

Текущий статус дифрактометра для исследований при высоких давлениях ДН-6

Е.В. Лукин, С.Е. Кичанов, Д.П. Козленко, Б.Н.
Савенко



Объединенный институт ядерных исследований
Лаборатория нейтронной физики им. Франка

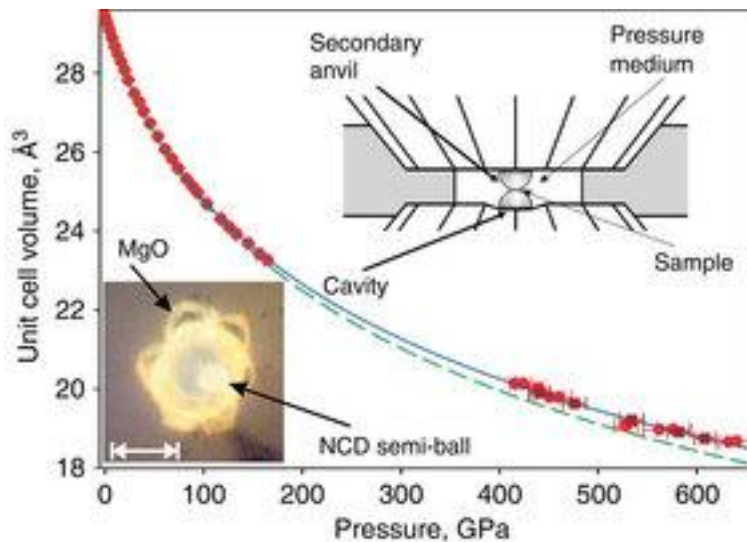
Нейтронная дифракция при высоких давлениях

Синхротронный источник
Поток на образце

$\sim 10^{16}-10^{18}$

$V \sim \mu\text{м}^3$

Экспозиция ~ 1 сек



Dubrovinsky, L. et al. Implementation of micro-ball nanodiamond anvils for high-pressure studies above 6 Mbar. Nat. Commun. 3:1163 doi: 10.1038/ncomms2160 (2012).

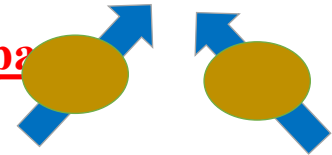
Нейтронный источник
Поток на образце

$\sim 10^6-10^9$

$V \sim 10-100 \text{ мм}^3$

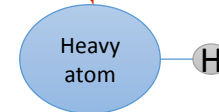
Экспозиция $\sim 2-10$ ч

Магнитная структура



магнитный фазовый или спин-переориентационный переходы

•Соединения содержащие легкие эл-ты:
H, D, Li, O ...



Структурный фазовый переход в молекулярных кристаллах, гидридах, гидратах и др...

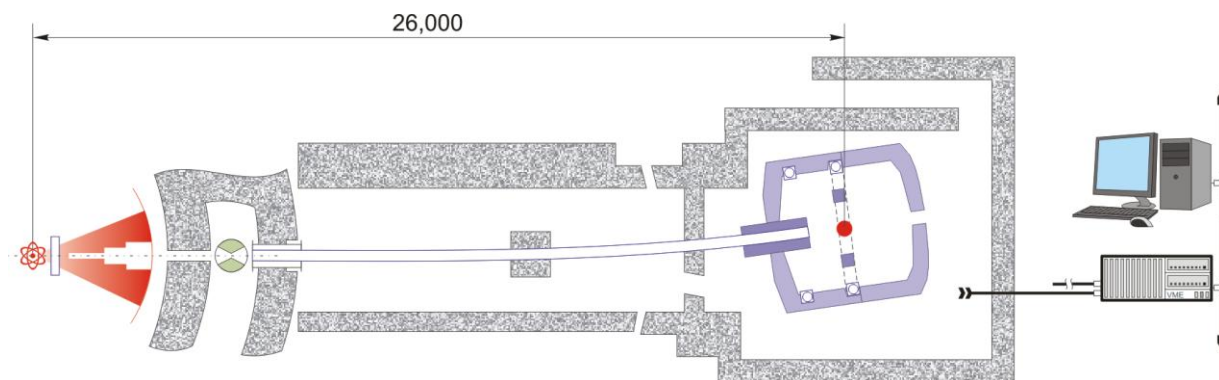
•Высокая проникающая способность: камеры давления, печи, магниты, рефрижераторы.

Нейтронная дифракция при высоких давлениях: современные установки на ведущих мировых нейтронных центрах

LLB (Франция): G6.1, ILL (Франция): D20, ISIS (Великобритания) – Pearl,
PSI (Швейцария): HRPT, SNS (США): SNAP, J-Parc (Япония): PLANET

ИБР-2 (Россия):

