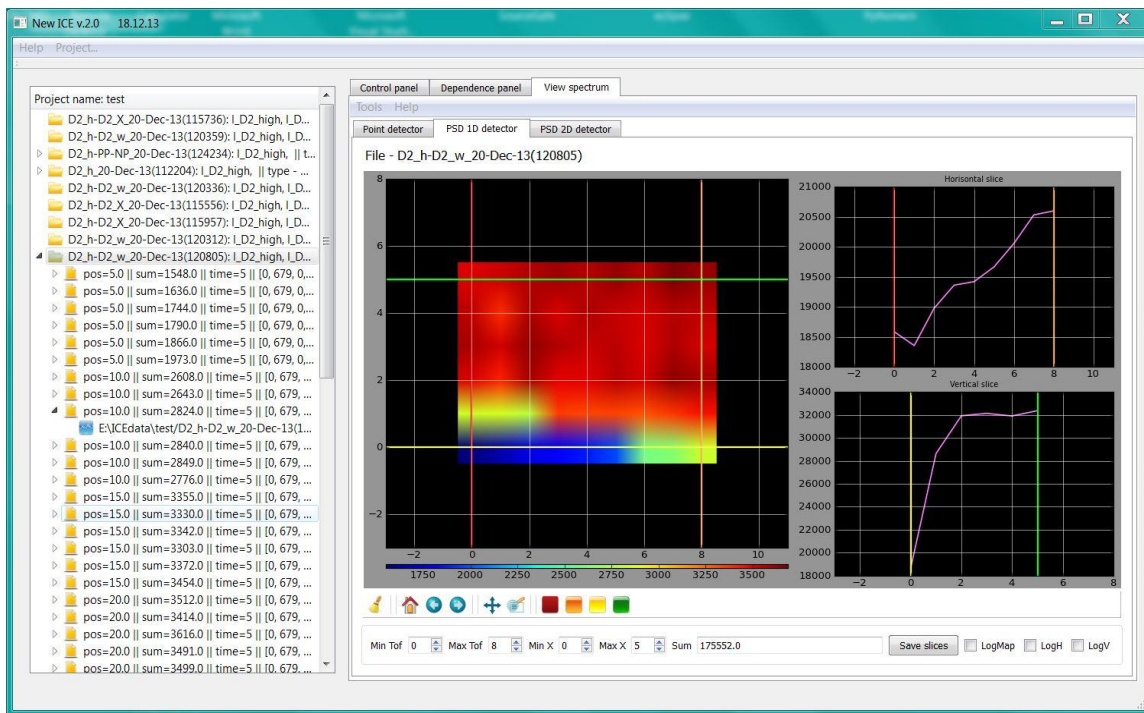


Рис.41. Программа юстировки. Визуализация данных двумерного сканирования на спектрометре РЕМУР

Локальная вычислительная сеть.

Главная задача развития ЛВС — обеспечение возможности работы конечных пользователей на скорости до 1 Гбит/сек в основных сегментах сети (здания 42,42а,43(IREN),44,117, 119) — успешно выполнена. Обеспечена бесперебойная работа всего сетевого оборудования как на спектрометрах ИБР-2, так и в офисах персонала ЛНФ.

В соответствии со стратегией развития вычислительной сети ОИЯИ в магистральных каналах сети ЛНФ осуществлён переход, на скорость 10 Гбит/сек. Для выполнения данной задачи была произведена замена коммутационного оборудования 3-го и 2-го уровней в основных сегментах сети ЛНФ. Логическая схема сети ЛНФ показана на **Рис.42**.

