Петербургский институт ядерной физики им. Б. П. Константинова (Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»





иSR-ИССЛЕДОВАНИЯ НА СИНХРОЦИКЛОТРОНЕ НИЦ «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ» - ПИЯФ

Воробьев С.И.

НАУЧНАЯ СЕССИЯ ОТДЕЛЕНИЯ ФИЗИКИ ВЫСОКИХ ЭНЕРГИЙ, 26 - 29 декабря 2023 г.









µSR-исследование магнитных свойств феррожидкости

Совместно: Объединенный институт ядерных исследований (Дубна); Horia Hulubei National Institute of Physics and Nuclear Engineering (Bucharest, Romania); «University POLITEHNICA of Bucharest (Bucharest, Romania)

Изучение феррожидкости на основе

Fe₃O₄ (4,7%) в D₂O

И

СоFe₂O₄ (0,5% и 3%) в H₂O

Исследуемая феррожидкость Fe₃O₄/2DBS/D₂O представляла собой суспензию нанодисперсного магнетита Fe_3O_4 в тяжелой воде D_2O_2 , стабилизированного ПАВ додецилбензолсульфанатовой кислотой 2DBS. Магнитные частицы вместе с окружающей их стабилизирующей кислотой имели средний диаметр d = 118,9 Å со стандартным отклонением о = 6,7 Å. Объемная концентрация магнитных частиц составляла 4,7%. Магнитное ядро из Fe₃O₄ имело средний диаметр 70 Å. В 1 мл феррожидкости- 0,244 г магнетита, а на 1 г Fe₃O₄ приходится 0,3 г ПАВ. Феррожидкость находилась в кювете из меди с суммарной толщиной стенок 100 мкм. Количество исследуемого вещества в направлении пучка составляло около 1,2 г/см²

Образцы феррожидкости CoFe₂O₄/LA/DDS-Na/H₂O представляли собой суспензии нанодисперсного феррита кобальта СоГе₂О₄ в бидистиллированной воде Н₂О, стабилизированные двумя слоями ПАВ (диэтилдитиокарбомат натрия (DDS-Na) и лоуриновая кислота(LA)). Объемная концентрация магнитных частиц составляла 0,5% и 3%. Средний диаметр 85 Å. При концентрации 3% в 1 мл феррожидкости содержалось 0,17г феррита кобальта, а на 1 г СоГе₂О₄ приходилось 0.25 г ПАВ.



Зависимость доли асимметрии мюонной компоненты от температуры в образцах



Изучение распределения магнитных наночастиц в эластомерной матрице

Образцы эластомера с объемной концентрацией 0%, 1%, 5%, 10%, 15% однодоменных наночастиц $CoFe_2O_4$ (покрытых слоем додецилсульфата натрия $NaCH_3(CH_2)_{11}OSO_3$ (SDS) и слоя лауриновой кислоты, $C_{11}H_{23}COOH$ (LA).

Sample volume=32cm³

Po :	$0_1 = 0\%$	at	H=0kA	/m
	+1 •/•			.,

- $P_1: \Phi_1=1\%$ at H=0kA/m;
- $P_2: \Phi_1=5\%$ at H=0kA/m;
- P₃:Φ₁=10% at H=0kA/m;
- P₄:Φ₁=15% at H=0kA/m.

$P_{1m}: \Phi_1=1\%$	at	H=80kA/m;
$P_{2m}: \Phi_1=5\%$	at	H=80kA/m;
$P_{3m}: \Phi_1=10\%$	at	H=80kA/m;
$P_{4m}: \Phi_1=15\%$	at	H=80kA/m.



В отличие от феррожидкостей, в эластомерной матрице направление легкой оси магнитных наночастиц друг относительно друга и с макроскопическим образцом фиксированы и не могут быть изменены внешним магнитным и электрическим полями. Однако направление легкой оси наночастиц в образце зависит от условий изготовления образца эластомера. Применение внешнего магнитного поля в процессе отверждения образца может изменить распределение частиц в объеме образца и распределение ориентации легкой оси наночастиц в пространстве.

Магнитные и другие свойства, представляющие интерес для практического применения эластомера, могут варьироваться в зависимости от концентрации и распределения наночастиц в объеме образца, а также от простого пространственного распределения наночастиц.