ДН-12 и новый ДН-6 дифрактометры



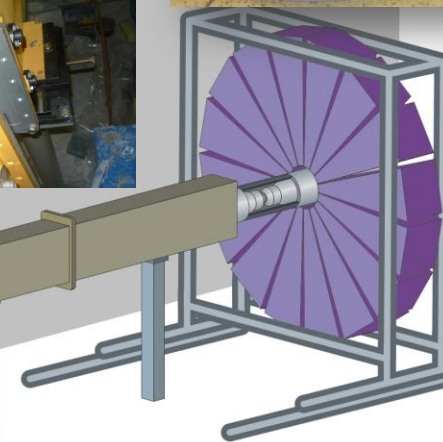
Плотность потока на образце:	1.5×10^6 n/cm ² /с	Разрешение :	
Длина канала:	26.0 м	при $2\theta=90^\circ$	0.022
Диапазоны:		при $2\theta=135^\circ$	0.012
длина волны	0.8 - 10 Å	Объем образца:	0.5-3 мм ³
углы рассеяния	45° - 135°	Диапазон давлений:	0-8 ГПа
межплоскостные	0.6 - 13 Å	Диапазон температур	10 - 300 К

Возможности дифрактометра ДН-12 в сравнении с аналогичными дифрактометрами на других европейских

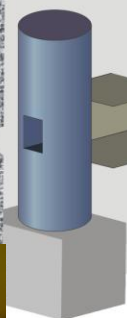
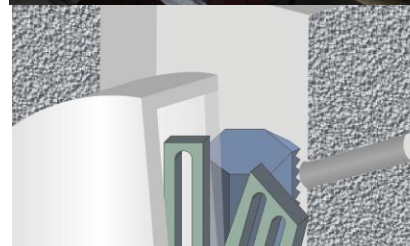
	Дифрактометр ДН-12 на ИБР-2М	Дифрактометр G6.1 на LLB	Дифрактометр Pearl на ISIS RAL
Межплоскостные расстояния	0.6-12 Å	3-60 Å	0.5-3.2 Å
Возможности	Кристаллическая и магнитная структура одновременно	Только магнитная структура	Только кристаллическ ая структура
Диапазон давлений	8 ГПа (Сапфировые наковальни) 	20 ГПа (азмазные наковальни) 7 ГПа (сапфировые наковальни)	10 ГПа (наковальни из карбида вольфрама)
Время эксперимента	 12-24 ч	4-12 ч	4-10 ч

Поток нейтронов и телесный угол детекторной системы **должны быть увеличены**

Новый высокоинтенсивный дифрактометр ДН-6 на 6 канале реактора ИБР-2



**Детекторная
система**



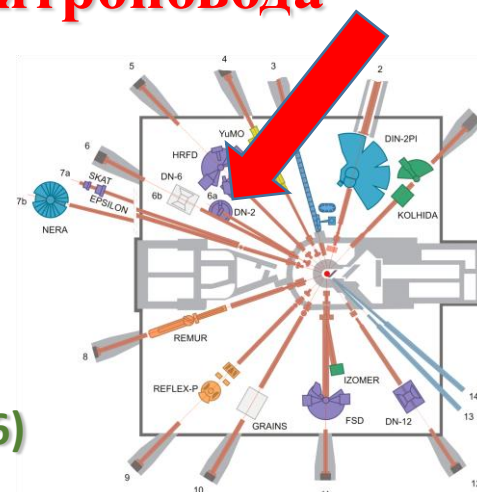
Хвостовая часть нейтроновода

Головная часть нейтроновода



Фоновый прерыватель

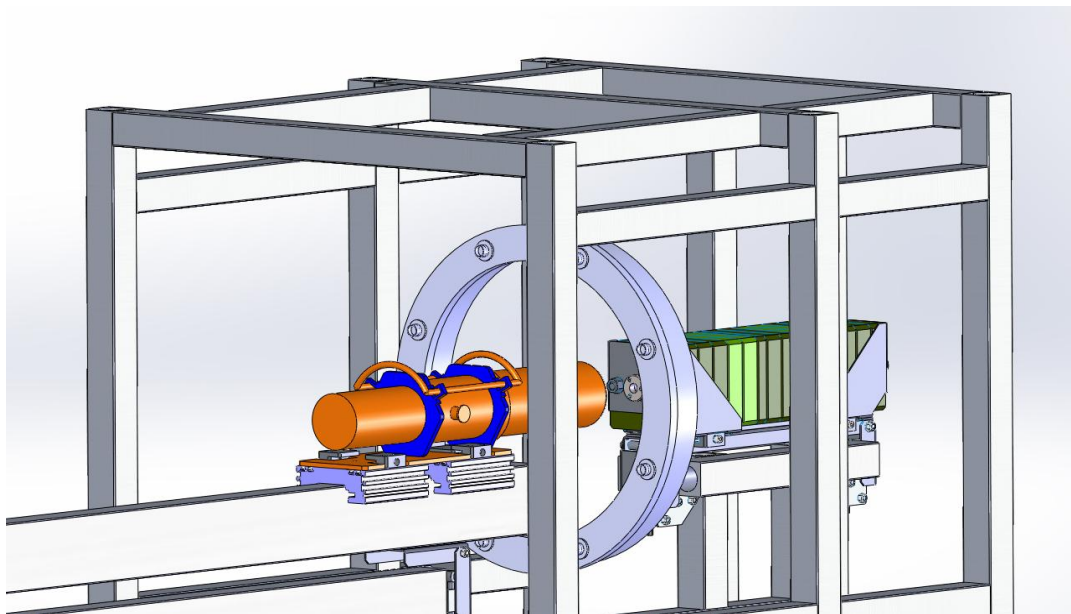
1. Наиболее яркий канал
2. Холодный замедлитель (2016)