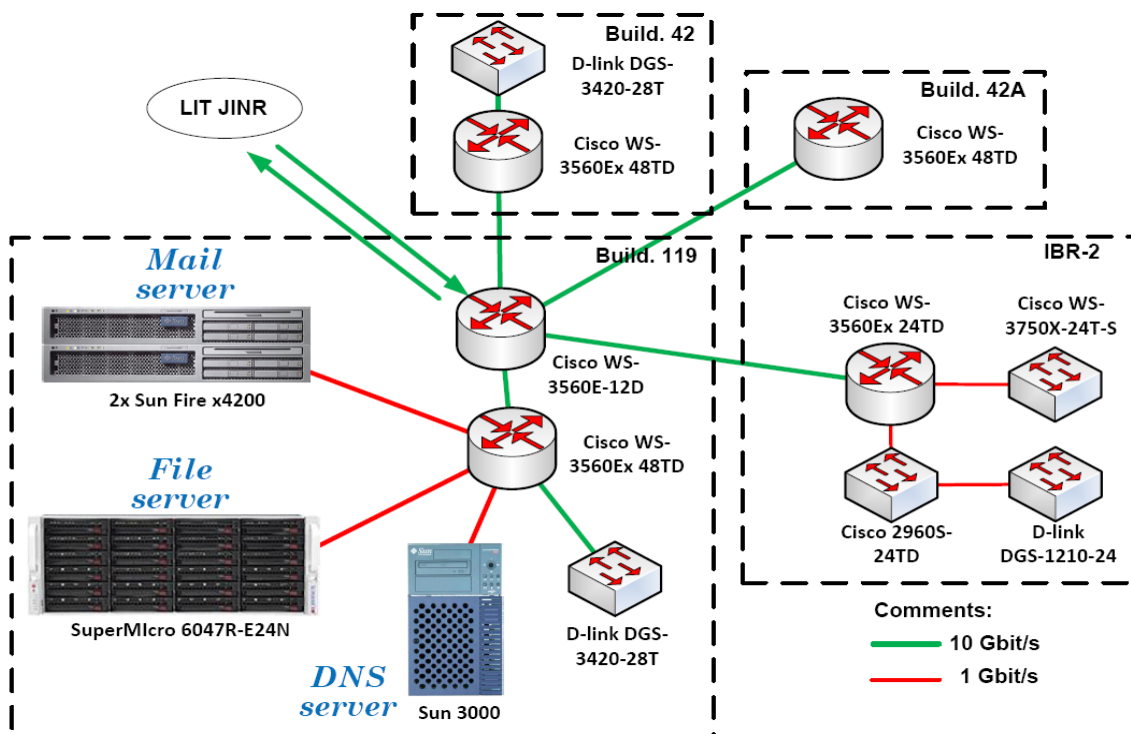


Рис.42. Логическая схема сети ЛИФ

Завершено создание сети WiFi в основных зданиях Лаборатории и экспериментальных залах ИБР-2. В качестве точек доступа используются маршрутизаторы D-link DW-360AP и Ubiquiti UniFi AP. На данный момент работает 21 беспроводная точка доступа к сети интернет.

Успешно выполняются работы по замене оборудования центральных и специализированных серверов. Установлен, сконфигурирован и сдан в опытную эксплуатацию файловый сервер (Рис.43) на базе серверной платформы Supermicro DP SSG-6047R-E1R24N со следующими техническими характеристиками :

процессор — 2x Intel(R) Xeon(R) CPU E5-2637 0 @ 3.00GHz;

оперативная память — 32 GByte;

жёсткие диски — 2x 500GByte и 24x 3 TByte.