R = -OH, -CH=CH₂, -CH₃, or another alkyl or aryl group

Sample volume=32cm³

$P_0: \Phi_1=0\%$	at H=0kA/m;
$P_1: \Phi_1=1\%$	at H=0kA/m;
Ρ2:Φ1=5%	at H=0kA/m;
P ₃ : Φ ₁ =10%	at H=0kA/m;
$P_4: \Phi_1=15\%$	at H=0kA/m.

P _{1m} : Φ ₁ =1%	at	H=80kA/m;
P _{2m} : Φ ₁ =5%	at	H=80kA/m;
$P_{3m}: \Phi_1=10\%$	at	H=80kA/m;
$P_{4m}: \Phi_1=15\%$	at	H=80kA/m.



Рис. 1. Образцы эластомеров.





Фотография образца Р0 (0% наночастиц CoFe₂O₄) Фотография образца Р4 (15% наночастиц СоFe₂O₄)

Для исследования µSR-методом магнитных свойств магнитореологических эластомеров были изготовлена образцы в виде дисков диаметром 64 мм и толщиной 9 мм.

В качестве матрицы использована силиконовая резина (silicon rubber (SR), Globasil AD 27 type, from Globalchimica SRL), в которую перед полимеризацией вводилась феррожидкость. Феррожидкость с 3% концентрацией магнитных наночастиц в воде была стабилизирована с использованием в качестве ПАВ додецилсульфат натрия $CH_3(CH_2)_{11}SO_4Na$ с плотностью $\rho = 1.01 \ 2/cm^3$ и лауриновой кислоты $C_{11}H_{23}COOH$ с плотностью $\rho = 0.88 \ 2/cm^3$. Один *мл* феррожидкости содержал 0.17 *г* феррита кобальта, а на 1 *г* CoFe₂O₄ приходилось 0.25 *г* ПАВ.

Исследованные образцы были синтезированы в Институте технической химии УО РАН. Предварительно проводилось двукратное сепарирование наночастиц по размерам на центрифуге «Biofuge 15R» в течении 60 *минут* при 6000 *об/мин*.

Распределение частиц по размерам было исследовано в Центре перспективных технологий (Сколково) с использованием трансмиссионного электронного микроскопа высокого разрешения LEO 912 AB OMEGA с ускоряющим напряжением 120 кВ.

Распределение наночастиц по размерам аппроксимировано функцией логарифмически нормального распределения и определены следующие значения параметров: $D_0 = 7.8 \pm 0.1 \ \text{нм}, \ \sigma = 0.40 \pm 0.01 \ \text{нм}$ с математическим ожиданием $\overline{D} = D_0 \cdot exp(\sigma^2/2) = 8.5 \ \text{нм}$.

Подготовлено два набора образцов с концентрацией 0, 5, 10 и 15% с неупорядоченной и с упорядоченной ориентацией магнитных моментов наночастиц CoFe₂O₄.

Полимеризация образцов второго набора была проведена в магнитном поле 80 кА/м, перпендикулярном плоскости диска.

На рисунке 1 показано поведение асимметрии в зависимости от концентрации наночастиц в образце. Видно, что проводящие свойства образцов не зависят от концентрации примеси. Во всех образцах больше половины остановившихся мюонов образуют мюоний и быстро теряют поляризацию за время меньше 9 нс.

На рисунке 2 показано поведение параметра λ в зависимости от концентрации магнитных наночастиц в образцах. Наблюдается устойчивый рост скорости релаксации поляризации мюонов, остановившихся в образце, по мере увеличения количества наночастиц СоFe₂O₄ в исследуемых образцах. В образцах P_m с упорядоченным состоянием магнитных моментов наночастиц наблюдается небольшое замедление роста параметра релаксации поляризации с увеличением количества примесных наночастиц.



Рис. 1. Зависимость амплитуды прецессии спина мюона от величины концентрации CoFe₂O₄.



Рис. 2. Зависимость скорости релаксации поляризации мюона от концентрации наночастиц CoFe₂O₄: чёрные квадраты – Р образцы, синие треугольники – Р_m образцы и красная точка – медный образец.



Рис. Зависимость частоты прецессии спина мюона от концентрации наночастиц $CoFe_2O_4$ при температуре 290 К в магнитном поле H = 612 Гс: чёрные квадраты – Р образцы, синие треугольники – P_m образцы и красная точка – медный образец.





Рис. Зависимость скорости деполяризации мюона от магнитного поля: квадраты – эластомер Р4 (15% CoFe₂O₄), красные точки - образец эластомера Р2 (5% CoFe₂O₄), синие треугольники - феррожидкость 3% CoFe₂O₄, делённые на 5, зелёные треугольники – Cu.