Новый высокоинтенсивный дифрактометр ДН-6

Параметры	ДН-6	ДН-12
Плотность потока в положении образца	$\sim 6 \times 10^6$ н/см ² /с	$\sim 1.5 \times 10^6$ н/см ² /с
Расстояние:		
Замедлитель-образец	30.0 м	26.0 м
образец-детектор	0.5 м	0.4 м
Разрешение $\Delta d/d$ ($d=2$ Å)	$2\theta=90^\circ$: 0.011	$2\theta=90^\circ$: 0.012 $2\theta=45.5^\circ$: 0.022
Время съемки одной точки по давлению	2-20 ч	12-36 ч
Объем образца	0.003-2 мм ³	0.01-2 мм ³
Диапазон давлений	40 GPa (DAC) 10 GPa (WC) 8 GPa (сапфир)	10 GPa (WC) 8 GPa (сапфир)
12 кратное улучшение		

Дифрактометр ДН-6: детекторная система



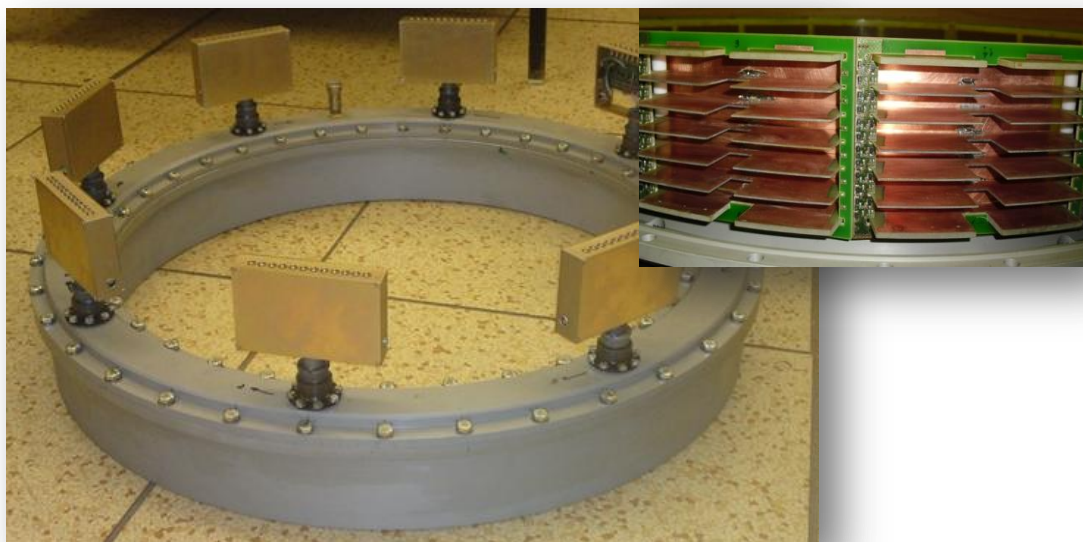
96 детекторных элементов

6 детекторных колец

He3+ наполнение (4 bar)

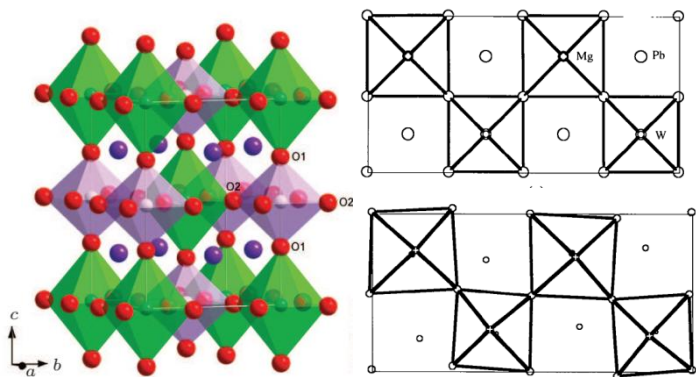
Электроника для контроля
эксперимента и накопления
экспериментальных
данных