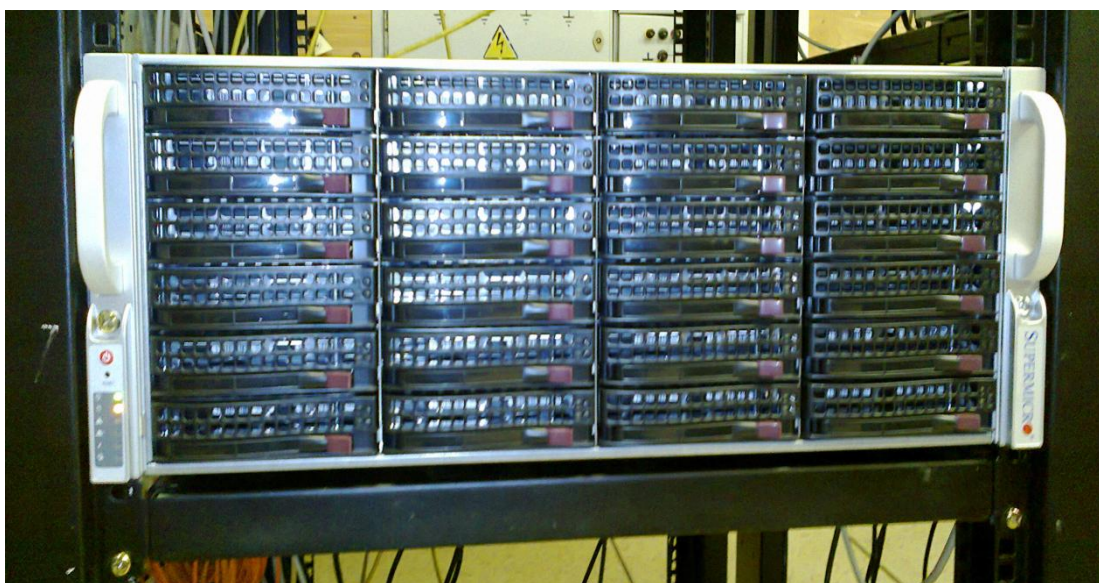


Рис.43. Новый файловый сервер

В качестве операционной системы выбрана свободная в распространении **Freebsd 9.1**, зарекомендовавшая себя в пользовательской среде как наиболее отказоустойчивая и производительная ОС. Важной её особенностью является поддержка файловой системы ZFS, которая обеспечивает реализацию программного RAID-массива на основе HBA адаптера. Данная файловая система является журналируемой и обладает технологией snapshots, обеспечивающей возможность фиксации мгновенного состояния процесса, что увеличивает вероятность восстановления потерянных данных. Файловая система сохраняет работоспособность при потере до 2-х дисков. Основное назначение данного сервера — сбор и хранение экспериментальных данных.

Приобретён и сдан в опытную эксплуатацию вычислительный сервер с операционной системой Linux на базе серверной платформы Supermicro SYS-6017R-TDAF с двумя CPU Intel Xeon и дисковой памятью 16 TByte. В ближайшее время этот сервер заменит устаревший Enterprise– 3000. Обновлено также оборудование почтовых и веб-серверов.

Для обеспечения надёжного питания серверов и коммутирующей аппаратуры ЛВС установлен источник бесперебойного питания Symmetra LX SYA12K16RM-SD мощностью 12кВт.

Основные задачи на 2015–2017 г.г.:

I. Электроника:

1. Повышение быстродействия систем сбора и накопления данных: разработка интерфейсного модуля USB-3.0 для MPD и De-Li-DAQ-2; развитие firmware программ для конкретных спектрометров и оснащение спектрометров ИБР-2 новыми интерфейсами.
2. Разработка и внедрение аналоговых и цифровых электронных блоков для новых детекторов.

II. Системы контроля и управления исполнительными механизмами, оборудованием окружения образца и прерывателями спектрометров:

1. Продолжение работ по модернизации систем управления исполнительными механизмами (совершенствование или замена существующих механизмов, внедрение новых; увеличение количества каналов управления; применение современных контроллеров; включение в системы управления датчиков положения и др.)
2. Развитие систем контроля и управления прерывателями (завершение оснащения прерывателей спектрометров новыми контроллерами фазировки и разработка их программного обеспечения ; совершенствование или замена существующих механизмов прерывателей, внедрение новых; разработка датчика оборота прерывателя на базе современных энкодеров; - модернизация прерывателей на базе двигателей постоянного тока; обеспечение контроля прерывателей из программы управления экспериментом).
3. Совершенствование систем контроля физической установки (расширение номенклатуры применяемых датчиков в составе существующих спектрометров и обеспечение связи датчиков с РС; оснащение новых спектрометров системами контроля состояния шиберов, прерывателей и другого оборудования).
4. Модернизация систем регулирования температуры (оснащение спектрометров современными регуляторами и постепенная замена применяемых в настоящее время регуляторов «Евротерм»; установка датчиков температуры; модернизация электроники мощных нагревателей).

III. Программное обеспечение:

1. Сопровождение программного комплекса Sonix+ в системах управления спектрометрами, развитие набора управляющих модулей для поддержки новых устройств.
2. Подключение всех спектрометров к системе удаленного слежения и управления Web Sonix.
3. Разработка программных средств для работы с централизованным архивом измерений (спектры, протоколы) и подключение спектрометров к этому архиву.