Рис. Зависимость сдвига частоты прецессии спина мюона от величины внешнего магнитного поля при T = 290 К в эластомере P4 (15% CoFe₂O₄). Вид этой зависимости характерен для парамагнетика (суперпарамагнетика) во внешнем поле. Добавка к внешнему полю достигает почти 2 Гс (1.96(17) Гс).

Исследования необходимо продолжить

µSR-эксперименты по исследованию наноструктурного образца CuO



Образец оксида меди CuO впервые был изготовлен по новой технологии путем электродугового испарения графитового электрода, содержащего медь. Получены предварительные результаты измерения магнитной восприимчивости **χ**.

Исследования будут продолжены для температур ниже комнатной. Параллельно проводятся измерения магнитной восприимчивости χ на имеющемся в лаборатории криомагнетометре, позволяющем проводить исследования в магнитных полях до 0,5 кГс при температурах 180-300 К.



Рис. 1. Принципиальная схема экспериментальной установки



Рис. 2. Схема конструкции магнитометра: 1 – криогенератор; 2 – задающий соленоид; 3 – исследуемый образец; 4 – измерительный соленоид; 5 – опорный соленоид; 6 – вибрационная развязка; 7 – биметаллическая шахта криостата; 8 – вакуумная изоляция; 9 – верхний фланец криостата;

10 – держатель трансформатора взаимоиндукции; 11 – разъем для сигнальных проводов;

12, 13 – штуцеры для подвода и откачки хладагента; 14 – тепловая изоляция; 15 – тепловой перехват; 16 –экран для перехвата теплового излучения; 17 – первая ступень криогенератора

И.Ю. Иванов, А.А. Васильев, М.Е. Взнуздаев, С.И. Воробьев, А.Л. Геталов, С.А. Котов, П.А. Кравцов, А.В. Надточий, В.А. Трофимов. Измерение динамической магнитной восприимчивости сталей в криогенных условиях.

Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики, 2012, №3 (79) стр. 105 - 109.







Налажено сотрудничество с Лабораторией химии и спектроскопии углеродных материалов Отдела наноструктурированных материалов ОПР. Исследования посвящены изучению магнитных свойств наноструктурных образцов оксида меди СuO и эндометаллофуллеренов С⁶⁰@Fe (в перспективе и с редко-земельными ионами).

К настоящему моменту есть результаты измерения магнитной восприимчивости прекурсора FeC^x, а также образца эндометаллофуллерена Fe@C⁶⁰ в диапазоне температур 170К – 300К в нулевом магнитном поле. Результаты демонстрируются на рисунках:





Сигнал в единицах мВ пропорционален магнитной восприимчивости и должен быть отнормирован по результатам калибровки на магнитометре. Образцы отправлены для калибровки в СПбГУ.

Мы намерены в дальнейшем исследовать гистерезисные свойства этих материалов в магнитном поле, а также провести соответствующие µSR-измерения на ускорителе ПИЯФ.



Интересно магнитное взаимодействие между суперпарамагнитными частицами на примере наночастиц ферригидрита (номинальная химическая формула Fe₂O₃·nH₂O).

Во взаимодействующих частицах возникает две несвязанные (или слабосвязанные) магнитные системы - поверхностные спины и результирующий момент частиц. Соответственно, локальные магнитные поля в этих подсистемах будут разные, как за счёт магнитного окружения, так и за счёт разной скорости релаксации.

Идея такая – с помощью вращения спина мюона посмотреть магнитную релаксацию образца с взаимодействиями и без них. И попробовать по разнице спектров оценить влияние взаимодействий на динамику спинов.



Условия образования ферригидрита существенно влияют на физические свойства его наночастии, в частности, на его кристалличность взаимодействия между отдельными частииами. Магнитные U свойства, и соответственно применение, сильно зависят от структуры обеспечивает частицы. Плотное ядро наночастицам лучшие магнитные свойства и делает его более подходящим для применения в медицине, к примеру, для доставки лекарств или точечного теплового воздействия на очаги заболеваний в организме», — прокомментировал Юрий Князев. кандидат результаты исследования физиконаучный сотрудник математических наук, Института физики им. Л.В. Киренского Красноярского научного центра СО РАН.

https://ksc.krasn.ru/news/razmer_vazhen_tolko_krupnye_nanochastitsy_iz_b akteriy_mogut_primenyatsya_v_meditsine/?ysclid=lqlz9amc4h162159450

Замкнутая система охлаждения исследуемых образцов на базе современного криогенератора



Модернизация криогенной части µSR-установки вызвана, прежде всего, необходимостью сократить потери хладагента (гелия), которые на настоящий момент составляют 20%. Проведение мер изложенных ниже позволит снизить эти потери до минимума (~ 1%).