**Специальное программное
обеспечение** для контроля
эксперимента и
конвертации данных



Дифрактометр ДН-6: результаты

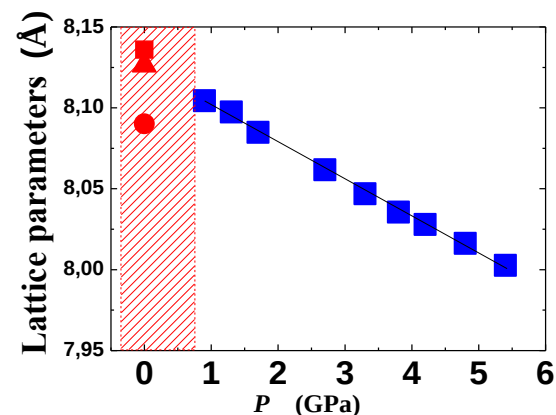
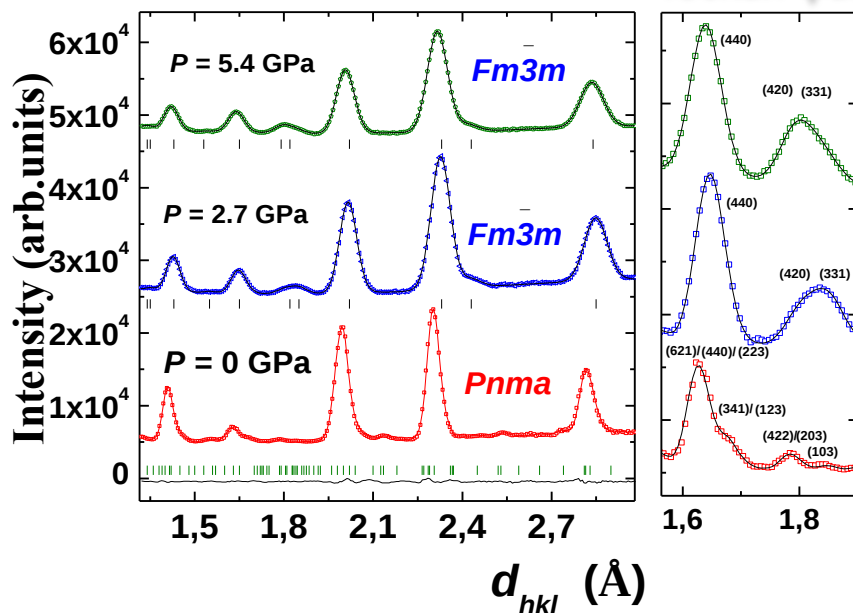
Индукированный давлением фазовый переход в двойном перовскитном антисегнетоэлектрике $\text{PbMg}_{1/2}\text{W}_{1/2}\text{O}_3$



Кубическая **Fm3m**
параэлектрическая
фаза

Орторомбическая
Pnma
антисегнетоэлектри
ческая фаза

структурный механизм
фазового перехода:
барические коэффициенты
параметров и объема
элементарной, длин
связей W-O and Mg-O



10 точек по давлению:

ДН-12 – 200 ч

ДН-6 - 20 ч

Дифрактометр ДН-6: результаты

Изучение кристаллической структуры при высоком давлении

мультиферроика DyMnO_3

Сложная магнитная структура

Исследование кристаллической структуры

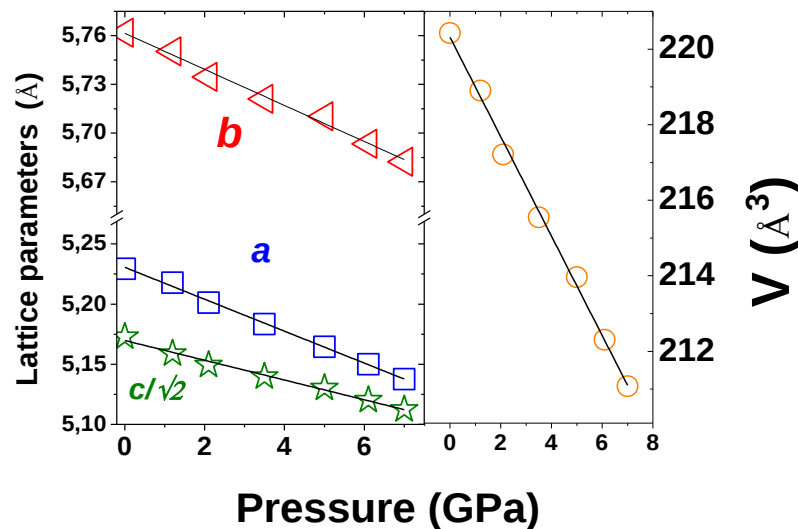
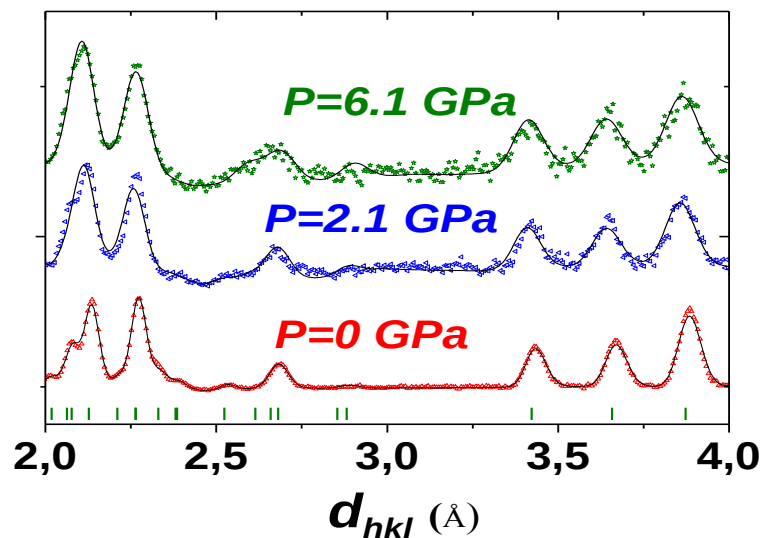
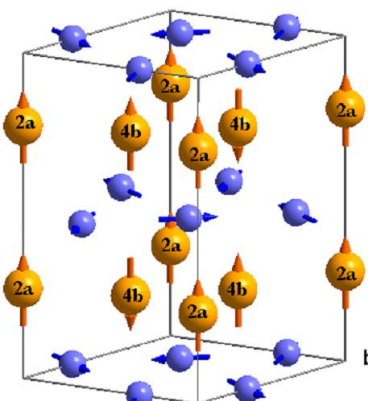
проблематично: высокое сечение