IV. Локальная вычислительная сеть:

1. Участие в проекте ЛИТ "облачные" вычисления: приобретение и инсталляция необходимого оборудования и программного обеспечения, создание облачного полигона "нейтронная физика", проведение вычислений с использованием **IaaS** (Infrastructure as a Service) и **SaaS** (Software as a Service) сервисов.
2. Развитие сетевой инфраструктуры ЛНФ в соответствии со стратегией развития вычислительной сети ОИЯИ.

6. ЗАПРАШИВАЕМОЕ ФИНАНСОВОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ПО ПРОЕКТАМ

В таблицах ниже приведены стоимость (в к\$) и желательные сроки изготовления (приобретения) некоторых узлов спектрометров и оборудования, необходимых для реализации проектов представленных в Разделах 2 – 5 Сборника.

Фурье-дифрактометр высокого разрешения ФДВР

Таблица 1.

Наименование	Стоимость, к\$	Сроки реализации	Примечание
Фурье-прерыватель	140	2015	Полный комплект
Зеркальный нейтроновод	230	2016	Полный комплект
Детектор обратного рассеяния	600	2017	Изготовление в ЛНФ
2D детектор	60	2015	Изготовление в ЛНФ
Рефрижератор	60	2015	Покупные изделия
Инфраструктура	50	2015-2017	Покупные изделия и работа по установке
ИТОГО: 1140 к\$			

Фурье-стресс дифрактометр ФСД

Таблица 2.

Наименование	Стоимость, к\$	Сроки реализации	Примечание
Детекторы ASTRA на основе ZnS	96	2015-16	Полный комплект
Изготовление радиальных коллиматоров для 90°-детекторов	84	2015-16	Заказ
Новый BS-детектор на основе ZnS	600	2016-19	Заказ
Разработка и изготовление нового фурье-прерывателя	280	2016-19	Заказ
Устройство перемещения фурье-прерывателя	10	2016-19	Заказ
Новая версия электроники корреляционного анализа "list mode"	18	2015-16	Изготовление в ЛНФ
Разработка ПО для реконструкции спектров из "сырых" данных "list mode" анализатора	20	2015-16	Заказ
CCD камера	22	2015-16	Заказ
Монитор нейтронного пучка	3	2016	Изготовление в ЛНФ
Диафрагма с переменной апертурой	5	2016	Заказ
ИТОГО: 1 138 к\$			

Комплекс дифрактометров ЭПСИЛОН-МДС и СКАТ

Таблица 3.

Наименование	Стоимость, к\$	Сроки реализации	Примечание
Detector components (2D detectors)	160	2014-2016	purchase
Loading machine with a system of temperature variation	50	2014-2015	purchase and manufacture
Pore pressure stress coupling device	60	2015	purchase
Ultrasonic pulse generator	10	2015	purchase
Acoustic signal preprocessor	15	2015	purchase
ИТОГО:	295 к\$		

Спектрометр малоуглового рассеяния нейтронов ЮМО

Таблица 4.

Наименование	Стоимость, к\$	Сроки реализации	Примечание
ПЧД (разработанный первый)	30	2015	Доработка детектора и инсталляция на пучке
ПЧД (второй)	280	2016–2018	Полный комплект
Прерыватель	45	2016	Покупка и изготовление в ЛНФ
Детекторы (прямого пучка) и коллимационная система	80	2016	Покупка и изготовление
Электроника и вычислительная техника	35	2015 –2016	Покупка
Окружение образца	155	2015–2018	Покупка и изготовление
ИТОГО:	625 к\$		

Спектрометр обратной геометрии НЕРА с возможностью одновременного исследования структуры и динамики образцов

Таблица 5.

Наименование	Стоимость, к\$	Сроки реализации	Примечание
Модернизация нейтроновода пучка 76: 1 –суперзеркальный концентратор пучка перед образцом (10 м)	75	2015/2017 гг..	Покупка
создание новых держателей и системы юстировки кристаллов-анализаторов	50	2015/2017 гг..	Изготовление в ЛНФ (Совместно с НЭОКС)
Детекторная система	150	2015/2017 гг..	Покупка и изготовление в ЛНФ
Дополнительные блоки электроники для юстировки кристаллических анализаторов энергии нейтронов	30	2015/2017 гг..	Покупка и изготовление в ЛНФ
Автоматизация охлаждения Ве фильтров	50	2015/2017 гг..	Покупка или изготовление в ЛНФ
Кристаллы-анализаторы (пирографит)	50	2015/2017 гг..	Покупка и изготовление в ЛНФ
ИТОГО:	405 к\$		

Спектрометр неупругого рассеяния ДИН-2ПИ

Таблица 6.