Для проведения µSR-исследований предлагается криостат с принудительной циркуляцией гелия по всему замкнутому криогенному контуру, где охлаждающий хладагент непосредственно обдувает исследуемый объект. Такая конструкция снизит потери хладагента до 1 – 1,5%, так как позволит отказаться от использования сосуда Дьюара.

Чтобы работа криостата и криогенератора была стабильной, а также исключить приток тепла **необходимо** организовать систему с высоким уровнем вакуума, это потребует **наличие турбомолекулярного насоса** с пультом управления и вакуумного контроля, **а также чиллер для отвода тепла**.

Для того, чтобы закончить модернизацию криогенной части µSR-установки требуется закупка иностранного оборудования:

№ п/п	Наименование иностранного оборудования, изготовитель, страна происхождения	Возможность закупки аналогов
1.	Турбомолекулярный насос Agilent	Ограничена, отечественных аналогов нет, возможна замена на другого производителя:
	Turbo-V 81-T, Agilent Technologies,	- Вакуумный Насос с Контроллером FF-100/150E, DN100ISO-К
	Германия.	Производитель: KYKY Technology Development LTD
		- Вакуумный Насос с Контроллером FF-63/80E DN63 ISO-К
		Производитель: KYKY Technology Development LTD
2.	Чиллер для охлаждения воды ОМІ	Ограничена, отечественных аналогов нет, возможна замена на другого производителя:
	CHA 11, STD OMI, Италия.	Чиллер RSA-U5, 12600 кКал/час (Китай)

Выполнение мероприятий по модернизации µSR-установки позволит завершить создание замкнутой системы охлаждения исследуемых образцов, что, в свою очередь, даст возможность проведения более полных исследований магнитных свойств материалов в температурном диапазоне от 20 К до 300 К.





Модернизация вакуумной системы

В ПИЯФ мюонный метод начал развиваться с 1976 года, когда был пущен в эксплуатацию мюонный канал синхроциклотрона (СЦ-1000). Мюонному каналу уже более 45 лет. На протяжении всего времени эксплуатации канал ни разу не модернизировался. В целях улучшения его характеристик и повышения возможностей µSR-установки предлагается понизить рассеяние пучка мюонов в канале. Для этого необходимо провести модернизацию вакуумной части канала. Улучшение вакуума приведет к увеличению интенсивности пучка, что даст выигрыш по временному набору статистических данных и позволит при коллимации уменьшить размер падающего на образец пучка с интенсивностью, не хуже существующей на настоящий момент, даст возможность уменьшить импульс ансамбля мюонов с 90 МэВ/с до 60 МэВ/с. Это позволит проводить исследования с образцами меньшими по диаметру и толщине, т.к. изготовление образцов больших размеров связано с большими затратами и не всегда возможно с технической точки зрения.

Газовая нагрузка в вакуумной части µ-канала определяется потоком теплового газовыделения с поверхности конструктивных материалов и неконтролируемым атмосферным натеканием через микротрещины, сварные швы, разъемные соединения и т.п. Для высоковакуумной откачки можно использовать молекулярный турбонасос ТМН-500. Предварительный вакуум для работы ТМН-500 создаст форвакуумный насос (ФН) AB3-20.

Сопутствующими и необходимыми приборами и материалами для успешной работы µ-канала являются:

Наименование	Кол-во, шт.
Вакуумметр цифровой	1
Вакуумметр стрелочный	1
Преобразователь (лампа ПМТ-2)	3
Преобразователь (лампа ПМИ-2)	3
Преобразователь (лампа ПМТ-4)	3
Вакуумные шланги	
Клапан эл. магнитный КМУ-25	2
Затвор вакуумный ЗВЭ-100	3
Вакуумметр теплоэлектрический блокировочный 13 ВТЗ-003	3
Азотная ловушка	1

иSR-ИССЛЕДОВАНИЯ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ ЛЕГИРОВАННЫХ МАНГАНИТОВ ЛАНТАНА



T/T_N (T_N = 66 K)

T/T, (T, = 66 K)