поглощения у Dy

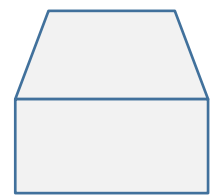
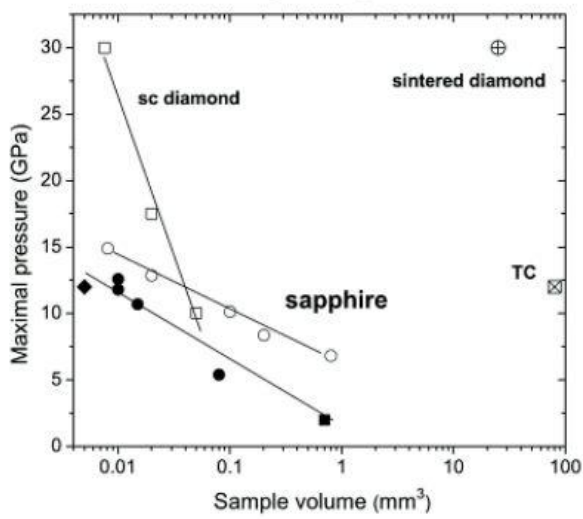
900 barn

Эксперименты на дифрактометре
ДН-12 не осуществимы

Эксперименты на ДН-6 успешны



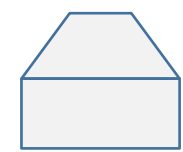
Дифрактометр ДН-6: методика сапфировых наковален



Диаметр площадки 4 мм

H = 1 мм
D = 2 мм

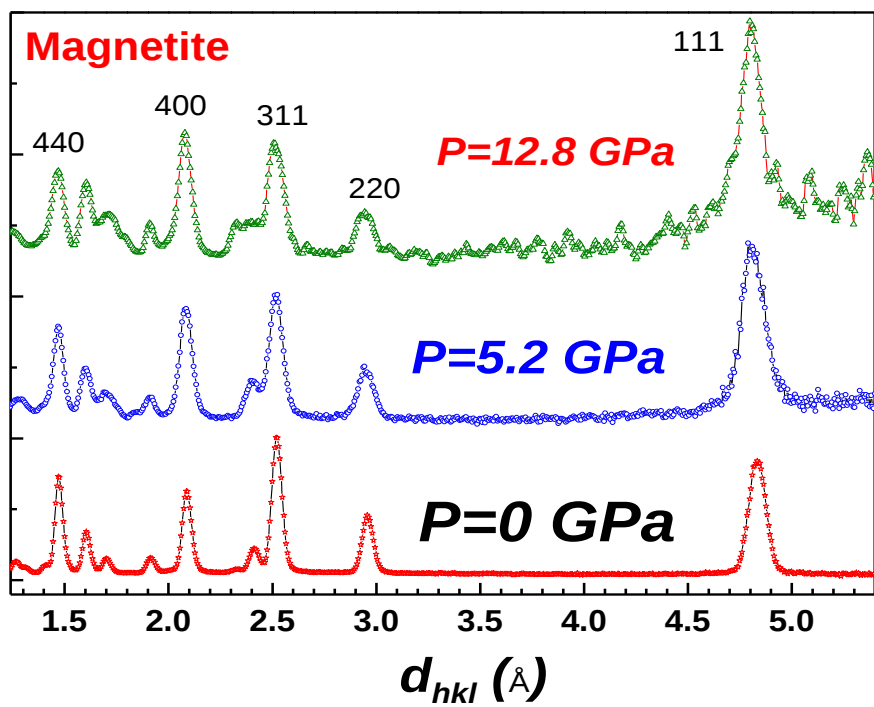
$V \sim 3 \text{ мм}^3$
 $P_{\text{max}} \sim 8 \text{ ГПа}$



Диаметр площадки 2 мм

H = 0.4 мм
D = 0.8 мм

$V \sim 0.2 \text{ мм}^3$
 $P_{\text{max}} \sim 13 \text{ ГПа}$



Магнетит Fe_3O_4

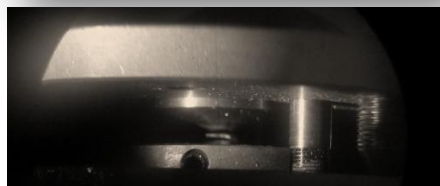
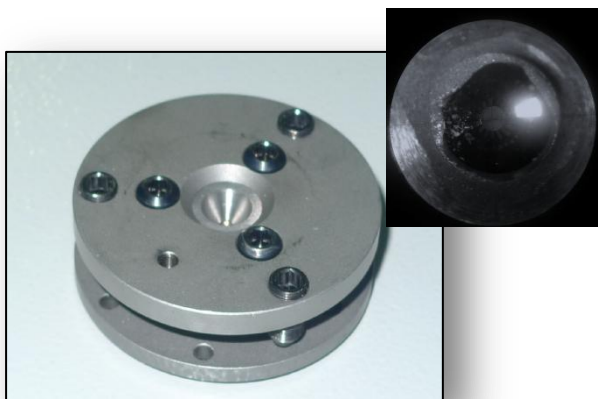
Давление до 12.8 ГПа