Наименование	Стоимость, к\$	Сроки реализации	Примечание
Замена системы откачки камеры образца на безмасляную	30	2014	Покупка и установка ГНЦ РФ-ФЭИ
Замена набора роторов основного прерывателя	50	2015	Изготовление и установка ГНЦ РФ-ФЭИ
Расширение области малых углов рассеяния	50	2016	Изготовление и установка ГНЦ РФ-ФЭИ
Рефрижератор растворения ^3He в ^4He на основе пульсационной трубы Cryomech PT 407, $T_{\min}=50$ mK	100	2018	Покупка основных узлов и изготовление
ИТОГО:	230 к\$		

Нейтронный дифрактометр ДН-6 для исследования микрообразцов при высоком давлении

Таблица 7.

Наименование	Стоимость, k\$	Сроки реализации	Примечание
Детекторы нейтронные гелиевые, 100 шт.	50	до 2015 г.	
Камеры высокого давления с алмазными наковальнями	40	до 2016 г.	
Оборудования для подготовки камер высокого давления с алмазными наковальнями к эксперименту: станок для рассверливания гаскеты, газовая зарядка для камер, наборы алмазных наковален, мембранная система.	50	до 2016 г.	
Детекторная система на основе сцинтилляторов ZnS(Li) и электронные компоненты для нее	500	до 2017 г.	
Микроскоп для зарядки сверхмалых образцов в камеру высокого давления	30	до 2015 г.	
ИТОГО:		680 k\$	

Многофункциональный нейтронный рефлектометр GRAINS с горизонтальной плоскостью образца

Таблица 8.

Наименование	Стоимость, k\$	Сроки реализации	Примечание
Спин-флиппер	50 k\$	2015 г.	
Широкоугольный поляризатор	150 k\$	2015 г.	
Магнитная система	200 k\$	2016-2017 гг.	
Элементы системы окружения образца	100 k\$	2016-2017 гг.	
ИТОГО:		300 k\$	

Спектрометр Нейтронов для Ядерно-Физических Исследований СНЯФИ

Таблица 9.

Наименование	Стоимость, к\$	Сроки реализации	Примечание
Обновление вакуумного оборудования нейтроновода	5	2014	Покупка, монтаж - ЛНФ
Укомплектование спектрометра измерительным павильоном	10	2014	Покупка, монтаж - ЛНФ
РС, терабайтный накопитель, источник бесперебойного питания	15	2014	Покупка
Кондиционирование пучкового пространства и измерительного павильона	30	2015	Покупка
Модернизация зеркального нейтроновода	150	2015	Покупка, монтаж - Гатчина
Двухкоординатный ПЧД	100	2015	Покупка
ИТОГО: 310 к\$			

Спектрометр с поляризованной мишенью КОЛХИДА

Таблица 10.

Наименование	Стоимость, к\$	Сроки реализации	Примечание
Вакуумные насосы для циркуляции ^3He	75	2007	полный комплект
Измеритель сверхнизких температур с температурным датчиком	10	2006	полный комплект
Источник питания сверхпроводящего соленоида	10	2006	полный комплект
Многощелевой поляризатор	20	2006	покупка
ПЧД $l \approx 50\text{см}$, $\Delta X \approx 0,5\text{см}$	30	2006	покупка или изготовление в ЛНФ
Гониометрическое устройство с дистанционным управлением	10	2010	проектирование и изготовление
Рефрижератор, $T_{\text{min}}=3\text{ К}$	45	2009	покупка
Монохроматор Cu_2MnAl_3	10	2010	покупка
ИТОГО: 210 к\$			

Дифрактометр RTD для исследований переходных процессов в реальном времени

Таблица 11.