Температура до 5 К

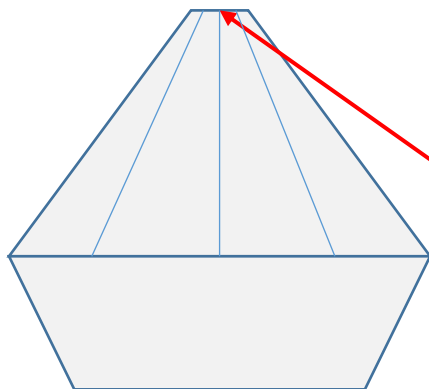
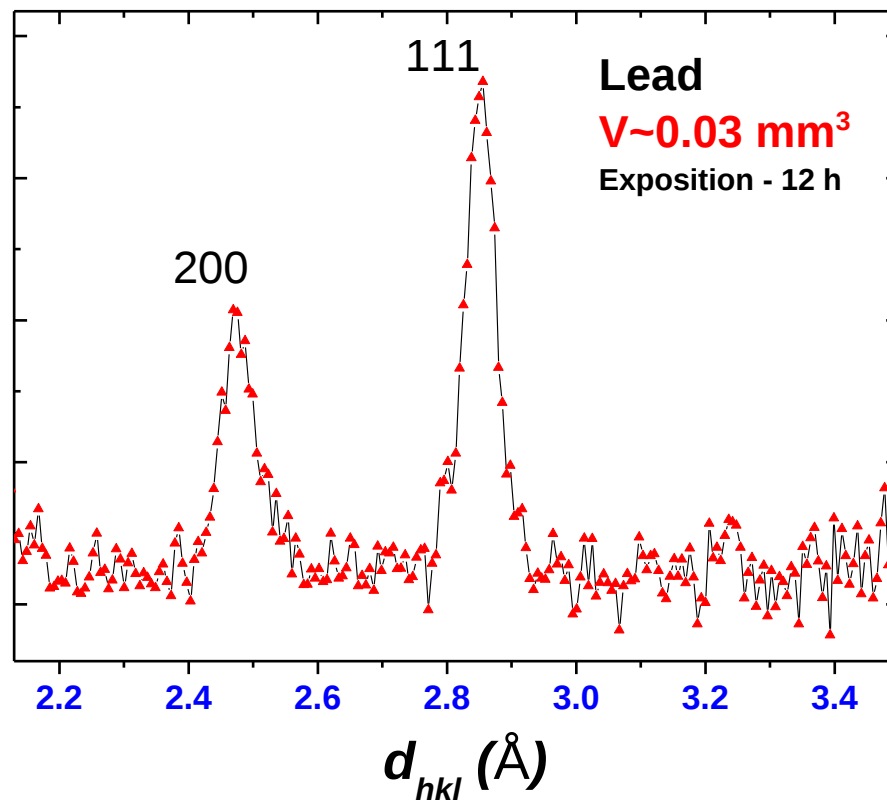
Время съемки одной P-T точки 4ч

Данные магнитной и кристаллической структуры

Дифрактометр ДН-6: методика алмазных наковален



Boehler-Almax Plate DAC



Диаметр площадки от 0.4 до 1.2 мм

Дифрактометр ДН-6: методика алмазных наковален

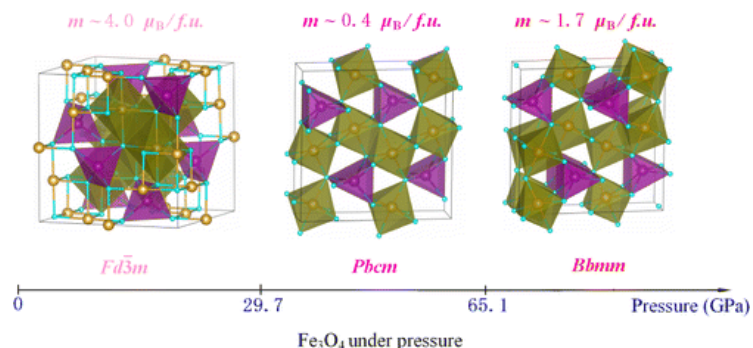
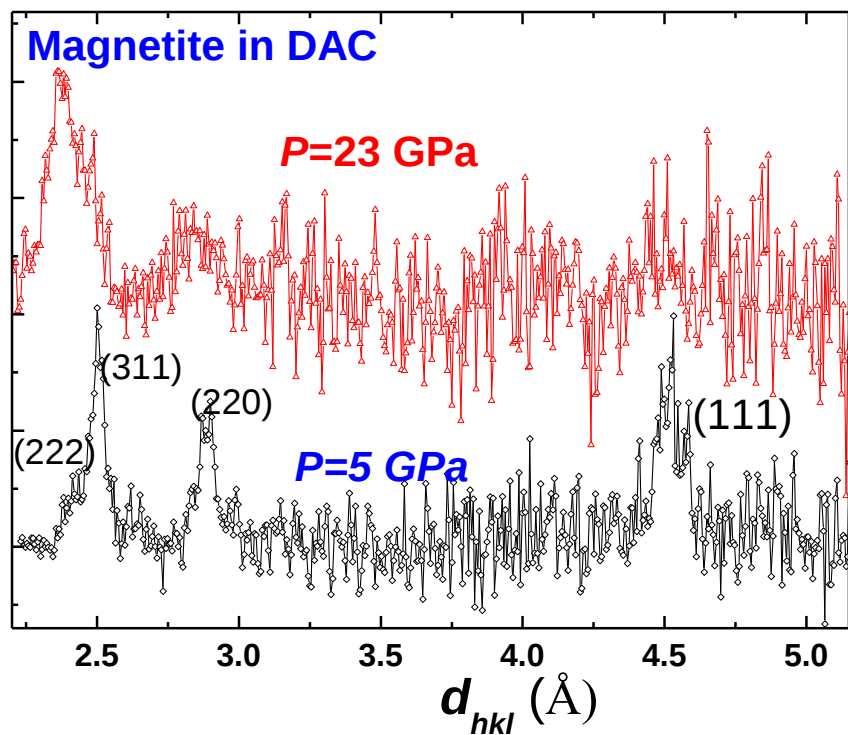
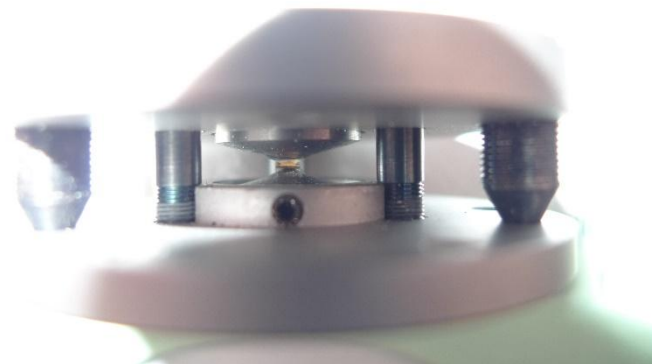


Диаметр пов-ти – **0.8 мм**

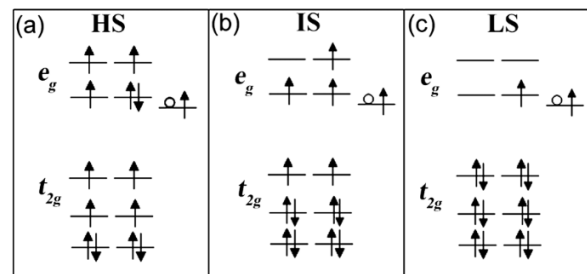
Объем об-ца – **0.05 мм³**

Давление - **21 ГПа**

Время экс-та – **48 ч**

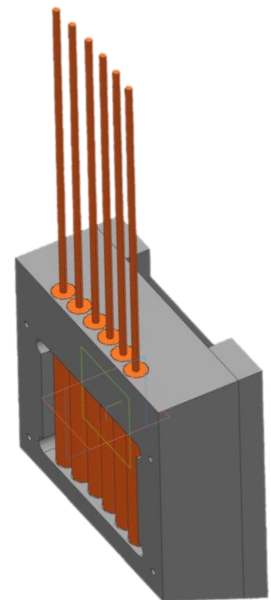
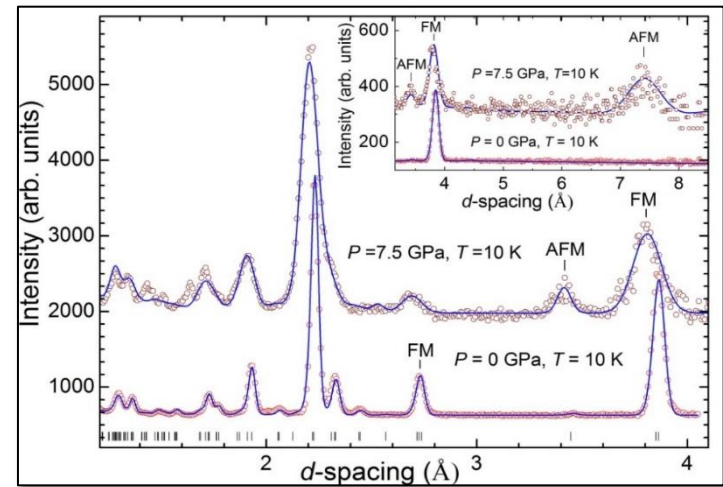
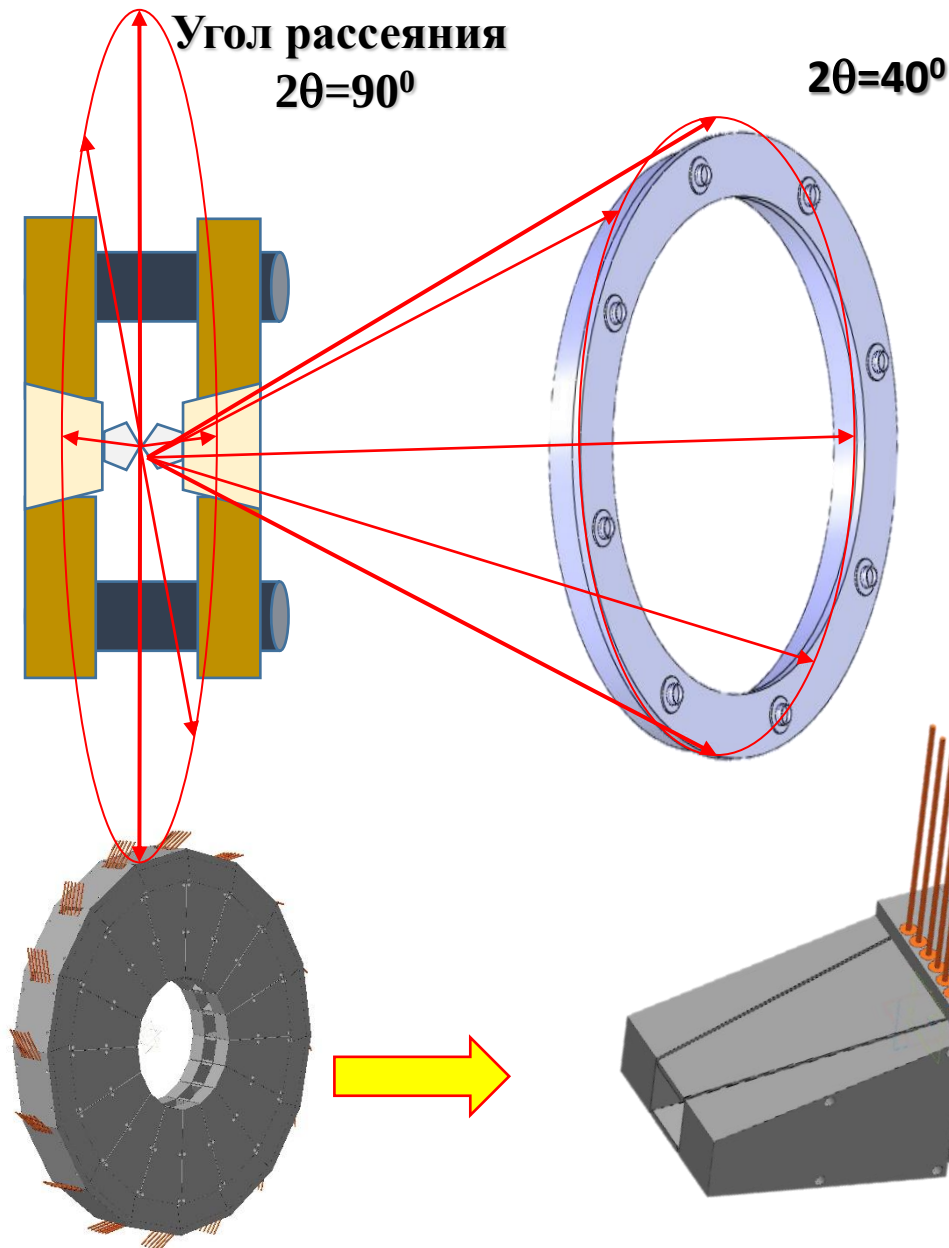