Наименование	Стоимость, к\$	Сроки реализации	Примечание
Нейтронород суперзеркальный с фокусировкой в двух плоскостях	300	2018	Покупка
Координатный стол X-Y	15	2015	Покупка
Координатный стол с 2-мя осями качания	15	2015	Покупка
Высокотемпературная печь на 1800°C	70	2016	Покупка
Сцинтилляционный 90° ZnS детектор нейтронов с аналоговой электроникой	300	2019	Покупка
Изготовление радиальных коллиматоров на детекторы ZnS(Ag)	80	2019	Покупка
Модернизация электроники и программного обеспечения	30	2019	Заказ
Трёхкружный гониометр Huber с рефрижератором до 4°K	120	2017	Покупка
Компактная печь для трёхкружного гониометр Huber	30	2017	Покупка
Рефрижератор с шахтным доступом к месту образца на температуры 8 – 290 К.	70	2018	Покупка
Электрохимическая ячейка с возможностью пропускания электрического тока через образец (до 10 А) на диапазон температур 20 – 900°C	20	2015	Заказ
Криостат с возможностью создания магнитного поля на образце.	100	2018	Покупка
ИТОГО:	1150 к\$		

Разработка спин – эхо малоуглового спектрометра на базе рефлектометра с поляризованными нейтронами РЕФЛЕКС

Таблица 12.

Наименование	Стоимость, к\$	Сроки реализации	Примечание
Нейтронород, изготовление и монтаж	100	2014-	
Поляризатор	30	2015	
Управляемые диафрагмы	30	2014	
Спиновые ротаторы	20	2015	
Камеры нулевого поля	+	2014	
Электроника	15	2014/15	
Монтаж и начало измерений		2015	
ИТОГО:	195 к\$		

Изотопно-идентификационная рефлектометрия нейтронов (ИИРН) на спектрометре поляризованных нейтронов РЕМУР

Таблица 13.

Наименование	Стоимость, к\$	Сроки реализации	Примечание
HPGe детектор гамма-квантов с энергетическим разрешением $\Delta E \leq 2\text{keV}$ 25% эфф 100% эфф	45 к\$ 100 к\$	2015 г.	Покупка
Сцинтилляционные детекторы на основе NaI-кристаллов с объемом около 1200 см ³ каждый и энергетическим разрешением $\sim(8-10)\%$ в количестве 6-ти штук	30 к\$	2016 г.	Проектирование и закупка
Спектрометрическая система накопления данных на основе оцифровщика форм импульсов с частотой оцифровки 100-200 МГц на 16 каналов, включающая пакет программ для on-line и off-line обработки накопленной информации	35к\$	2016 г.	
Многоканальный блок питания 12 каналов - а. 1 канал для HPGe -до 5kV, б. 6 каналов для сцинтилляционных детекторов – до 2 kV, в. 4 канала для ионизационной камеры с He-3 – до 5 kV , г. корзина питания блоков электроники NIM	10 к\$	2016 г.	Проектирование и закупка
Блок образца с комбинированной защитой от нейтронного и гамма фона а) Свинец б) Медь в) Кадмий г) Борированный полиэтилен	25 к\$	2017 г.	
Иониз. камера(ИК),($\Delta E=50\text{keV}$ и эфф. 100%) с системой позиционирования и регулировки давления газа	20 к\$	2017 г.	
Коллиматор нейтронов для гамма-канала с поступательным и вращательным столиками	30 к\$	2017 г.	Изготовление
Образцы для аттестации	5 к\$		Изготовление
Прерыватель пучка	15 к\$		
ИТОГО:	270 к\$		

Нейтронный спектрометр ДН-12 для исследования микрообразцов при высоком давлении

Таблица 14.

Наименование	Стоимость, k\$	Сроки реализации	Примечание
Детекторная система из модулей с сцинтилляторами на основе ZnS(Li) с блоками электроники	600	до 2017 г.	
Набор сапфировых наковален для камер высокого давления	30	До 2014 г.	
Постоянный магнит на сверхпроводниках с собственной системой охлаждения	300	до 2016 г.	
Специализированный пресс для исследований при одновременном воздействии высоких давлений и температур	400	До 2017 г.	
ИТОГО:		1330 k\$	

Спектрометр для нейтронной радиографии и томографии NRT

Таблица 15.

Наименование	Стоимость, k\$	Сроки реализации	Примечание
CCD-камера с высокой частотой повторяемости кадров	5	2015/2017 гг..	
Программное обеспечение для томографии	15	2015/2017 гг..	
Материалы для создания защиты детектора от нейтронов и рентгеновских лучей	30	2015/2017 гг..	
Время-пролетный ПЧД детектор для регистрации изображений	150	2015/2017 гг..	
ИТОГО:		200 k\$	

Фурье-дифрактометр FSS

Таблица 16.

Наименование	Стоимость, к\$	Сроки реализации	Примечание
90°-детекторы на основе ZnS	96	2016/17	Полный комплект
Радиальных коллиматоры	84	2016/17	Заказ
BS-детектор на основе ZnS	600	2016/19	Заказ
Зеркальный нейтроновод	230	2017/18	Заказ
Разработка и изготовление нового фурье-прерывателя	280	2017/19	Заказ
Устройство перемещения фурье- прерывателя	10	2017/19	Заказ
Новая версия электроники корреляционного анализа "list mode"	18	2015/16	Изготовление в ЛНФ
Гониометр HUBER	80	2016/17	Заказ
Диафрагма с переменной апертурой	5	2017	Заказ
Монитор нейтронного пучка	3	2017	Изготовление в ЛНФ
ИТОГО: 1 406 к\$			

Высокопоточный спектрометр малоуглового рассеяния нейтронов МУРН-С

Таблица 17.

Наименование	Стоимость, к\$	Сроки реализации	Примечание
Нейтроновод	120	2015	Полный комплект, покупка
Прерыватель	55	2016	Покупка или изготовление в ЛНФ
Детекторы	560	2016-2017	Покупка, изготовление
Электроника	55	2016	Покупка
Окружение образца	195	2016/2017	Покупка, изготовление
ИТОГО: 985 к\$			

Развитие систем сбора данных, систем автоматизации экспериментов и информационно-вычислительной инфраструктуры комплекса спектрометров ИБР-2

Таблица 18.

Наименование	Стоимость, к\$	Сроки реализации	Примечание
Электроника и компьютеринг	150	2015/2017 гг..	
Исполнительные механизмы и системы окружения образца	200	2015/2017 гг..	
Оснащение рабочих мест инженеров и программистов	50	2015/2017 гг..	
ИТОГО:	400 к\$		

Сводная таблица запрашиваемого финансирования по проектам

№	спектрометр	название проекта	запрашиваемое финансирование, k\$
1.	ФДВР	Фурье дифрактометр высокого разрешения	1140
2.	ФСД	Фурье стресс дифрактометр	1138
3.	ЭПСИЛОН / СКАТ	Комплекс дифрактометров	295
4.	ЮМО	Спектрометр малоуглового рассеяния нейтронов	625
5.	НЕРА	Спектрометр обратной геометрии с возможностью одновременного исследования структуры и динамики образцов	405
6.	ДИН-2ПИ	Спектрометр неупругого рассеяния	230
7.	ДН-6	Нейтронный дифрактометр для исследования микрообразцов при высоком давлении	680
8.	GRAINS	Многофункциональный нейтронный рефлектометр с горизонтальной плоскостью образца	300
9.	СНЯФИ	Спектрометр Нейтронов для Ядерно-Физических Исследований	310
10.	КОЛХИДА	Спектрометр с поляризованной мишенью	210
11.	RTD	Дифрактометр для исследований переходных процессов в реальном времени	1150
12.	РЕФЛЕКС	Разработка спин – эхо малоуглового спектрометра на базе рефлектометра с поляризованными нейтронами	195
13.	РЕМУР	Изотопно-идентификационная рефлектометрия нейтронов (ИИРН) на спектрометре поляризованных нейтронов	270
14.	ДН-12	Нейтронный спектрометр для исследования микрообразцов при высоком давлении	1 330
15.	NRT	Спектрометр для нейтронной радиографии и томографии	200
16.	FSS	Фурье-дифрактометр	1406
17.	МУРН-С	Высокопоточный спектрометр малоуглового рассеяния нейтронов	985
18.	комплекс спектрометров ИБР-2	Развитие систем сбора данных, систем автоматизации экспериментов и информационно-вычислительной инфраструктуры комплекса спектрометров ИБР-2	400

ИТОГО: 11269 k\$