J. Am. Chem. Soc., **2012**, 134 (33), pp 13780–13786



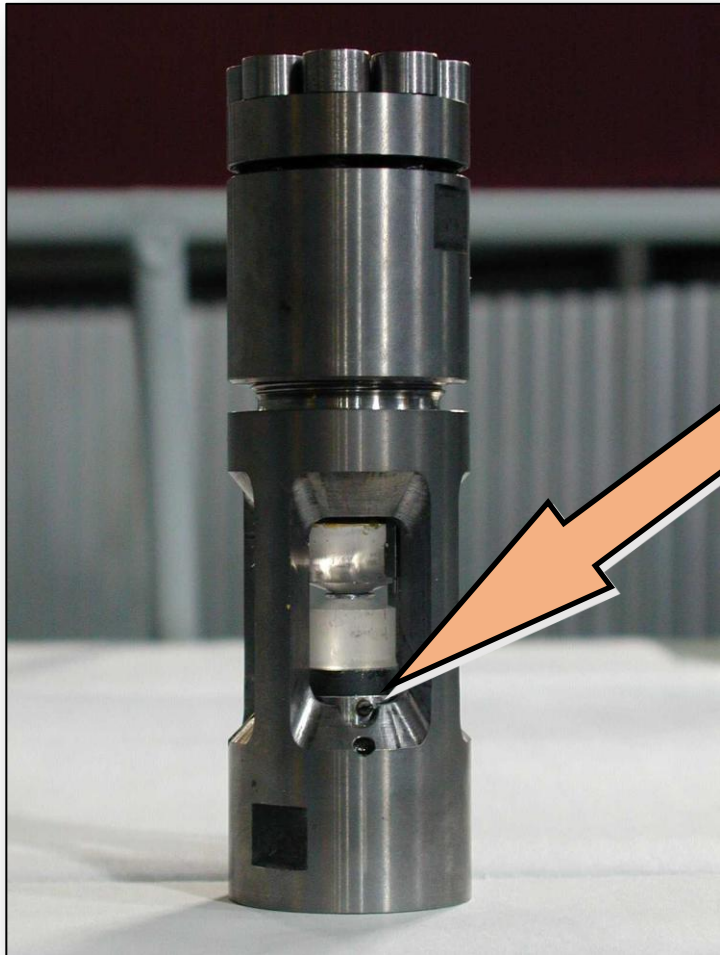
PRL 100, 045508 (2008)

Дифрактометр ДН-6: перспективы



**Спасибо за Ваше
внимание**

The high pressure cells with sapphire anvils



Maximum pressure is **8 GPa** = 80 000 atm

The high pressure cells with sapphire anvils

